



**HAL**  
open science

# Visualisation de fluxoides dans des réseaux 2D artificiels supraconducteurs

Katharina Runge

► **To cite this version:**

| Katharina Runge. Visualisation de fluxoides dans des réseaux 2D artificiels supraconducteurs.  
| Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 1993. Français. NNT : . tel-00356016

**HAL Id: tel-00356016**

**<https://theses.hal.science/tel-00356016>**

Submitted on 26 Jan 2009

**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

présentée par

**Katharina RUNGE**

POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR  
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER - GRENOBLE I  
SPECIALITE PHYSIQUE

---

## VISUALISATION DE FLUXOIDES DANS DES RESEAUX 2D ARTIFICIELS SUPRACONDUCTEURS

---

DATE DE SOUTENANCE: le 29 Octobre 1993

COMPOSITION DU JURY : L. LEVY (Président)  
R. P. HUEBENER  
O. G. SYMKO  
L. DUMOULIN  
B. PANNETIER

THESE PREPAREE AU SEIN DU CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES  
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -





## REMERCIEMENTS

J'ai eu la chance d'effectuer le travail présenté dans cette thèse au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, CNRS, dans un environnement international, dynamique et sympathique. Je remercie Monsieur P. MONCEAU, Directeur du CRTBT, de m'y avoir accueillie.

J'exprime mes remerciements à Monsieur le Professeur R. P. HUEBENER pour sa confiance à tout instant, son soutien et sa participation au jury. Je remercie également Monsieur L. LEVY, Professeur de l'Université Joseph Fourier, de l'honneur qu'il me fait en présidant le jury. Monsieur O. G. SYMKO, Professeur de l'Université de Salt Lake City, et Monsieur L. DUMOULIN, Directeur de Recherches du CNRS Orsay, se sont intéressés à ce travail et ont bien voulu siéger dans ce jury. Je les en remercie vivement.

Je tiens à exprimer toute ma sincère reconnaissance à Monsieur B. PANNETIER qui m'a proposé ce travail très varié, original et esthétique. Au cours de ces années, j'ai beaucoup appris par ses idées, par son aide et par son approche minutieuse et rigoureuse des problèmes expérimentaux et théoriques. J'ai apprécié la confiance et la sympathie qu'il m'a témoignées et son émerveillement devant chaque nouveau résultat.

Je suis consciente que de nombreuses difficultés ont pu être surmontées grâce à Monsieur J. CHAUSSY. Ses conseils et son aide m'ont été précieux et je tiens à l'en remercier vivement.

Monsieur J. GENESTE m'a appris l'art de fabriquer et de structurer des couches minces avec une patience et une gentillesse exceptionnelle. Son travail soigneux et son aide sans fatigue m'ont permis d'obtenir des échantillons de qualité. Je tiens à lui exprimer ici ma reconnaissance et ma sincère admiration.

Monsieur F. R. LADAN, LMM Bagneux, a eu la gentillesse de graver avec rapidité mes échantillons par plasma réactif. Sa contribution a été essentielle pour le résultat de ce travail. Je remercie aussi Th. FOURNIER pour sa disponibilité pour les analyses d'échantillons, A. SULPICE pour les mesures d'aimantation et P. XAVIER pour la mesure de longueur de pénétration.

J'ai apprécié l'aide que m'a apportée Monsieur J. L. GENICON dans l'utilisation d'un APPLE II GS. L'automatisation de l'expérience n'aurait pas pu se faire sans son programme machine et sans sa persévérance dans la détection de fautes de programmation. Monsieur P.

BUTAUD a su m'expliquer rapidement et efficacement l'utilisation d'un SUN. Je leur exprime ici ma gratitude.

Les discussions avec M. GIROUD ont toujours été éclaircissantes et stimulantes. J'ai beaucoup profité de son don d'analyser et d'expliquer simplement même les théories les plus compliquées. Je l'en remercie sincèrement.

Je remercie aussi H. COURTOIS et F. MARCENAT qui ont été mes précurseurs dans la mise au point de l'expérience de décoration, et P. AMIOT qui a su résoudre tous les problèmes chimiques.

Mes remerciements vont aussi à tous les membres du personnel du laboratoire pour leur disponibilité et leur gentillesse. Au cours de ces années, j'ai bénéficié de leur soutien et de leur aide la plus compétente.

Enfin je remercie mes amis Antonia, Birgit, Rédha, Monique, Hervé et Carley qui m'ont rendu la vie agréable et qui ont toujours su me distraire.

Ce travail a bénéficié du soutien financier de la Commission des Communautés Européennes.

# TABLE DES MATIERES

## Introduction

### Chapitre 1

<b>VORTEX DANS LES RESEAUX 2D SUPRACONDUCTEURS</b> .....	1
1.1. Etats fondamentaux dans les réseaux de fils.....	2
1.1.1 Approche de Ginzburg-Landau .....	2
1.1.2 Modèle de boucles de courant.....	6
1.2. Etats fondamentaux dans les réseaux de jonctions Josephson.....	11
1.2.1 Structures de Bravais.....	13
1.2.2 Structures interpolées .....	14
1.2.3 Comparaison de trois configurations de $f=\frac{5}{11}$ .....	17
1.2.4 Frustrations irrationnelles.....	19
1.2.5 Conclusion .....	19
1.3. Influence de la température .....	20
1.3.1 Piégeage de vortex.....	20
1.3.2 Effet d'inductance .....	22
1.3.3 Vortex et paires vortex-antivortex thermiques.....	23
1.3.4 Exemple d'un réseau de fils de pas de 1.5 $\mu\text{m}$ .....	24
1.4 Résultats antérieurs de visualisation d'états fondamentaux .....	25

### Chapitre 2

<b>METHODES DE VISUALISATION DE VORTEX</b> .....	1
2.1. Méthodes sensibles au champ magnétique.....	1
2.1.1 Diffraction de neutrons.....	1
2.1.2 Décoration magnétique.....	2
2.1.3 Méthode magnéto-optique .....	3
2.1.4 Holographie électronique .....	3
2.1.5 Microscopie à sonde de Hall à balayage .....	4
2.1.6 Microscopie à SQUID à balayage.....	5
2.2. Autres méthodes .....	5
2.2.1 Microscopie tunnel à balayage .....	5
2.2.2. Microscopie électronique à balayage à basse température.....	6



## Chapitre 3

<b>CHAMP MAGNETIQUE AU DESSUS D'UN RESEAU CARRE.....</b>	<b>1</b>
3.1. Calcul du profil du champ magnétique pour le cas.....	1
3.1.1 Hypothèses de base.....	1
3.1.2 Calcul du champ magnétique induit réduit .....	2
3.1.3 Calcul de l'inductance .....	3
3.1.4 Calcul du courant dans les fils.....	4
3.1.5 Calcul du champ magnétique .....	5
3.1.6 Calcul du facteur de contraste .....	5
3.2 Profil du champ magnétique d'un réseau particulier.....	6
3.2.1 Modulation magnétique en fonction de la hauteur.....	6
3.2.2 Inductance réduite en fonction de la hauteur.....	8
3.2.3 Facteur de contraste en fonction de la température.....	10
3.2.4 Profil du champ magnétique en fonction de la hauteur .....	11
3.3 Implication pour la décoration.....	14
3.3.1 Force magnétique sur une particule magnétique.....	14
3.3.2 Choix des paramètres du réseau.....	14
3.3.3 Trajectoire d'une particule magnétique .....	15
3.3.4 Nouvelle conception d'échantillons.....	15

## Chapitre 4

<b>TECHNIQUE DE DECORATION.....</b>	<b>1</b>
4.1. Principe .....	1
4.2. Cellule de décoration .....	3
4.2.1 Description générale.....	3
4.2.2 Portes-échantillon.....	4
4.2.3 Source d'évaporation.....	6
4.2.4 Caches.....	7
4.2.5 Bobine de champ.....	7
4.3 Montage électronique.....	9
4.3.1 Description générale.....	9
4.3.2 Alimentation pulsée.....	11
4.3.3 Automatisation de l'expérience.....	11
4.4. Optimisation des paramètres.....	12
4.4.1 Choix du matériau ferromagnétique .....	12
4.4.2 Puissance et durée du flash d'évaporation .....	13
4.4.3 Pression du gaz d'hélium .....	14
4.4.4 Distance entre filament et échantillon .....	15

4.4.5 Ordres de grandeur des énergies mises en jeu.....	15
4.4.6 Echauffement de l'échantillon pendant l'évaporation.....	15
4.5 Diffusion des particules de nickel dans le gaz.....	18
4.5.1 Données sur les particules de nickel.....	18
4.5.2 Thermalisation des atomes de nickel évaporé.....	19
4.5.3 Temps de décoration.....	20
4.5.4 Vérification expérimentale.....	21

## Chapitre 5

<b>FABRICATION D'ECHANTILLONS.....</b>	<b>1</b>
5.1. Préparation de couches minces.....	2
5.1.1 Couches minces de niobium.....	2
5.1.2 Couches minces de plomb.....	3
5.2. Caractérisation de couches minces.....	3
5.2.1 Diffraction de rayons X.....	4
5.2.2 Absorption anormale d'électrons.....	6
5.2.3 Microscopie tunnel.....	7
5.2.4 Réalisation d'un motif par photolithographie.....	8
5.2.5 Transition résistive.....	10
5.2.6 Estimation de la longueur de cohérence.....	11
5.2.7 Estimation de la longueur de pénétration.....	13
5.2.8 Mesure de la longueur de pénétration.....	14
5.2.9 Résultats et choix du matériau.....	16
5.3. Fabrication de réseaux.....	17
5.3.1 Dorure du dos du substrat.....	17
5.3.2 Lithographie électronique.....	18
5.3.3 Réalisation de motifs sur résine négative.....	20
5.3.4 Réalisation de masques en aluminium par lift-off.....	23
5.3.5 Gravure du niobium.....	29
5.3.6 Planarisation.....	34
5.3.7 Echantillon double-couche.....	36
5.4. Caractérisation de réseaux.....	37
5.4.1 Résistivité.....	37
5.4.2 Aimantation.....	41
5.4.3 Résultats et conclusion.....	42

## Chapitre 6

<b>RESULTATS ET DISCUSSION</b> .....	1
6.1 Décoration de couches minces.....	1
6.1.1 Couches minces de niobium.....	1
6.1.2 Couches minces de plomb .....	6
6.1.3 Conclusion.....	7
6.2 Décoration de réseaux .....	8
6.3 Décoration de réseaux double-couche .....	9
6.3.1 Echantillon niobium-silicium-niobium .....	9
6.3.2 Echantillon niobium-résine-niobium.....	11
6.3.3 Echantillon niobium-résine-plomb.....	12
6.3.4 Conclusion.....	13
6.4 Décoration de réseaux planarisés.....	14
6.4.1 Description générale .....	14
6.4.2 Frustration $f = 0.22$ .....	20
6.4.3 Frustration $f = 0.31$ .....	20
6.4.4 Frustration $f = 0.38$ .....	22
6.4.5 Frustration $f = 0.43$ .....	25
6.4.6 Frustration $f = 0.49$ .....	28
6.4.7 Frustration $f = 0.57$ .....	30
6.4.8 Frustration $f = 0.63$ .....	32
6.4.9 Frustrations $f = 0.80$ et $f = 0.87$ .....	34
6.4.10 Discussion.....	36

## Conclusion

## Références

## Annexes

# INTRODUCTION





## INTRODUCTION

Actuellement la physique des lignes de flux magnétique (vortex) dans les supraconducteurs suscite beaucoup d'intérêts. D'un point de vue théorique il s'agit de phénomènes cohérents et quantiques, et d'un point de vue appliqué les mouvements de vortex sont cause de dissipation, grandeur à maîtriser pour toutes les applications.

Les réseaux supraconducteurs ont d'abord été proposés comme modélisation théorique du désordre dans certains matériaux supraconducteurs [1]. Grâce aux nouvelles techniques de microfabrications, il est aujourd'hui devenu possible de réaliser des échantillons physiques. En particulier, les réseaux supraconducteurs consistent en petites grilles de taille submicronique réalisées en matériau supraconducteur. La topologie bien maîtrisée du réseau constitue une modélisation de structures rencontrées en physique du solide.

Des vortex apparaissent en refroidissant un échantillon en dessous de la température de transition et sous un champ magnétique. En choisissant le champ de manière à avoir un nombre rationnel de quanta de flux en moyenne par cellule du réseau, des phénomènes de frustration apparaissent. On attend, au lieu du réseau triangulaire de vortex comme dans les supraconducteurs de type II, un arrangement complexe qui dépend du champ magnétique et de la géométrie du réseau (effet de dimensionnalité). Ces états plus ou moins commensurables influencent fortement les propriétés du réseau supraconducteur, résultant par exemple en oscillations de la température de transition, du courant critique et de l'aimantation [2]. Cependant, les mesures de transport ne donnent que des informations moyennées sur l'ensemble de l'échantillon. Beaucoup de questions intéressantes, reliées à la connaissance détaillée de la configuration de vortex restent encore ouvertes. Notre étude a donc pour objet la mise au point d'une technique de visualisation des vortex par décoration de la surface d'un échantillon supraconducteur avec des particules magnétiques puis l'application à des réseaux de fils carrés de différentes frustrations.

Plusieurs études théoriques ont permis d'aboutir à des prédictions très détaillées sur la distribution du flux dans un réseau 2D supraconducteur sous champ magnétique [3,4,5]. Les deux classes de réseaux sont les réseaux de fils et les réseaux de jonctions Josephson. Dans le chapitre 1, nous donnerons un résumé des calculs et nous présenterons les prédictions des configurations de vortex pour différentes frustrations. Nous nous intéresserons à l'influence de la température car les prédictions sur les états fondamentaux ne sont strictement que proche de  $T_c$  pour les réseaux de fils et à température nulle pour les réseaux de jonctions Josephson. La température de transition de nos réseaux est de 9.1 K tandis que la décoration est effectuée à 4.2 K. Finalement, nous présenterons les deux études antérieures de visualisations de vortex dans un réseau.

Plusieurs méthodes ont été développées pour visualiser des vortex dans un supraconducteur. Dans le chapitre 2, nous donnerons une vue d'ensemble des méthodes existantes et de leur domaine d'application. Pour l'expérience de décoration, le profil de champ magnétique au-dessus d'un échantillon constitue un paramètre important : des particules magnétiques doivent être attirées par les gradients de champ magnétique dûs à la présence de vortex. Ce calcul est présenté dans le chapitre 3 pour un réseau supraconducteur carré de frustration  $f = \frac{1}{2}$ .

La mise en pratique de la méthode de décoration demande un ajustement minutieux des paramètres qui entrent en jeu. Dans le chapitre 4, nous décrirons en détail la mise au point et le fonctionnement de l'expérience.

Une étape importante de ce travail a été la fabrication d'échantillons submicroniques. Des techniques sophistiquées ont dûes être appliquées et souvent optimisées. Le chapitre 5 est consacré à la préparation et à la caractérisation de couches minces puis de réseaux de niobium, et à la fabrication de réseaux planarisés et d'échantillons double-couches.

Les résultats de décoration des divers échantillons sont rassemblés en chapitre 6. En particulier dans les réseaux planarisés, nous observons des états dont l'ordre dépend fortement de la frustration. Des parois de domaines et des lacunes sont systématiquement trouvées.

## Chapitre 1

# VORTEX DANS LES RESEAUX 2D SUPRACONDUCTEURS





# 1. VORTEX DANS LES RESEAUX 2D SUPRACONDUCTEURS

En-dessous de la température de transition de phase  $T_c$ , un supraconducteur se trouve dans un état cohérent décrit par une fonction d'onde complexe  $\Psi = |\Psi|e^{i\varphi}$ , où  $\Psi$  représente le paramètre d'ordre,  $|\Psi|$  l'amplitude de la fonction d'onde et  $\varphi$  la phase. La densité de paires de Cooper de l'état supraconducteur est donnée par  $|\Psi|^2$ . La transition de phase est du second ordre car, venant des basses températures,  $|\Psi|$  approche zéro progressivement en approchant  $T_c$ .

Contrairement aux vortex dans un supraconducteur massif ou dans une couche mince, les vortex dans les réseaux supraconducteurs n'ont pas de coeur normal. Ils sont uniquement composés d'un supracourant permanent circulant dans les fils autour de la cellule traversée par un certain flux magnétique. Nous parlerons de vortex bien qu'il s'agisse plutôt de fluxoïdes quantifiés. Seulement si l'effet Meissner des fils est complet, le flux magnétique qui traverse la cellule sera un nombre entier de quanta de flux.

Plusieurs études théoriques ont permis d'aboutir à des prédictions très détaillées sur la distribution du flux dans un réseau 2D supraconducteur sous champ magnétique [1,2,3]. Les deux classes de réseaux sont les réseaux de fils et les réseaux de jonctions Josephson. Les réseaux de fils sont composés de filaments unidimensionnels et entièrement supraconducteurs, connectés les uns aux autres aux noeuds du réseau. Les réseaux de jonctions Josephson consistent en îlots supraconducteurs faiblement couplés par des liaisons Josephson. Traditionnellement, des approches de calcul différentes sont utilisées pour ces deux systèmes dont la physique est très semblable.

Dans le premier paragraphe de ce chapitre, nous présenterons les résultats d'arrangements de vortex calculés pour les réseaux de fils par deux méthodes différentes. L'approche de Ginzburg-Landau est valable très proche de la température de transition car il s'agit d'un calcul en champ moyen, où la longueur de cohérence supraconductrice doit être supérieure à la largeur des fils [1]. C'est la seule méthode qui permet de calculer en même temps les variations d'amplitude et de phase du paramètre d'ordre. Le deuxième calcul utilise le modèle de boucles de courant [4]. Ce modèle est valable à des températures en-dessous de  $T_c$  car on part de l'expression d'énergie libre de Ginzburg-Landau dans la limite de London. L'amplitude du paramètre d'ordre est donc supposée constante sur l'ensemble du réseau et seulement des variations de phase sont considérées. On obtient une distribution des courants dans les fils et une bonne approximation de l'énergie d'un arrangement de vortex.

Le deuxième paragraphe sera consacré aux réseaux de jonctions Josephson. Les configurations de vortex sont calculées par simulation Monte-Carlo du modèle XY à

température zéro. Le résultat donne la distribution des phases dans le réseau.

## 1.1. Etats fondamentaux dans les réseaux de fils

Deux approches ont été proposées pour déterminer l'état fondamental d'un réseau de fils sous champ magnétique. La première consiste en une extension de l'équation de Ginzburg-Landau à des réseaux [1]. Elle est comparable au calcul d'Abrikosov pour déterminer le réseau de vortex dans un supraconducteur de type II. La deuxième, plus récente, repose sur un modèle d'interactions entre des boucles de courant [4] et s'applique à des réseaux pour des températures en-dessous de  $T_c$ .

Dans les paragraphes suivants, nous donnerons un résumé des deux approches et les résultats pour l'état fondamental du réseau carré de taille infinie pour plusieurs frustrations rationnelles.

### 1.1.1 Approche de Ginzburg-Landau

Le premier calcul présenté dans ce paragraphe repose sur la théorie de Ginzburg-Landau (GL par la suite) [5,6]. Les fluctuations thermiques sont négligées. Proche de  $T_c$ , la longueur de cohérence  $\xi(T)$  est supérieure à la largeur des fils  $d$ , ce qui justifie l'approximation du champ moyen.

L'énergie libre  $F$  de l'état supraconducteur est donnée par l'expression suivante :

$$F = \int d\mathbf{r} \left( \alpha |\Psi(\mathbf{r})|^2 + \frac{1}{2} \beta |\Psi(\mathbf{r})|^4 + \frac{1}{2m^*} \left| \left( -i\hbar \nabla - \frac{2e}{c} \mathbf{A}(\mathbf{r}) \right) \Psi(\mathbf{r}) \right|^2 + \frac{\mathbf{h}^2(\mathbf{r})}{8\pi} \right) \quad (1.1)$$

où  $m^*$  est la masse effective et  $2e$  la charge d'une paire de Cooper,  $\mathbf{A}(\mathbf{r})$  le potentiel vecteur  $\mathbf{h}(\mathbf{r})$  le champ magnétique microscopique.  $\beta$  est une constante et  $\alpha$  dépend de la température à travers la longueur de cohérence  $\xi(T)$  comme :

$$\alpha = - \frac{\hbar^2}{2m^*} \frac{1}{\xi^2(T)}$$

$$\text{ou} \quad \alpha = - \frac{\hbar^2}{2m^* \xi^2(0)} \left( 1 - \frac{T}{T_c(0)} \right) \quad (1.2)$$

où  $T_c(0)$  est la température de transition à champ magnétique nul. Une double minimisation de  $F$  par rapport au paramètre d'ordre et au potentiel vecteur donne les deux équations de GL :

$$\frac{\hbar^2}{2m^*} \left[ \left( -i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right)^2 - \frac{1}{\xi^2(T)} \right] \Psi + \beta |\Psi|^2 \Psi = 0 \quad (1.3a)$$

$$\mathbf{j} = -\frac{e\hbar}{m^*} \left[ \Psi^* \left( i\nabla + \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right) \Psi + c.c. \right]$$

ou

$$\mathbf{j} = \frac{2e\hbar}{m^*} |\Psi|^2 \left( \nabla \phi - \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right) \text{ si } \nabla |\Psi| = 0 \quad (1.3 b)$$

avec la condition aux limites :

$$\left( -i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right) \Psi \Big|_n = 0$$

Pour  $T$  très près de  $T_c$ , la première équation de GL peut être linéarisée car le paramètre d'ordre reste proche de zéro. Elle est alors donnée par l'expression suivante :

$$\left( -i\nabla - \frac{2\pi}{\phi_0} \mathbf{A} \right)^2 \Psi = E \Psi, \text{ et par les conditions aux limites} \quad (1.4)$$

$E = E(H) = \frac{1}{\xi_c^2(T)}$  est donc une valeur propre associée à la fonction propre  $\Psi$ , dont la valeur minimale  $E_{\min}(H) = \frac{1}{\xi_c^2(T)}$  donne la ligne de transition de phase. Dans le supraconducteur massif, les solutions de l'équation (1.4) sont les niveaux de Landau des paires de Cooper libres. Par-contre, dans les réseaux il faut résoudre les équations pour chaque géométrie avec les conditions aux limites appropriées.

Les solutions décrivent les états d'équilibre très près de  $T_c$  mais ne sont plus strictement valables à des températures plus basses où il faut tenir compte des termes non-linéaires. Cependant, la variation du paramètre d'ordre est continue en fonction de la température et on s'attend à trouver des solutions très semblables pour  $T \leq T_c$  et  $T \ll T_c$ .

Le premier pas est de choisir une combinaison linéaire  $\Psi_0$  des états propres dégénérés  $\Psi$  correspondant à la valeur propre minimale:  $\Psi(\mathbf{r}) = K \Psi_0(\mathbf{r})$ .  $\Psi_0$  est normalisée à 1 avec l'amplitude correspondante  $K$ .

En présence d'un champ magnétique extérieur, il faut minimiser l'énergie libre de Gibbs



obtenue par une transformation de Legendre à partir de l'énergie libre. On fait les hypothèses suivantes : le champ démagnétisant est zéro car l'échantillon est cylindrique, et les propriétés importantes sont indépendantes de l'axe Z si le champ est appliqué suivant Z car l'échantillon est réduit au plan XY. Après un calcul des variations et plusieurs transformations, l'amplitude moyenne du paramètre d'ordre est donnée par l'expression suivante :

$$\langle |\Psi(\mathbf{r})|^2 \rangle = \Psi_\infty^2(0) \frac{1}{\beta_A} \left[ 1 - \frac{T}{T_c} - \frac{2m^* \xi^2(0)}{\hbar^2} E_{\min} \right] \quad (1.5)$$

La densité de paires de Cooper à l'intérieur d'un supraconducteur de taille infinie à température zéro  $\Psi_\infty^2(0)$  et la longueur de cohérence  $\xi(0)$  sont des caractéristiques du matériau.

L'influence de la géométrie du réseau est introduite par l'énergie  $E_{\min}(H)$  et par le paramètre d'Abrikosov généralisé  $\beta_A = \frac{\langle \Psi_i^4 \rangle}{\langle \Psi_i^2 \rangle^2}$ . On appelle  $\beta_A$  aussi le taux de participation, dont la minimisation permet de connaître l'état de configuration stable parmi les états dégénérés.

Généralement la détermination des valeurs propres de l'équation (1.4) sur un réseau est très compliquée. Cependant, un formalisme a été développé qui simplifie considérablement le problème pour un réseau 2D plan sous un champ magnétique perpendiculaire à sa surface. Près de la température de transition, la largeur  $d$  des fils est inférieure à la longueur de cohérence  $\xi$ . Le paramètre d'ordre est donc uniforme sur la section des fils et ils peuvent être considérés comme unidimensionnels. L'équation de GL linéarisée peut alors être ramenée à un système d'équations où seulement les valeurs du paramètre d'ordre aux noeuds du réseau entrent en jeu [7,8]. Pour un noeud  $j$  connecté par  $j = 1$  à  $n$  fils aux  $n$  noeuds voisins  $i$ , l'équation générale a été donnée pour la première fois par Alexander [9,10] :

$$\sum_j \left[ -\Psi_i \cot \frac{I_{ij}}{\xi} + \Psi_j \frac{\exp(i\gamma_{ij})}{\sin(I_{ij}/\xi)} \right] = 0 \quad (1.6)$$

où  $\Psi_i$  est le paramètre d'ordre au noeud  $i$ ,  $I_{ij}$  est la longueur du fil reliant les noeuds  $i$  et  $j$  et  $\gamma_{ij} = \frac{2\pi}{\phi_0} \int_i^j \mathbf{A}_{\parallel} ds_{ij}$  la circulation du potentiel vecteur le long du fil.

Nous présentons maintenant les résultats pour un réseau carré de taille infinie et de frustration  $f = \frac{p}{q}$ . La frustration est définie comme le flux magnétique moyen par cellule en unité du quantum de flux  $f = \frac{\phi}{\phi_0}$ . Les solutions de l'équation (1.4) à partir desquelles l'état fondamental est construit, sont  $q$  fois dégénérées. L'expression générale du paramètre d'ordre

$\Psi_{mn} = \Psi_m e^{in}$  au noeud  $mn$  s'écrit comme :

$$\Psi_{mn} = \sum_{k=0}^{q-1} C_k \Psi_{m-k} \exp\left(2i\pi nk \frac{\phi}{\phi_0}\right) \quad (1.7)$$

où les coefficients complexes  $C_k$  sont déterminés par la minimisation de  $\beta_A$ .  $\langle \Psi_i^4 \rangle$  et  $\langle \Psi_i^2 \rangle$  doivent donc être calculées pour une super-cellule de  $q \times q$  cellules du réseau. La densité de paires de Cooper  $|\Psi(\mathbf{r})|^2$  et les supracourants sont ensuite déterminés à partir de l'équation (1.3b).

Des résolutions numériques ont été effectuées pour  $p = 1$ ,  $q = 2, 3$  et  $5$  par Wang et al. [1] dont les résultats sont montrés en figures 1.1.a). L'épaisseur des traits correspond à la densité de paires de Cooper  $|\Psi|^2$ , et les cellules entourant un vortex sont indiquées par une flèche.

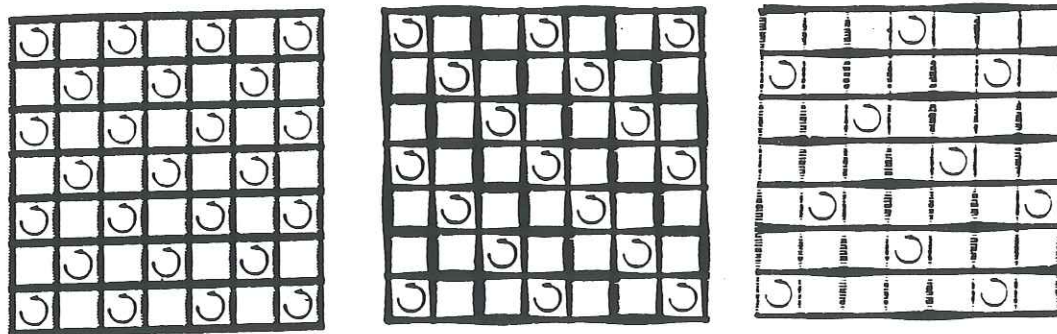
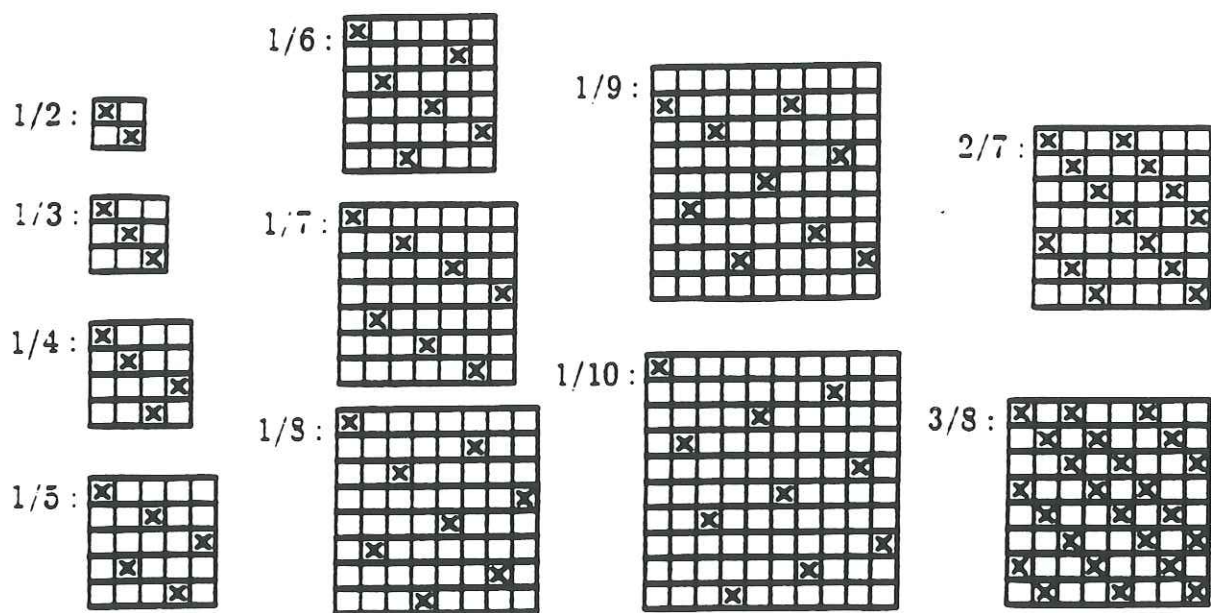


Fig. 1.1 a): Etat fondamentaux d'un réseau carré pour les frustrations  $f = \frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{3}$  et  $\frac{1}{5}$ . L'épaisseur des traits correspond à la densité de paires de Cooper [1].

Une étude plus étendue a été effectuée par Niu [11]. Les configurations des états fondamentaux étudiés sont montrées dans la figure 1.1b) où les amplitudes du paramètre d'ordre ne sont pas représentées.



*Fig. 1.1 b): Etat fondamentaux d'un réseau carré pour plusieurs frustrations. Dans cette figure, uniquement les positions des vortex sont représentées sans amplitudes du paramètre d'ordre [1].*

Dans le cas  $f = \frac{1}{2}$  (figure 1.1a)), le paramètre d'ordre a la même amplitude sur tout le réseau tandis que pour les autres frustrations, il varie considérablement. La phase du paramètre d'ordre varie de  $2\pi$  sur un vortex. L'amplitude du paramètre d'ordre est diminuée autour du vortex et le long des lignes de courants, par rapport à sa valeur dans les fils sans courant.  $|\Psi|$  atteint sa valeur maximale dans les fils sans courant.

### 1.1.2 Modèle de boucles de courant

Un autre calcul pour obtenir la configuration de vortex est basé sur un modèle de boucles de courant interagissantes développé par Chi et al. [4], à partir de l'approximation des équations de GL dans la limite de London [10], où l'amplitude du paramètre d'ordre est supposée constante sur tout le réseau. On ne tient donc compte que des variations de phase. En conséquence, ce calcul est valable pour des températures en-dessous de  $T_c$ , dans l'intervalle de température où la longueur de cohérence est plus petite que le pas du réseau mais plus grande que la largeur des fils.

Le but est de trouver la configuration de vortex pour laquelle l'énergie totale du système est minimale. On part de l'énergie libre dans la limite de London d'amplitude constante donnée



par l'expression suivante :

$$F = \sum_{\langle ij \rangle} I_{ij} \left[ \left( \frac{1}{\xi^2} + \alpha_{ij}^2 \right) |\Psi|^2 + \frac{1}{2} \beta |\Psi|^4 \right] \quad (1.8)$$

où  $\alpha_{ij} = \nabla \varphi - 2\pi A / \phi_0$  est proportionnel au supracourant dans le fil de longueur  $I_{ij}$  entre les noeuds  $i$  et  $j$ . Le courant peut être calculé en utilisant la conservation du courant et la quantification du fluxoïde. La température de transition est déterminée par l'approche de zéro du préfacteur de  $|\Psi|^2$  où  $I_{ij}$  et  $\alpha_{ij}$  sont redéfinis en unité du pas caractéristique  $a$  du réseau :

$$\left( \frac{a}{\xi(0)} \right)^2 \left[ 1 - \frac{T_c(H)}{T_c(0)} \right] = \frac{\sum_{\langle ij \rangle} I_{ij} \alpha_{ij}^2}{\sum_{\langle ij \rangle} I_{ij}} = \frac{U}{\Lambda} \quad (1.9)$$

$U$  est appelée l'énergie totale du réseau et  $\Lambda$  est la longueur intégrale des fils. Pour rendre plus transparente la physique du réseau, le formalisme reposant sur les courants à travers un fil entre deux noeuds est transformé en un formalisme de boucles de courant. L'énergie totale se réécrit alors comme :

$$U = \sum_m L_{mm} \alpha_m^2 - \sum_{\langle mn \rangle} l_{mn} \alpha_m \alpha_n = \alpha^t (L - l) \alpha \quad (1.10)$$

où  $\alpha$  est un vecteur d'état,  $L$  une matrice diagonale avec comme éléments les périmètres des boucles  $L_{mm}$  et  $l$  une matrice symétrique avec comme éléments les longueurs  $l_{mn}$  séparant la boucle  $m$  et  $n$ .

Le premier pas consiste à trouver le vecteur d'état fondamental satisfaisant les conditions de quantification du fluxoïde :

$$(L - l) \alpha = L \alpha^{(0)} \quad \text{ou} \quad \alpha^{(0)} = 2\pi L^{-1} (\mathbf{f} - \mathbf{N}) \quad (1.11)$$

où  $\mathbf{f}$  est un vecteur décrivant le flux magnétique appliqué en unité de  $\phi_0$  par cellule c'est à dire la frustration, et  $\mathbf{N}$  est un vecteur donnant la vorticit  de chaque cellule. Le vecteur  $\alpha^{(0)}$  décrit donc la configuration de courant sans tenir compte des interactions entre les boucles de courant ou vortex, mais le vecteur de l'état fondamental peut  tre calcul  par l' quation (1.11). Remplacement de  $\alpha$  dans l'expression de  $U$  nous donne l' quation suivante :

$$U = \alpha^{(0)t} L (L - l)^{-1} L \alpha^{(0)} \quad \text{ou} \quad U = (2\pi)^2 (\mathbf{f} - \mathbf{N})^t (L - l)^{-1} (\mathbf{f} - \mathbf{N}) \quad (1.12)$$

U peut être calculée directement par cette formule pour des petits réseaux mais pour des réseaux infinis ou non-périodiques, l'inversion de la matrice  $(L - l)$  devient très compliquée. Un développement en série de puissances de  $l$  peut simplifier le calcul. On introduit des variables en unités réduites  $\alpha' = \sqrt{L}\alpha$ ,  $l' = \frac{1}{\sqrt{L}}l - \frac{1}{\sqrt{L}}$  et un potentiel  $v' = \frac{1}{1-l'}$  d'interaction des boucles de courant, proportionnel à  $(L - l)^{-1}$ . Le développement en série de puissance de  $l$  signifie que pour un calcul d'ordre  $n$ , il faut tenir compte de toutes les possibilités d'interactions entre deux cellules séparées par  $n$  fils.

Le réseau infini carré a été étudié en détail [4]. Par exemple, pour un calcul d'ordre 2, il faut tenir compte de l'interaction de la boucle de courant avec elle-même (le même fil est franchi 2 fois), avec le premier voisin linéaire et avec le voisin diagonal. Il faut donc calculer U pour toutes les configurations de vortex possibles. Cependant, quelques arguments physiques ont été donnés pour approcher l'arrangement de plus basse énergie.

- La loi des sommes impose le nombre de fluxoïdes dans le réseau comme étant égal au flux magnétique appliqué en unité de  $\phi_0$  :  $\sum_m \mathbf{f} = \sum_m \mathbf{N}_m$ .
- L'énergie d'une boucle isolée augmente proportionnellement au carré de la différence entre sa vorticité et la frustration. La vorticité est définie comme le nombre de quantum de flux que comporte la cellule.
- Il suffit de considérer les frustrations  $0 \leq f \leq \frac{1}{2}$  car les états sont symétriques par rapport à  $f = \frac{1}{2}$ .
- Les cellules de vorticité 1 doivent être placées le plus loin possible les unes des autres où la distance est définie comme le nombre minimal de fils qui sont traversés.
- Pour une même distance entre 2 cellules de vorticité 1, l'emplacement pour lequel il n'existe qu'une possibilité d'accès est favorisé (par exemple, les voisins linéaires séparés par une cellule "vide" sont préférés aux voisins diagonaux).

Plusieurs gammes de frustration ont été étudiées [4] :

$$\frac{1}{5} < f \leq \frac{1}{4}, \quad \frac{1}{4} \leq f < \frac{1}{3} \quad \text{et} \quad \frac{1}{3} \leq f \leq \frac{1}{2}.$$

En figures 1.2 a)-e) sont donnés trois exemples de réseaux de vortex pour la gamme  $\frac{1}{5} < f \leq \frac{1}{4}$  correspondant à des frustrations de  $\frac{1}{5}$  (fig. 1.2 a) et b)),  $\frac{2}{9}$  (fig. 1.2 c) et d)), et  $\frac{3}{14}$  (fig. 1.2 e)).

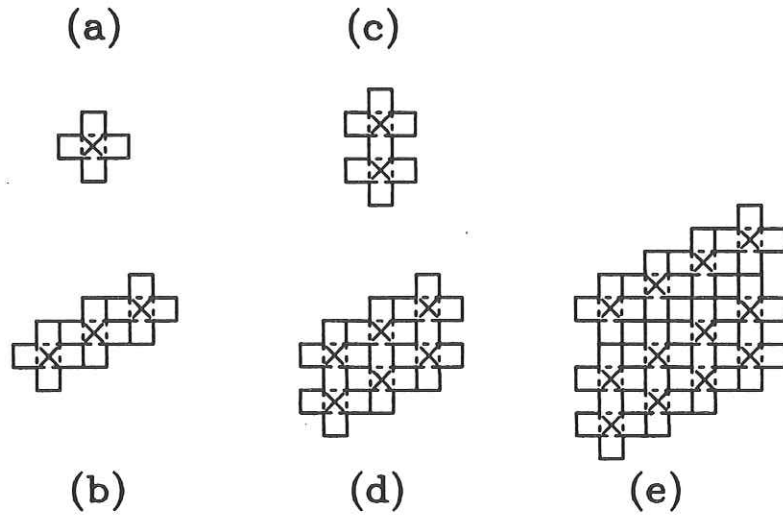


Fig. 1.2 : Distribution de fluxoïdes pour  $\frac{1}{5} \leq f \leq \frac{1}{4}$ .

a) Ensemble élémentaire (singlet).

b) Arrangement dense de singlets, correspondant à  $f = \frac{1}{5}$ .

c) Ensemble élémentaire (doublet).

d) Arrangement dense de doublets, correspondant à  $f = \frac{2}{9}$ .

e) Arrangement dense de nombre égal de singlets et de doublets, correspondant à  $f = \frac{3}{14}$  [4].

Pour cette gamme de frustration, une cellule de vorticité 1 peut toujours être entourée en premier voisin de 4 cellules de vorticité 0. Cet ensemble élémentaire est représenté en figure 1.2a). Dans la structure plus dense, 2 boucles de courants ne sont séparées que d'une cellule vide commune. Les réseaux de vortex pour d'autres frustrations de cette gamme peuvent être construits par combinaison des ensembles élémentaires.

En figures 1.3 a)-e) sont donnés trois exemples de réseaux de vortex pour la gamme  $\frac{1}{4} \leq f < \frac{1}{3}$  correspondant à des frustrations de  $\frac{1}{4}$  (fig. 1.3 a) et b)),  $\frac{2}{7}$  (fig. 1.3 c) et d)), et  $\frac{3}{11}$  (fig. 1.3 e)).

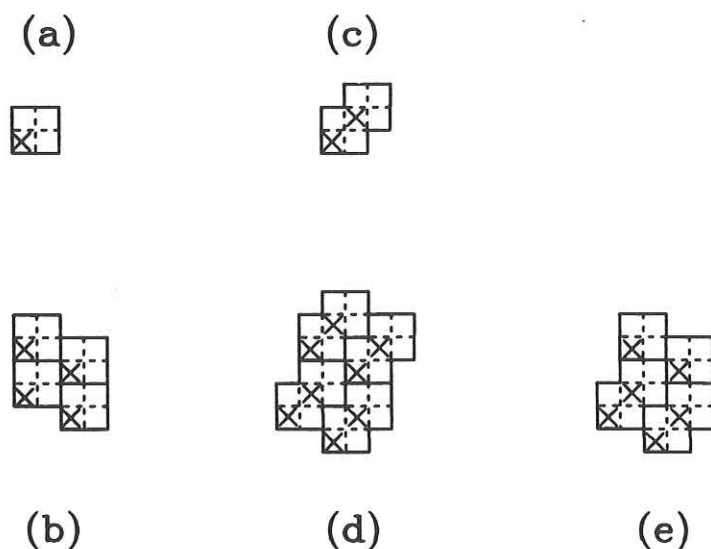


Fig. 1.3 : Distribution de fluxoïdes pour  $\frac{1}{4} < f \leq \frac{1}{3}$ .

a) Ensemble élémentaire (singulet carré).

b) Arrangement dense de singulets carrés, correspondant à  $f = \frac{1}{4}$ .

c) Ensemble élémentaire (doublet).

d) Arrangement dense de doublets carrés, correspondant à  $f = \frac{2}{7}$ .

e) Arrangement dense de nombre égal de singulets et de doublets, correspondant à  $f = \frac{3}{11}$  [4].

L'ensemble élémentaire le plus simple est composé ici de 4 cellules avec un vortex dans un coin. Comme pour la gamme de frustration précédente, les réseaux de vortex peuvent être construits à partir d'ensembles élémentaires. Des voisins diagonaux apparaissent car la densité de vortex devient trop importante pour les séparer linéairement.

Un exemple intéressant est le cas  $f = \frac{1}{4}$  où deux configurations de périodicité  $4 \times 4$  cellules, d'énergie dégénérée ont été trouvées (voir figure 1.6 dans le paragraphe suivant).



En figures 1.4 a)-c) sont donnés trois exemples de réseaux de vortex pour la gamme  $\frac{1}{3} \leq f \leq \frac{1}{2}$  correspondant à des frustrations de  $\frac{1}{3}$  (fig. 1.5 a),  $\frac{2}{5}$  (fig. 1.5 b) et  $\frac{3}{8}$  (fig. 1.5 e)).

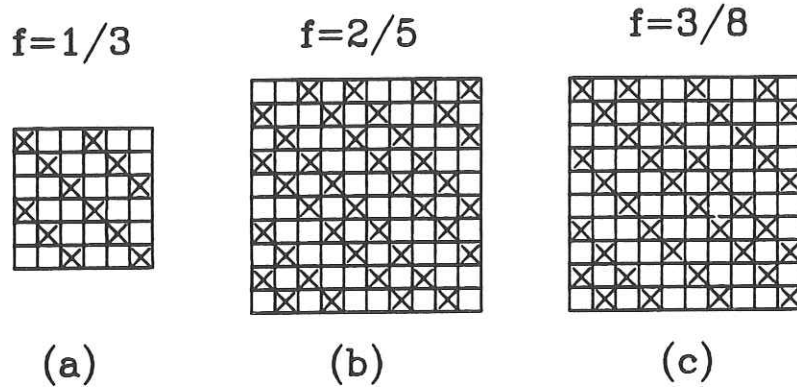


Fig. 1.4 : Distribution de fluxoïdes pour  $\frac{1}{3} \leq f \leq \frac{1}{2}$ .  
a) chaînes infinies de vortex arrangés en diagonale pour  $f = \frac{1}{3}$ .  
b) Arrangement plus dense de chaînes infinies pour  $f = \frac{2}{5}$  et  
c) pour  $f = \frac{3}{8}$  [4].

Des chaînes infinies de vortex arrangés en diagonale se forment à partir de la frustration  $f = \frac{1}{3}$ . Plus la frustration augmente plus les chaînes se rapprochent jusqu'à la configuration en damier de  $f = \frac{1}{2}$ . Ces résultats sont en accord avec les états en escalier prédits pour les réseaux de jonctions Josephson par simulation numérique du modèle XY [2] présentés plus loin.

## 1.2. Etats fondamentaux dans les réseaux de jonctions Josephson

Un réseau de jonctions Josephson est composé d'un ensemble d'îlots supraconducteurs connectés par des liaisons faibles. L'amplitude du paramètre d'ordre  $\Psi = |\Psi|e^{i\varphi}$  est donc constante sur tout le réseau et son état est déterminé par la distribution de phase  $\varphi_i$  des îlots supraconducteurs. Le supracourant  $\mathbf{j}_{ij}$  circulant entre deux îlots ou noeuds  $i$  et  $j$  et la tension  $V_{ij}$  sont donnés par les équations de Josephson :

$$\mathbf{j}_{ij} = \mathbf{j}_c(T) \sin(\Delta\varphi_{ij} - \mathbf{A}_{ij}) \quad (1.13a)$$

$$V_{ij} = \frac{\hbar}{2e} \frac{\partial}{\partial t} (\Delta\varphi_{ij} - \mathbf{A}_{ij}) \quad (1.13b)$$



$$\text{avec } A_{ij} = \frac{2\pi}{\phi_0} \int_i^j A dl$$

$j_c(T)$  est le courant critique de la jonction dépendant de la température,  $t$  le temps. L'énergie de couplage entre deux noeuds est donnée par  $E_{ij} = -E_J \cos(\Delta\phi_{ij} - A_{ij})$  où  $E_J$  est une énergie de couplage. La frustration  $f$  apparaît dans la sommation de  $A_{ij}$  autour d'une cellule du réseau où  $\sum A_{ij} = 2\pi f$ . Elle est donc périodique en  $q \times q$ .

Les réseaux de jonctions Josephson sous champ magnétique perpendiculaire constituent une réalisation physique du modèle XY frustré : en identifiant l'orientation des spins dans le modèle XY à la phase  $\phi_i$  du paramètre d'ordre dans l'îlot  $i$  du réseau de jonctions, le même hamiltonien décrit alors les deux systèmes. L'hamiltonien s'écrit comme :

$$H = -E_J \sum_{ij} \cos(\Delta\phi_{ij} - A_{ij}) \quad (1.14)$$

$H$  est périodique en  $f$  de période 1 et symétrique par rapport à  $f = \frac{1}{2}$ . Il suffit donc d'étudier l'intervalle de frustration entre  $f = 0$  et  $f = \frac{1}{2}$ .

Les calculs de l'état fondamental se font sur des réseaux de taille infinie par simulations Monte-Carlo avec des conditions aux limites périodiques. Les fluctuations thermiques sont négligées, donc on se place à température nulle. La longueur de pénétration est choisie en bonne approximation comme tendant vers l'infini. Le problème de ces simulations est qu'un doute subsiste toujours car le système peut se trouver dans un minimum local et non pas dans le minimum global.

Une classification des configurations est donnée dans les paragraphes suivants [3].

### 1.2.1 Structures de Bravais

Les configurations les plus simples ont été trouvées pour des frustrations  $f = \frac{p}{q}$ ,  $p = 1$  et  $q \neq 7$ . Elles consistent en approximations du réseau triangulaire, distordu par la géométrie carré du réseau sous-jacent, et sont appelés structures de Bravais [3]. Quelques exemples sont donnés en figure 1.5.

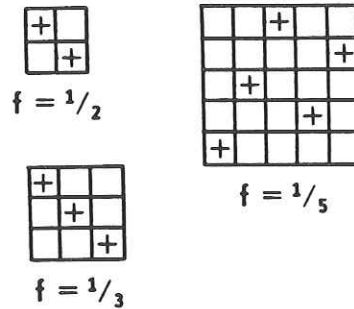


Fig. 1.5: Structures de Bravais pour quelques frustrations  $f = \frac{1}{q}$  [12].

Deux frustrations font exception à la règle. Le cas  $f = \frac{1}{7}$  sera décrit dans le prochain paragraphe, car il fait partie des structures interpolées. En effet, sa structure de Bravais est loin d'être triangulaire. Pour le cas  $f = \frac{1}{4}$ , il existe deux configurations d'énergie dégénérée, représentées en figure 1.6.

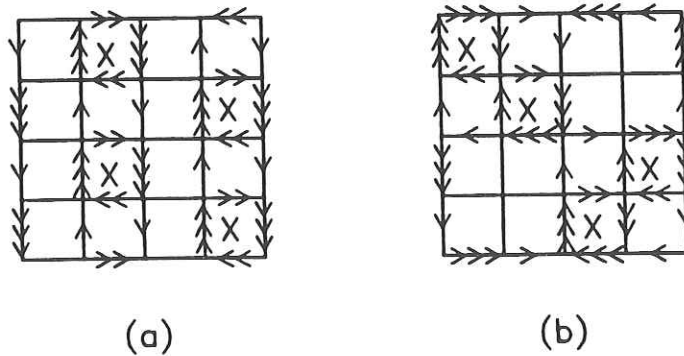


Fig. 1.6: Les deux configurations dégénérées pour  $f = \frac{1}{4}$  [3,4].

- a) Le courant est périodique en  $4 \times 4$  cellules, la phase du paramètre d'ordre en  $8 \times 8$  cellules.
- b) Le courant et la phase sont périodiques en  $4 \times 4$  cellules.

Les courants des deux configurations sont périodiques en  $4 \times 4$  cellules tandis que la phase de la configuration a) est périodique en  $8 \times 8$  cellules [3]. La même dégénérescence a été trouvée pour les réseaux de fils d'après le modèle de boucles de courant où la périodicité de  $8 \times 8$  cellules dans la phase n'a pas pu être déterminée [4].

Les arrangements de vortex sont donc les mêmes que ceux trouvés pour les réseaux de fils. Remarquons cependant que l'état fondamental pour  $f = \frac{1}{4}$  calculé par l'approche Ginzburg-Landau donne la configuration a) [11].

### 1.2.2 Structures interpolées

La plupart des configurations consiste en structures interpolées qui sont formées de domaines d'une ou de plusieurs structures de Bravais, séparées par des parois suivant la direction (1,1). Les domaines ressemblent à de longues bandes étroites. Un exemple, déjà mentionné plus haut, est le cas  $f = \frac{1}{7}$  qui est construit de structures de Bravais de  $\frac{1}{6}$  et  $\frac{1}{8}$ , périodique en  $14 \times 14$  cellules.

Les configurations de frustrations entre  $\frac{1}{3}$  et  $\frac{1}{2}$  ont été étudiées en détail. Une approche systématique des structures interpolées simples a été proposé par Halsey [13] : le réseau est découpé en structure quasi-unidimensionnelles selon les diagonales, comme illustré en figure 1.7. Les fils obtenus ainsi portent un courant uniforme c'est-à-dire que la différence de phase est la même dans chaque brin d'un filament.

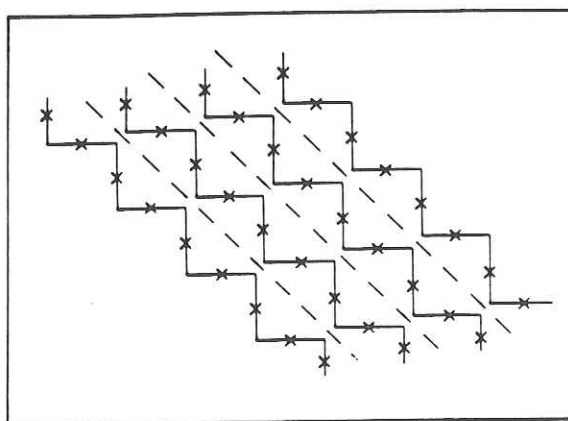


Fig. 1.7: Découpage d'un réseau carré en structures quasi-unidimensionnelles le long des lignes de courant constant [13].



Les états en escalier sont des minima locaux de l'hamiltonien (1.14) pour toutes les frustrations et des minima globaux pour de nombreuses frustrations entre  $\frac{1}{3}$  et  $\frac{1}{2}$ . Ce système présente une analogie avec un autre type de système physique, à savoir un ensemble de charges 0 et -1, en interaction logarithmique, est réparti dans un réseau sous un champ  $f$  uniforme et constant [14]. Les positions des charges correspondent aux positions des vortex et se trouvent au centre des cellules du réseau. En général l'état fondamental tend à minimiser les fluctuations locales de charge. La valeur de  $+\frac{1}{4}$  est attribuée à chaque coin de cellule portant un quantum de flux, et la valeur de  $-\frac{1}{4}$  pour les cellules vides. Il en résulte que la configuration en damier  $f = \frac{1}{2}$  a une énergie très basse. Deux possibilités existent pour réaliser des états  $f < \frac{1}{2}$  c'est à dire pour enlever des charges: la première consiste à créer un super-réseau de lacunes, la deuxième à introduire des parois en escalier séparants des domaines où l'état en damier est intact. Les deux possibilités sont illustrées en figure 1.8 pour la frustration  $\frac{3}{8}$ .

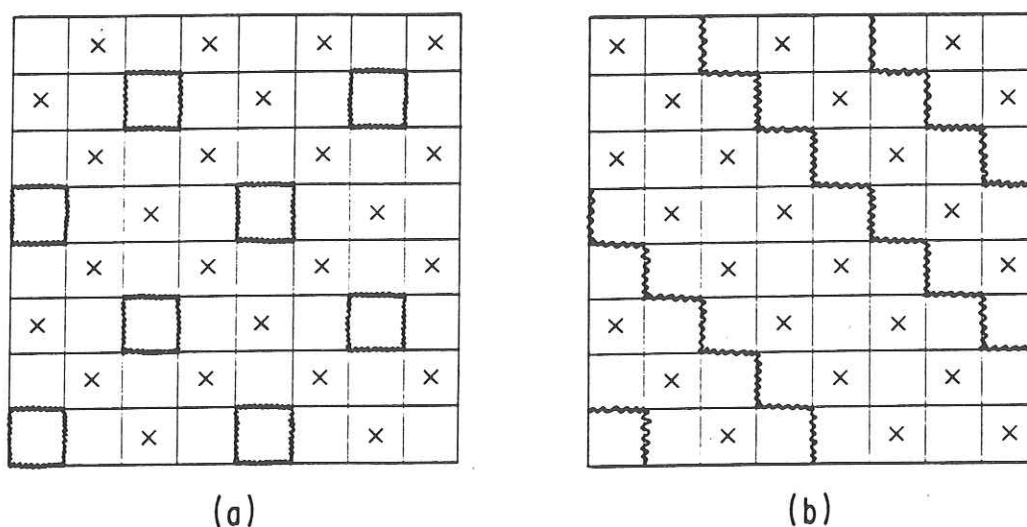


Fig. 1.8 : Réalisation de configurations pour  $f = \frac{3}{8}$  à partir de l'état en damier  $f = \frac{1}{2}$

- a) par introduction d'un super-réseau de lacunes,
- b) par introduction de parois séparant des domaines de  $\frac{1}{2}$  [3].

La configuration b) de la figure 1.8 est appelée structure interpolée [3] ou état en escalier [13]. En général la position des parois est dégénérée et il existe plusieurs configurations en particulier pour des frustration compliquées. L'avantage des domaines de  $f = \frac{1}{2}$  consiste en une distribution plus homogène des charges car les coins de parois porte une charge  $\frac{1}{4}$ .

Enfin, l'état  $f = \frac{1}{3}$  est montré en figure 1.9 car il constitue la limite inférieure des états en escalier, construits à partir de domaines de  $f = \frac{1}{2}$ .

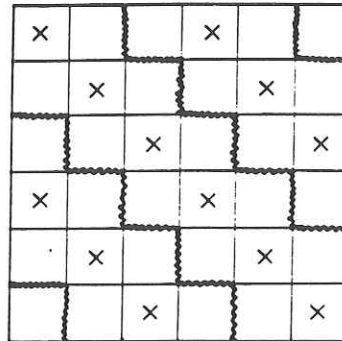


Fig. 1.9: Configuration pour  $f = \frac{1}{3}$  [13].

Une paroi est introduite entre chaque ligne diagonale de charges (ou vortex). Il s'agit de la borne inférieure, car pour  $f < \frac{1}{3}$  les états en escalier constituent seulement des minima locaux de l'hamiltonien (1.14).

L'énergie  $U_H$  de ces états est donnée par l'expression suivante :

$$U_H = -\frac{2J}{q} \operatorname{cosec}\left(\frac{\pi}{2q}\right) \quad (1.15)$$

Elle ne dépend que de  $q$ , ce qui donne une fonction fortement non-monotone. Il faut garder en mémoire que la validité des constructions d'états fondamentaux décrites dans ce paragraphe est limitée à des frustrations rationnelles simples.

Pour les frustrations  $f$ ,  $\frac{7}{16} < f < \frac{1}{2}$ , les vortex s'arrangent en super-réseaux de lacunes, souvent de période  $2q \times 2q$  [15] (voir figure 1.11). Entre  $\frac{1}{3}$  et  $\frac{7}{19}$ , des structures très complexes et avec des parois suivant d'autres directions que (1,1), ont été simulées [3]. Une classification de ces états n'a pas encore été trouvée.

### 1.2.3 Comparaison de trois configurations de $f = \frac{5}{11}$

Dans ce paragraphe, nous décrivons trois configurations de l'état  $f = \frac{5}{11}$ , qui constitue un exemple d'un état de frustration proche de  $\frac{1}{2}$ . [15,16].

Une configuration d'énergie plus faible que l'état en escalier, construit selon la méthode de Halsey [13], a été trouvée pour  $f = \frac{5}{11}$  [16]. Le résultat de la simulation Monte-Carlo est représenté en figure 1.10.

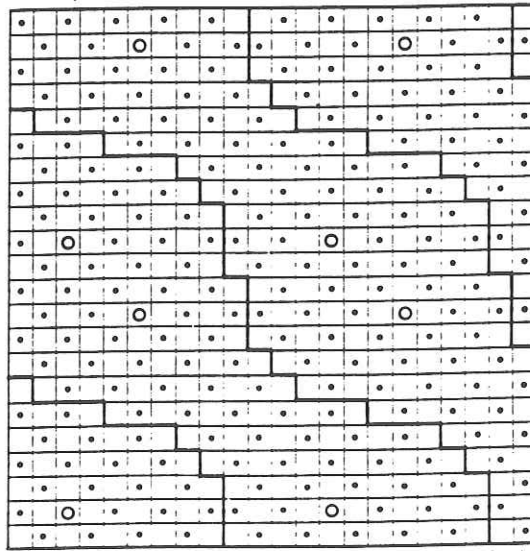


Fig. 1.10 : Arrangement de vortex pour la frustration  $f = \frac{5}{11}$  construit à partir de l'état  $f = \frac{1}{2}$ , avec des parois curvilignes et des lacunes [16].

La période de cette configuration est de  $q \times q$  cellules. Des parois curvilignes séparent des domaines de  $f = \frac{1}{2}$ , qui eux comportent des lacunes aux endroits élargis. La justification de cette configuration se fait par le modèle de charge: pour les frustrations très proches de  $f = \frac{1}{2}$ , il est favorable de créer des parois curvilignes et des lacunes, car des parois isolées et loin les unes des autres constitueraient des fluctuations de charge trop importantes. Le spectre d'énergie pourrait alors devenir une fonction continue de  $f$ , similaire au spectre de Hofstadter [17].



Cependant, la configuration de plus basse énergie est représentée en figure 1.11.

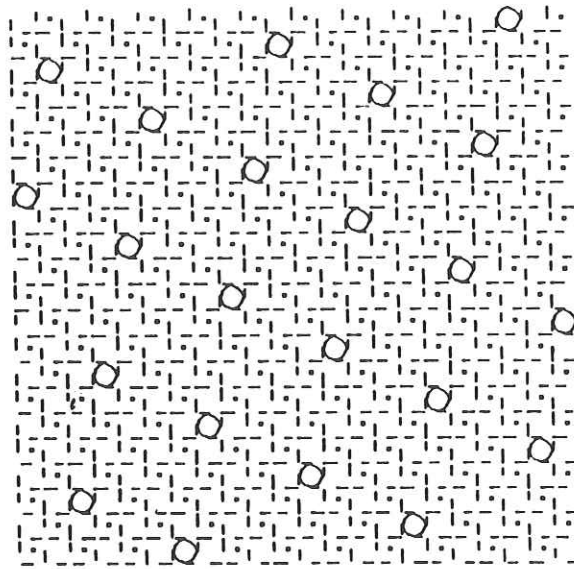


Fig. 1.11 : Arrangement de vortex pour la frustration  $f = \frac{5}{11}$  construit à partir de l'état  $f = \frac{1}{2}$ , avec un super-réseau de lacunes. Les points représentent les vortex, les cercles les lacunes [15].

Les points représentent les vortex et les cercles les lacunes. Cet arrangement de vortex a été construit à partir de l'état en damier  $f = \frac{1}{2}$ , avec une faible densité  $f'$  de lacunes:  $f' = \frac{1}{2} - \frac{5}{11} = \frac{1}{22}$ . La période de cet arrangement a donc été choisie de  $2q \times 2q$  cellules.

Les énergies par site des trois configurations ont les valeurs suivantes :

a) état en escalier :	-1.27758E <sub>J</sub>
b) état avec parois curvilignes et lacunes :	-1.29466E <sub>J</sub>
c) état avec super-réseau de lacunes :	-1.29565E <sub>J</sub>

Les différences sont donc de l'ordre du pour-cent entre les états a) et b) et de l'ordre du pour-mille entre les états b) et c).

Les différences d'énergie extrêmement petites entre les trois configurations indiquent que les excitations sous forme de parois sont de très faible énergie. Dans la pratique, les échantillons devront être extrêmement homogènes pour pouvoir observer un état pur. Pour des frustrations plus faibles, la formation de parois de domaines coûte encore moins d'énergie [15] et ils sont d'autant plus probables.

### 1.2.4 Frustrations irrationnelles

Les frustrations irrationnelles ont été traitées seulement pour l'exemple de  $f = 1 - \Omega$  où  $\Omega$  est le nombre d'or défini comme  $\Omega = \frac{\sqrt{5} - 1}{2}$  [18]. Plusieurs périodes pour les conditions aux limites ont été testées: 21 x 21, 34 x 34 et 55 x 55 cellules. Pour  $f = 1 - \Omega$  ainsi que pour les frustrations rationnelles voisines  $f = \frac{8}{21}$ ,  $\frac{13}{34}$  et  $\frac{21}{55}$ , une transition vitreuse a été trouvée dans la chaleur spécifique simulée. La configuration de vortex est montrée en figure 1.12.

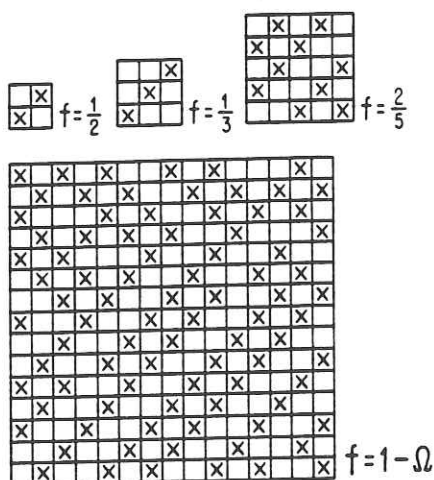


Fig. 1.12 : Configuration de vortex pour la frustration irrationnelle  $f = 1 - \Omega$  où  $\Omega$  est le nombre d'or [18].

L'état est construit à partir de domaines de différentes tailles d'états fondamentaux  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{3}$  et  $\frac{1}{5}$ , séparés par des parois de formes compliquées.

### 1.2.5 Conclusion

Les configurations de vortex ont été étudiées par de nombreux auteurs par simulation Monte-Carlo à température zéro. La difficulté principale des simulations est qu'un doute subsiste toujours, car le système peut se trouver dans un minimum local et non pas dans le minimum global.

La classification s'explique par la nature de l'interaction vortex-vortex qui est à longue portée. Les structures de Bravais sont trouvées en général pour  $f = \frac{1}{q}$ . Quand  $f$  approche une



valeur  $\frac{1}{q}$ , les structures interpolées constituent les arrangements de plus basse énergie. Ils sont composées de domaines de structures de Bravais, séparés par des parois qui portent les vortex ou les lacunes en excès. Dans la limite du continuum, la paroi devient instable et se décompose en lacunes. Des parois compliquées et de pentes diverses diminuent les fluctuations de densité de vortex pour les frustrations entre les états interpolés et les états de lacunes. Bien que cette classification n'ait été vérifiée que proche de  $\frac{1}{2}$ , les mêmes types de structures devraient être réalisés proche de chaque structure de Bravais.

### 1.3. Influence de la température

Dans les paragraphes précédents, nous avons présenté les prédictions des états fondamentaux de réseaux 2D supraconducteurs, calculés sans tenir compte des fluctuations thermiques. Les configurations de vortex ont été déterminées proche de la température de transition et en dessous de  $T_c$  pour les réseaux de fils, et à température nulle pour les réseaux de jonctions Josephson.

Dans notre expérience de visualisation, des réseaux de fils sont refroidis sous champ magnétique à partir de la température ambiante. Les vortex apparaissent vers la température de transition et la décoration est effectuée à une température beaucoup plus basse, de l'ordre de 0.2 à 0.5  $T_c$ . Proche de  $T_c$ , les fluctuations thermiques sont du même ordre de grandeur que les deux énergies caractéristiques du réseau: l'énergie de piégeage et l'énergie de création de paires vortex-antivortex [19]. En dessous de  $T_c$ , le champ magnétique est écranté à cause de l'effet Meissner presque complet dans les fils, et les effets d'inductances et de mutuelles donnent lieu à des interactions magnétiques entre les vortex.

Dans les paragraphes suivants, nous discuterons les effets de la température, en particulier le piégeage de vortex et la création de paires vortex-antivortex, qui sont à comparer aux fluctuations thermiques. Un paragraphe sera consacré aux effets d'inductance, puis nous donnerons une estimation des énergies caractéristiques pour un réseau de fils typique de pas  $a = 1.5\mu\text{m}$ .

#### 1.3.1 Piégeage de vortex

Dans un intervalle de température proche de  $T_c$ , les vortex ne sont pas encore piégés dans les cellules du réseau. Des défauts dans réseau de vortex peuvent donc être créés ou guéris. En conséquence, ce n'est qu'à basse température où les vortex sont immobilisés que nous pouvons effectuer l'expérience de décoration. La question se pose, si des réarrangements

de vortex proche de  $T_c$  influence la configuration à basse température. Il est donc intéressant de connaître la dépendance en température de l'énergie caractéristique de piégeage, définie comme énergie nécessaire pour déplacer un vortex à travers un fil, dans une cellule voisine. La hauteur de cette barrière d'énergie  $U_B$  est déterminée par l'énergie de condensation d'une partie du fil et par l'énergie cinétique provenant d'une redistribution des supracourants. Dans un réseau de jonctions Josephson, l'énergie de condensation est négligeable à cause de la jonction normale dans chaque fil. Dans ce paragraphe, nous nous limiterons aux réseaux de fils, où les deux contributions sont importantes.

L'énergie de piégeage n'obéit pas à une loi simple de la température. Il faut distinguer plusieurs régimes qui dépendent du rapport de la longueur de cohérence  $\xi(T)$  et des dimensions du réseau, en particulier le pas du réseau  $a$  et la largeur des fils  $w$ . Les deux températures  $T_x$  et  $T_d$ , définies par les conditions  $\xi(T_x) = a$  et  $\xi(T_d) = w$ , et  $T_c$  délimitent trois intervalles de température où différentes contributions au piégeage sont importantes [20].

Venant des hautes températures, la transition supraconductrice a lieu à  $T_c$ . Dans la gamme de température  $T_c > T > T_x$ , la longueur de cohérence est plus grande que le pas du réseau, donc un vortex est étalé sur plusieurs cellules du réseau. La nature discrète du réseau supraconducteur n'influence pas encore le piégeage car le vortex a un coeur normal étendu sur plusieurs fils. En conséquence, les propriétés de piégeage sont similaires à celles dans un supraconducteur multicouche proche de  $T_c$  qui est en régime de piégeage faible. Pour des densités de vortex très faible, la croissance de l'énergie de piégeage a été calculée comme proportionnelle à  $E_J(T)\xi(T)^{5/2}\exp(-A\xi(T))$  où  $E_J(T)$  est l'énergie de couplage entre deux noeuds du réseau et  $A$  une constante [21]. Cette formule ne s'applique que dans la limite de frustration  $f \ll 1$ .

Dans l'intervalle de température  $T_x > T > T_d$ , les vortex sont confinés dans une cellule du réseau. L'énergie de piégeage peut maintenant être exprimée en terme de barrière d'énergie  $U_B$  entre deux cellules voisines. On s'attend à un régime de piégeage fort, car une partie d'un fil supraconducteur doit être ramenée à son état normal, lors du passage du vortex d'une cellule à l'autre. En effet, l'énergie de condensation pour créer un coeur normal, de volume  $\xi(T)wd$  contribue principalement à  $U_B$ , où  $d$  est l'épaisseur du fil. L'expression finale pour la barrière d'énergie s'écrit comme [20] :

$$U_B = \left(0.94\frac{a}{\xi(T)} - 2.46\right) E_J(T) \quad (1.16)$$

où le premier terme correspond à l'énergie de coeur du vortex sur le fil. Le deuxième terme tient



compte de l'énergie cinétique des supracourants.

En dessous de la température  $T_d$ , une transition 1D-2D a lieu. Le coeur normal du vortex traversant un fil est petit par rapport à la largeur du fil car  $\xi(T)$  est inférieure à  $d$ . Il n'est plus possible de distinguer les différentes contributions à la barrière d'énergie car le supracourant peut contourner le vortex lorsque celui-ci se trouve sur le fil. Dans ce régime, l'énergie de piégeage augmente avec une pente plus faible que dans l'intervalle de température  $T_x > T > T_d$ .

### 1.3.2 Effet d'inductance

Jusqu'ici, les effets d'inductance n'ont pas été inclus ni dans les calculs de piégeage de vortex ni dans la détermination des états fondamentaux. Les champs magnétiques induits par les courants sont négligés car  $\lambda$  est considéré comme infinie. Cette approximation n'est valable que proche de  $T_c$ . A plus basse température  $\lambda$  diminue, des effets d'écrantage apparaissent et en conséquence, le champ magnétique traversant le réseau n'est plus uniforme. Nous nous attendons à des interactions magnétiques entre les vortex qui modifient le piégeage et peut-être la configuration de l'état fondamental.

A ce propos, Phillips et al. [22] ont étudié la différence d'énergie  $U_B$  entre un vortex sur un fil et un vortex dans une cellule d'un réseau de jonctions Josephson carré de  $127 \times 127$  cellules. Ils ont calculé  $U_B$  en fonction de la température en tenant compte de l'énergie magnétique due aux selfs et aux inductances mutuelles des cellules. Le calcul a été effectué pour quatre hypothèses différentes: les champs magnétiques induits sont négligés ( $\lambda_{\perp} \rightarrow \infty$ ), uniquement les selfs sont incluses, les selfs et les inductances des proches voisins sont incluses, toutes les inductances sont incluses. En effet, la barrière d'énergie augmente quand la longueur de pénétration diminue, c'est à dire en refroidissant le réseau. Entre  $10 \lambda_{\perp}$  et  $\lambda_{\perp}$ ,  $U_B$  augmente d'environ un facteur 2. Le piégeage que nous avons discuté dans le paragraphe suivant est donc augmenté. La distribution de courant varie selon les hypothèses de base tandis que la barrière d'énergie n'est presque pas affectée.

Dans les calculs de configuration de vortex, l'énergie magnétique n'a pas encore été incluse. Nous pensons, que les interactions entre vortex pourraient lever des dégénérescences, par exemple des états fondamentaux  $f = \frac{1}{4}$  (voir figure 1.6, paragraphe 1.2.1).

### 1.3.3 Vortex et paires vortex-antivortex thermiques

La deuxième énergie caractéristique est l'énergie de couplage  $E_J(T)$  qui contrôle la création de paires vortex-antivortex. Dans les réseaux de jonctions Josephson,  $E_J$  est définie comme énergie de couplage entre deux îlots supraconducteurs. La même expression décrit le couplage fort entre les noeuds d'un réseau de fils, avec la seule différence dans le facteur de proportionnalité entre le courant  $\mathbf{j}_{ij}$  et la différence de phase  $\Delta\phi_{ij}$  dans le fils entre les noeuds  $i$  et  $j$ .  $E_J$  s'écrit donc comme :

$$E_J(T) = \frac{h}{4\pi e} j_m = \frac{\phi_0^2 w d}{4\pi\mu_0\lambda(T)^2 a} \quad (1.17)$$

L'énergie de couplage dépend donc linéairement de la température à travers la longueur de pénétration  $\lambda(T)^2 = \frac{\lambda(0)^2}{1-T/T_c}$ .  $j_m$  est le facteur de proportionnalité entre le courant  $\mathbf{j}_{ij}$  et la différence de phase  $\Delta\phi_{ij}$ . Pour un réseau de jonctions Josephson, ce courant représente le courant critique de la jonction.

En comparant  $E_J$  aux fluctuations thermiques  $k_B T$ , on peut définir une température de croisement. A champ magnétique nul, cette température  $T_{KTB}$  représente la température de transition Kosterlitz-Thouless-Berezinskii où des paires de vortex-antivortex sont brisées [23,24,25]. Pour  $T > T_{KTB}$ , l'application d'un courant infinitésimal cause des mouvements de vortex seuls et donc de la dissipation. Cependant, ces calculs ne sont valables qu'en champ magnétique nul et pour des systèmes bidimensionnels de taille infinie.

Dans le cas de champs magnétiques non-nuls, la situation est plus compliquée car les vortex qui se trouvent entre le vortex et l'antivortex d'une paire, modifient leur interaction.  $E_J$  donne l'ordre de grandeur de l'énergie nécessaire à la création d'une paire, mais aussi d'un vortex seul si l'échantillon est de petite taille. En effet, l'énergie d'un vortex dans un réseau est proportionnelle à  $E_J \cdot \ln\left(\frac{L}{a}\right)$  tandis que l'énergie d'une paire est proportionnelle à  $E_J \cdot \ln\left(\frac{r}{a}\right)$  [26] où  $L$  est la taille du réseau,  $a$  le pas du réseau et  $r$  la distance entre le vortex et l'antivortex. A des distances faibles ou dans un échantillon petit, le logarithme reste proche de 1. Proche de  $T_c$  où  $E_J \leq k_B T$ , les fluctuations thermiques sont donc assez fortes pour créer des vortex. Si le piégeage est fort, les vortex sont immobilisés dès leur apparition et introduisent un surplus de quanta de flux par rapport à la valeur du champ appliqué. Dans une étude statique de configurations de vortex, même des paires avec vortex et antivortex localisés dans deux cellules voisines, peuvent introduire des défauts dans le réseau de vortex. L'apparition de paires vortex-antivortex ne change pas le nombre de quanta de flux dans le réseau, mais peut introduire



différents types de défauts sous forme de parois, ou de lacunes et de vortex supplémentaires.

En conclusion, l'énergie  $E_J$  doit être comparée à l'énergie caractéristique  $U_B$  de piégeage pour déterminer si des défauts peuvent être guéris par des déplacements de vortex, ou si les vortex et les paires sont piégés dès leur apparition. Dans le prochain paragraphe, nous présenterons une estimation des différentes températures de croisement pour un réseau de fils de pas de  $1.5 \mu\text{m}$  à titre d'exemple.

### 1.3.4 Exemple d'un réseau de fils de pas de $1.5 \mu\text{m}$

Nous avons tracé les énergies caractéristiques pour un réseau de fils de niobium de  $T_c = 9.1 \text{ K}$ , de dimensions  $d = 0.1 \mu\text{m}$ ,  $a = 1.5 \mu\text{m}$ ,  $w = 0.3 \mu\text{m}$  et de longueurs caractéristiques  $\xi(0) = 20 \text{ nm}$  et  $\lambda(0) = 0.1 \mu\text{m}$ . Les deux énergies caractéristiques  $U_B$  et  $E_J$  sont à comparer aux fluctuations thermiques  $k_B T$ .

Les points de croisement  $\xi(T_x) = a$  et  $\xi(T_d) = w$  qui délimitent l'intervalle de validité de  $U_B$  ont les valeurs  $T_c - T_x = 1.6 \text{ mK}$  et  $T_c - T_d = 40 \text{ mK}$

La barrière d'énergie de piégeage et l'énergie de couplage extrapolées à température nulle ont les valeurs  $U_B(0) = 9.28 \cdot 10^{-19} \text{ J}$  et  $E_J(0) = 1.72 \cdot 10^{-19} \text{ J}$  respectivement. En figure 1.13, nous avons tracé les courbes  $k_B T$ ,  $U_B(T)$  et  $E_J(T)$ , proche de  $T_c$  en fonction de la température.

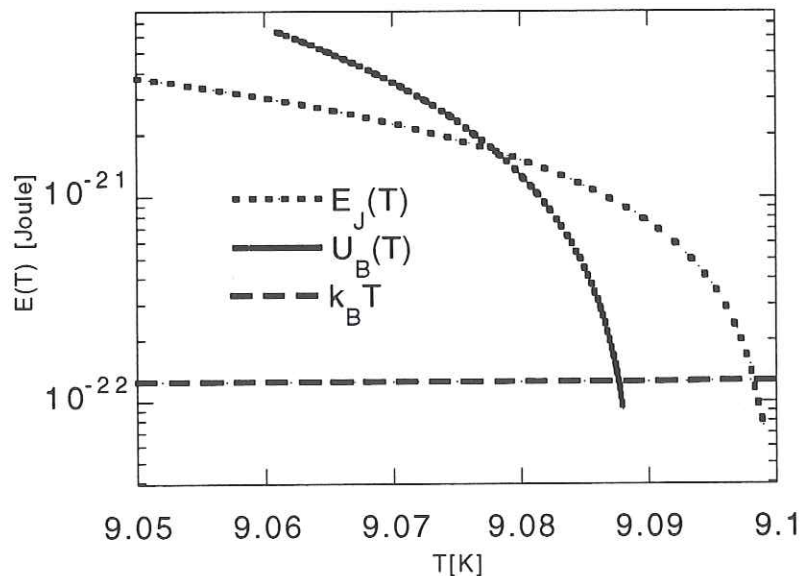


Fig. 1.13 : L'énergie de piégeage  $U_B$  et l'énergie de couplage  $E_J$  et l'énergie thermique  $Tk_B$

*en fonction de la température.*

En refroidissant le réseau en dessous de  $T_c$ , des vortex et des paires ne peuvent être créés thermiquement que dans un très petit intervalle d'environ 2 mK. En-dessous de cette température, le piégeage reste faible en comparaison aux fluctuations thermiques jusqu'à environ 13 mK en-dessous de  $T_c$ . Les vortex sont donc mobiles dans cet intervalle de température et peuvent se réarranger, si le refroidissement est suffisamment lent. Ce n'est qu'en dessous d'environ 9.085 K que les vortex sont figés dans les cellules du réseau. Vers  $T = 9.06$  K, la transition 1D-2D a lieu et l'énergie de piégeage aura une pente plus faible.

En conclusion, nous nous attendons à décorer des états ordonnés dans les réseaux de fils frustré. Les réseaux de fils que nous étudions sont des systèmes à fort piégeage mais, les vortex ne sont figés qu'en dessous de la température  $\frac{U_B}{k_B}$ . Le réseau de vortex peut donc relaxer dans un état ordonné. Dans les réseaux de jonctions Josephson, l'énergie de couplage est en général plus faible. En conséquence, les fluctuations thermiques influencent les propriétés du réseau sur un plus grand intervalle de température. Finalement, nous soulignons que les courbes tracés ne représentent que des estimations, car les lois exactes sous champ magnétique n'ont pas encore été calculées.

#### **1.4 Résultats antérieurs de visualisation d'états fondamentaux**

Ce n'est que très récemment, que deux groupes de chercheurs ont réussi à visualiser des fluxoïdes dans des réseaux de fils, par microscopie sonde de Hall à balayage [27] et par microscopie à SQUID à balayage [28] (voir chapitre 2, paragraphes 2.1.6 et 2.1.7). En effet, les modulations de champs magnétiques au dessus d'un réseau sont deux ordres de grandeurs plus petits que dans des échantillons supraconducteurs massifs ou en couche mince (voir chapitre 3) ce qui nécessite des méthodes extrêmement sensibles.

Les vortex dans un réseau de fils de niobium, de pas de 1  $\mu\text{m}$ , de largeur de trait de 0.5  $\mu\text{m}$  et d'épaisseur de 0.1  $\mu\text{m}$  ont été visualisés par microscopie sonde de Hall à 4.2 K. La frustration nominale était de  $f \approx \frac{1}{3}$ . Sur 10 x 10 cellules, les auteurs observent deux domaines d'environ 3 x 3 cellules où l'état  $f = \frac{1}{2}$  est réalisé. Une structure ordonnée est difficile à reconnaître.

Plusieurs frustrations ont été étudiées par microscopie à SQUID à 4.2 K sur un réseau de niobium, de pas de 20  $\mu\text{m}$ , de largeur de trait de 2  $\mu\text{m}$  et d'épaisseur de 0.12  $\mu\text{m}$ . Pour  $f = \frac{1}{2}$ , les auteurs trouvent des domaines ordonnés d'environ 10 x 10 cellules, ou des

domaines traversés par des parois séparant deux configurations dégénérées opposées. Pour  $f = \frac{1}{3}$ , des domaines plus petits que pour  $f = \frac{1}{2}$  ont été observés. Sur les parois, les lignes de vortex perpendiculaires les unes aux autres se rencontrent. Pour  $f = \frac{1}{5}$ , la structure de Bravais prédite est réalisée mais avec un fort désordre. Pas de structure régulière n'a pu être observée pour  $f = \frac{1}{4}$ . Pour les réseaux refroidis sous un champ magnétique correspondant à une frustration autre que rationnelle simple, des arrangements aléatoires ont été trouvés. Dans les réseaux sous champ magnétique proche de zéro, quelques rares paires vortex-antivortex ont pu être mises en évidence.

En conclusion, les études expérimentales sur les configurations de vortex dans les réseaux supraconducteurs viennent juste de débiter : seulement deux réseaux ont été étudiés, de dimension très différentes. Pour une compréhension plus approfondie, des études systématiques sont nécessaires.

## Chapitre 2

# METHODES DE VISUALISATION DE VORTEX





## 2. METHODES DE VISUALISATION DE VORTEX

Il existe plusieurs méthodes pour visualiser les lignes de flux dans un supraconducteur. Certaines permettent une observation de la dynamique du flux magnétique, d'autres seulement l'observation de structures magnétiques statiques. Cependant, les vortex dans des réseaux supraconducteurs sont particulièrement difficile à visualiser à cause des courants et des champs magnétiques extrêmement faibles [1]. A ce propos, nous cherchons une méthode à haute résolution spatiale et magnétique, applicable à des échantillons de petit volume de masse supraconductrice, et avec un champ d'observation important.

Nous avons choisi la méthode de décoration magnétique, appelée aussi méthode de Träuble-Essmann, car elle présente la résolution nécessaire tout en permettant d'observer des surfaces grandes. Par ailleurs, il s'agit d'une méthode élégante et simple à appliquer, une fois que la mise au point minutieuse est effectuée.

Pour situer la décoration magnétique parmi les autres méthodes de visualisation de vortex existantes, nous décrirons d'abord les méthodes sensibles au champ magnétique local dont fait partie la méthode de décoration, puis nous présenterons deux méthodes de visualisation sensibles à d'autres paramètres du supraconducteur.

### 2.1. Méthodes sensibles au champ magnétique

#### 2.1.1 Diffraction de neutrons

La diffraction de neutrons est basée sur l'interaction des spins de neutrons avec les gradients de champ magnétique autour du coeur normal de vortex à l'intérieur d'un échantillon supraconducteur. A basse température, l'échantillon est placé dans un faisceau de neutrons. Les figures d'interférences sont alors détectées.

Avec la diffraction de neutrons, on obtient des informations sur la symétrie et l'ordre à longue portée d'un réseau régulier de vortex moyennés sur un échantillon massif. Il faut des échantillons de masse relativement importante pour obtenir des figures d'interférences d'intensité suffisante. L'avantage est une résolution spatiale de structures régulières très bonne qui permet de travailler à fort champ magnétique (inférieur au tesla) où le pas du réseau de vortex est faible (de l'ordre du micron). La diffraction de neutrons est la seule méthode qui permet d'obtenir une information sur l'arrangement à longue portée de vortex à l'intérieur d'un supraconducteur.

La première expérience a été effectuée sur un échantillon de niobium: Cribier et al. [2] ont pu observer une structure périodique de la distribution de champ magnétique à l'intérieur de l'échantillon sans pouvoir déterminer la géométrie détaillée. La méthode a été améliorée et des réseaux de vortex triangulaires, correspondant aux prédictions d'Abrikosov [3], et des réseaux d'autres symétries ont été mis en évidence [4]. La diffraction de neutrons est un outil important pour déterminer la symétrie de réseaux de vortex à l'intérieur du matériau, en fonction de différents paramètres comme le champ magnétique, la température ou la structure cristalline de l'échantillon [5].

### 2.1.2 Décoration magnétique

La décoration magnétique repose sur l'interaction de petites particules ferromagnétiques avec les gradients de champs magnétiques à la surface d'un échantillon supraconducteur dus à la présence de vortex. Elle se fait à basse température sur un arrangement de vortex statique. Une petite quantité de métal ferromagnétique est alors évaporée dans une atmosphère résiduelle. Les gradients de champ magnétique deviennent notables à une distance au-dessus de l'échantillon comparable au pas du réseau de vortex. Les particules ferromagnétiques sont alors soumises à une force attractive et se posent sur les vortex. L'échantillon est ensuite réchauffé et observé au microscope électronique à balayage où le contraste entre les agglomérations de particules et l'échantillon permet de voir l'emplacement des vortex au moment de la décoration.

Il s'agit d'une méthode de surface permettant de visualiser des vortex ou des domaines magnétiques statiques. L'avantage de la méthode consiste en une bonne résolution spatiale (de l'ordre de 50 nm) et magnétique (champ magnétique appliqué de l'ordre de 0.2 mT) tout en ayant un champ d'observation important (de l'ordre de 5mm<sup>2</sup>).

La décoration magnétique a été développée à partir de l'expérience de Bitter pour visualiser la distribution de champ dans les ferromagnétiques [6]. En 1966, Träuble et Essmann observent pour la première fois les structures magnétiques de l'état mixte dans le plomb supraconducteur [7]. Un an plus tard, ils réussirent à mettre en évidence le réseau de vortex dans un alliage de plomb-indium [8]. Par la suite, la décoration magnétique a servi à l'étude détaillée des structures magnétiques dans les supraconducteurs de type I et des réseaux de vortex dans les supraconducteurs de type II (métaux et alliages). Elle a connu une renaissance dans la recherche sur les nouveaux supraconducteurs à haute température critique [9,10,11,12,13,14].



### 2.1.3 Méthode magnéto-optique

La méthode magnéto-optique est basée sur la rotation du plan d'onde de lumière polarisée sur une surface supraconductrice recouverte d'un matériau optiquement actif [15]. Les matériaux utilisés sont des composés d'euprasiolite [16] ou des rubis ferromagnétiques [17]. L'observation du flux magnétique se fait in situ à basse température à l'aide d'un microscope optique.

Bien que la résolution magnétique soit de l'ordre de 2 mT (valeur du champ appliqué) et la résolution spatiale de l'ordre de 0.5  $\mu\text{m}$ , l'observation de vortex isolés reste difficile. Le grand avantage de la méthode est plutôt de pouvoir observer la dynamique de domaines de lignes de flux.

La méthode magnéto-optique a été développée peu à peu mais c'est Kirchner [16] qui a réussi la première expérience à haute résolution. Par la suite, elle a été utilisée pour étudier les phénomènes d'écrantage, d'ancrage de flux et de réversibilité. De nombreuses expériences ont été effectuées sur les propriétés dynamiques du flux magnétique dans les supraconducteurs à haute température critique [18,19,20].

### 2.1.4 Holographie électronique

L'holographie électronique est basée sur l'interférence quantique d'électrons. Deux faisceaux d'électrons, dont un passe à travers l'échantillon, sont superposés. Les électrons qui traversent un vortex dans l'échantillon sont défléchis d'un angle très faible ( $10^{-6}$  rad) et leur phase est décalée de  $\pi$  lorsqu'ils traversent un quantum de flux, suite à l'effet Aharonov-Bohm. [21]. Dans la pratique, les interférences d'électrons sont enregistrées sur un film in situ à basse température avec jusqu'à 30 images par seconde. Après le développement, les hologrammes ainsi obtenus sont illuminés avec un laser. L'image tridimensionnelle de l'objet enregistré est alors observée. A l'aide d'amplification de phase, la sensibilité au flux magnétique peut être augmentée à des fractions de quantum de flux. Deux modes d'observation sont possibles. Pour la visualisation de vortex isolés, on utilise des faisceaux d'électrons à faible intensité, de l'ordre d'un électron à la fois traversant l'échantillon. Pour l'observation de la dynamique de plusieurs vortex et à champ important de visualisation, un faisceau défocalisé est utilisé. Les vortex sont visibles comme petites globules blanche avec une ombre noire. Un faisceau d'électrons cohérents avec une divergence d'angle inférieure à la déflexion des électrons dû au champ magnétique local du vortex ( $< 10^{-6}$  rad) est indispensable. Aussi, les électrons doivent avoir



une énergie importante (de l'ordre de 300 keV) pour pouvoir pénétrer l'échantillon sans perdre leur cohérence [22].

L'holographie électronique offre à la fois une très haute résolution spatiale et magnétique et permet des études statiques et dynamiques de vortex seuls et de paires vortex-antivortex mais aussi des réseaux de lignes de flux statiques ou dynamiques avec une bonne résolution spatiale (de l'ordre de 0.25  $\mu\text{m}$ ) et magnétique, sur un champ de visualisation important (de l'ordre de 200  $\mu\text{m}^2$ ).

La première observation de lignes de flux par holographie électronique a été effectuée en 1989 sur des couches minces de plomb [23]. Dans une couche mince d'épaisseur 0.2  $\mu\text{m}$ , les auteurs ont été capables d'observer une paire vortex-antivortex ainsi qu'un vortex, dans un film de 2  $\mu\text{m}$ , des domaines de plusieurs quanta de flux. Un travail plus récent a comme sujet la distribution détaillée du champ magnétique proche d'un vortex [24]. L'application aux supraconducteur date de très peu. Dans les premiers travaux, le mouvement de vortex thermiques et de leur réponse à une variation de champ magnétique extérieur dans des couches minces de niobium a été étudiés [22].

### 2.1.5 Microscopie à sonde de Hall à balayage

La microscopie à sonde de Hall à balayage est basée sur l'effet Hall. Une tension transverse apparaît dans un conducteur traversé par un courant, lorsqu'il est placé dans un champ magnétique perpendiculaire. La sonde permet donc de connaître le champ magnétique local. Dans la pratique, une petite sonde de Hall de dimension de l'ordre du micron est promené à basse température proche de la surface de l'échantillon à l'aide d'une technique de positionnement semblable à celle des microscopes tunnel. Cette méthode permet l'observation d'arrangements statiques de vortex. Son avantage est de pouvoir observer le même domaine de l'échantillon avant et après modification de paramètres comme par exemple le champ magnétique appliqué.

La résolution spatiale est de l'ordre de la dimension de la sonde (de l'ordre de 0.5  $\mu\text{m}$ ). La sensibilité magnétique est très bonne: une valeur de 10  $\mu\text{T}$  peut être détectée. Actuellement, le champ de visualisation est limité à quelques microns au carré par les techniques de positionnement piézo-électriques.

La microscopie à sonde de Hall à balayage est une technique très récente encore en développement. Dans les premiers travaux, la sonde consiste en un gaz bidimensionnel d'électrons, réalisé par une petite hétérostructure GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ . Jusqu'à présent, des

vortex dans une couche mince de supraconducteur à haute température critique ont pu être visualisés ainsi qu'un arrangement de vortex dans un réseau de fils de niobium avant et après différents recuits [25,26] (voir chapitre 1, paragraphe 1.4).

### 2.1.6 Microscopie à SQUID à balayage

La microscopie à SQUID à balayage est une deuxième méthode de surface où une sonde est promenée proche de la surface de l'échantillon supraconducteur. La sonde consiste en un petit SQUID sensible au flux magnétique. Dans l'expérience, le positionnement de la sonde se fait par un moteur pas à pas placé à l'ambiante en dehors du système à froid. L'observation se fait in situ à basse température.

Avec cette technique à haute résolution de flux magnétique (jusqu'à  $10^{-5} \frac{\Phi_0}{\sqrt{\text{Hz}}}$ ) il est possible de visualiser des structures magnétiques statiques de très faible contraste. Par-contre, la résolution spatiale est limitée par la taille de la sonde qui est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . La microscopie à SQUID à balayage est surtout adaptée à la visualisation de flux magnétique dans des structures artificielles composées de domaines où de trous de l'ordre de la dimension du SQUID.

Cette nouvelle technique est très prometteuse pour l'étude de réseaux supraconducteurs. La faible résolution spatiale est compensée par la haute résolution magnétique ce qui permet d'étudier des réseaux avec une grande maille. Le champ magnétique local est d'autant plus faible que le pas du réseau est grand car un quantum de flux est étalé sur au moins une maille. La sensibilité magnétique est telle que l'on peut même espérer pouvoir observer des lignes de flux dans les réseaux de jonctions Josephson où le contraste magnétique est extrêmement faible [27]. En effet, les premières visualisations de vortex ont été effectuées sur un réseau de fils de niobium, de pas du réseau de 20  $\mu\text{m}$  [28] (voir chapitre 1, paragraphe 1.4).

## 2.2. Autres méthodes

### 2.2.1 Microscopie tunnel à balayage

La microscopie tunnel à balayage est basée sur la détection du gap d'énergie dans les niveaux électroniques dans un supraconducteur dû à la formation de paires de Cooper. Elle n'est donc pas sensible au champ magnétique local. On mesure le courant tunnel qui traverse une pointe balayant la surface de l'échantillon. L'amplitude de ce courant est liée au gap d'énergie que les électrons ont à surmonter. Il est zéro à l'état normal. Un vortex peut donc être



déecté par son coeur normal. La microscopie tunnel demande des échantillons avec un état de surface parfait.

Il s'agit d'une technique de surface à très haute résolution spatiale, uniquement limitée par la dimension de la pointe tunnel (de l'ordre du nanomètre). Les observations se font donc à champ magnétique appliqué fort (de l'ordre du Tesla). Le champ de visualisation n'est que de quelques microns au carré à cause de limitations du positionnement piézo-électrique.

Hess et al. ont effectué les premières observation par microscopie tunnel d'un réseau de vortex dans le NbSe<sub>2</sub> [29]. Peu après, ils ont déecté les niveaux électroniques à l'intérieur du coeur normal d'un vortex [30]. D'autres travaux ont été faits sur le même matériau en utilisant une pointe ferromagnétique [31]. Jusqu'à présent, la méthode n'a été appliquée avec succès qu'à l'observation de vortex dans les composés de niobium.

### **2.2.2. Microscopie électronique à balayage à basse température**

Cette dernière technique utilise la dépendance en température du courant critique : un échantillon supraconducteur à basse température traversé par un courant d'amplitude légèrement inférieur au courant critique, est irradié localement par un faisceau d'électrons. En conséquence, la température du supraconducteur augmente localement. Un endroit de l'échantillon où le courant critique est affaibli peut transiter à l'état normal. Une tension apparait donc aux bornes de l'échantillon. Le faisceau peut balayer tout l'échantillon et on obtient une carte de densité de courant critique.

La résolution spatiale est limitée par la conduction thermique locale de l'échantillon.

Mannhart et al. [32] ont réussi pour la première fois à visualiser deux lignes de flux dans une jonction Josephson en PbIn/Si/PbIn. Ils se sont particulièrement intéressés à l'influence de lignes de flux sur la distribution spatiale de densité de courant Josephson. Cependant, la microscopie électronique à balayage à basse température reste limitée à des systèmes discrets relativement simples.

## Chapitre 3

# CHAMP MAGNETIQUE AU DESSUS D'UN RESEAU CARRE





### 3. CHAMP MAGNETIQUE AU DESSUS D'UN RESEAU CARRE

Un paramètre important pour l'expérience de décoration est la force magnétique exercée sur une particule de nickel, qui est proportionnelle au gradient de l'amplitude du champ magnétique modulé par la présence de vortex dans le réseau supraconducteur. Le nickel s'accumule sur les endroits où l'amplitude du champ magnétique est maximum. Connaissant le profil de champ, il est donc possible de prédire la position des particules de nickel sur l'échantillon. Nous avons donc calculé le profil de champ magnétique au dessus d'un réseau carré supraconducteur pour la frustration  $f = \frac{1}{2}$ . Dans ce chapitre, nous présenterons notre calcul, les résultats pour un réseau particulier et les implications pour l'expérience de décoration.

#### 3.1. Calcul du profil du champ magnétique pour le cas $f = \frac{1}{2}$

##### 3.1.1 Hypothèses de base

On considère un réseau de fils carré infini, de pas de réseau  $a$ , d'épaisseur  $d$  et de largeur de fil  $w$ , situé dans le plan  $XY$ . Un champ magnétique  $\mathbf{B}_{\text{ext}}$  est appliqué perpendiculaire à la surface du réseau en direction de l'axe  $Z$ . La frustration  $f = \frac{\phi_{\text{ext}}}{\phi_0}$  est définie comme le flux magnétique appliqué par cellule en unité de quantum de flux  $\phi_0$ . Nous avons choisi de calculer le profil de champ magnétique au dessus d'un réseau pour  $f = \frac{1}{2}$  car il s'agit d'un cas simple en ce qui concerne la distribution des courants. D'après les calculs numériques de l'état fondamental pour  $f = \frac{1}{2}$  près de la température de transition supraconductrice  $T_c$ , l'amplitude du paramètre d'ordre et la valeur absolue du courant sont constantes sur tout le réseau [1]. Les vortex s'arrangent en damier c'est-à-dire en super-réseau carré dans le réseau supraconducteur et le signe du courant de chaque cellule est opposé à celui des quatre cellules voisines comme représenté en figure 3.1. D'une part,  $\frac{1}{2}$  est un cas simple pour le calcul mais pas pour la décoration. D'autre part, il s'agit d'un cas intéressant où la nature de la transition de phase supraconductrice reste controversée.

A basse température, où la modulation de champ est due à l'expulsion complète du champ magnétique des fils, le flux est entièrement quantifié. On s'attend à trouver alternativement  $n = 0$  et  $n = 1$  quantum de flux par cellule.

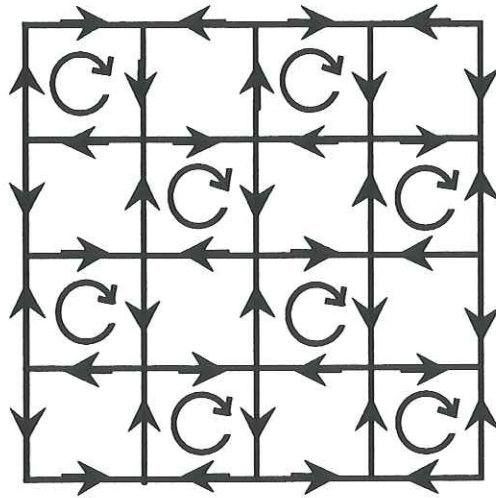


Fig.3.1 : Pour un réseau de  $f = \frac{1}{2}$ , le signe du courant de chaque cellule est opposé à celui des quatre cellules voisines. Les vortex sont arrangés en damier. L'amplitude du paramètre d'ordre et la valeur absolue du courant sont constantes sur tout le réseau [1].

Il faut noter que la géométrie du réseau de vortex est supposée être indépendante de la température. Bien que cette hypothèse ne soit pas prouvée, elle paraît raisonnable car plus la température diminue plus le piégeage des vortex dans les cellules devient efficace. En revanche, à basse température de l'inhomogénéité de courant dans la section des fils apparaît, difficiles à traiter. Pour ne pas avoir à en tenir compte, nous avons restreint le calcul à des hauteurs au-dessus du réseau supérieures à l'épaisseur des fils.

Le champ magnétique local  $\mathbf{B}$  près du réseau à un point  $(x,y,z)$  est la somme de deux contributions :

$$\mathbf{B}(x,y,z) = \mathbf{B}_{\text{ext}} + \mathbf{B}_{\text{ind}}(x,y,z) \quad (3.1)$$

$\mathbf{B}_{\text{ind}}(x,y,z)$  est le champ magnétique induit par les supracourants autour des cellules contenant un vortex et l'ajoute au champ magnétique extérieur.

### 3.1.2 Calcul du champ magnétique induit réduit

Le premier pas consiste à déterminer le champ magnétique induit :  $\mathbf{B}_{\text{ind}}$  se calcule comme le champ magnétique créé par la distribution de courant du réseau de  $f = \frac{1}{2}$  sans champ appliqué. La distribution de courant est donc la donnée de base. On applique la loi de Biot-Savard à un fil vertical (parallèle à l'axe Y) et à un fil horizontal (parallèle à l'axe X) d'une cellule. Pour des raisons de technique de calcul, il est ensuite plus simple de sommer sur les



noeuds du réseau que sur les cellules où la sommation ne se ferait que sur une cellule sur deux. Dans un premier temps, on se contente donc de calculer le champ magnétique induit réduit  $f_{ind}$  :  $f_{ind}(x,y,z) = \frac{a}{\mu_0 i} B_{ind}(x,y,z)$  où  $i$  est la valeur absolue du courant circulant dans les fils. Le calcul détaillé est donné dans l'annexe 1, le programme C dans l'annexe 2.

Il manque donc la valeur absolue du courant  $i$ . Une expression pour le courant en fonction du paramètre d'ordre est donné par les solutions des équations différentielles de Ginzburg-Landau sur le réseau [1]. Ce calcul est compliqué et il est plus simple de procéder d'une autre manière : d'abord, le courant est exprimé en fonction du flux magnétique d'une cellule par le calcul de l'inductance. Ensuite l'équation Ginzburg Landau du courant est intégrée sur la circonférence d'une cellule. Le flux est remplacé par l'équation déterminée auparavant et on introduit la quantification du fluxoïde. Finalement, l'expression du courant obtenue permet de calculer le champ magnétique à partir du champ réduit.

### 3.1.3 Calcul de l'inductance

Le flux magnétique  $\phi$  par cellule est la somme du flux extérieur  $\phi_{ext} = \frac{\phi_0}{2}$  et du flux induit  $\phi_{ind}$ . Il dépend de la géométrie du réseau (largeur et épaisseur des fils, pas du réseau) et de paramètres supraconducteurs. Le flux magnétique  $\phi_{ind}$  induit dans une cellule est aussi proportionnel au courant circulant autour de la cellule,  $\phi_{ind} = \int_{cell} A dl = Li$  où l'inductance  $L$  est le facteur de proportionnalité. Le flux total s'écrit comme :

$$\phi = \phi_{ext} + \phi_{ind} \quad (3.2)$$

donc

$$\phi = \frac{\phi_0}{2} + Li \quad (3.3)$$

Puisque le réseau est constitué d'un nombre infini de boucles de courant,  $L$  est la somme de l'inductance de la cellule considérée et de toutes les mutuelles des autres cellules. Pour déterminer  $L$ , nous intégrons la composante du champ magnétique  $B_z(x,y,z)$  (créée par toutes les cellules du réseau), sur la surface d'une cellule. Nous procédons de la même manière que pour le calcul de  $B_{ind}$  en définissant d'abord une inductance réduite  $F$  sans unité qui ne dépend pas du courant:  $F = \frac{L}{\mu_0 a} = \frac{1}{a^2} \iint_{cell} f_{ind,z}(x,y,z) dx dy$ . Pour une valeur exacte de l'inductance, il faudrait tenir compte des inhomogénéités de courant dans les fils et se placer dans le plan du réseau. Notre calcul n'est juste qu'à une distance finie des fils car la densité de courant diverge pour des distances inférieures à l'épaisseur des fils. Par intégration numérique, nous obtenons donc une valeur approximative de  $F$  qui dépend de la hauteur au-dessus du

réseau et de la surface d'intégration choisie. Ces dépendances sont dus aux hypothèse de base du calcul.

### 3.1.4 Calcul du courant dans les fils

Le calcul du courant se fait ensuite à partir de l'expression du courant de Ginzburg-Landau :

$$\frac{\mu_0 \lambda^2}{wd} \mathbf{i} = \frac{h}{4\pi e} \nabla \varphi - \mathbf{A} \quad (3.4)$$

$\lambda$  est la longueur de pénétration,  $\mu_0$  la permittivité magnétique du vide,  $h$  la constante de Planck,  $e$  la charge de l'électron,  $\varphi$  la phase du paramètre d'ordre supraconducteur et  $\mathbf{A}$  le potentiel vecteur. On intègre sur la circonférence d'une cellule :

$$\frac{\mu_0 \lambda^2}{wd} \int_{\text{cell}} \mathbf{i} d\mathbf{l} = \frac{h}{4\pi e} \int_{\text{cell}} \nabla \varphi d\mathbf{l} - \int_{\text{cell}} \mathbf{A} d\mathbf{l} \quad (3.5)$$

En tenant compte de la quantification du fluxoïde :  $\frac{h}{4\pi e} \int_{\text{cell}} \nabla \varphi d\mathbf{l} = n\phi_0$ , le courant est donné par l'expression suivante :

$$\mathbf{i} = \frac{wd}{4a\mu_0\lambda^2} \left( \frac{h}{4\pi e} n 2\pi - \phi \right) = \frac{wd}{4a\mu_0\lambda^2} (n\phi_0 - \phi) \quad (3.6)$$

On remplace  $\phi$  dans l'équation du courant qui dépend maintenant seulement de variables connues ;  $t$  est la température réduite  $t = \frac{T}{T_c}$  .

$$\mathbf{i} = \frac{wd}{4a\mu_0\lambda^2} (n\phi_0 - \phi_{\text{ext}} - \phi_{\text{ind}}) = \frac{wd}{4a\mu_0\lambda^2} (n\phi_0 - \phi_{\text{ext}} - Li) \quad (3.7)$$

donc

$$\mathbf{i} = \pm \frac{\phi_0}{2L} \left( \frac{1}{1 + \frac{4a\mu_0\lambda^2}{wdL}} \right) \quad (3.8)$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \quad i &= \frac{C(t)}{2L} \phi_0 \quad \text{pour} \quad n = 1, \text{ cellule avec vortex} \\ \Rightarrow \quad i &= \frac{C(t)}{2L} \phi_0 \quad \text{pour} \quad n = 0, \text{ cellule sans vortex} \quad (3.9) \end{aligned}$$

L'amplitude du courant est constante sur tout le réseau mais le signe du courant varie selon la vorticit  n de la cellule. C(t) est le facteur de contraste et d finit l'amplitude de la modulation du champ magn tique. Le champ magn tique r duit  $\mathbf{f}_{\text{ind}}(x,y,z)$  est  quivalent   la modulation magn tique qui est ind pendante de la temp rature.

### 3.1.5 Calcul du champ magn tique

La derni re  tape pour d terminer le champ magn tique  $\mathbf{B}$  est d'exprimer  $\mathbf{B}_{\text{ind}}(x,y,z)$  en fonction du champ magn tique r duit  $\mathbf{f}_{\text{ind}}(x,y,z)$  et de l'inductance r duite F. Le champ magn tique est alors donn  par l'expression suivante :

$$\mathbf{B}(x,y,z) = \frac{\phi_0}{2a^2} \left( \mathbf{e}_z + \frac{C(t)}{F} \mathbf{f}_{\text{ind}}(x,y,z) \right) \quad (3.10)$$

Le champ ext rieur est exprim  en fonction de la surface d'une cellule du r seau ;  $\mathbf{e}_z$  est un vecteur unit  suivant Z.

### 3.1.6 Calcul du facteur de contraste

Le facteur de contraste d finit l'amplitude de la modulation du flux magn tique c'est- -dire le degr  de quantification du flux magn tique par cellule. Pour  $C(t) \approx 1$ , il y a soit un, soit z ro quantum de flux confin  dans la cellule, pour  $C(t) \approx 0$ , le flux magn tique est uniforme dans tout le r seau.

$$C(t) = \frac{1}{1 + \frac{4a\mu_0\lambda^2}{wL}} = \frac{1}{1 + \frac{4\lambda_{\perp}}{wF}} \quad (3.11)$$

Dans l'expression du champ magn tique  $\mathbf{B}(x,y,z)$ , C(t) est le seul terme qui d pend de la temp rature, implicitement   travers  $\lambda(t) = \frac{\lambda_0}{\sqrt{1 - t^4}}$ . Le contraste magn tique d pend donc de la temp rature et devient nul    $T_c$ . Il atteint sa valeur maximale   basse temp rature.



$C(t)$  dépend aussi des dimensions du réseau, de l'inductance et de la longueur de pénétration effective  $\lambda_{\perp} = \frac{\lambda^2}{d}$  qui détermine le pouvoir d'écrantage des fils. Le rapport  $\frac{\lambda_{\perp}}{w}$  limite donc le contraste: si  $\lambda_{\perp} < w$ , le champ magnétique est écranté et la modulation de flux d'une cellule à l'autre est importante. Si  $\lambda_{\perp} > w$ , le champ est mal écranté. Cependant, même à très basse température la valeur  $\frac{\lambda_{\perp}}{w}$  reste finie.  $C(t)$  n'atteint pas la valeur 1, mais l'approche de manière asymptotique.

### 3.2 Profil du champ magnétique d'un réseau particulier

Nous avons calculé le champ magnétique pour un réseau particulier ( $a = 1.0 \mu\text{m}$ ,  $w = 0.3 \mu\text{m}$ ,  $d = 0.1 \mu\text{m}$ ,  $\lambda(0) = 0.1 \mu\text{m}$ ). Les paramètres que nous avons choisis sont des valeurs typiques de réseaux réalisés par lithographie électronique. Pour les calculs numériques nous avons choisi les cellules du milieu d'un réseau de taille  $10 \times 10$  cellules. Les calculs convergent très rapidement, l'erreur due à la taille finie du réseau reste donc petite. La modulation magnétique  $f_{\text{ind}}$  en fonction de la hauteur, l'inductance réduite  $F$  en fonction de la hauteur et le facteur de contraste  $C(t)$  en fonction de la température réduite ont été calculés; l'amplitude du champ magnétique au dessus de quatre cellules (deux vortex) pour quatre hauteurs différentes au dessus du réseau ( $z = 0.1, 0.3, 0.6$  et  $1.0a$ ) a été tracée. La hauteur est prise à partir de la moitié de l'épaisseur du réseau.

#### 3.2.1 Modulation magnétique en fonction de la hauteur

La modulation magnétique ou champ induit réduit  $f_{\text{ind}}$  dépend fortement de la hauteur au dessus du réseau. Nous nous intéressons en particulier à la composante  $f_{\text{ind},z}$  en direction de  $Z$  car elle est prédominante. Elle ne peut pas être déterminée analytiquement, mais se calcule numériquement pour chaque point  $(x,y,z)$ . Dans la figure 3.2, nous avons tracé en échelle logarithmique la valeur de  $f_{\text{ind},z}$  calculée pour les points  $(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z)$  au milieu d'une cellule de vorticité  $n = 1$  pour des hauteurs entre  $z = 0$  et  $2a$  ( $a$  est le paramètre du réseau).

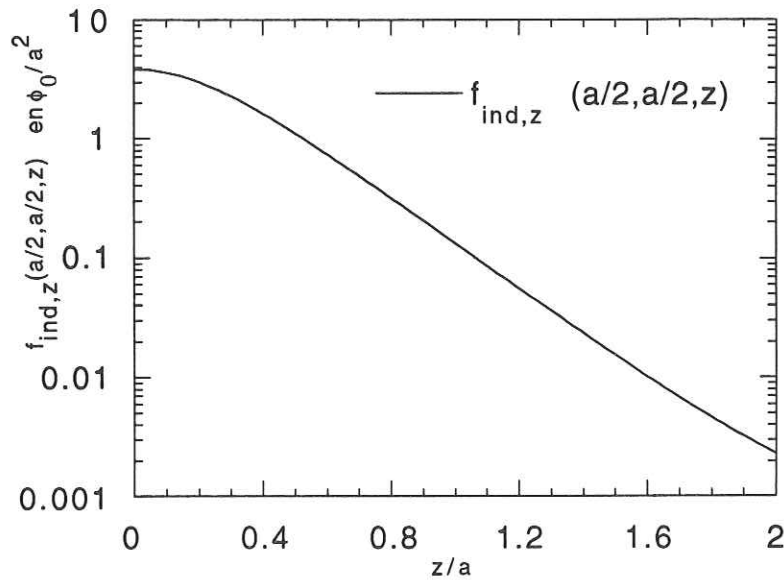


Fig.3.2 : Composante en direction de Z du champ induit réduit  $f_{ind,z}(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z) = \frac{a}{\mu_0 i} B_{ind,z}(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z)$  en unité de  $\frac{\phi_0}{a^2}$  en fonction de la hauteur  $z$ .  $a$  est le paramètre du réseau,  $i$  le courant induit autour d'une cellule. Le champ magnétique induit  $B_{ind,z}$  se calcule en multipliant  $f_{ind,z}$  par le facteur de contraste  $C(t)$  et en divisant par  $2F$  où  $F$  est l'inductance réduite.

En dessous de  $0.2a$ , la cellule considérée contribue principalement à la modulation magnétique. Les champs créés par les cellules voisines n'ont que très peu d'influence. Pour  $z \geq 0.3a$  on s'attend à une décroissance exponentielle, proportionnelle à  $\exp(-\pi\sqrt{2}\frac{z}{a})$ . L'argumentation est simple: pour le cas  $f = \frac{1}{2}$ , le réseau de vortex a un pas de réseau de  $\sqrt{2}a$ . Les vortex peuvent être traités comme monopôles magnétiques dans un réseau infini car les lignes de champ ne se referment pas. Cette situation est équivalente à celle d'un champ électrostatique au dessus d'une grille de pas  $a$ : la composante de Fourier d'harmonique  $k$  du champ électrique diminue proportionnellement à  $\exp(-k\frac{2\pi z}{a})$  [2]. Pour les harmoniques  $k > 1$ , le champ décroît très rapidement. En conséquence, au bout d'un pas du réseau, le champ est essentiellement contrôlé par l'harmonique  $k = 1$ . Au bout de plusieurs pas du réseau, il ne reste que le fond continu ( $k = 0$ ). Dans notre cas, un fit donne une dépendance exponentielle de la hauteur :  $f_{ind,z}(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z) \sim \exp(-4.3\frac{z}{a})$  entre  $z \approx 0.3a$  et  $z \approx 1.5a$ . Ceci correspond bien au calcul. L'erreur d'environ 3 % vient d'une part de la contribution d'harmoniques  $k > 1$  pour  $z < 0.3$ , d'autre part des effets de taille finie de l'échantillon. L'effet de taille finie décroît de plus d'un ordre de grandeur en effectuant le calcul sur  $20 \times 20$  cellules au lieu de  $10 \times 10$ .

Dans la figure 3.3, nous avons tracé en échelle linéaire la composante parallèle à l'axe Z du champ magnétique total  $B_z(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z)$  au milieu d'une cellule de vorticité  $n = 1$  pour  $0 \leq z \leq 1.5a$ . Le champ magnétique se calcule comme :  $B_z = \frac{\phi_0}{2a} \left( 1 + \frac{C(t)}{F} f_{ind,z}(x,y,z) \right)$ . Le calcul de F est expliqué dans le prochain paragraphe.

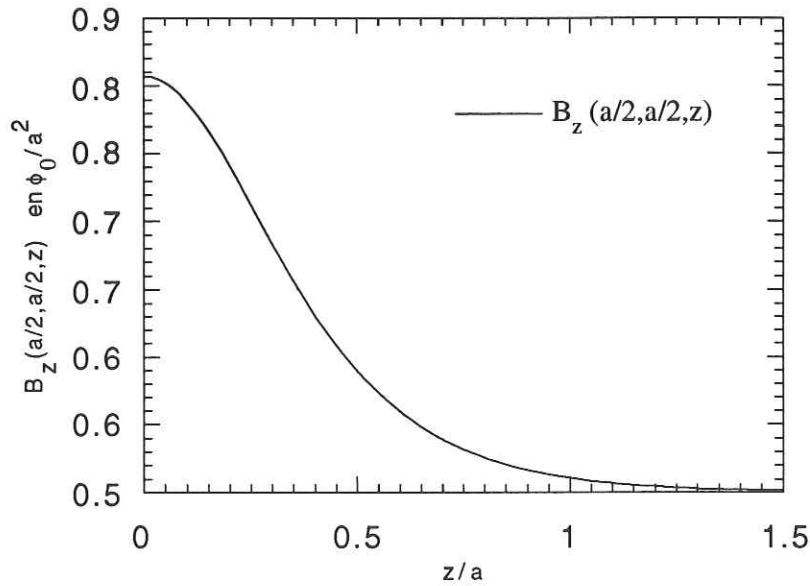


Fig.3.3 : Composante en direction de Z du champ du champ magnétique  $B_z(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z)$  en unité de  $\frac{\phi_0}{a^2}$  en fonction de la hauteur  $z$ .  $a$  est le paramètre du réseau.  $B_z$  se calcule à partir de la modulation de champ  $f_{ind,z}$  (voir figure 3.2). Pour  $z \rightarrow 0$ ,  $B_z \neq \frac{\phi_0}{a^2}$  car le facteur de contraste est seulement de 0.8.

On remarque qu'à une hauteur  $a$  au-dessus du réseau, le champ magnétique ne présente plus qu'une modulation d'environ 2 %. A partir de  $1.5a$ , le champ magnétique est pratiquement uniforme sur tout le réseau.

### 3.2.2 Inductance réduite en fonction de la hauteur

L'inductance réduite F se calcule par intégration numérique de  $f_{ind,z}$  sur la surface d'une cellule :  $F = \frac{1}{a^2} \iint_{\text{cell}} f_{ind,z}(x,y,z) dx dy$ . Puisque nous ne tenons pas compte des effets de taille finie des fils et d'inhomogénéité du courant dans la largeur des fils,  $f_{ind,z}$  dépend de la surface d'intégration et de la hauteur à laquelle on intègre. Nous appelons F l'inductance réduite bien qu'il ne s'agisse pas de l'inductance dans le sens stricte du mot. Sous les hypothèses que nous avons faites, nous ne pouvons pas calculer la vraie valeur de l'inductance. Pour évaluer



l'influence de la hauteur, nous avons calculé  $F$  pour plusieurs points  $0.02 \leq \frac{z}{a} \leq 0.2$  en choisissant comme surface d'intégration le pas du réseau au carré. Les résultats sont tracés en figure 3.4.

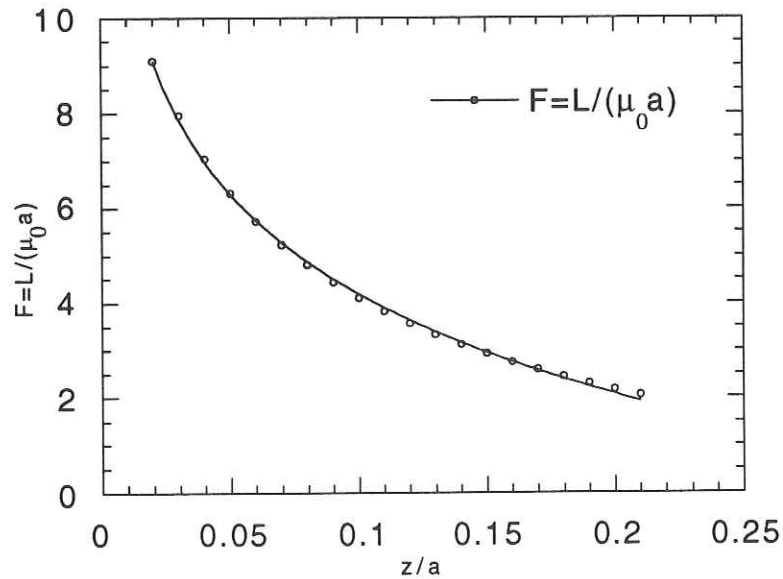


Fig.3.4 : Inductance réduite  $F$  d'une cellule, calculée par intégration numérique en fonction de la hauteur au dessus du réseau :  $F = \frac{1}{a^2} \iint_{cell} f_{ind,z}(x,y,z) dx dy$ . La dépendance de la hauteur à travers le champ induit réduit  $f_{ind,z}(x,y,z)$  est due aux hypothèses de base du calcul. La décroissance est logarithmique. L'inductance  $L$  se calcule par  $L = \mu_0 a F$ .

La décroissance de l'inductance réduite est logarithmique.  $F$  diverge quand  $z$  approche zéro car la densité de courant devient infinie. Pour tous les calculs suivants, nous avons choisi  $F = 5$ .

### 3.2.3 Facteur de contraste en fonction de la température

Nous avons calculé  $C(t)$  en fonction de la température réduite. La courbe est représentée en figure 3.2.

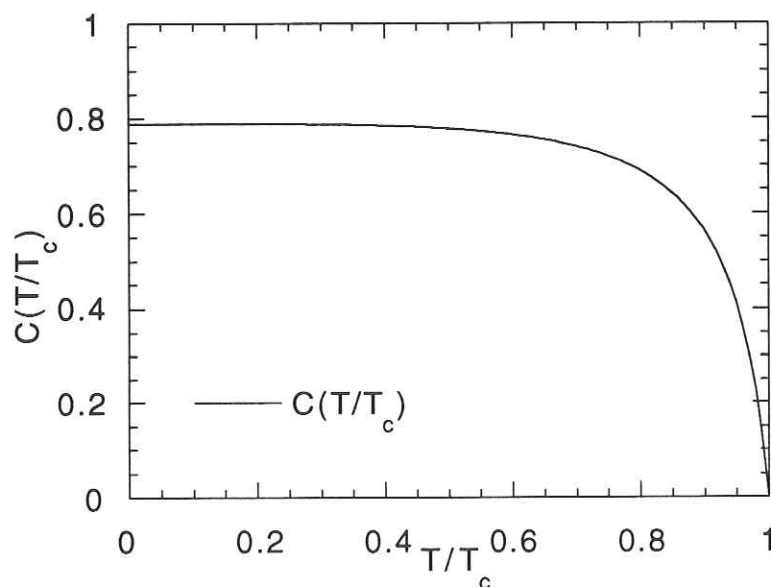
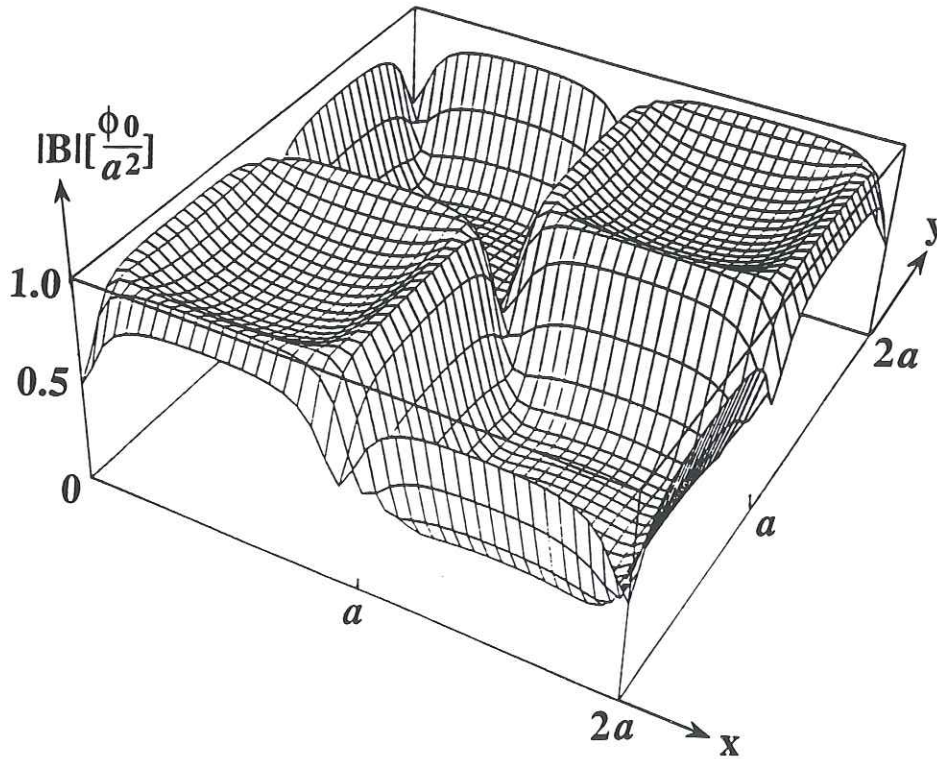


Fig.3.5 : Facteur de contraste  $C(t)$  calculé en fonction de la température réduite  $t = \frac{T}{T_c}$  pour un réseau particulier ( $a = 1.0 \mu\text{m}$ ,  $w = 0.3 \mu\text{m}$ ,  $d = 0.1 \mu\text{m}$ ,  $\lambda(0) = 0.1 \mu\text{m}$ ,  $F = 5$ ).  $C(t)$  définit l'amplitude de la modulation du flux magnétique et dépend essentiellement du rapport  $\frac{\lambda_{\perp}}{w}$ .  $\lambda_{\perp}$  détermine le pouvoir d'écrantage des fils.

Pour le réseau considéré, le facteur de contraste à basse température a une valeur de 0.8. Bien que la longueur de pénétration effective  $\lambda_{\perp}$  soit inférieure à la demi-largeur des fils, l'écrantage n'est pas complet. Cependant, il faut garder en mémoire qu'il ne s'agit que d'une estimation de  $C(t)$  à cause de la valeur approximative de  $F$ . Le facteur de contraste est une fonction fortement non-linéaire de la température: venant des basses températures,  $C(t)$  ne varie que très peu jusqu'à  $t \approx 0.7$ . Puis  $C(t)$  diminue rapidement pour approcher zéro près de  $T_c$ .

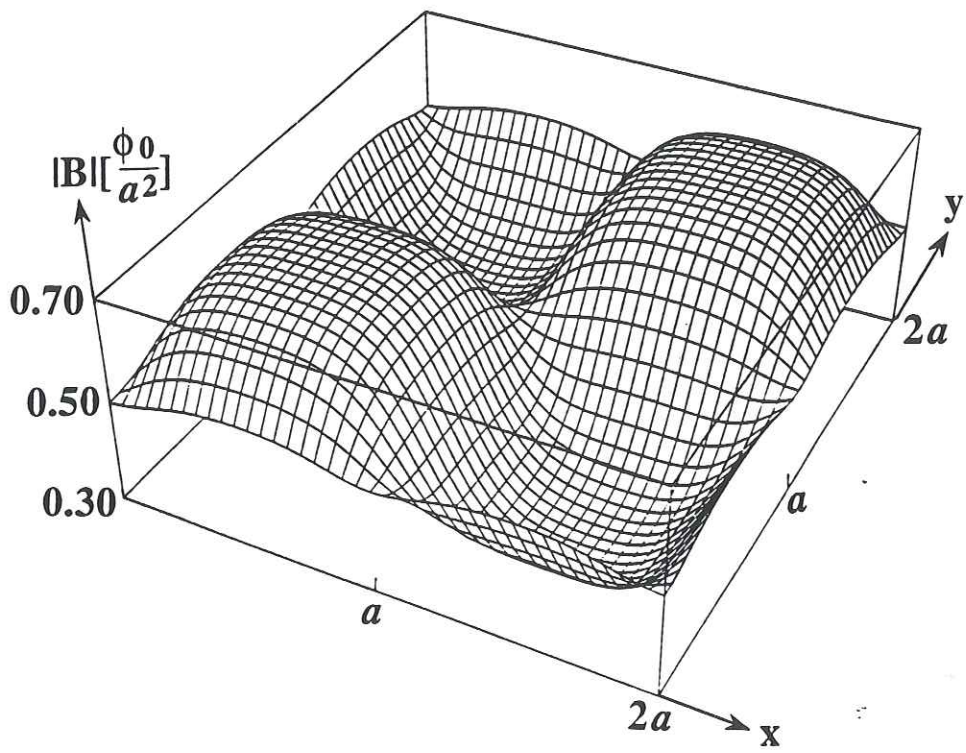
### 3.2.4 Profil du champ magnétique en fonction de la hauteur

Pour le même réseau, nous avons calculé la valeur absolue du champ magnétique  $|B(x,y,z)| = \sqrt{B_x(x,y,z)^2 + B_y(x,y,z)^2 + B_z(x,y,z)^2}$  pour quatre hauteurs différentes au-dessus du réseau ( $z = 0.1, 0.3, 0.6$  et  $1.0a$ ). Les profils de champ au-dessus de quatre cellules (deux vortex) sont représentés dans les figures 3.6a, b, c, et d.

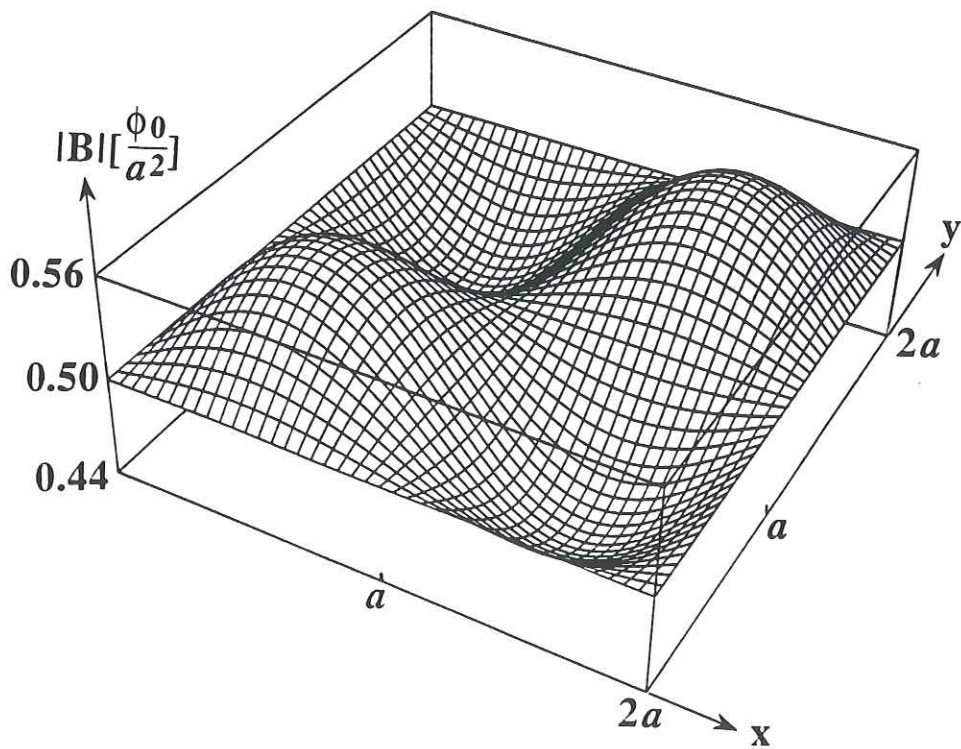


(a)

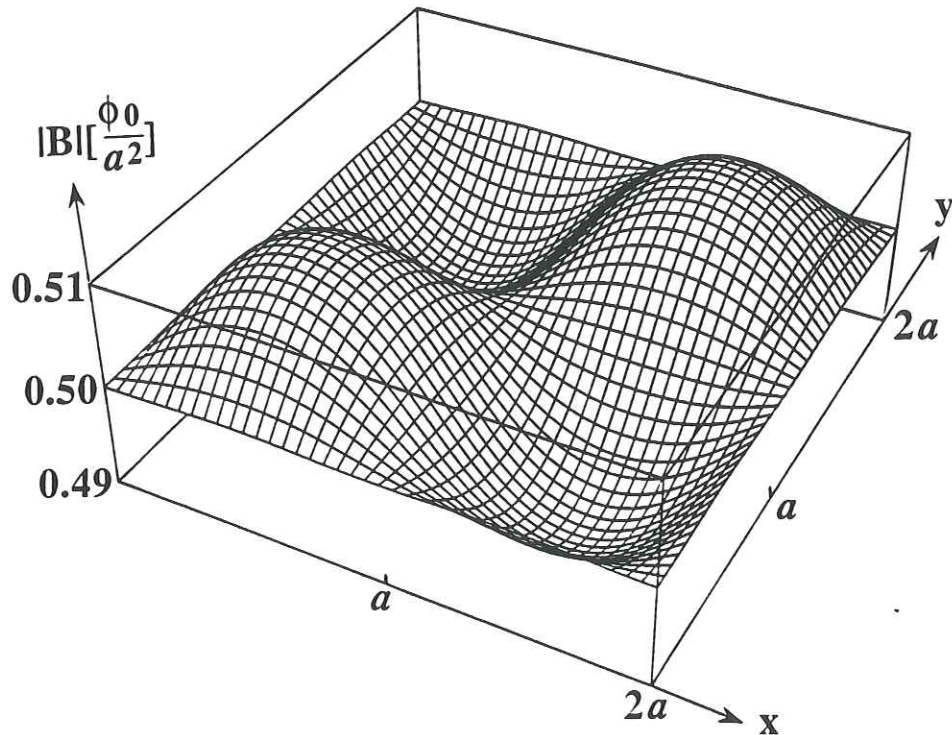




(b)



(c)



(d)

Fig.3.6 : Valeur absolue du champ magnétique en fonction de  $x$  et  $y$ , au dessus de quatre cellules du réseau de frustration  $f=\frac{1}{2}$  pour quatre hauteurs différentes : (a)  $z = 0.1a$ ,

(b)  $z = 0.3a$ , (c)  $z = 0.6a$ , (d)  $z = 1.0a$ . Les paramètres du réseaux sont les suivants :  $a = 1 \mu\text{m}$ ,  $w = 0.3 \mu\text{m}$ ,  $d = 0.1 \mu\text{m}$ ,  $\lambda_{\perp} = 0.1 \mu\text{m}$ . L'inductance réduite a été choisie comme  $F = 5$ .

Comme prévu, l'amplitude du champ magnétique et la forme de la modulation du champ dépendent fortement de la hauteur. Très proche de la surface du réseau, le maximum de l'amplitude du champ se trouve à proximité des fils pour les cellules de vorticité  $n = 1$ . Entre  $0.1a$  et  $0.3a$ , le maximum change progressivement de forme:  $|B(\frac{a}{2}, \frac{a}{2}, z)|$  au bord de la cellule diminue plus rapidement que sa valeur au centre de la cellule. Pour  $z \geq 0.3a$ , le maximum reste au centre de la cellule mais décroît en fonction de la hauteur.

### 3.3 Implication pour la décoration

L'expérience de décoration se fait avec des particules de nickel de diamètre d'environ 10 nm. Dans les calculs, nous les considérons comme petits dipôles magnétiques dont le moment magnétique  $M$  est fixé par l'aimantation à saturation du nickel. Cette hypothèse est justifiée car les particules peuvent être traitées comme monodomaines à cause de leur faible taille.

#### 3.3.1 Force magnétique sur une particule magnétique

La force sur un dipôle magnétique est donnée par  $F(x,y,z) = \nabla(MB(x,y,z))$  où  $M$  est le moment magnétique d'un dipôle,  $B(x,y,z)$  le champ magnétique. Dans l'expérience de décoration, les particules ferromagnétiques sont libres de tourner dans l'espace et vont s'aligner parallèle au champ extérieur. Le produit scalaire  $MB(x,y,z)$  se calcule alors comme  $MB = |M||B|\cos\theta = |M||B|$ . Puisque  $|M|$  est constant, la force est finalement donnée par l'équation suivante :

$$F(x,y,z) = M\nabla|B(x,y,z)| \quad (3.12)$$

Ici, la force est donc proportionnelle au gradient de l'amplitude du champ magnétique avec la valeur absolue du moment magnétique du dipôle comme facteur de proportionnalité.

#### 3.3.2 Choix des paramètres du réseau

Le facteur de contraste est un paramètre important car il détermine l'amplitude de la force sur une particule ferromagnétique. Il doit être le plus grand possible, nous choisissons donc une largeur  $w$  des fils supérieure à la longueur de pénétration effective  $\lambda_{\perp}$ . A cause de la dépendance en température de  $C(t)$ , il est favorable d'effectuer les décorations à basse température  $T \ll T_c$ .

Cependant, la physique des réseaux n'est strictement applicable que dans le cas de  $\lambda(T), \xi(T) \geq a$ . La largeur des fils est donc limitée par la condition que l'intervalle de température proche de  $T_c$  où  $\lambda(T), \xi(T) \geq a$  soit au moins de l'ordre de 10 mK pour que la plage de température soit supérieure à la zone de fluctuations thermiques importantes et pour pouvoir contrôler expérimentalement la descente en température. La deuxième limitation de  $w$  est le taux de remplissage  $\frac{w}{a}$  qui doit rester faible: un fort taux de remplissage correspond à la situation d'une couche mince avec des centres de pinning.



### 3.3.3 Trajectoire d'une particule magnétique

La force magnétique a la forme d'une force dérivée d'un potentiel. Formellement, l'amplitude du champ est le potentiel. Les particules vont donc s'accumuler aux endroits où le potentiel est maximum.

Dans le paragraphe 3.2.4 (voir aussi figure 3.6), nous avons vu que la position du maximum de l'amplitude du champ dépend de la hauteur au dessus du réseau. Le maximum se trouve soit au centre de la cellule pour ( $z \geq 0.3a$ ) soit presque sur les fils ( $z \leq 0.2a$ ). Lors de la décoration, la trajectoire des particules est donc la suivante: venant de la source d'évaporation, elles tombent vers l'échantillon. A partir de  $z \approx 1.0a$ , elles sont faiblement attirées vers le centre des cellules de vorticité  $n = 1$ . Plus elles approchent la surface du réseau, plus la force augmente. Quand elles sont très proches du réseau ( $z \leq 0.1a$ ), la force attractive les dirige vers les fils où elles vont s'accumuler.

Les particules ferromagnétiques s'accumulent donc sur les courants. Pour l'état fondamental de frustration  $\frac{1}{2}$ , on s'attend alors à une décoration de tous les fils. Les défauts (parois de domaines où lacunes) par contre, causent des fils sans courant et devraient donc être visibles. Pour des frustrations inférieures à  $f = \frac{1}{2}$ , les courants ne circulent qu'autour des cellules avec vortex. Dans ces cas, les accumulations de particules magnétiques devraient clairement marquer le réseau de vortex.

### 3.3.4 Nouvelle conception d'échantillons

Dans le paragraphe précédent, nous avons déterminé la trajectoire des particules de nickel. Pour  $z \geq 0.2a$ , elles sont dirigées vers le centre des cellules du réseau comportant un vortex, pour  $z \leq 0.1a$ , elles sont dirigées sur les fils.

Une approche pour effectuer une décoration, consiste à modifier l'échantillon de manière à arrêter le nickel à la bonne hauteur au dessus de la surface de l'échantillon pour que les particules se concentrent au milieu des cellules du réseau. En pratique, il faut recouvrir l'échantillon d'une couche isolante de planarisation, transparente pour le champ magnétique et n'altérant pas les propriétés supraconductrices du réseau de fils. La mise en pratique sera décrite dans le paragraphe 5.3.6 du chapitre 5 et la décoration dans le paragraphe 6.3 du chapitre 6.

Un inconvénient de la couche de planarisation est la perte en contraste magnétique. Une solution serait de focaliser les lignes de flux magnétique sortant du réseau supraconducteur à

l'aide d'une couche mince uniforme supraconductrice, évaporée sur l'échantillon planarisé. La température de transition de la couche mince supplémentaire doit être inférieure à celle du réseau pour que la nucléation de vortex se passe d'abord dans le réseau. Les variations de champ magnétique fixent ensuite la nucléation des vortex dans la couche supérieure. La mise en pratique sera décrite dans le paragraphe 5.3.7 du chapitre 5 et la décoration dans le paragraphe 6.3 du chapitre 6.

## Chapitre 4

# TECHNIQUE DE DECORATION





## 4. TECHNIQUE DE DECORATION

La méthode de décoration est basée sur l'attraction de petites particules magnétiques par les gradients de champ dûs à la présence de vortex. Elle a été utilisée avec succès pour visualiser la position de lignes de flux dans des couches minces et des échantillons massifs de type II où la modulation du champ magnétique au dessus de la surface de l'échantillon est de l'ordre  $\frac{\Phi_0}{\lambda^2} \approx 200$  mT,  $\lambda$  est la longueur de pénétration de London. Les forces correspondantes suffisent pour attirer les particules sur le coeur du vortex. Cependant, dans les réseaux supraconducteurs la modulation magnétique est d'environ  $\frac{\Phi_0}{a^2} \approx 2$  mT, où  $a^2$  est la surface d'une cellule. Cette différence de deux ordres de grandeur rend la décoration directe de réseaux supraconducteurs extrêmement difficile à effectuer. La mise en pratique de la méthode de décoration demande donc un ajustement minutieux des paramètres qui entrent en jeu.

D'autre part, une différence de température de 2500 K apparaît dans le calorimètre lors de l'évaporation des particules ferromagnétiques où l'échantillon ne doit pas se réchauffer. Dans ce chapitre, nous présenterons le dispositif expérimental de décoration: la cellule de décoration et le montage électronique. Puis nous décrirons l'optimisation des paramètres et la thermalisation de l'échantillon durant l'évaporation du nickel. Le dernier paragraphe sera consacré à la diffusion de particules de nickel dans le gaz où nous montrerons que la décoration ne se fait pas immédiatement pendant le flash d'évaporation.

### 4.1. Principe

Un échantillon sous champ magnétique perpendiculaire est refroidit dans un cryostat en dessous de sa température de transition supraconductrice. La technique de décoration consiste à évaporer par un flash de courant une petite quantité de métal ferromagnétique, ici du nickel, dans une atmosphère résiduelle d'hélium. Les atomes évaporés sont thermalisés par plusieurs chocs successifs avec les molécules d'hélium puis se condensent en agrégats magnétiques et diffusent dans le gaz en direction de l'échantillon. Les gradients de champ magnétique dus à la présence des vortex deviennent notables à une distance comparable au pas du réseau de vortex. Les agglomérations de Nickel sont alors soumises à une force attractive et se posent sur les vortex.

Le principe est schématisé en figure 4.1.a). La structure d'un vortex est donnée dans la figure 4.1.b) où on reconnaît que le maximum du champ magnétique se trouve sur le coeur normal du vortex. Nous avons vu dans le chapitre 3, que les particules de nickel se posent aux endroits où le champ magnétique est maximum.

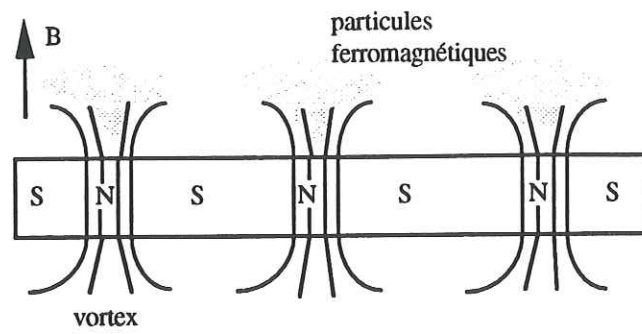


Fig.4.1a) : Principe de la décoration magnétique: des particules magnétiques sont attirées par les gradients de champ magnétique dus à la présence de vortex.

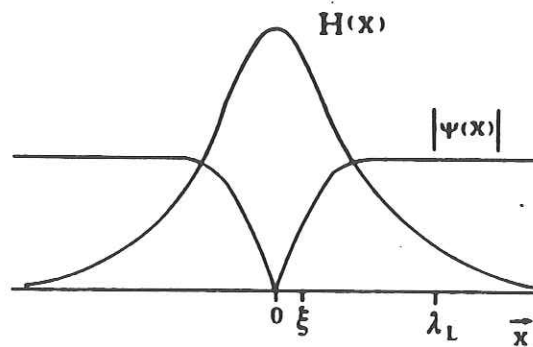


Fig.4.1b) : Structure d'un vortex isolé où  $|\psi(x)|$  et  $l$  sont le paramètre d'ordre et la longueur de pénétration respectivement. Les particules ferromagnétiques vont se poser aux endroits où le champ magnétique est maximal, c'est à dire sur le coeur normal.

L'échantillon est ensuite réchauffé et observé au microscope électronique à balayage. Le contraste entre le Nickel et le matériau de l'échantillon permet de voir l'emplacement des vortex au moment de la décoration.



## 4.2. Cellule de décoration

### 4.2.1 Description générale

La cellule de décoration doit assurer le refroidissement de l'échantillon en-dessous de sa température de transition supraconductrice  $T_c$ , l'application d'un champ magnétique et la production de particules de nickel. Elle consiste donc en une cellule étanche où se trouve un filament servant à évaporer du nickel, un porte-échantillon avec la possibilité de mesurer et de réguler la température et des caches qui empêchent l'échauffement de l'échantillon. Une bobine de champ est enroulée sur l'extérieur de la cellule. La cellule contient de l'hélium gazeux et trempe dans l'hélium liquide. Un schéma de la cellule de décoration est représentée dans la figure 4.2.

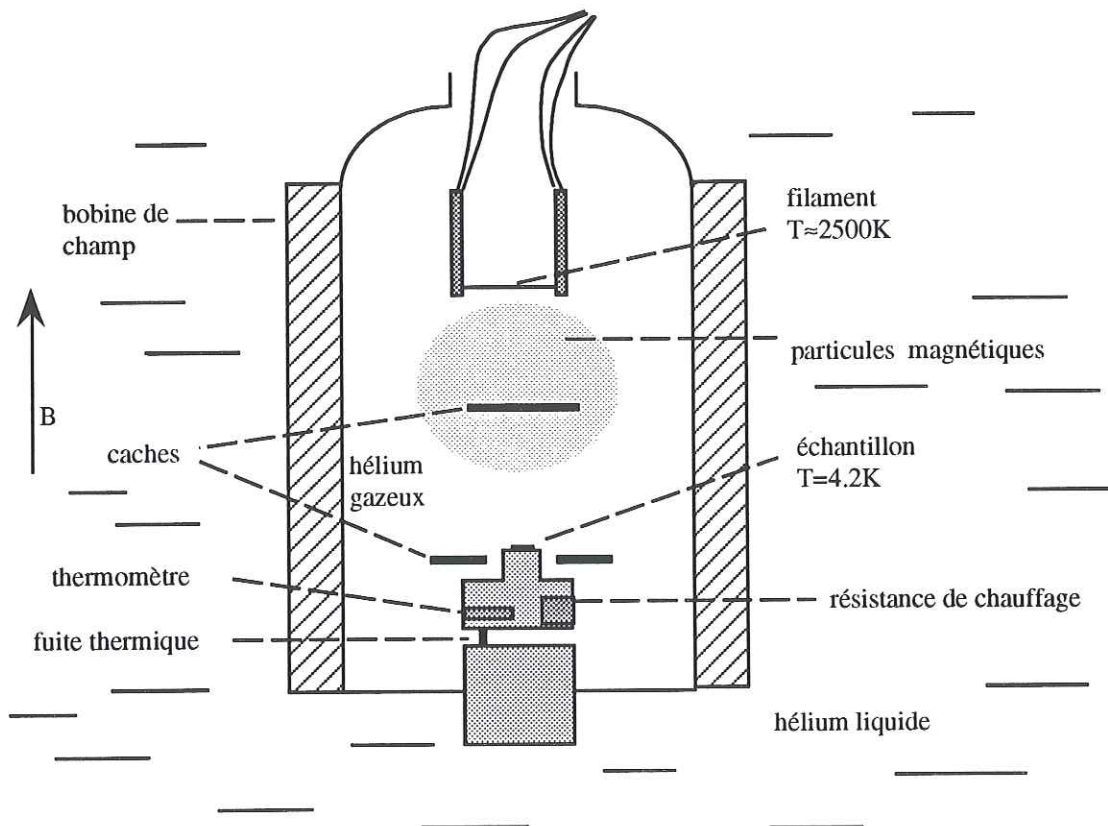


Fig.4.2 : Cellule de décoration contenant le filament nickelé, le porte-échantillon avec résistance de chauffage, thermomètre et fuite thermique et les caches. La cellule trempe dans l'hélium liquide. La bobine de champ est enroulée sur l'extérieur de la cellule.

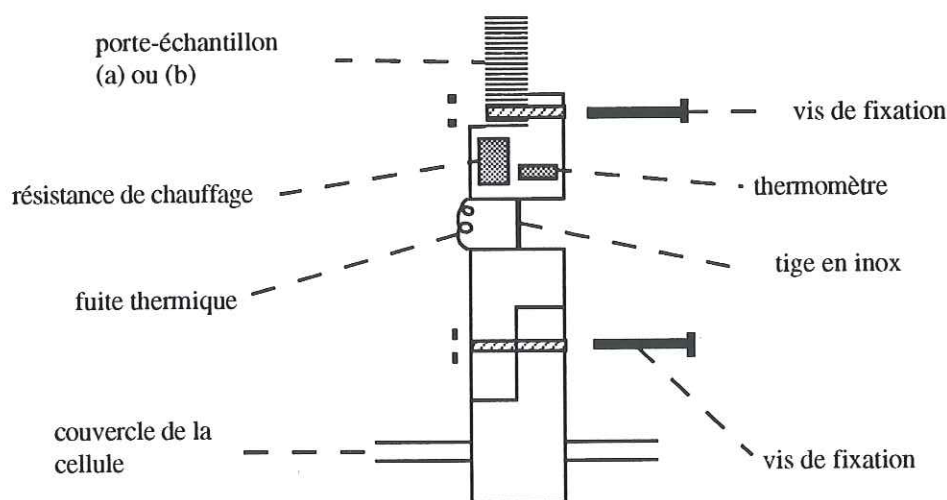
Les dimensions de la cellule sont les suivantes : diamètre extérieur de 5.8 cm, diamètre intérieur de 4.5 cm, longueur intérieure de 9.5 cm.

La cellule est placée dans un cryostat et baigne dans de l'hélium liquide à une température de 4.2 K. Si nécessaire, on peut baisser la température jusqu'à environ 1.2 K en pompant sur le bain d'hélium.

Dans les paragraphes suivants, nous allons détailler les différentes composantes de la cellule.

#### 4.2.2. Portes-échantillon

Le porte-échantillon doit assurer une bonne thermalisation de l'échantillon et donner la possibilité de réguler la température. Nous avons conçu un porte-échantillon démontable, représenté dans la figure 4.3. Il est entièrement fabriqué en cuivre. Les surfaces de contact des pièces fixées par des vis sont toutes dorées pour assurer un bon contact thermique :



*Fig.4.3 : Porte-échantillon démontable avec deux parties supérieures au choix.  
Le bas du porte-échantillon trempe dans l'hélium liquide.*

La partie supérieure peut être changée suivant les mesures que l'on désire faire. Nous pouvons donc effectuer des décorations (porte-échantillon (a)) ou des mesures 4 fils (porte-échantillon (b)). Une vue du haut des deux portes-échantillon est représentée dans la figure 4.4.

Le porte-échantillon (a) est une pièce de cuivre entièrement dorée avec deux filetages pour visser l'échantillon. Sa surface horizontale est faible pour recevoir le moins de rayonnement possible durant l'évaporation du nickel.

Le porte-échantillon (b) est plus large que (a). Il est également constitué d'une pièce de cuivre dorée avec deux filetages pour visser l'échantillon. Un morceau de feuille de capton avec plusieurs bandes de contact en cuivre est collée sur la surface à l'aide de colle M 610.

**Collage à la colle M 610 :**

*nettoyer les surfaces.*

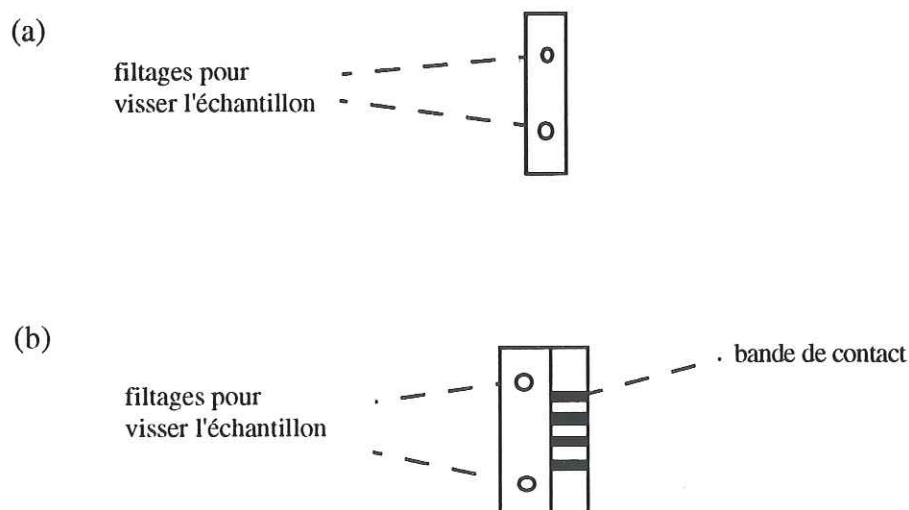
*étaler une couche très fine de colle sur les deux faces à coller.*

*laisser sécher 1-3 min.*

*coller.*

*serrer dans un serre-joint entre deux pièces en Téflon.*

*étuver à 180 °C pendant 1 h (étuve préchauffée) ou à plus basse température pendant plus longtemps.*



*Fig.4.4 : La partie supérieure du porte-échantillon vue du haut :  
(a) sert pour l'expérience de décoration, (b) pour des mesures 4-fils.*

Au lieu d'être fixés à l'aide de vis, les échantillons peuvent aussi être collés par de la graisse à vide (Apiézon).

Une résistance carbone Allen Bradley 68  $\Omega$  et une résistance de chauffage ont été installées sur le porte-échantillon pour contrôler la température. La connexion à la source froide, c'est-à-dire à 4.2 K, se fait par un morceau de fil de cuivre qui peut facilement être adapté à la température à laquelle on veut réguler.



### 4.2.3 Source d'évaporation

La source d'évaporation est constituée d'un fil de tungstène nickelé que nous fixons par soudure à point sur un support de filament d'un microscope électronique Cambridge SE 240. Le filament doit être aussi fin et court que possible pour minimiser l'énergie dissipée par effet Joule pendant l'évaporation. Nous avons choisi un fil de tungstène d'un diamètre de 0.060 mm et d'une longueur de 5 mm. La surface est donc environ 1 mm<sup>2</sup>.

20 µg de Nickel sont déposés par voie électrochimique sur une partie du filament par la procédure suivante :

***Mise du vernis :***

*Recouvrir les plots du support et les bords du filament de 2 à 3 couches de vernis Lacomit.*

***Nettoyage du filament :***

*Tremper le filament dans une solution de*

*HNO<sub>3</sub>            37.5 % en volume*

*HF                37.5 % en volume*

*H<sub>2</sub>O               25.0 % en volume*

*pendant quelques minutes puis rincer à l'eau distillée puis à l'alcool.*

***Dépôt électrolytique :***

*L'anode est un fil de nickel nettoyé à l'acide nitrique; la cathode est le filament à nickeler. L'électrolyte est une solution de*

*NiCl<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O            300 g/l*

*H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>                 30 g/l*

Le poids P déposé est donné par l'équation suivante :

$$P = \frac{QA}{96500 n} \quad (4.1)$$

avec Q = it où Q est la charge, n la valence du corps, A le nombre de masse et i le courant. Pour 20 µg de nickel déposé par un courant i = 1mA, il faut un temps t = 66 sec. On met les électrodes sous tension avant de les tremper dans la solution. Quand le dépôt est terminé, on enlève les électrodes de la solution avant d'éteindre la source de courant.

### ***Délaquage :***

*Le vernis Lacomit est enlevé à l'acétone puis à l'alcool.*

La quantité et l'emplacement du Nickel sont donc parfaitement maîtrisés. Le tungstène a l'avantage d'avoir une température d'ébullition élevée par rapport à celle du nickel :  $T_{\text{éb,W}} = 5933 \text{ K}$ ,  $T_{\text{éb,Ni}} = 3000 \text{ K}$ . Sa pression de vapeur saturante est faible à 3000 K, on ne risque donc pas d'évaporer du tungstène en même temps que le nickel.

Quatre fils sont soudés aux plots de contact du filament. Les filaments ne sont utilisés qu'une fois.

#### **4.2.4 Caches**

Les caches sont des éléments indispensables de la cellule de décoration : ils empêchent l'échauffement de l'échantillon par rayonnement direct durant l'évaporation du nickel. Le coefficient de réflectivité et la chaleur spécifique des caches doivent être élevés. Ainsi le rayonnement venant du filament est réfléchi sur les parois noircies de la cellule et le cache ne se réchauffe pas.

Dans cette cellule on dispose de deux caches : le premier assure la protection directe de l'échantillon tandis que le deuxième protège le porte-échantillon. Le porte-échantillon ne doit pas monter en température car l'échantillon suit les variations de température.

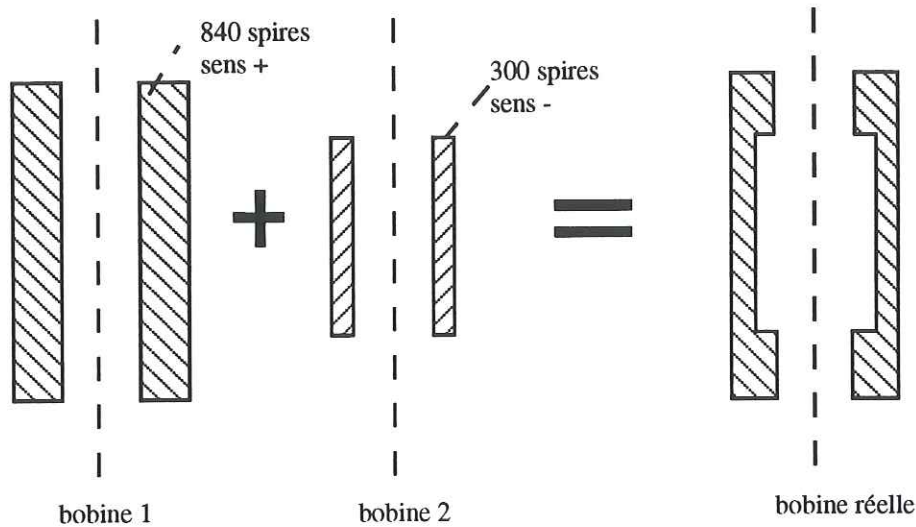
Les deux caches sont fabriqués de tôle de cuivre de 2 mm d'épaisseur. Ils sont couplés directement au bain d'hélium liquide par des tiges de cuivre.

#### **4.2.5 Bobine de champ**

La bobine de champ a été fabriquée sur mesure pour la cellule de décoration. Un champ homogène à  $5 \cdot 10^{-3}$  dans la zone de diffusion des particules ferromagnétiques (un cylindre de longueur 2 cm et de rayon 1 cm) est souhaitable. Les décoration se font à bas champ, la bobine a donc été choisie avec une valeur de champ d'environ 5 mT/A.

Pour calculer le champ magnétique et la géométrie exacte de la bobine, nous avons utilisé un programme écrit au CRTBT. Le champ d'une bobine cylindrique de taille finie n'est pas homogène. En enroulant quelques spires supplémentaires aux deux bouts de la bobine il est

quand même possible d'obtenir un champ parallèle dans une zone du milieu. Cette encoche est simulée dans le programme par une deuxième bobine cylindrique plus petite, enroulée dans le sens inverse et superposée à la première. La figure 4.5 montre un schéma des bobines simulées et de la bobine réelle.



*Fig.4.5 : Schéma des deux bobines superposées simulées par ordinateur.  
Le résultat est la bobine réelle avec une encoche au milieu.*

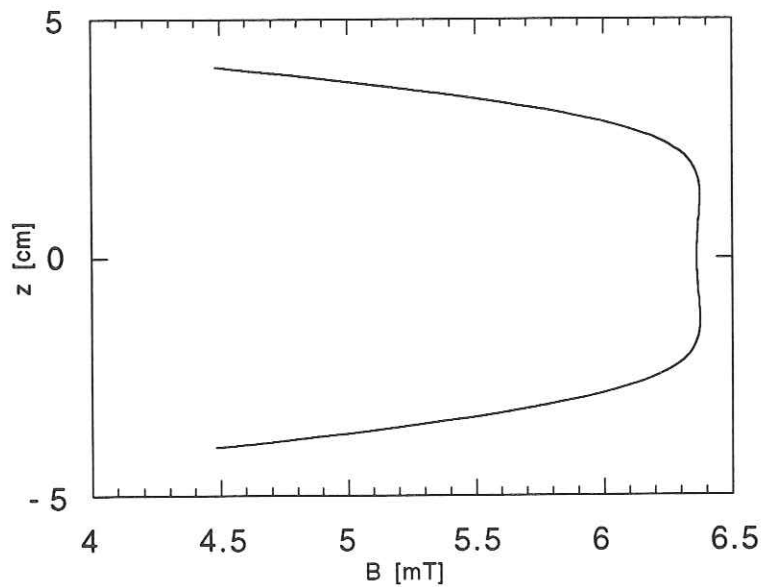
Dans le tableau 4.1, nous avons rassemblé les dimensions des bobines simulées que l'on superpose.

	bobine 1	bobine 2
diamètre du fil [mm]	0.55	0.55
longueur [mm]	77	55
rayon intérieur [mm]	23	23
rayon extérieur [mm]	26.3	24.65
nombre de spires	840	300
sens de l'enroulement	+	-

*Tableau 4.1: Dimensions des deux bobines simulées.*

Le champ magnétique au centre de la bobine a une valeur de  $6.4 \cdot 10^{-3}$  Tesla par Ampère. Le profil de champ en fonction de la hauteur de la bobine est représenté dans la figure 4.6. Sur l'échelle de l'échantillon, le champ est donc homogène à  $5 \cdot 10^{-3}$ .





*Fig.4.6 : Profil du champ magnétique sur l'axe de la bobine de champ*

Nous avons choisi une bobine en fil de cuivre, car elles sont d'une grande précision pour les bas champs magnétiques. Il faut par-contre assurer que l'énergie dissipée dans la bobine reste petite pour ne pas chauffer et vaporiser l'hélium liquide. Dans notre cas pour un champ de 1 mT appliqué pendant 24 heures on vaporise  $\sim 0.4$  litre d'hélium.

### 4.3 Montage électronique

#### 4.3.1 Description générale

Le schéma du montage électronique représenté dans la figure 4.7 comporte les appareils électroniques et le système de pompage. Nous allons d'abord décrire le montage puis détailler le fonctionnement de l'alimentation pulsée et de l'automatisation de l'expérience.

Avant le refroidissement, la cellule de décoration est évacuée à l'aide d'une pompe à huile primaire Alcatel 2012 A. Un petit volume de gaz d'hélium est ensuite introduit par les vannes 2, 3 et 4. Le volume de gaz froid de la cellule et le volume de gaz à l'ambiante des tuyaux contribuent à la pression, mesurée par une jauge Alcatel CN 101 à l'ambiante, car la vanne 4 reste ouverte durant toute l'expérience.

Une pompe à huile sert à refroidir le bain d'hélium pour des décorations à basses températures jusqu'à 1.6 K.

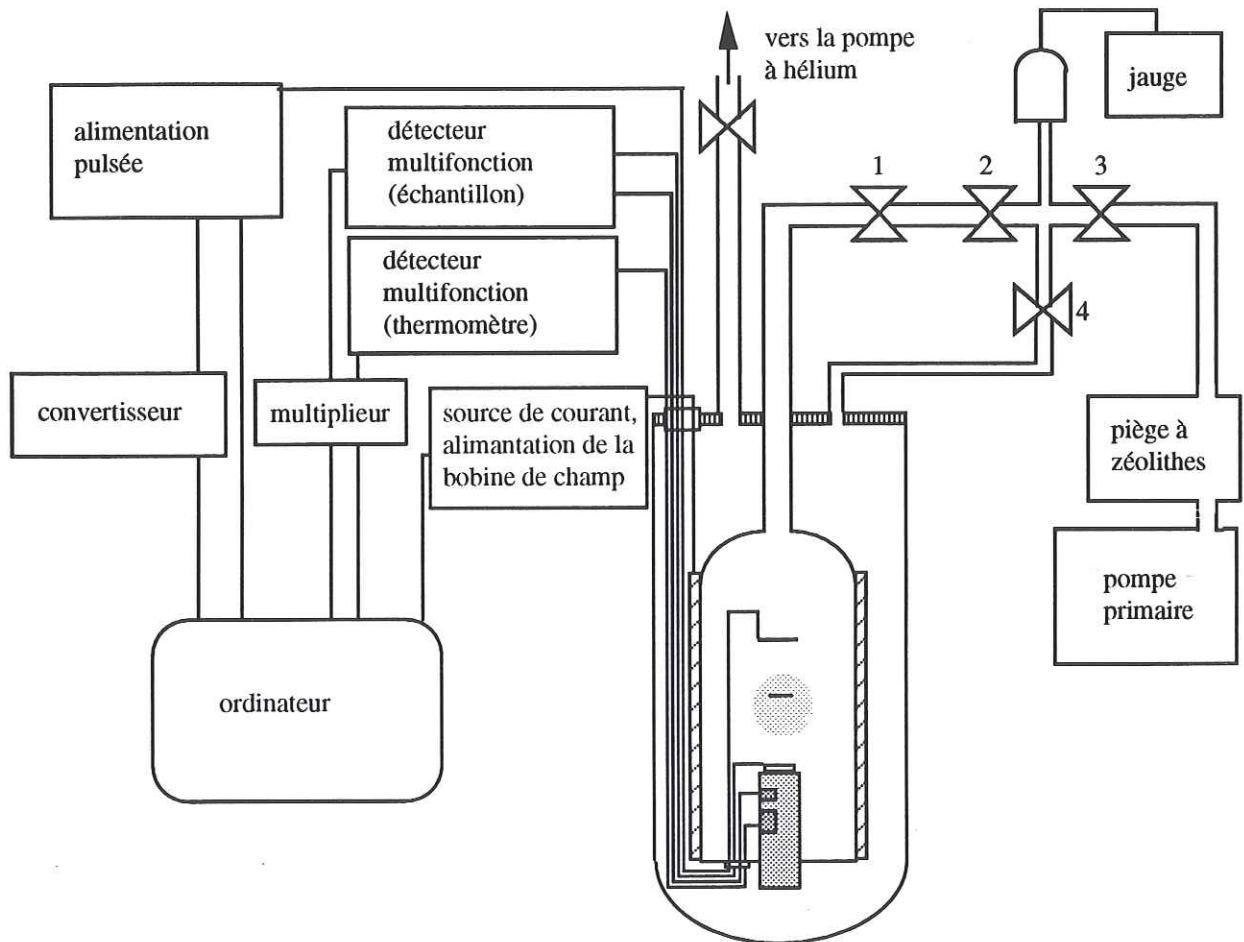


Fig.4.7 : Montage électronique avec système de pompage.

La valeur de la sonde de température est mesurée par un détecteur multifonction Barras Provence qui sert en même temps de régulateur. On utilise un deuxième détecteur multifonction Barras Provence ou une alimentation de courant et un voltmètre pour effectuer des mesures sur l'échantillon.

La bobine de champ magnétique est alimentée par une ou deux sources de courant Time Type 609 selon la valeur de champ désirée.

### 4.3.2 Alimentation pulsée

Un générateur d'impulsions de tension programmable pour chauffer le filament a spécialement été conçu par le Service Electronique du CRTBT de façon à répondre aux critères suivants: il faut un générateur de tension programmable entre 0 et 10 V, la limitation en courant doit être variable entre 0 et 10 A et la durée des impulsions entre 0 et 10 sec au pas de 10 msec. Il faut pouvoir envoyer une seule impulsion dans le filament.

L'avantage d'une source de tension est qu'elle se comporte de manière autorégulative: au début de l'impulsion la source délivre le courant maximum dans le filament froid: il est chauffé, sa valeur de résistance et de tension augmente. Pour garder la tension à une valeur constante la source doit délivrer un courant d'intensité plus faible. Le filament ne risque donc pas de brûler tout en étant chauffé à sa température finale dans un très petit délai de temps. Un enregistrement du signal de tension en fonction du temps se trouve en annexe 3.

Par l'intermédiaire d'un convertisseur analogique-numérique 16 bits, le signal de courant ou de tension du filament est enregistré par un ordinateur Apple IIGS [1]. Le programme lit 512 points du convertisseur en une durée de temps choisie entre 200 msec et plusieurs secondes à partir du déclenchement de l'impulsion, piloté par ordinateur.

### 4.3.3 Automatisation de l'expérience

Nous avons automatisé plusieurs étapes de l'expérience :

- le déclenchement du filament et la lecture de 512 points de courant ou de tension
- la sauvegarde des points enregistrés sur disquette
- le refroidissement contrôlé de l'échantillon.

Le taux de refroidissement de l'échantillon est un paramètre important pour l'expérience de décoration car il peut influencer l'arrangement de vortex. Autour de la température de transition supraconductrice, les fluctuations thermiques provoquent des déplacements de vortex et la création de paires vortex-antivortex. Un refroidissement très lent dans cette région de température est indispensable pour que le réseau de vortex puisse relaxer dans son état d'équilibre à chaque température.

Nous avons programmé une rampe de température à l'aide d'un multiplieur (convertisseur numérique-analogique) qui pilote le détecteur multifonction.



## 4.4. Optimisation des paramètres

La résolution de la méthode de décoration dépend de la taille des particules ferromagnétiques, de leur vitesse et de la thermalisation de l'échantillon. Ces facteurs sont influencés par de nombreux paramètres, souvent liés entre eux, qu'il s'agit d'optimiser [2,3,4]. Nous avons choisi une démarche empirique pour l'optimisation des paramètres car le flash d'évaporation du nickel est un processus hors-équilibre difficile à calculer. Les paramètres sensibles que nous allons discuter sont le choix du matériau ferromagnétique, la valeur de tension appliquée aux bornes du filament et la durée de l'impulsion nécessaires à l'évaporation du nickel, la pression du gaz résiduel et la distance entre le filament et l'échantillon. Puis, nous allons donner quelques ordres de grandeur des énergies mises en jeu.

### 4.4.1 Choix du matériau ferromagnétique

matériau	nombre de magnétons de Bohr à $T = 0$ K	$T_{\text{Curie}}$ [K]
Fe	2.219	1043
Co	1.715	1404
Ni	0.604	631

Les métaux ferromagnétiques utilisés dans ce type d'expérience sont le fer, le cobalt et le nickel. Leurs caractéristiques sont présentées dans le tableau suivant [5] :

*Tableau 4.2 : Caractéristiques des métaux ferromagnétiques couramment utilisés pour les expériences de décoration*

A cause de sa faible aimantation de saturation, le nickel risque le moins de perturber les vortex dans l'échantillon au moment de la décoration. Les procédés de dépôts électrolytique du nickel sont en plus très bien connus et reproductibles, donc nous maîtrisons parfaitement la quantité de matériau déposée sur le filament.

#### 4.4.2 Puissance et durée du flash d'évaporation

Pour optimiser la température du filament pour l'évaporation du nickel, il est instructif de regarder la courbe de tension de vapeur saturante du nickel et de calculer le taux d'évaporation  $\mu$  par unité de surface en fonction de la température. Nous avons calculé la courbe à partir de la formule :

$$\mu(T) = p(T) \left( \frac{M}{2\pi RT} \right)^{1/2} \quad (4.2)$$

$p(T)$  : tension de vapeur en fonction de la température

$M$  : masse molaire (pour le nickel 58.71 g/mol)

$R$  : constante des gaz parfaits

$p(T)$  en torr est donnée dans une table par la formule suivante [5] :

$$p(T) = 10^{(-0.2185A/T) + B} \quad (4.3)$$

$T$  : température en K

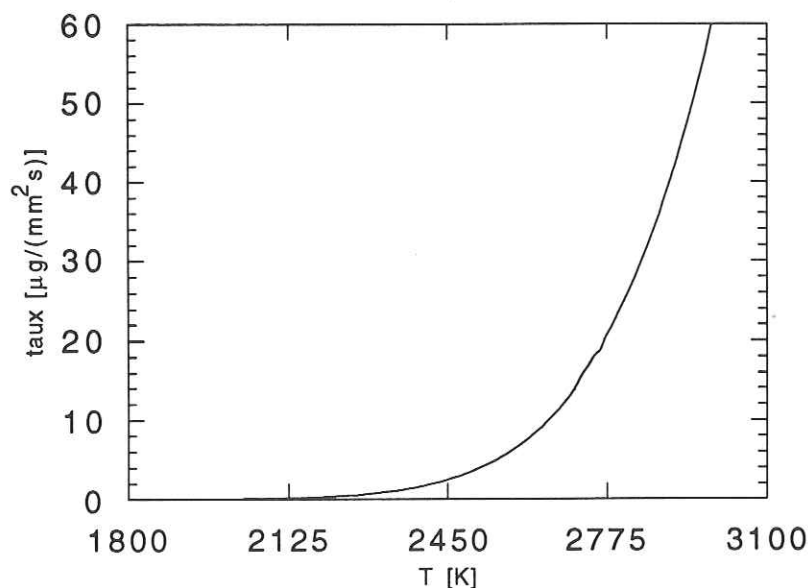
$A$  : énergie de vaporisation en cal/mol

$B$  : constante en cal/(molK)

Les valeurs de  $A$  et  $B$  sont [5] données comme :

$A = 90126.0$	$B = 9.453807$	pour $1810 \text{ K} < T < 2732 \text{ K}$
$A = 85377.9$	$B = 9.091911$	pour $2730 \text{ K} < T < 3300 \text{ K}$

La courbe calculée est tracée en figure 4.8.



*Fig.4.8 : Taux d'évaporation du nickel calculé en fonction de la température*

Puisqu'il s'agit d'une dépendance exponentielle, il est préférable de choisir une puissance relativement élevée et une durée plutôt courte afin d'avoir un meilleur rapport énergie dissipée par quantité de nickel évaporé. Cependant, si le taux d'évaporation est trop élevé, le nickel forme de grosses agglomérations. Nous avons choisi les valeurs suivantes :

puissance	$P = 2.6 \text{ W}$
tension	$U = 1.7 \text{ V}$
durée	$t = 500 \text{ à } 700 \text{ msec}$

#### 4.4.3 Pression du gaz d'hélium

La pression ne doit pas être trop faible car les particules de nickel ne subiraient pas assez de chocs pour être thermalisées. Une trop forte pression favorise l'agglomération en grosses particules ce qui réduit la résolution. Après des tests entre 0.4 et 0.7 mbar, nous avons choisi une valeur de pression  $0.50 \text{ mbar} < p \leq 0.60 \text{ mbar}$ .



#### 4.4.4 Distance entre filament et échantillon

Dans notre cellule de décoration, la distance entre le filament et l'échantillon ne devrait pas un paramètre très sensible car les particules de nickel tombent sur l'échantillon par la pesanteur. Pour effectuer des décorations haute résolution nous choisissons une distance entre 11 et 15 mm.

#### 4.4.5 Ordres de grandeur des énergies mises en jeu

L'énergie dissipée dans le filament  $E_j$  est en grande partie évacuée par rayonnement  $E_R$  et par les fils de cuivre soudés au support du filament. Le chauffage du filament et l'évaporation du nickel ne consomme que très peu d'énergie. Les ordres de grandeur sont les suivants:

énergie dissipée dans le filament :	$E_j \approx 1.5 \text{ J}$
énergie nécessaire pour vaporiser 10 $\mu\text{g}$ de Ni :	$E_{\text{vap}} \approx 7 \cdot 10^{-2} \text{ J}$
énergie rayonnée par le filament à 2800 K :	$E_R \approx 1 \text{ à } 1.5 \text{ J}$

En conséquence, il est très important de bien écranter l'échantillon, d'isoler thermiquement le porte-échantillon du filament et d'évacuer l'énergie le plus directement possible dans le bain d'hélium.

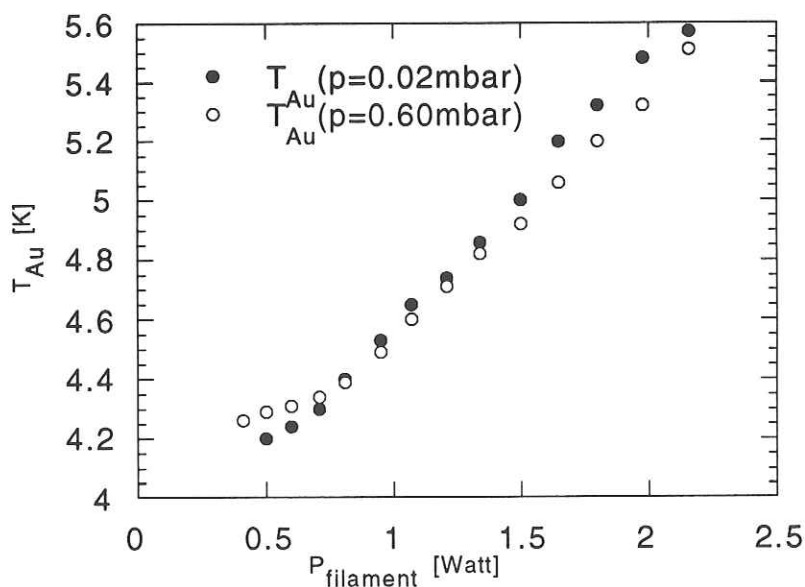
#### 4.4.6 Echauffement de l'échantillon pendant l'évaporation

L'échauffement de l'échantillon pendant l'évaporation peut être mesuré en plaçant un thermomètre à la place de l'échantillon. Il est important que la masse thermique du thermomètre soit comparable à celle de l'échantillon.

Nous avons utilisé comme thermomètre une couche mince d'or de surface de 1 mm x 5 mm et d'épaisseur de 50 Å, évaporée sur une sous-couche d'adhésion de titane de 50 Å sur un substrat de saphir de 0.3  $\mu\text{m}$  d'orientation (1102). Les contacts électriques ont été faits par microsoudures de fils d'aluminium sur les bandes de contact du porte-échantillon. D'abord, nous avons calibré la résistance en fonction de la température.

Pour la mesure de la température maximale de la couche mince en fonction de la puissance dissipée par le filament, nous avons utilisé le même programme que pour la mesure de courant ou de tension du filament en fonction du temps. Au lieu de mesurer aux bornes du

filament, nous avons branché les fils de la couche mince sur un détecteur multifonction Barras Provence 500 Hz. Pendant une durée de 200 à 5000 msec, 512 points de résistance sont lus par l'intermédiaire du convertisseur analogique-numérique à partir du déclenchement du flash d'évaporation du filament. Les résultats de la mesure pour une température initiale de la couche mince d'or de 4.2 K et pour deux valeurs de pression du gaz d'hélium ( $p = 0.02$  mbar et  $p = 0.60$  mbar) sont tracés en figure 4.9.  $p = 0.02$  mbar correspond à la pression la plus basse que nous pouvons atteindre avec la pompe primaire.



*Fig.4.9 : Température maximale de la couche mince d'or servant de thermomètre pour mesurer l'échauffement de l'échantillon durant l'évaporation du nickel.*

Pour des puissances  $P_{filament} > 1.3$  Watt, le gaz d'échange limite l'échauffement de la couche mince d'or. Pour la puissance de 1.5 Watt utilisée pour les décorations, la couche mince atteint une température d'environ 4.9 K qui est loin en dessous de la température de transition du niobium (9.2 K).

Nous avons effectué une mesure 4 fils de courant et de tension pour déterminer la puissance dissipée dans la couche mince d'or en fonction de sa température ou résistance. Avec cette calibration, nous pouvons déduire la puissance reçue par l'échantillon durant l'évaporation. Les résultats sont représentés en figure 4.10.

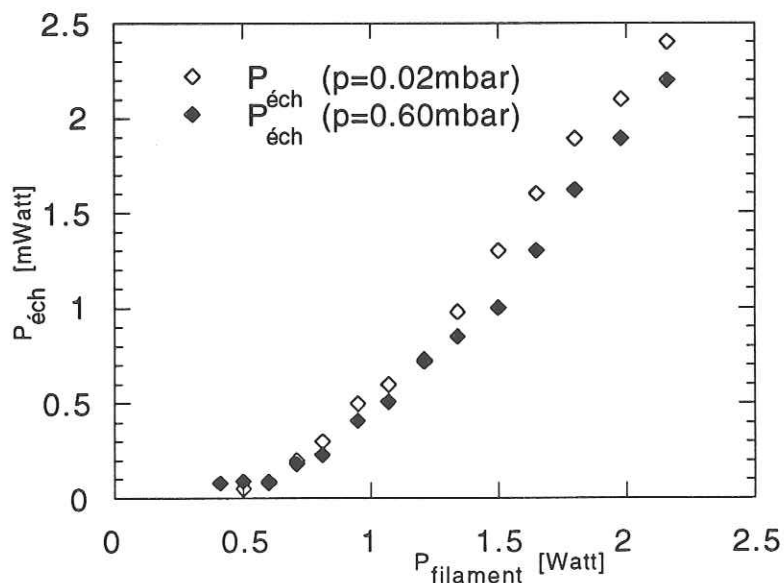


Fig.4.10 : Puissance reçue par l'échantillon en fonction de la puissance dissipée dans le filament.

La puissance reçue par l'échantillon est très faible, environ trois ordres de grandeur plus petits que la puissance dissipée dans le filament. Cependant, les échantillons sont petits et ont une masse thermique faible.

Après cette mesure, nous avons amélioré le système de caches et l'évacuation du rayonnement. Les résultats de ces mesures représentent donc une borne supérieure pour l'échauffement de l'échantillon.



## 4.5 Diffusion des particules de nickel dans le gaz

Les équations de la diffusion du nickel du filament jusqu'à la surface de l'échantillon sont très complexes à résoudre si on tient compte de tous les phénomènes mis en jeu. En première approximation on peut cependant connaître l'ordre de grandeur du mouvement des particules, ce qui est suffisant dans le cadre de nos objectifs.

### 4.5.1 Données sur les particules de nickel

Nous avons rassemblé des données sur les particules de nickel. Les observations d'échantillons décorés nous permettent de déterminer la taille des particules et à partir de cette valeur de calculer d'autres paramètres comme leurs vitesses thermiques et leur moment magnétique. Puis nous avons estimé le temps que mettent les particules de nickel pour atteindre l'échantillon. Une expérience simple permet de vérifier ce calcul.

#### Particules de nickel :

masse atomique :	58.71 g/mol
densité de masse :	8.902 g/cm <sup>3</sup>
rayon d'une particule :	~ 1·10 <sup>-8</sup> m
masse d'une particule :	~ 5·10 <sup>-18</sup> g
force de la pesanteur :	~5·10 <sup>-20</sup> N
nombre d'atomes de nickel par particule :	~5·10 <sup>4</sup>
nombre de particules pour 10 µg de nickel :	~2·10 <sup>12</sup>
vitesse thermique des atomes à 2500 K :	1030 m/s
vitesse thermique des atomes à 4.2 K :	42 m/s
vitesse thermique des particules à 4.2 K :	0.19 m/s
vitesse thermique des particules à 1.6 K :	0.12 m/s
moment magnétique d'une particule :	~2·10 <sup>-20</sup> A m <sup>2</sup>

#### Gaz d'hélium:

pression dans l'enceinte à 4.2 K :	0.5 mbar
densité de molécules d'hélium à 4.2 K :	1·10 <sup>24</sup> m <sup>-3</sup>
libre parcours moyen des molécules :	~10 µm
vitesse thermique des molécules à 4.2 K :	162 m/s

Si les particules de nickel étaient réparties uniformément dans un volume cylindrique de rayon 1 mm autour du filament, il y aurait un rapport de 1 particule de nickel sur 14000 molécules d'hélium.

#### 4.5.2 Thermalisation des atomes de nickel évaporé

Pour calculer le nombre de chocs nécessaires avec les molécules d'hélium pour thermaliser les atomes de nickel après leur évaporation, nous faisons les hypothèses suivantes : les collisions sont uniquement frontales et l'énergie et l'impulsion des molécules d'hélium avant le choc sont négligeables devant celles des atomes de nickel. Les conservations de l'impulsion et de l'énergie donnent les expressions suivantes:

$$MV_1 = MV_2 + mv \quad (4.4a)$$

$$\frac{1}{2} MV_1^2 = \frac{1}{2} MV_2^2 + \frac{1}{2} mv^2 \quad (4.4b)$$

- M: masse d'un atome de nickel  
 m: masse d'une molécule d'hélium  
 V<sub>1</sub>: vitesse initiale du nickel  
 V<sub>2</sub>: vitesse finale du nickel  
 v: vitesse finale de l'hélium

Cela donne un nombre de collisions n jusqu'à la thermalisation de :

$$V_{2500K} = \left( \frac{M - m}{M + m} \right)^n V_{4.2K} \quad (4.5)$$

donc

$$n = \frac{\ln\left(\frac{V_{2500K}}{V_{4.2K}}\right)}{\ln\left(\frac{M - m}{M + m}\right)} = 23 \quad (4.6)$$

En faisant les hypothèses que le mouvement des atomes de nickel est en ligne droite et qu'il n'y a pas d'interactions entre les atomes de nickel, le parcours d'un atome jusqu'à sa thermalisation serait de 23 μm. Cette distance ne peut être que considérée comme borne inférieure car:

- la densité de l'hélium est plus faible à proximité du filament chaud,
- il y a une interaction entre les atomes de nickel,
- les collisions ne sont pas toujours frontales

- et les atomes d'hélium ont une impulsion initiale.

### 4.5.3 Temps de décoration

Nous nous intéressons au temps que mettent les particules de nickel pour diffuser du filament à la surface de l'échantillon. Les particules sont soumises à deux forces : la force due aux chocs non-compensés avec l'hélium :  $F_1$  et la force de la pesanteur :

$$F_2 = \frac{4}{3} R_{Ni}^3 \rho g \quad (4.7)$$

$R_{Ni}$  : rayon d'une particule de nickel

$\rho$  : densité de masse du nickel

Le nombre de chocs non-compensés  $dn$  dans l'intervalle de temps  $dt$  s'écrit :

$$\frac{dn}{dt} = \pi R_{Ni}^2 v N_{He} \quad (4.8)$$

$v$  : vitesse d'une particule de nickel

$N_{He}$  : densité de molécules d'hélium

L'impulsion transmise  $dp$  par intervalle de temps  $dt$  représente donc la force exercée par les chocs non-compensés :

$$\frac{dp}{dt} = p \frac{dn}{dt} = F_1 \quad (4.9)$$

En régime d'équilibre, les deux forces sont égales:  $F_1 = F_2$ . En appliquant la loi des gaz parfaits la vitesse des particules s'écrit finalement :

$$v = \frac{4}{9} v_{th} \rho g \frac{R_{Ni}}{P} = \frac{d}{t} \quad (4.10)$$

$P$  : pression du gaz d'hélium dans l'enceinte

$v_{th}$  : vitesse thermique des molécules d'hélium

$d$  : distance entre le filament et l'échantillon

$t$  : temps de décoration

Finalement, on calcule une valeur  $t \approx 20$  sec. La décoration ne se fait donc pas instantanément pendant le flash d'évaporation. Par contre,  $t$  est le temps moyen que met une



particule pour arriver sur l'échantillon. L'ensemble des particules mettra donc un intervalle de temps.

#### 4.5.4 Vérification expérimentale

Une expérience simple permet de vérifier cette valeur. Après le flash d'évaporation on attend un temps  $\Delta t$  avant de chauffer l'échantillon à une température supérieure à  $T_c$ . La courbe schématique de la température de l'échantillon en fonction du temps est tracée en figure 4.11.

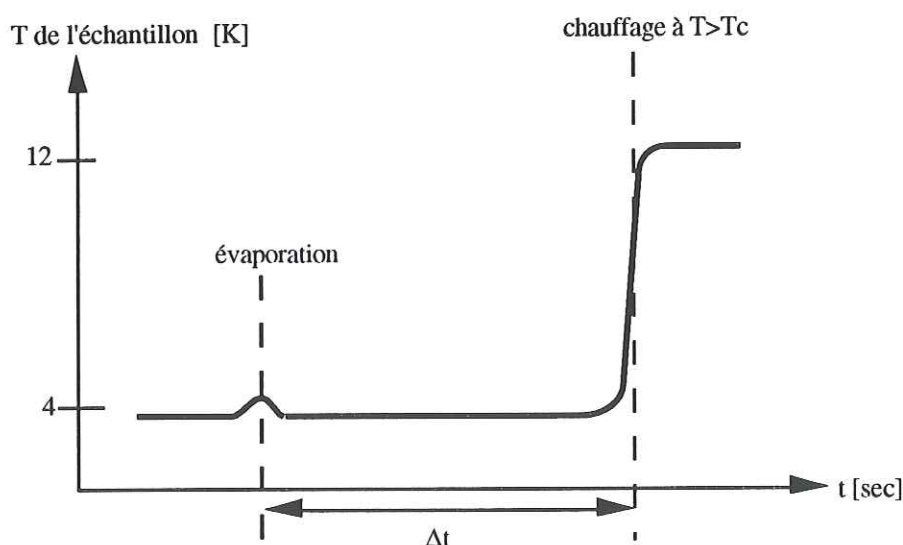
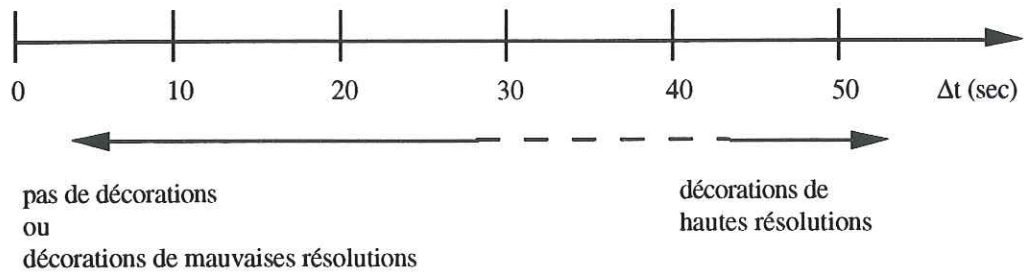


Fig.4.11 : Température de l'échantillon en fonction du temps dans l'expérience pour vérifier la durée de décoration.

A  $T > T_c$ , l'échantillon n'est plus supraconducteur. Il est traversé uniformément par le champ magnétique. Les particules de nickel qui se trouvent éventuellement encore en suspension dans le gaz, devraient se poser uniformément sur tout l'échantillon.

Nous avons effectué plusieurs décorations avec des intervalles de temps  $\Delta t$  entre 10 et 60 sec avant le chauffage de l'échantillon. Les décorations n'ont une bonne résolution que pour les intervalles  $\Delta t > 40$  sec ce qui est en accord avec notre calcul approximatif. La figure 4.12 donne un résumé des résultats.



*Fig.4.12 : Résultats des décorations pour différents temps d'attente avant le chauffage de l'échantillon au dessus de  $T_c$ .*

La méthode de décoration ne perturbe pas l'emplacement des vortex car les temps de relaxation des matériaux sont courts par rapport au temps de décoration.

## Chapitre 5

# FABRICATION D'ECHANTILLONS





## 5. FABRICATION D'ECHANTILLON

L'étude expérimentale de réseaux supraconducteurs demande une connaissance approfondie du matériau supraconducteur pour être capable de distinguer la physique du réseau de la physique du matériau. Une étape importante de notre travail consiste donc à caractériser des couches minces supraconductrices. Le piégeage des vortex dans le matériau doit être faible, car l'emplacement des vortex dans le réseau supraconducteur ne doit pas être imposé par le matériau mais par le réseau. La température de transition supraconductrice doit être la plus élevée possible car les expériences de décoration se font plus facilement largement en dessous de  $T_c$ . En effet, la longueur de pénétration du champ magnétique diminue lorsque la température diminue ce qui favorise le contraste magnétique. La longueur de pénétration effective du champ magnétique impose les dimensions des motifs. Si elle est trop importante le champ pénètre partout et il n'y a pas de gradient de champ pour exercer une force sur les particules de nickel.

Le matériau que nous avons choisi est le niobium, car nous savons faire des couches minces de niobium d'excellente qualité. Le procédé de lithographie se fait donc à base d'une couche mince épitaxiée dont nous décrivons la fabrication dans le paragraphe 5.1 et les caractéristiques dans le paragraphe 5.2.

Nous avons testé plusieurs procédés de lithographie et de gravure, car les conditions imposées par la méthode de décoration sont très sévères. En effet, le niobium est un métal réfractaire, et nous avons besoin d'échantillons de taille submicronique, présentant d'excellentes propriétés supraconductrices et en même temps un état de surface parfait. Les meilleurs échantillons ont été obtenus par lithographie électronique sur une résine négative et par gravure par plasma ionique. Les calculs de profil de champ magnétique que nous avons présentés dans le chapitre 3 nous ont amenés à deux nouvelles conceptions d'échantillon : l'échantillon planarisé et l'échantillon double-couche. Les différentes méthodes de fabrication de réseau que nous avons testées, ainsi que la planarisation d'échantillon et la fabrication d'échantillons double-couche sont décrites dans le paragraphe 5.3.

Finalement, nous avons effectué des caractérisations de réseaux gravés qui sont décrites dans le paragraphe 5.4.

## 5.1. Préparation de couches minces

Nous nous sommes intéressés en particulier à l'optimisation de couches minces de niobium car le niobium a une température de transition élevée (9.2 K) et nous l'avons utilisé comme base pour la fabrication de réseaux supraconducteurs. Le plomb a été envisagé comme deuxième couche mince supraconductrice pour les échantillons double-couche décrits plus loin. Dans les paragraphes suivants, nous donnerons les caractéristiques de fabrication de différentes couches minces de niobium, et nous décrirons les méthodes de fabrication de couches minces que nous avons utilisées.

### 5.1.1 Couches minces de niobium

Les couches minces de niobium, recouvertes ou non d'un film de protection de silicium, sont évaporées par faisceau d'électrons dans un bâti à ultravide Riber uni 105 P. Après un dégazage de 48 heures une pression de quelques  $10^{-10}$  mbar est atteinte. La pression durant l'évaporation du niobium est de quelques  $10^{-8}$  mbar, la vitesse est de  $10 \text{ \AA}/\text{sec}$ . Le silicium risquant d'exploser, doit être chauffé lentement et uniformément, et évaporé à des taux très faibles,  $2 \text{ \AA}/\text{sec}$ . Le paramètre essentiel que nous avons fait varier pour les différents échantillons est la température du porte-substrat. Nous avons fabriqué cinq couches minces que nous avons découpé en morceaux pour effectuer les caractérisations. Les paramètres de dépôt des couches minces sont rassemblés dans le tableau 5.1.

échantillon	épaisseur $d [\text{\AA}]$	substrat	$T_{\text{porte-substrat}}$ [°C]	remarque
Nb <sub>Si</sub> 25°C	1000	silicium (100)	25	
Nb <sub>saphir</sub> 25°C	1000	saphir ( $1 \bar{1} 02$ )	25	
Nb <sub>saphir</sub> 500°C	1000	saphir ( $1 \bar{1} 02$ )	500	
Nb <sub>saphir</sub> 800°C	1000	saphir ( $1 \bar{1} 02$ )	800	
Nb <sub>saphir,Si</sub>	2000	saphir ( $1 \bar{1} 02$ )	500	couche de protection de 50Å de silicium

Tableau 5.1 : Paramètres de couches minces de niobium fabriquées par évaporation par faisceau d'électrons.



### 5.1.2 Couches minces de plomb

Les couches minces de plomb sont fabriquées par évaporation par effet Joule dans un évaporateur Speedivac, Edwards. Les matériaux utilisés sont du plomb 5 N, Asarco et du germanium 5 N, Aldrich Chemical.

Le plomb est nettoyé dans une solution d'acide acétique et de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 4 : 1 et placé dans un creuset en molybdène. Le germanium est évaporé dans un creuset en tungstène. Après un dégazage de 12 heures la pression atteint une valeur de pression de quelques 10<sup>-7</sup> mbar. On évapore d'abord une sous-couche de germanium de 50 Å sur le substrat à l'ambiante ou à 77 K. Le taux d'évaporation est de quelques angström par secondes. Puis, le plomb est évaporé à une vitesse d'environ 5-8 Å/sec difficile à stabiliser car le plomb a une pression de vapeur très peu élevée et la température du creuset n'est pas parfaitement stable. La couche mince est ensuite recouverte d'un film de protection de germanium, préparé de la même façon que la sous-couche.

## 5.2. Caractérisation de couches minces

Nous avons caractérisé des couches minces de niobium, car le niobium a une température de transition élevée et des couches minces de très bonne qualité peuvent être fabriquées par évaporation par faisceau d'électrons. Nous allons utiliser le niobium d'épaisseur de 1000 Å déposé sur du saphir de 500 °C. La couches minces de 2000 Å a des caractéristiques un peu meilleures, mais en vue de gravure, une couche mince d'une épaisseur de seulement 1000 Å est préférable.

Les études de propriétés cristallines ont été effectués sur des échantillons carrés de 1 cm<sup>2</sup>. Nous avons utilisé une mesure à quatre fils sur un motif réalisé par photolithographie à l'aide d'un masque sur plaque au chrome, pour mener à bien les mesures de propriétés supraconductrices. La fabrication du motif est décrite dans le paragraphe 5.2.3.

L'existence d'une orientation préférentielle peut être mise en évidence de différentes façons. Nous avons appliqué deux méthodes différentes : la diffraction de rayons X qui donne des figures de pôles et l'absorption anormale d'électrons qui donne des diagrammes de pseudo-lignes de Kikushi.



### 5.2.1 Diffraction de rayons X

Pour connaître toutes les orientations préférentielles d'un échantillon par diffraction de Bragg, il est nécessaire de détecter toutes les raies vérifiant à la relation :

$$\lambda = 2d\sin\vartheta \quad (5.1)$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X,  $d$  la distance entre les plans cristallins et  $\vartheta$  l'angle incident mesuré par rapport à la normale des plans cristallins. Il faut donc balayer une demi-sphère complète autour de l'échantillon.

Les mesures ont été effectuées avec un goniomètre de texture au laboratoire de Cristallographie en collaboration avec les chercheurs du laboratoire [1]. Un schéma du goniomètre est représenté en figure 5.1.

Il s'agit d'une mesure par réflexion qui permet l'acquisition de plusieurs figures de pôles. Cela est indispensable pour saisir tout l'espace, car une figure de pôle n'est qu'une projection bidimensionnelle d'une fonction de distribution tridimensionnelle des orientations.

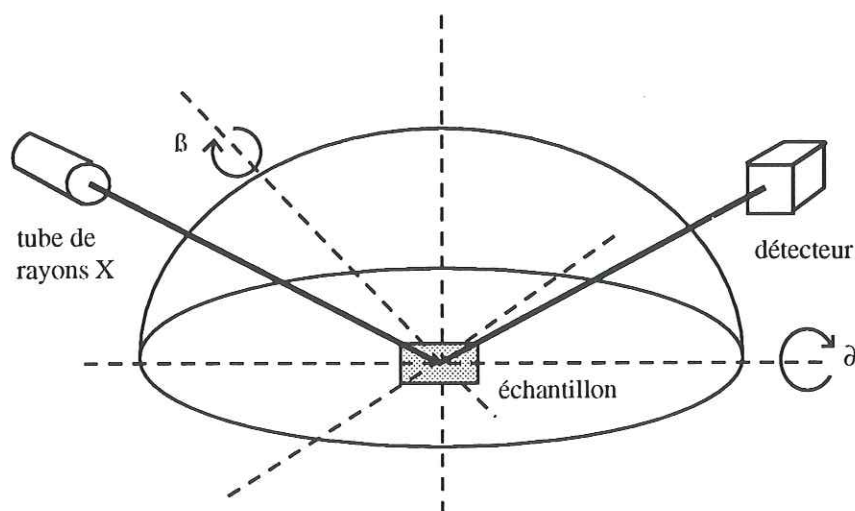


Fig.5.1 : Goniomètre à texture.

Le détecteur est placé sur un angle de Bragg donné, puis l'échantillon est tourné autour de deux axes  $\beta$  et  $\vartheta$ . La projection stéréographique des intersections des normales d'un plan cristallographique avec une demi-sphère donne une figure de pôles spécifique de l'échantillon.

Seul l'échantillon Nb<sub>saphir</sub>800°C a été mesuré car l'acquisition des figures de pôles nécessite un temps de trois jours. Une figure de pôle est représentée en figure 5.2. On suit les raies (110) de la maille élémentaire cubique du niobium. La figure de pôle est composée de quatre raies ce qui implique une orientation suivant la direction (100). Il s'agit donc d'un film épitaxié.

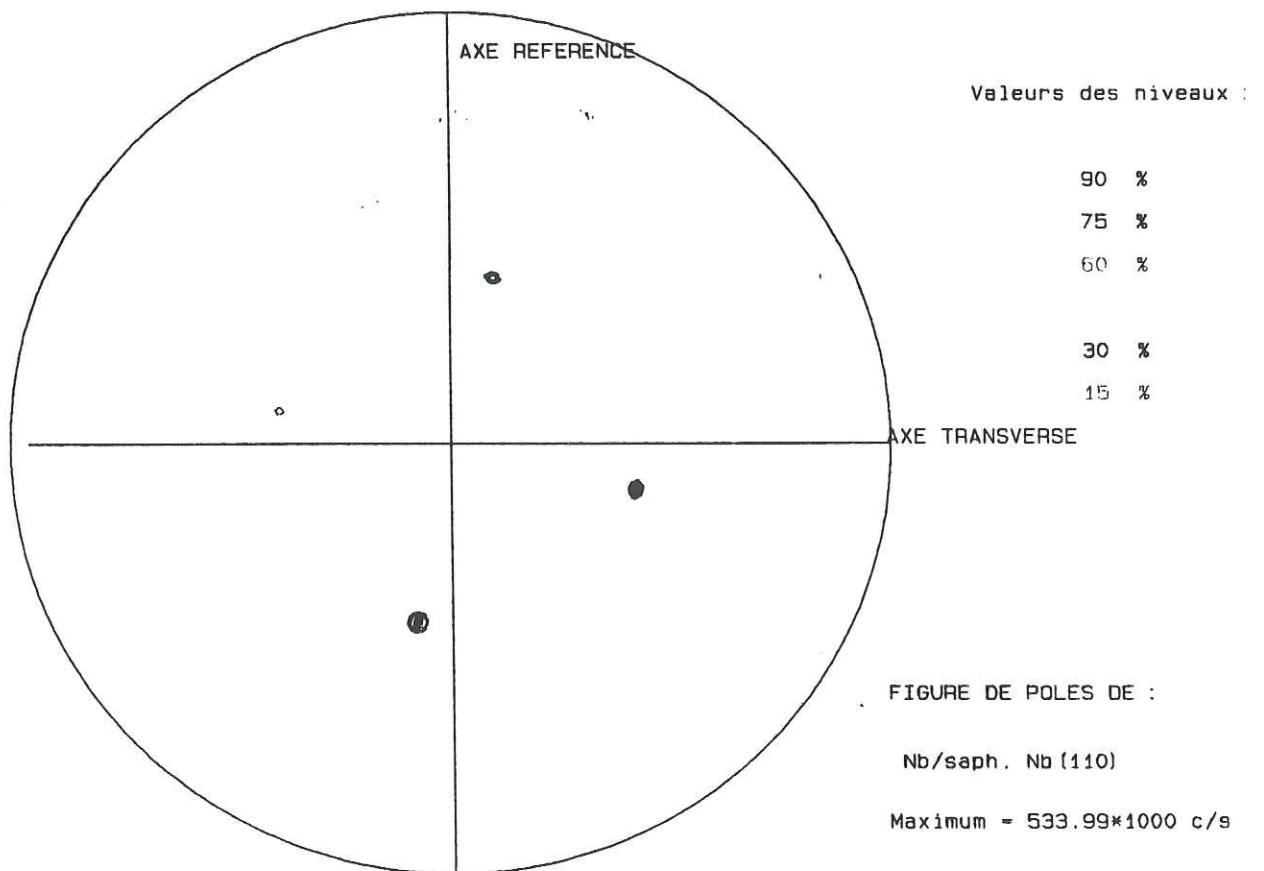


Fig.5.2 : Figure de pôle de l'échantillon Nb<sub>saphir</sub>800°C. La maille élémentaire du niobium est cubique, nous avons trouvé 4 raies, donc une orientation du niobium suivant (100) en suivant les raies en direction de (110)..

### 5.2.2 Absorption anormale d'électrons

Nous avons vérifié l'orientation des échantillons par une deuxième méthode : la mesure de pseudo-lignes de Kikushi. Cette méthode est basée sur la variation de l'absorption quand les électrons se propagent dans une direction voisine d'une direction satisfaisant à la loi de Bragg [2].

L'échantillon est placé dans un microscope électronique à balayage. En balayage à faible grandissement, on fait pivoter le faisceau d'électrons d'un petit angle. Le faisceau passe alors de part et d'autre de la position de Bragg pour plusieurs familles de plans cristallins. Pour les directions proches d'une position de Bragg, il y a absorption anormale ce qui varie le coefficient de rétrodiffusion. Superposées à l'image de l'échantillon, on obtient ainsi des bandes et des lignes géométriques liées à l'orientation du cristal. Le degré d'orientation du cristal se manifeste par la netteté des lignes, les déformations par une distorsion des lignes. La symétrie des lignes reflète directement la symétrie du réseau cristallin de l'échantillon.

La photographie en figure 5.3 de l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}800^{\circ}\text{C}}$  a été prise par Th. Fournier au laboratoire de Cristallographie avec un microscope électronique à balayage Jéol.

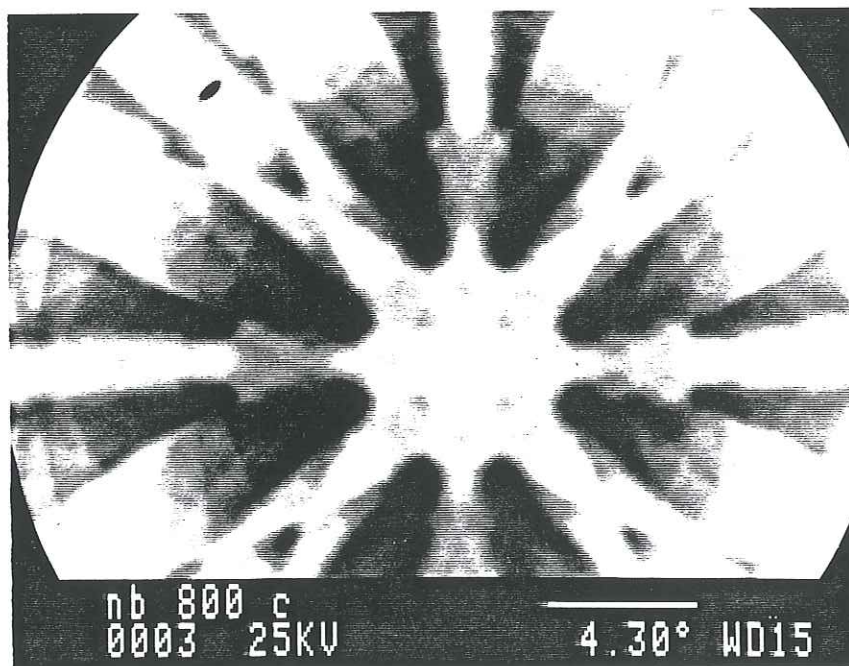


Fig.5.3 : Pseudo-lignes de Kikushi de l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}800^{\circ}\text{C}}$ . L'échantillon est orienté.



L'échantillon NbSi25°C n'est pas orienté : aucune ligne n'a été mesurée. Les diagrammes de pseudo-lignes de Kikushi pour les échantillons Nb<sub>saphir</sub>500°C et Nb<sub>saphir</sub>800°C indiquent clairement une orientation mais il est difficile de décider si les lignes sont plus nettes dans l'un ou dans l'autre diagramme. Les deux couches minces sont épitaxiées.

### 5.2.3 Microscopie tunnel

L'échantillon Nb<sub>saphir</sub>800°C a été examiné par microscopie tunnel au CNRS-LMM, Bagnoux. Une image de la surface de l'échantillon est montrée en figure 5.4.

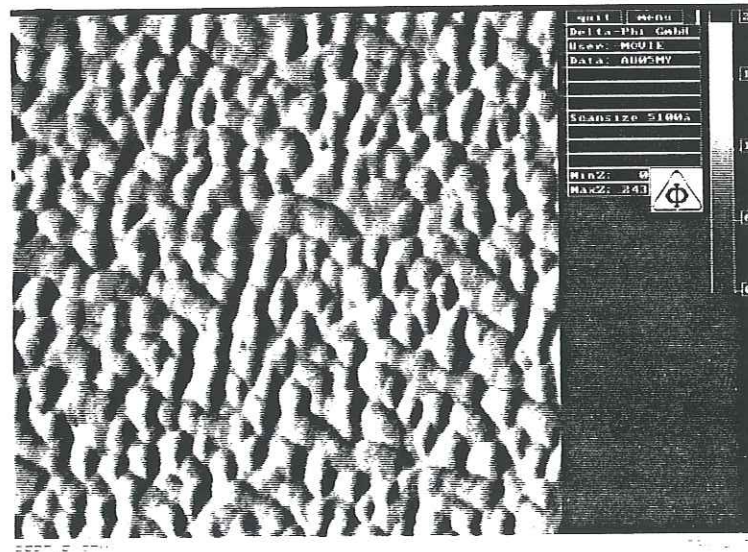


Fig. 5.4 : Détail de 5100 Å x 5100 Å de la surface d'une couche mince Nb<sub>saphir</sub>800°C pris par microscopie tunnel

La couche mince est donc composée de microcristallites orientés de diamètre d'environ 500 Å. La rugosité de surface est d'environ 150 Å.



#### 5.2.4 Réalisation d'un motif par photolithographie

Un motif comprenant une bande de 1 mm de longueur et de 0.1 mm de largeur et les quatre plots de contact a été obtenu par un procédé de photolithographie en utilisant un masque au chrome préparé sur une plaque au chrome évaporé BALZERS. Le masque a été réalisé par lithographie électronique. Avant d'étaler la résine électrons-sensible, microposit SAL 601 de Shipley, la plaque au chrome est préparée de la manière suivante :

***Nettoyage :***

*enlever la résine 1350 AZ de la plaque au chrome à l'acétone puis à l'alcool sur la tournette à 6000 tours/min pendant environ 2 min.*

***Etuvage :***

*étuver la plaque au chrome à 200 °C sur hot plate pendant 10 min.*

Le procédé d'étalement de la résine électron-sensible et de l'insolation est détaillé dans le paragraphe 5.3.

***Attaque du chrome :***

*L'attaque du chrome se fait pendant 30 à 40 sec dans une solution de :*

*200 g de  $Ce((NH_4)_2NO_3)$*

*35 ml de  $CH_3COOH$  98 %*

*1000 ml  $H_2O$  déionisée*

Pour le procédé de photolithographie nous avons choisi une résine photosensible, 4620 AZ de Shipley qui a l'avantage d'être très robuste. Cela est important car elle doit résister à la solution d'attaque du niobium. Les étapes de la photolithographie sont les suivantes :

***Etalement de la résine :***

*pour une épaisseur d'environ 0.6  $\mu m$  : 5000 tours/min accélération 3000 pendant 30 sec.*

***Recuit :***

*90 °C sur hot plate pendant 2 min.*

***Insolation aux ultra-violets :***

*l'insolation se fait à la lampe à mercure de l'aligneur de masque Karl Süss K.G. MJB3 pendant 16 sec pour une puissance de 3 mW par  $cm^2$*

**Développement :**

*microposit developer pendant 1 min.*

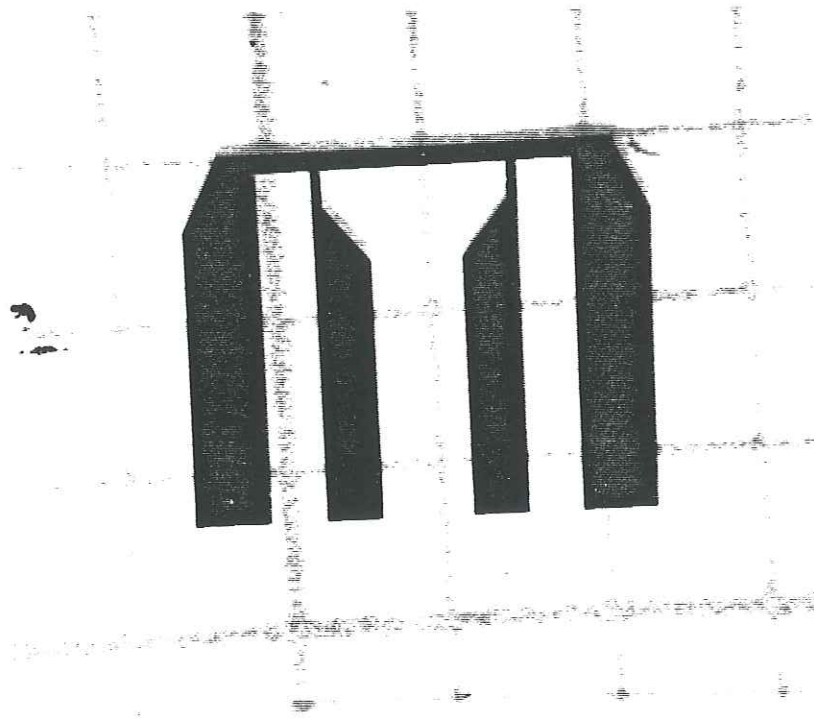
**Recuit :**

*120 °C sur hot plate pendant 5 min.*

**Nettoyage :**

*La résine est ensuite enlevée à l'acétone puis à l'alcool.*

Le procédé de gravure chimique est détaillée dans le paragraphe 5.3.5. En figure 5.5 est montrée une photographie du motif pour mesure 4-fils.



*Fig.5.5 : Motif en niobium de 1000 Å d'épaisseur sur saphir réalisé par photolithographie et gravure chimique pour mesure 4-fils.*

Les mesures de transition résistive et de pente du champ critique ont été effectuées avec le porte échantillon (b) décrit dans le chapitre 3.

### 5.2.5 Transition résistive

Le rapport de résistivité résiduelle est le rapport entre les résistances à la température ambiante et à la température juste en-dessus de la transition résistive de l'échantillon. Ce rapport est d'autant plus élevé que l'échantillon est pauvre en défauts. La température de transition  $T_c$  peut être définie par le point correspondant soit à 10 % de la résistance au dessus de la transition soit à 50 % soit à 90 %. La largeur de transition est égale à la différence entre les températures correspondant à 10 % et 90 %.

Nous avons mesuré la résistance en fonction de la température des couches minces rassemblées dans le tableau 5.1. La figure 5.6 donne un exemple typique de la courbe de transition résistive de l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$ .

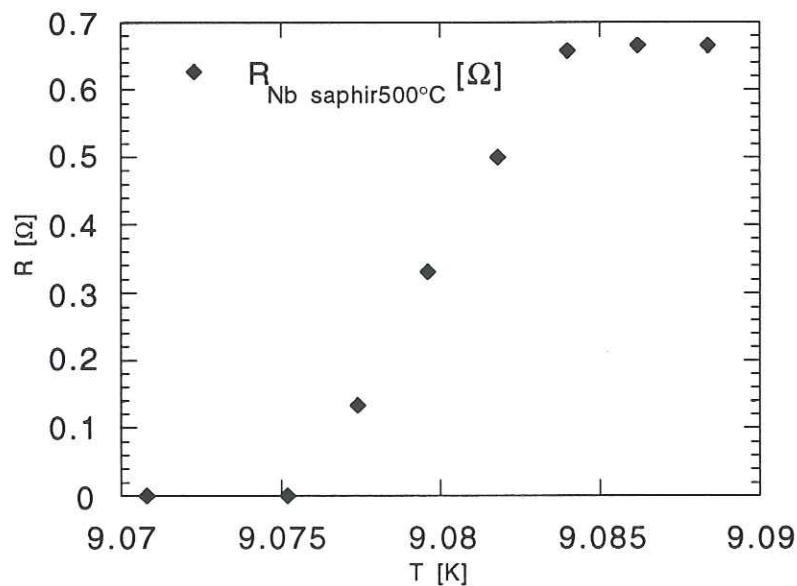


Fig. 5.6 : Transition résistive de l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$ . La largeur de transition est de l'ordre de 10 mK.

La résistance résiduelle de l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  est de  $0.685 \Omega$ . La largeur de transition est inférieure à 10 mK ce qui rend difficile la mesure d'un grand nombre de points dans la transition. Les résultats sur toutes les couches minces sont rassemblés dans le tableau 5.2.

### 5.2.6 Estimation de la longueur de cohérence

La longueur de cohérence  $\xi(T)$  en fonction de la température, nous donne l'échelle spatiale des variations du paramètre d'ordre supraconducteur.  $\xi(0)$  peut être calculée à partir de la pente du champ magnétique critique  $B_{c2}$  en fonction de la température. Plus la longueur de cohérence est grande, plus le matériau est pur car  $\xi(0)$  dépend du libre parcours moyen des électrons dans le matériau. D'après la théorie de Ginzburg-Landau, le champ critique dans les supraconducteurs de type II a la dépendance en température suivante [3], à travers la longueur de cohérence  $\xi(T)$  :

$$B_{c2}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi^2(T)}$$

$$B_{c2}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi^2(0)}\left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \quad (5.2)$$

$\phi_0$  : quantum de flux,  $\phi_0 = \frac{h}{2e}$

$h$  : constante de Planck

$e$  : charge de l'électron

$\xi(T)$  : longueur de cohérence en fonction de la température

$\xi(0)$  : longueur de cohérence à température nulle



La figure 5.7 montre les résultats d'une mesure de  $B_{c2}(T)$  pour l'échantillon  $Nb_{\text{saphir}500^{\circ}\text{C}}$ .

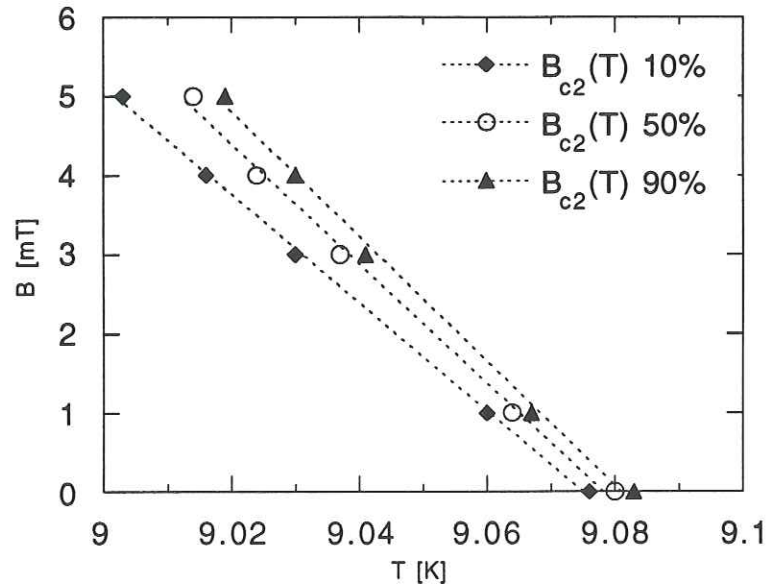


Fig.5.7 : Champ magnétique critique en fonction de la température déterminé à une résistance de 10 %, 50 % et 90 % de la résistance au dessus de la transition.

Un ordre de grandeur du libre parcours moyen  $l$  des électrons est donné par la formule approximative, valable dans la limite sale  $l < \xi$  [3] :

$$l \approx \left( \frac{\xi(0)}{0.852} \right)^2 \frac{1}{\xi_0} \quad (5.3)$$

$\xi_0$  est caractéristique de la fonction de corrélation de paires de Cooper dans la théorie de B.C.S. et vaut 380 Å pour le niobium.

Une autre manière de déterminer le libre parcours moyen consiste à appliquer le modèle de Drude :

$$l = v_F \tau = v_F \frac{m}{ne^2 \rho} \quad (5.4)$$

- $v_F$  : vitesse de Fermi
- $\tau$  : temps de relaxation de l'électron entre deux collisions
- $m$  : masse de l'électron
- $n$  : densité d'électrons libres
- $e$  : charge de l'électron
- $\rho$  : résistivité résiduelle

Les valeurs numériques pour le niobium sont les suivantes [4] :  $v_F = 1.37 \cdot 10^6$  m/sec,  $n = 5.56 \cdot 10^{28}$  m<sup>-3</sup> ( $m = 9.31 \cdot 10^{-31}$  kg et  $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$  C). Le résultat est une valeur approximative de  $l$  car le modèle de Drude est un modèle classique d'électrons libres dans le matériau.

Les résultats de mesure de la résistivité résiduelle et de calcul de  $\xi$  et de  $l$  se trouvent dans le tableau 5.2.

### 5.2.7 Estimation de la longueur de pénétration

La longueur de pénétration effective  $\lambda_{\perp}(T) = \frac{\lambda^2(T)}{d}$  ( $d \leq \lambda$ ) nous donne l'échelle des variations du champ magnétique à l'intérieur du supraconducteur où  $d$  est l'épaisseur du réseau. Pour avoir suffisamment de contraste magnétique lors de la décoration,  $\lambda_{\perp}(T)$  doit être inférieure à  $\frac{w}{2}$ , où  $w$  est l'épaisseur des fils du réseau (voir paragraphe 3.1.6 du chapitre 3).  $\lambda_{\perp}(T)$  constitue donc un paramètre important mais sa valeur absolue est difficile à mesurer.

Une évaluation de  $\lambda(0)$  se fait à partir du champ magnétique critique thermodynamique  $H_c(T)$  qui est proportionnel au produit de la longueur de cohérence et de la longueur de pénétration :

$$H_c(T) = \frac{\Phi_0}{2\sqrt{2}\pi\lambda(T)\xi(T)} \quad (5.5)$$

Le produit  $\lambda(T)\xi(T)$  a la même dépendance en température que  $H_c(T)$ . A température zéro ce produit est donc constant pour un matériau donné. Il nous suffit de prendre la valeur  $\lambda(0)\xi(0)$  pour un monocristal dans la littérature et de mesurer  $\xi(0)$  pour notre niobium pour pouvoir estimer  $\lambda(0)$ .

Nous avons calculé  $\lambda(0)$  à partir de trois valeurs différentes de  $\lambda(0)\xi(0)$  et moyenné sur les 3 résultats. Les valeurs de littérature sont les suivantes :  $\lambda(0)_{\text{mesuré}} = 440 \text{ \AA}$ ,  $\lambda_L(0) = 390 \text{ \AA}$  et  $\lambda(0) = 450 \text{ \AA}$  combinés avec  $\kappa = \frac{\lambda(0)}{\xi(0)} = 0.9$  [5] et  $\xi(0) = 400 \text{ \AA}$  [6].

### 5.2.8 Mesure de la longueur de pénétration

Une mesure de l'impédance dynamique donc de la longueur de pénétration a été effectuée par P. Xavier au laboratoire [7]. Nous avons fabriqué un ruban de Nb<sub>saphir</sub>500°C recouvert d'une couche de 50 Å de silicium de 12 mm de longueur, de 7.5 µm de largeur et de 125 nm d'épaisseur par lithographie électronique. Le coefficient de réflexion de ce ruban monté

en court circuit au bout d'une ligne coaxiale a été mesuré à la fréquence de 1GHz. L'inductance totale de l'échantillon en est ensuite déduite dont la courbe est donnée en figure 5.8.

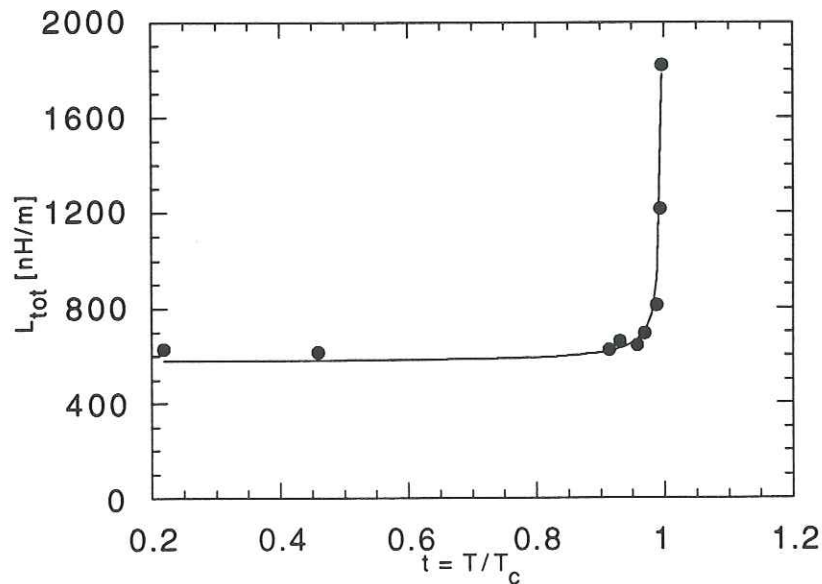


Fig. 5.8 : Inductance totale d'un ruban de  $Nb_{saphir500^\circ C}$  recouvert de  $50 \text{ \AA}$  de silicium (15 mm de longueur,  $7.5 \text{ }\mu\text{m}$  de largeur,  $125 \text{ nm}$  d'épaisseur) [7].

L'inductance totale est composée de l'inductance extérieure et de l'inductance interne  $L$  du ruban. Dans le modèle de London-deux fluides,  $L$  est donnée par l'expression suivante :

$$L = \frac{\mu_0 \lambda \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right)}{K_S w} \quad (5.6)$$

avec  $w = 7.5 \text{ }\mu\text{m}$  largeur du ruban,  $e = 125 \text{ nm}$  épaisseur du ruban et  $K_S \approx 1$  facteur géométrique. En ajustant la courbe, une valeur  $\lambda(0) = 1023 \pm 42 \text{ \AA}$  [7] a été déduite qui est en bon accord avec l'estimation à partir de la longueur de cohérence.



### 5.2.9 Résultats et choix du matériau

Le tableau 5.2 rassemble les résultats des caractérisations des couches minces de niobium présentées dans le tableau 5.1. Les principes de mesure sont décrits dans les paragraphes précédents. Nous avons reporté la résistivité résiduelle  $\rho$ , le rapport des résistivités à température ambiante et résiduelle RRR, l'épaisseur de la couche mince  $d$ , la température de transition  $T_c$  et la largeur de transition  $\Delta T_c$ , la longueur de pénétration  $\lambda(0)$  estimée par calcul et mesurée (seulement pour  $Nb_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$ ), la longueur de cohérence  $\xi(0)$  et le libre parcours moyen  $l$  déduit de  $\xi(0)$  et calculé par le modèle de Drude.

échantillon	$Nb_{Si25^\circ C}$	$Nb_{\text{saphir}25^\circ C}$	$Nb_{\text{saphir}500^\circ C}$	$Nb_{\text{saphir}800^\circ C}$	$Nb_{\text{saphir,Si}}$
$\rho$ [ $\Omega\text{m}$ ]	$9.69 \cdot 10^{-8}$	$9.40 \cdot 10^{-8}$	$6.34 \cdot 10^{-9}$	$4.61 \cdot 10^{-9}$	$5.32 \cdot 10^{-9}$
RRR	3.1	3.0	29	33	37
$d$ [ $\text{\AA}$ ]	1000	1000	1000	1000	2000
épitaxié	non		oui	oui	
$T_c$ [K]	9.01	8.80	9.08	9.09	9.19
$\Delta T_c$ [K]	$4 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$91 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$\lambda(0)$ [ $\text{\AA}$ ] (calculé)	1790	1770	850	680	740
$\lambda(0)$ [ $\text{\AA}$ ] (mesuré)			1023		
$\xi(0)$ [ $\text{\AA}$ ]	105	106	220	180	255
$l$ [ $\text{\AA}$ ] (limite sale)	40	41	175	117	244
$l$ [ $\text{\AA}$ ] (modèle de Drude)	90	93	138	189	165

Tableau 5.2 : Caractéristiques des couches minces de niobium. Les mesures sont décrites dans les paragraphes précédents.

En général, la qualité de la couche mince augmente pour un dépôt à plus haute température du substrat durant le dépôt et pour une couche plus épaisse. Le film de protection en silicium par contre, n'influence que très peu la qualité du niobium car une fine couche d'oxyde de l'ordre de 30 à 60  $\text{\AA}$  protège de toute façon les autres échantillons. Les meilleures caractéristiques sont en effet obtenues pour la couche mince plus épaisse (2000  $\text{\AA}$ ) dont la température de transition ne diffère que de 60 mK de celle d'un monocristal de niobium massif (9.25K) [6].

Le niobium évaporé sur substrat de silicium à l'ambiante et celui évaporé sur saphir à l'ambiante présentent des caractéristiques très semblables, seule la température de transition du  $Nb_{Si25^{\circ}C}$  est de 0.2K plus haute que celle du  $Nb_{saphir25^{\circ}C}$ . Les caractérisations cristallines de  $Nb_{Si25^{\circ}C}$  laissent supposer que les couches minces évaporées sur substrat à l'ambiante ne sont pas orientées. La résistivité résiduelle et le RRR sont plus d'un ordre de grandeur plus petit que pour les films évaporés à chaud. Avec la longueur de cohérence faible, nous en déduisons un taux de défauts importants.

En comparant la longueur de cohérence et le libre parcours moyen, on remarque que la limite sale,  $\xi > l$ , n'est entièrement valable que pour les couches minces évaporées sur substrats à l'ambiante. Le calcul ne donne donc qu'une estimation de  $\xi$ .

Les échantillons  $Nb_{saphir500^{\circ}C}$  et  $Nb_{saphir800^{\circ}C}$  ont des rapports de résistivité résiduelle et des libres parcours moyens élevés et leurs températures de transition ne diffèrent que d'environ 10 mK. Par contre la transition du  $Nb_{saphir800^{\circ}C}$  est nettement plus large que celle du  $Nb_{saphir500^{\circ}C}$ .

Mis à part les matériaux monocristallins, les amorphes présentent un faible piégeage de vortex. Il serait intéressant d'étudier les couches minces amorphes fabriquées par pulvérisation cathodique. Par contre la longueur de pénétration effective, en général plus grande dans les amorphes que dans les cristaux limite l'application à l'expérience de décoration.

### 5.3. Fabrication de réseaux

Une partie importante de notre travail concerne la fabrication d'échantillons submicroniques par lithographie électronique. Notre but est de structurer les couches minces de niobium en réseaux de fils de largeur submicronique, de planariser les échantillons et de fabriquer des échantillons double-couche avec un film supplémentaire de plomb (voir chapitre 6).

#### 5.3.1 Dorure du dos du substrat

Avant de structurer les couches minces de niobium, le dos du substrat est recouvert d'or pour assurer une bonne thermalisation entre l'échantillon et le porte-substrat.

Le niobium est d'abord recouvert d'une couche de protection de résine épaisse 4620 AZ, Shipley. L'évaporation de l'or se fait dans l'évaporateur Speedivac, Edwards. On



évapore d'abord une sous-couche d'adhérence de titane de 50 Å de titane puis 5000 Å d'or. L'échantillon est ensuite sorti et nettoyé à l'acétone puis à l'alcool pour enlever la résine de protection.

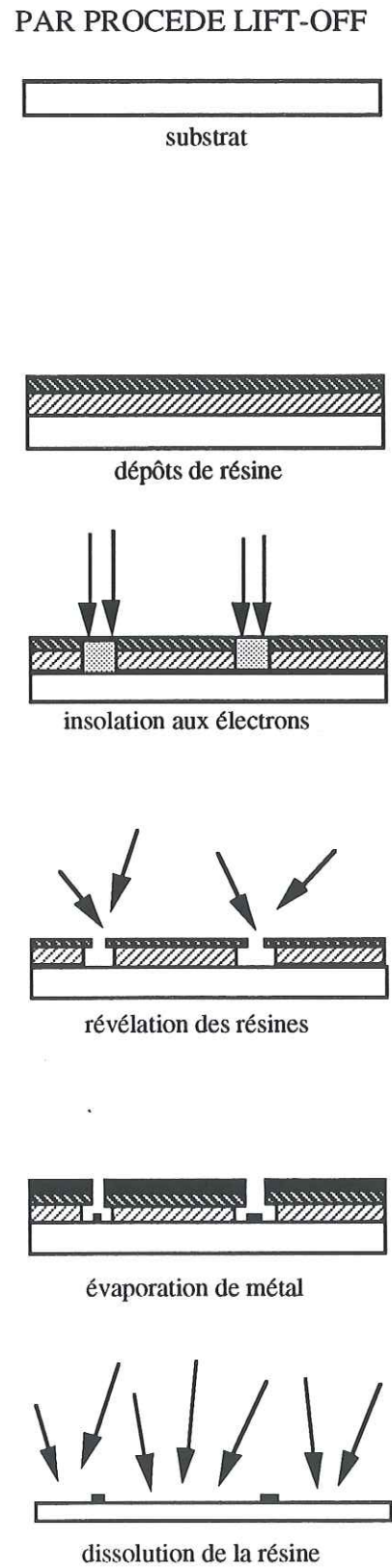
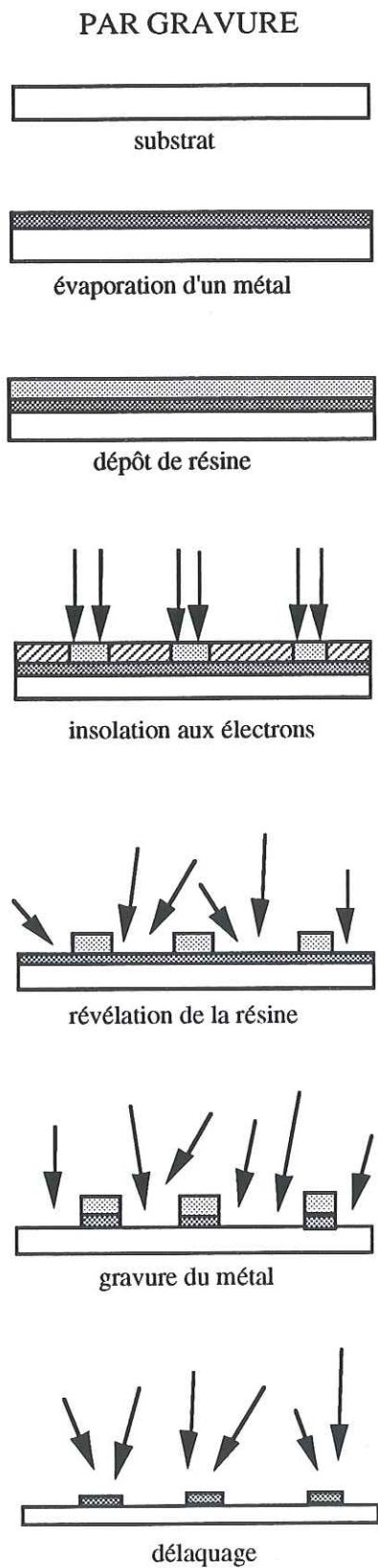
### 5.3.2 Lithographie électronique

Les structures submicroniques sont fabriquées par lithographie électronique : avec un faisceau d'électrons un motif est directement dessiné sur une résine électrons-sensible. L'avantage de cette méthode par rapport à la photolithographie est qu'elle est à plus haute résolution et qu'elle nécessite pas de masque.

Les résines électrons-sensibles utilisées dans ce travail sont des polymères à très longues chaînes dont la solubilité dans un révélateur dépend de la masse moléculaire,  $10^4$  à  $10^6$  g/mol. L'insolation aux électrons modifie la longueur des chaînes du polymère donc la solubilité de la zone insolée. La sensibilité d'une résine correspond à la dose minimale d'énergie nécessaire pour pouvoir créer une image latente qui sera développée par la suite.

Les résines sont appelées négatives lorsque la solubilité diminue avec l'insolation ou positives dans le cas contraire. Dans la pratique nous utilisons une résine négative sur des couches minces de métal que nous gravons après le développement du motif. Une résine positive s'utilise en procédé lift-off : le métal est évaporé par dessus la résine développée qui laisse donc passer le métal sur le motif. On dissout ensuite la résine recouverte de métal et il reste le motif en métal sur le substrat. Un schéma des deux procédés qui sont la lithographie par gravure et la lithographie par lift-off, est donné en figure 5.9.

La gravure de motifs fins (inférieurs au micron) de niobium est très difficile sans altérer les propriétés supraconductrices car le niobium est un matériau réfractaire et s'oxyde rapidement au contact de l'air sur une couche mince en surface. Le niobium de bonne qualité se dépose à chaud ce qui pose des difficultés pour certains procédés de lithographie. Nous avons donc testé plusieurs procédés.



*Fig.5.9 : Schéma des deux procédés de lithographie qui sont la lithographie par gravure où on utilise une résine négative et la lithographie par lift-off où on utilise une résine positive.*



Au CRTBT le faisceau d'électrons du microscope électronique à balayage Cambridge SE 240 est piloté par un ordinateur Apple II GS : Un programme machine gère le balayage XY, l'obturation du faisceau et la mesure du courant faisceau. Pour commander l'écriture électronique on utilise un logiciel fonctionnant avec l'éditeur CRTBT (edit-gra-for) :

### 5.3.3 Réalisation de motifs sur résine négative

Pour les échantillons en niobium nous utilisons une résine négative haute résolution, microposit SAL 601 de Shipley, de haute sensibilité, entre 3 et 12  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  pour une énergie des électrons de 20 kV. Lors de l'insolation, une petite quantité d'acide est formée qui agit comme agent de polymérisation dans les parties insolées de la résine. Cela crée le contraste de solubilité entre le motif et le reste de la résine.

Avant d'étaler la résine, il est indispensable de déposer un promoteur d'adhérence sur la couche mince pour garantir l'adhérence des motifs de résine lors du développement. Le procédé est le suivant :

***Promoteur d'adhérence :***

*Microposit primers HMDS 2700 tours/min (à verser sur la couche mince en rotation) ou placer le substrat dans les vapeurs du primer.*

***Résine SAL601 :***

*Pour 0.5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur : 6000 tours/min pendant 30 sec (à utiliser directement après étalement du promoteur d'adhérence)*

***Recuit :***

*75 °C sur hot plate pendant 2 min.*

***Exposition :***

*Dose entre 4 et 8  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  suivant le motif*

***Recuit (softbake) :***

*105 °C sur hot plate pendant 2 min*

***Développement :***

*Microposit developer SAL MP 319 pendant 8 min en agitant l'échantillon, rinçage abondant à l'eau déionisée pendant quelques minutes, séchage à l'azote filtré*

**Recuit (hardbake) :**

150 °C sur hot plate pendant 15 min pour durcir les motifs avant gravure

**Délaquage :**

Avec un recuit (hardbake) jusqu'à 120 °C pendant 15 min, la résine s'enlève par le remover 1165 Shipley chauffé à 85 °C.

Sinon il faut enlever la résine par plasma oxygène, 50 mtorr, 20 sccm de O<sub>2</sub> pendant environ 6 min

Un résultat de réseau de résine SAL601 sur une couche mince de 1000 Å de niobium est montré en figure 5.10. Il s'agit d'un réseau de pas de réseau de 2 µm et de largeur de fils de 0.25 µm.

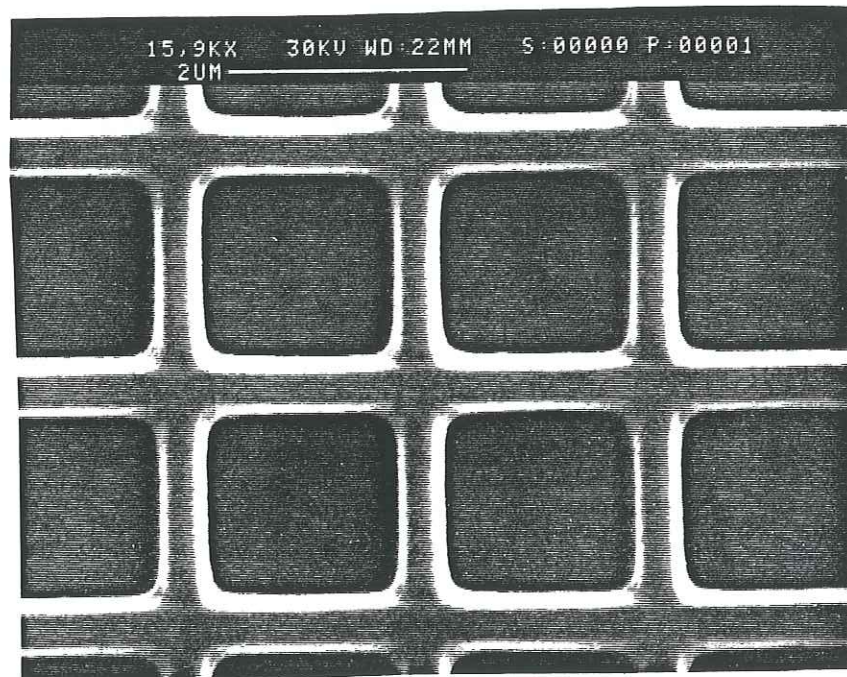


Fig. 5.10 : Réseau en résine négative SAL601 sur une couche mince Nb<sub>saphir</sub>500°C réalisé par lithographie électronique.



Il est utile d'ajouter un motif-test sur chaque échantillon insolé. Nous avons dessiné une matrice de lignes de 0.25  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur insolés à différentes doses (figure 5.11). Ce motif-test nous permet de contrôler la dose nécessaire pour avoir une résolution optimale et de suivre l'évolution de la résine, par exemple une perte de résolution avec le vieillissement.

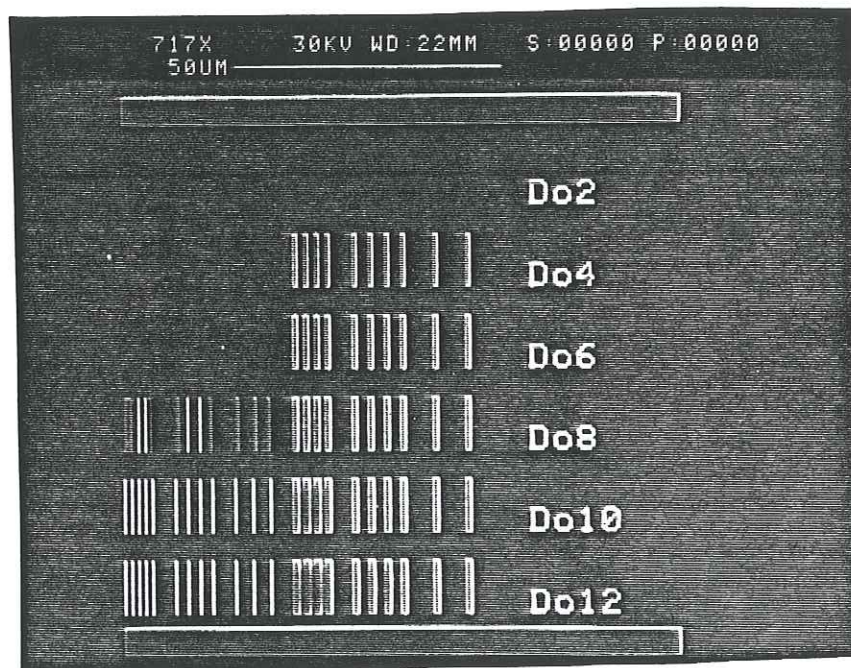


Fig. 5.11 : Motif test en résine négative SAL601 pour suivre l'évolution des doses d'insolation de résine.

Nos résultats correspondent parfaitement aux spécifications données par Shipley. La dose nécessaire pour des motifs de largeur supérieure au micron est de 2 à 4  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  et pour des motifs submicroniques de 5 à 8  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ . Le seul inconvénient de cette résine est qu'elle est extrêmement difficile à enlever des motifs gravés. Nous trouvons qu'après un recuit à température supérieure à 120  $^{\circ}\text{C}$ , la résine ne s'enlève plus avec le remover 1165, Shipley chauffé à 85  $^{\circ}\text{C}$ . Une attaque au plasma oxygène devient indispensable, qui elle risque d'oxyder les échantillons, d'autant plus qu'ils sont de dimensions submicroniques. Les procédés de gravure, que nous avons essayés, seront décrits dans le paragraphe 5.3.5. Pour pouvoir observer les particules de nickel après la décoration, nous avons besoin d'échantillon d'état de surface extrêmement propre. Dans le prochain paragraphe nous décrirons la fabrication d'échantillon par l'intermédiaire de masques en aluminium, où une surface lisse est obtenue après la dissolution chimique de l'aluminium.

### 5.3.4 Réalisation de masques en aluminium par lift-off

Pour créer des motifs plus résistants à la gravure que la résine négative, nous avons fabriqué des masques en aluminium sur la couche mince de niobium. Pour cela nous avons utilisé un procédé bicouche épais : deux couches de résines sont étalées sur le substrat dont la première est plus soluble que la deuxième dans le développeur. Il en résulte des motifs en résine avec un surplomb qui ont l'avantage d'avoir une surface d'attaque plus grande pour le lift-off et de donner des échantillons avec un meilleur état de bord.

Les résines utilisés sont du copolymère PMMA/MAA 9 % en poids dans de l'acide acétique pour la première couche et du PMMA 5 % en poids dans du chlorobenzène.

**Copolymère PMMA/MAA :**

*Pour 0.58  $\mu\text{m}$  d'épaisseur : 4000 tours/min pendant 30 sec*

**Recuit :**

*160 °C sur hot plate pendant 5 min*

**Polymère PMMA :**

*Pour 0.2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur : 4000 tours/min pendant 30 sec*

**Recuit :**

*160 °C sur hot plate pendant 5 min*

**Exposition :**

*Dose entre 80 et 120  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  suivant le motif*

**Développement :**

*Cellosolve : isopropanol 1 : 1 pendant 1 min,  
rinçage à l'isopropanol,  
séchage à l'azote filtré*

**Evaporation de métal :**

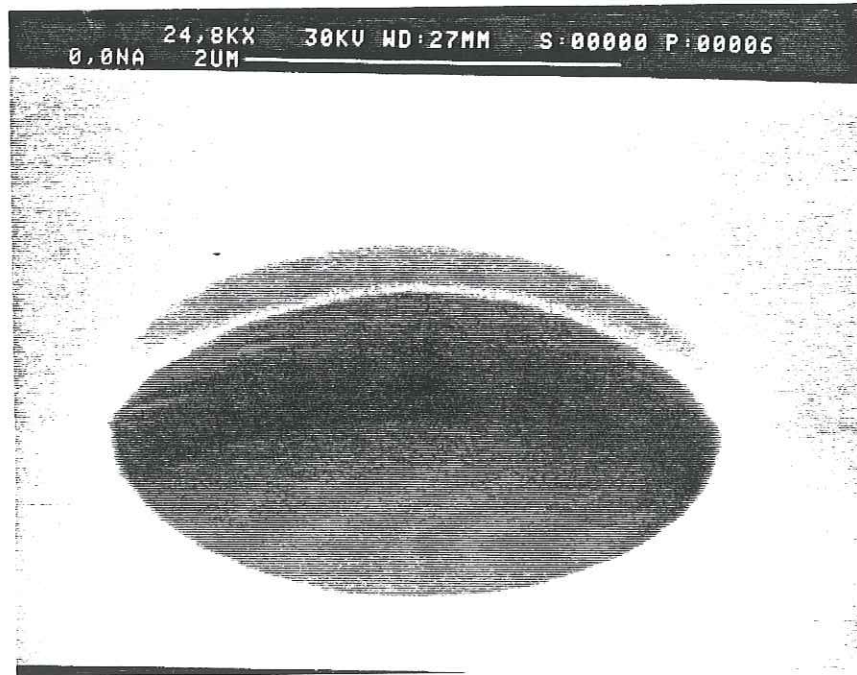
*Le substrat ne doit pas être chauffé durant le dépôt de métal, car les surplombs des motifs risquent de s'effondrer.*

**Lift-off :**

*Pour enlever la résine et la couche de métal évaporé, tremper dans de l'acétate de cellosolve à 62 °C pendant 20 min, et aux ultra-sons pendant quelques secondes.*

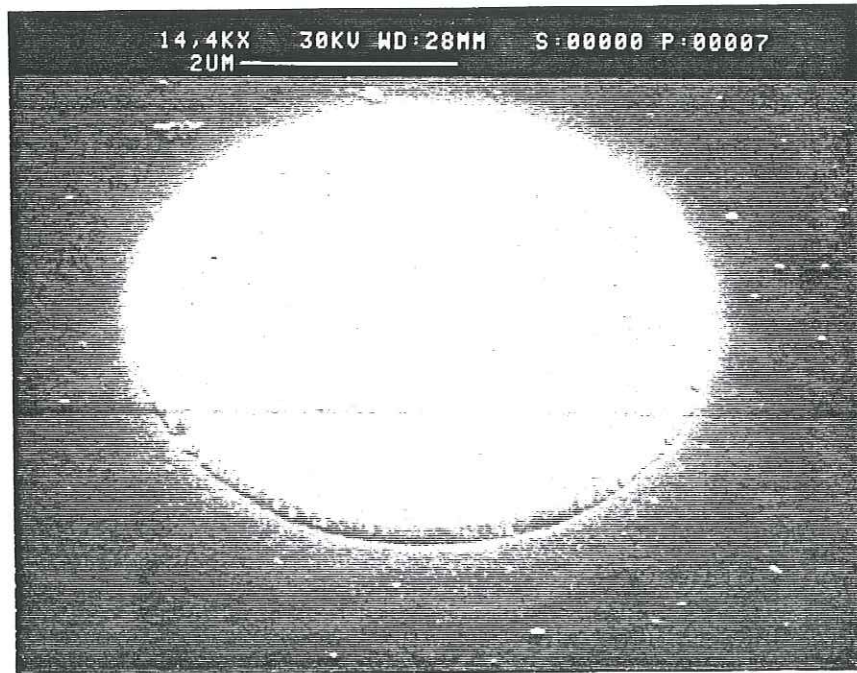


La figure 5.12 est une photographie prise au microscope électronique d'un disque dessiné sur bicouche épais.



*Fig.5.12 : Disque dessiné sur résine bicouche pour la fabrication de masque en aluminium sur niobium.*

Pour le premier essai de gravure, 1000 Å d'aluminium 6 N Leico ont été évaporés à une vitesse de 3 à 5 Å/sec par faisceau d'électrons dans le même bâti ultravide que pour le niobium. Après le lift-off, il reste donc des disques d'aluminium sur niobium dont un est représenté en figure 5.13. L'aluminium ne présente pas une surface lisse mais beaucoup de résidus. Il pourrait s'agir de résidus de lift-off. Dans ce cas, ces impuretés ne jouent pas un rôle crucial car l'aluminium sera dissout après la gravure.



*Fig5.13 : Disque en aluminium de 1000 Å d'épaisseur évaporé par faisceau d'électrons sur une couche mince de niobium de 1000 Å d'épaisseur.*

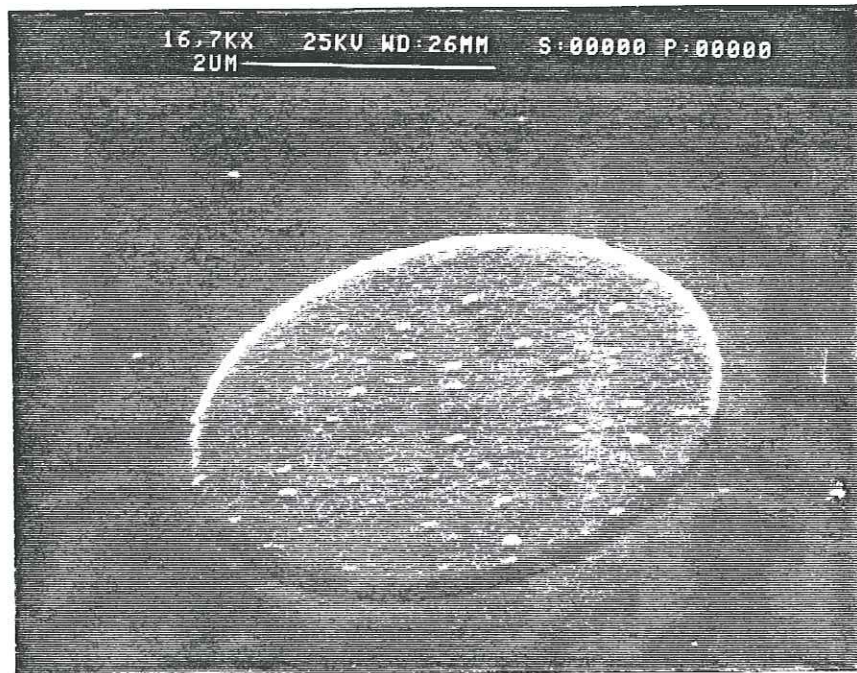
La gravure a été effectuée au plasma argon puis le masque en aluminium a été dissout dans le développeur MP 319 microposit afin d'obtenir des disques de niobium sur saphir. Le résultat de gravure d'un disque de niobium d'épaisseur de 1000 Å sur saphir est montré en figure 5.14. Les bords du disque sont très irréguliers à cause de la taille des microcristallites d'aluminium qui peuvent être détachés en bloc par l'attaque. L'échantillon est inutilisable pour l'expérience de décoration car les effets de bords seraient trop compliqués à interpréter.



*Fig.5.14 : Disque de niobium de 1000 Å d'épaisseur gravé par plasma d'argon à partir d'un masque en aluminium évaporé par faisceau d'électrons.*



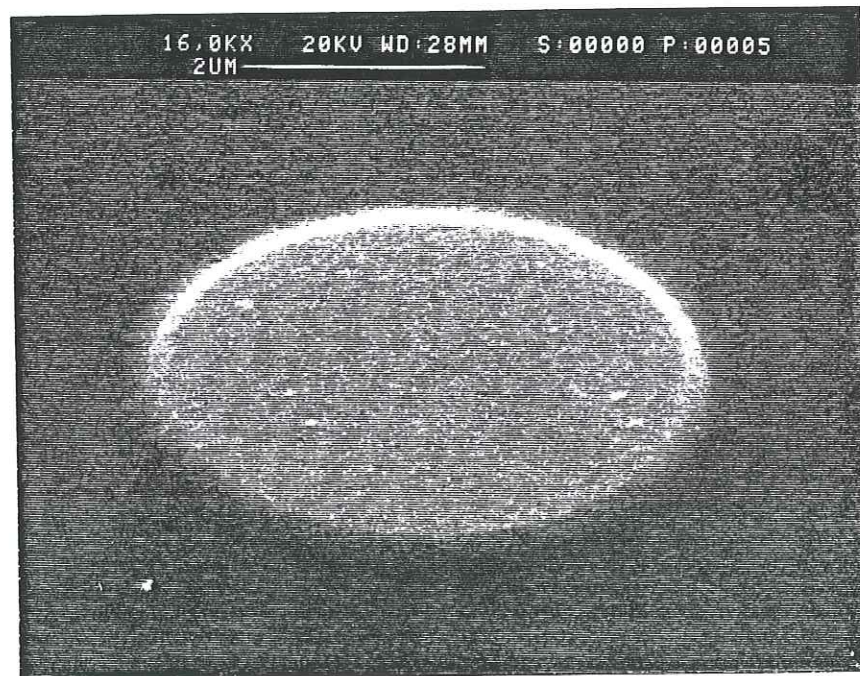
Pour le deuxième essai de gravure, 1000 Å d'aluminium 6 N Leico ont été évaporés à une vitesse de 3 à 5 Å/sec par effet Joule à partir d'un creuset en tungstène dans le même bâti que pour le plomb. Un des disques d'aluminium sur niobium est représenté en figure 5.15.



*Fig. 5.15 : Disque en aluminium de 1000 Å d'épaisseur évaporé par effet Joule sur une couche mince de niobium de 1000 Å d'épaisseur.*



La gravure a été effectuée de la même manière que pour les disques précédents. Une photographie d'un disque après la dissolution de l'aluminium est montrée en figure 5.16. La surface est très lisse, les bords sont très réguliers. Cependant, il semble que les bords ne sont pas parfaitement nets mais arrondis. Il se peut que l'épaisseur de résine soit plus faible sur les bords, qu'elle ait été enlevée et que le niobium ait partiellement été attaqué. L'aluminium évaporé par effet Joule est de moins bonne qualité c'est à dire que les microcristallites sont plus petits. Pour les masques en aluminium il s'agit d'un avantage car les bords des échantillons restent intacts.



*Fig.5.16 : Disque en niobium de 1000 Å d'épaisseur, fabriqué par gravure par plasma d'argon à partir d'un masque en aluminium évaporé par effet Joule.*

Le masque en aluminium s'enlève facilement à l'aide des solutions suivantes :

**Solution 1 :**

$H_3PO_4$  : 40 % en volume

$CH_3COOH$  : 40 % s en volume

$HNO_3$  : 10 % en volume

$H_2O$  : 10 % en volume

taux d'attaque d'environ 35 nm/min.

***Solution 2 :***

*H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> : 50 % en volume*

*isopropanol : 50 % en volume*

*chauffée à 50 °C, taux d'attaque d'environ 30 nm/min.*

***Solutions 3 :***

*developer Microposit SAL MP 319, Shipley*

*developer pour résines photosensibles, Shipley*

Les trois solutions dissolvent l'aluminium. Sous le microscope, la surface du niobium apparaît intacte. Cependant, nous ne savons pas, si les propriétés supraconductrices sont affectées par les solutions. Dans leur application usuelle, les développeurs de résines dissolvent la résine aux endroits où le niobium sera enlever par la gravure. Nous ne pouvons donc même pas exclure une influence éventuelle sur les échantillons gravés, trempés dans le développeur.

En conclusion, pour un masque pour gravure ionique il est préférable d'évaporer l'aluminium par effet Joule que par faisceau d'électrons. La moins bonne qualité du dépôt par effet Joule a comme conséquence une plus petite taille des microcristallites. Le masque est donc plus homogène, ce qui donne des bords d'échantillon plus lisse. La fabrication de masques fonctionne très bien même à très haute résolution. La gravure ionique par-contre, a une résolution plus faible (voir paragraphe 5.3.5). Les inconvénients de la fabrication d'échantillon à l'aide d'un masque en aluminium sont les étapes supplémentaires : le dépôt de résine bicouche et l'évaporation d'aluminium. Pour la plupart de nos échantillons, nous utilisons donc la résine négative SAL601 décrite dans le paragraphe précédent.

### **5.3.5 Gravure du niobium**

Pour graver le niobium nous avons essayé trois méthodes différentes : la gravure chimique, la gravure par plasma réactif et la gravure sèche (plasma d'argon).

***Gravure chimique :***

*Nous utilisons une solution de*

*HF 1 partie en volume*

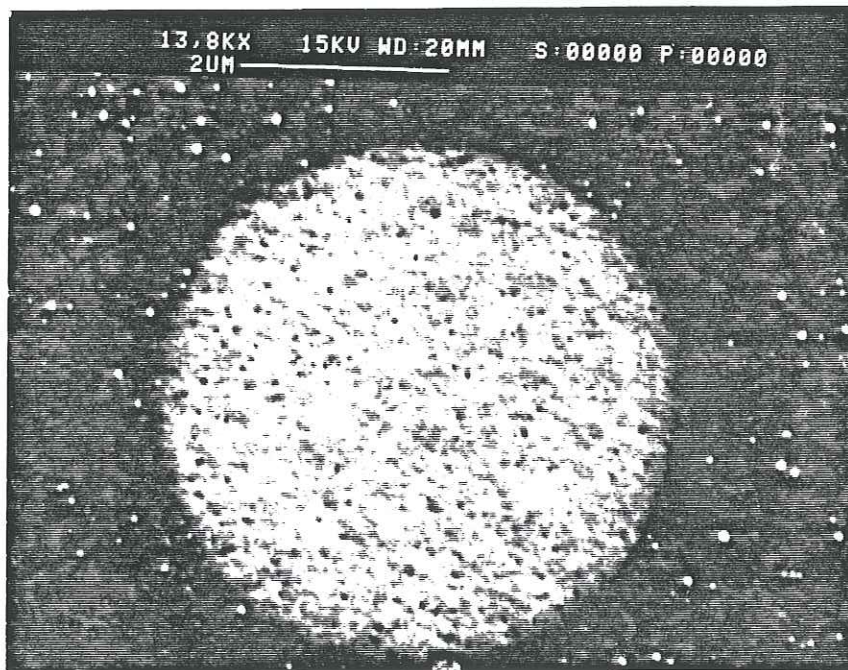
*HNO<sub>3</sub> 7 parties en volume*

*H<sub>2</sub>O 12 parties en volume*



Le temps de gravure varie d'un échantillon à l'autre même pour des échantillons du même lot à cause de résidus de résine qui peuvent former une couche de protection plus ou moins résistante à l'attaque.

Nous avons gravé des disques de diamètres de 5 à 10  $\mu\text{m}$ . Les résultats ne sont pas satisfaisants car les bords des disques sont détériorés, une grande partie des motifs se décolle et la surface des disques est attaquée. Les propriétés supraconductrices du niobium risquent d'être altérées. Figure 5.17 est une photographie prise au microscope électronique à balayage qui illustre l'état d'un disque après gravure chimique.



*Fig. 5.17 : Disques de niobium gravés chimiquement*

#### **Gravure par plasma réactif**

La gravure de disques de niobium (épaisseur 1000 Å, diamètre 5 à 10  $\mu\text{m}$ ) et de réseaux de fils de niobium (épaisseur 1000 à 2000 Å, largeur de trait environ 0.3  $\mu\text{m}$ , pas du réseau de 1 à 2  $\mu\text{m}$ , environ 1000 cellules) par plasma réactif a été effectuée par F.-R. Ladan dans un bâti Nextral au Laboratoire de microstructures et microélectronique de Bagneux.



***Attaque du niobium :***

*80 à 90 secondes*

*30 mtorr*

*50 Watt*

*10 sccm de SF<sub>6</sub>*

*taux d'attaque : 750 Å/min*

***Délaquage :***

*360 secondes*

*50 mtorr*

*20 sccm de O<sub>2</sub>*

Sous le microscope optique les motifs paraissent très bien sortis avec des bords parfaitement nets. Les propriétés supraconductrices ne sont pas altérées par le procédé de gravure RIE. Cependant, sous le microscope électronique à balayage nous observons des petites particules d'environ 200 à 300 Å de diamètre (figure 5.18 (a)). Il s'agit de résidus du promoteur d'adhérence qui contient du silicium et qui réagit avec l'oxygène pour former du SiO<sub>2</sub>. Pour des mesures de transport par exemple, où une surface parfaite n'est pas nécessaire, il n'est pas indispensable d'enlever les résidus. Pour l'expérience de décoration, les résidus diminuent le contraste entre le nickel et l'échantillon. Cependant, sur les bords des échantillons il n'y a pas de résidus. En conséquence, les motifs plus fins ont des surfaces en très bon état.

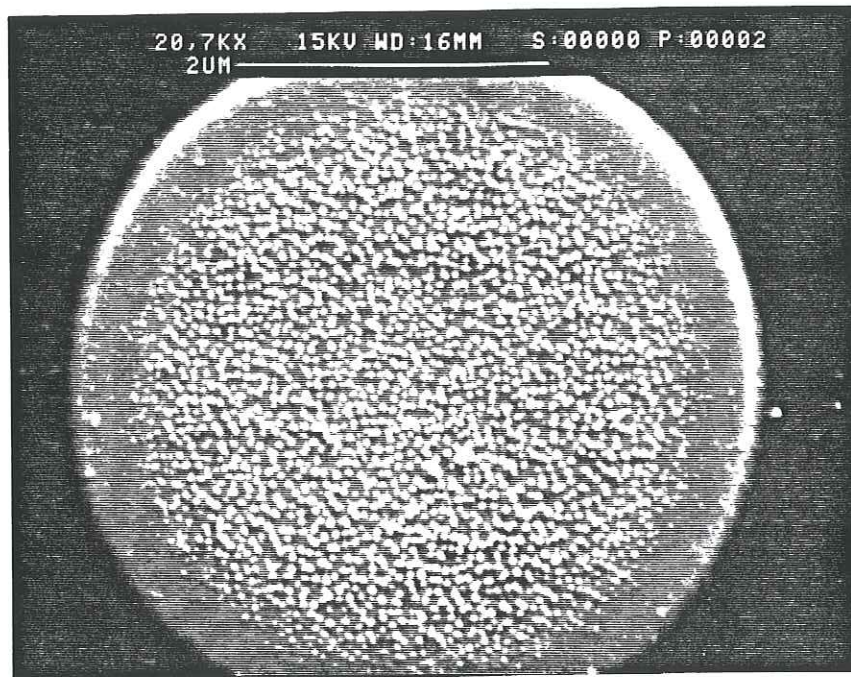


Fig. 5.18 (a) : Disque gravé par plasma réactif. Les points blancs sont des résidus de promoteur d'adhérence qui a réagi avec l'oxygène pour former du  $\text{SiO}_2$ .

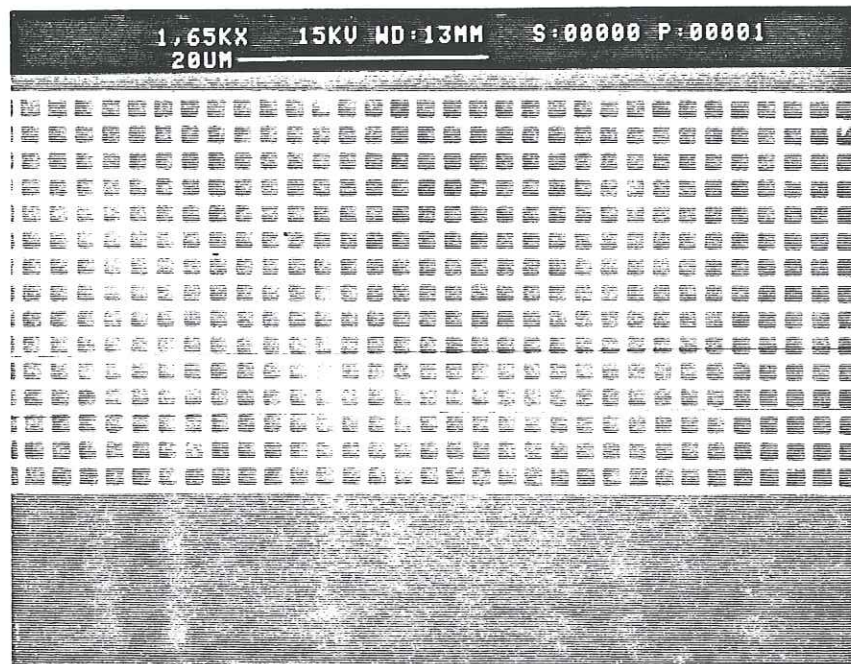


Fig. 5.18 (b) : Réseau gravé par plasma réactif (pas du réseau  $1.4 \mu\text{m}$ , largeur des fils  $0.25 \mu\text{m}$ ). Les réseaux avec des traits plus fins ont un bon état de surface sans résidus.



Nous avons essayé de nettoyer les échantillons à l'aide d'une solution de fluorure d'ammonium ((NH<sub>4</sub>)F) pour attaque du SiO<sub>2</sub> pendant 2 minutes. La surface devient effectivement propre mais les propriétés supraconductrices du niobium sont détériorées. La solution consiste donc à éviter un surplus de promoteur d'adhérence, en traitant l'échantillon seulement à la vapeur, au lieu de verser le promoteur sur l'échantillon.

L'autre solution que nous avons envisagée consiste à protéger le niobium par une couche d'aluminium qui pourrait être dissout après la gravure. La résine et les résidus seraient ainsi enlevés en même temps. Les tests que nous avons effectués ont échoué car l'aluminium est attaqué par les développeurs basiques de résine. Par la suite, nous avons évaporé une deuxième couche fine de niobium pour protéger l'aluminium contre le développeur. En gravure sèche, nous avons réussi à obtenir des motifs, cependant la dissolution de l'aluminium est difficile car la surface d'attaque est très faible (de l'ordre de l'épaisseur de la couche mince). La meilleure solution reste donc d'éviter un surplus de promoteur d'adhérence HMDS susceptible de réagir en SiO<sub>2</sub>.

#### **Gravure par plasma d'argon**

La gravure sèche a été effectuée au CRTBT dans un magnétron construit par les techniciens du laboratoire.

#### ***Gravure sèche :***

*La gravure se fait dans un plasma d'argon*

*pression : 10<sup>-4</sup> torr*

*énergie des électrons : 500 eV*

*taux d'attaque : 110 Å/min*

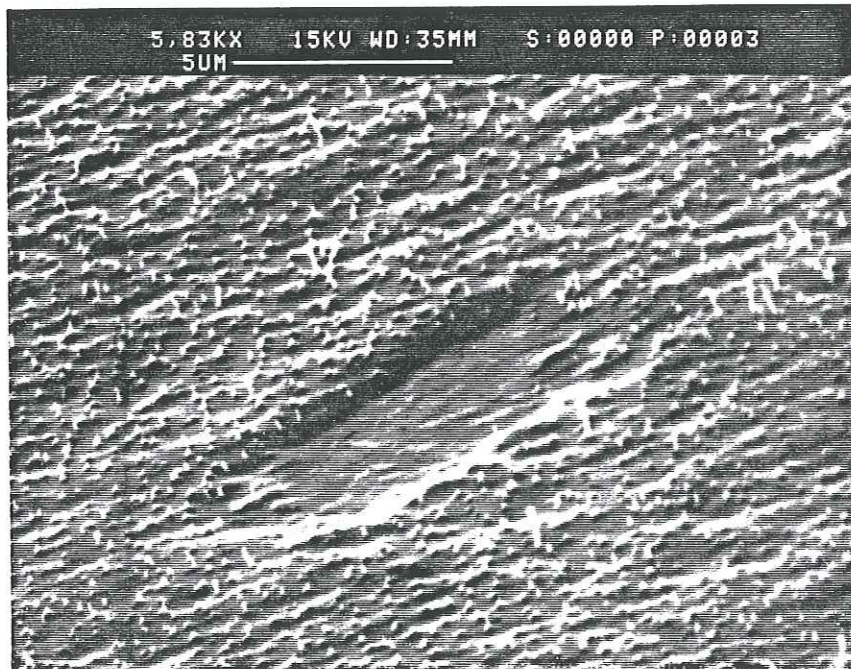
Cette méthode n'est pas très bien adaptée à la gravure du niobium à cause de son faible taux d'attaque. D'autant plus qu'il s'agit d'une attaque peu sélective et que la résine est enlevée à la même vitesse. L'épaisseur de la résine ne peut pas être augmentée car pour des motifs submicroniques il faut utiliser des résines minces. La plupart des échantillons ont donc été attaqués en surface. Nous avons réussi à fabriquer un seul réseau (pas du réseau 2 µm, largeur des fils 0.3 µm, épaisseur 1000 Å) avec une température de transition T<sub>c</sub> = 8.9 K.



### 5.3.6 Planarisation

Les résultats des calculs dans le chapitre 3 suggèrent que des décorations de vortex au milieu des cellules du réseau peuvent être obtenues si les particules de nickel sont arrêtées à une hauteur  $z \geq 0.2a$  où  $a$  est le pas du réseau. Notre solution consiste à étaler une couche de résine d'épaisseur voulue qui planarise le réseau.

Le premier essai a été effectué au CNRS-LMM Bagnoux par G. Faini. Sur des réseaux gravés, une couche épaisse de résine AZ photosensible est étalée puis gravée jusqu'à l'épaisseur voulue. Figure 5.19 est une photographie en incidence rasante d'un réseau de Nb<sub>saphir</sub>500°C planarisé. De nombreux résidus sont visibles ainsi que des trous de taille importante. L'état de surface de ces échantillons rend une expérience de décoration impossible.



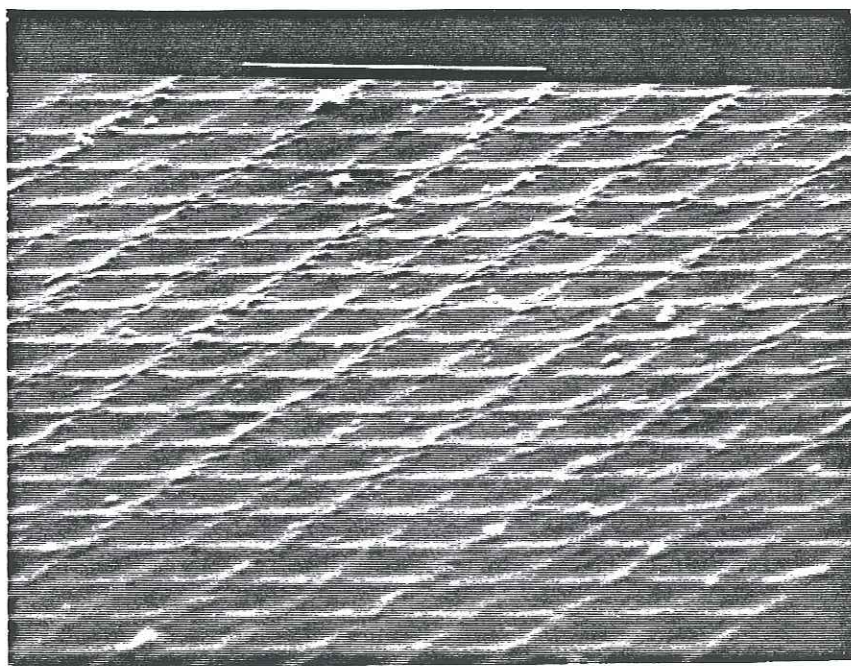
*Fig.5.19 : Réseau de Nb<sub>saphir</sub>500°C planarisé par une couche épaisse de résine photosensible amincie par attaque ionique. Des résidus et des trous altèrent la surface de l'échantillon.*

Le deuxième essai consistait à planariser les échantillons à l'aide de résine diluée étalée à la bonne épaisseur. Pour cela, nous avons choisi la résine photosensible 1400-17 AZ, Shipley, diluée à l'acétate 2-ethoxyethyl (solvant principal de la résine). Une dilution à l'acétone n'est pas appropriée car l'acétone attire l'eau et est trop volatile. Le tableau 5.3 donne les épaisseurs de résine pour différentes dilutions et différentes vitesses d'étalement pour des essais sur des chutes de saphir.

vitesse d'étalement	4000 trs/min	5000 trs/min	6000 trs/min
résine : diluant	épaisseur [Å]	épaisseur [Å]	épaisseur [Å]
1 : 0			3600 Å
1 : 1	1500 Å	1300 Å	1000 Å
1 : 2	mauvais mouillage		
1 : 3	mauvais mouillage		

*Tableau 5.3 : Epaisseur mesurée de la résine 1400-17 AZ, Shipley en fonction de la vitesse d'étalement et de la dilution avec le solvant principal.*

La planarisation de fait donc à 6000 trs/min pour une dilution 1 : 1. Une photographie prise en incidence rasante est montrée en figure 5.20.



*Fig. 5.20 : Réseau planarisé avec de la résine 1400-17 AZ diluée 1 : 1 avec le solvant principal.*



Bien que la planarisation ne soit pas parfaite, le réseau est suffisamment lissé pour pouvoir effectuer des décorations. La surface ondulée provient de la faible viscosité de la résine. Une viscosité plus importante c'est à dire une résine moins diluée donnerait des couches trop épaisses. Une mesure de l'épaisseur au Tallystep donne une épaisseur de 1000 Å à coté des échantillons et une épaisseur de 2000 Å au dessus des échantillons. La hauteur des marches résiduelles est de 100 Å.

### 5.3.7 Echantillon double-couche

Avant de penser à décorer directement des échantillons planarisés nous avons envisagé de fabriquer des échantillons recouvert d'une deuxième couche homogène supraconductrice qui focaliserait les lignes de flux venant des cellules du réseau.

Nous avons étalé une résine 3 % de PMMA dissout dans 90 % de Xylène et 10 % de chlorobenzène à 9000 trs/min pendant 30 sec. L'épaisseur mesurée de la couche de résine est 1200 Å ce qui correspond à une couleur bleu foncé. Nous avons refroidi l'échantillon, effectué un essai de décoration puis réchauffé l'échantillon. Au microscope électronique à balayage on voit des craquelures importantes (figure 5.21) et des points blancs qui sont des particules de nickel.

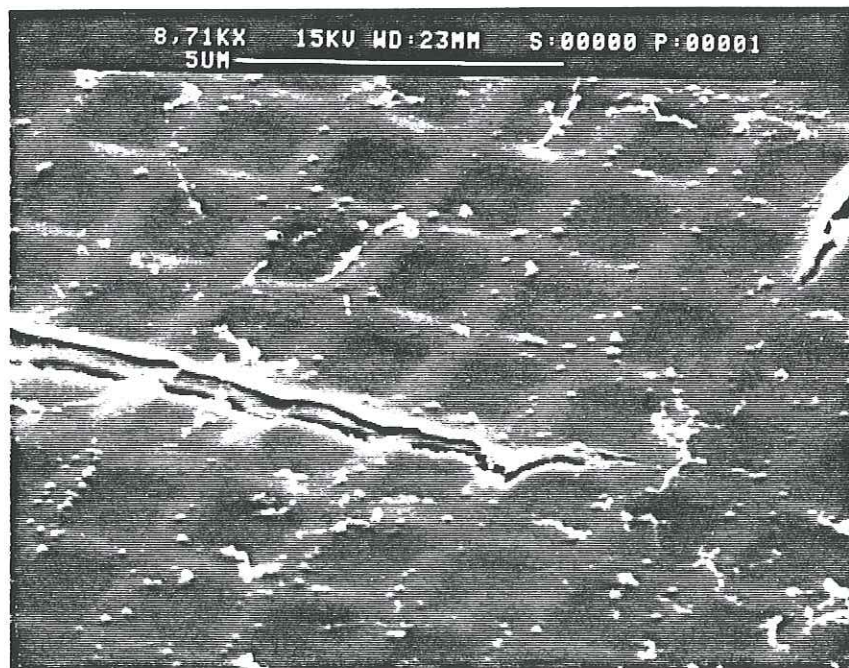


Fig. 5.21 : Réseau de Nb<sub>saphir</sub>500°C planarisé à l'aide d'une couche de 1200 Å de PMMA 3 % en poids puis recouverte d'une couche mince de 1000 Å d'épaisseur de niobium déposé à l'ambiante.



Les craquelures représentent un inconvénient important pour l'expérience de décoration. Par ailleurs, le PMMA peut altérer les propriétés supraconductrices de la deuxième couche mince de niobium. Nous n'avons donc pas poursuivi les essais de planarisation avec la résine PMMA.

La deuxième série d'échantillon a été réalisée par évaporation d'une couche mince de silicium de 1000 à 2000 Å sur les réseaux, en tournant l'échantillon pour obtenir un recouvrement homogène, puis d'une deuxième couche mince de niobium évaporée à température ambiante. Bien que les échantillons soient en rotation durant l'évaporation du silicium, la planarisation est insuffisante. Les bords des fils sont arrondis mais l'évaporation de métal ne donne pas une couche mince homogène mais plutôt une structure de deux réseaux superposés.

Des échantillons double-couche ont été fabriqués par recouvrement de plomb ou de niobium de réseaux planarisés par la résine 1400-17 AZ, Shipley pure ou diluée comme décrit dans le paragraphe 5.3.5. La deuxième couche est homogène. Au microscope électronique à balayage, les réseaux sont très bien visibles à travers la couche mince de niobium et moins visibles à travers le plomb. Cependant l'échantillon a toujours une surface ondulée due à la forte dilution de la résine.

## 5.4. Caractérisation de réseaux

Des mesures de résistivité et d'aimantation ont été effectuées sur des réseaux en Nb<sub>saphir</sub>500°C pour évaluer les caractéristiques supraconductrices après la gravure des couches minces épitaxiées. Dans les paragraphes suivants nous décrirons les résultats.

### 5.4.1 Résistivité

Les mesures de résistivité se font sur des réseaux de Nb<sub>saphir</sub>500°C avec plots de contacts fabriqués par lithographie électronique et gravure par plasma réactif. Les réseaux ont un pas de 2 µm, une largeur de traits de 0.25 µm, une épaisseur de 1000 Å et comportent 720 cellules et 50 cellules pour chacun des deux contacts de tension. Les plots de contact pour les microsoudures ont une surface de 100 x 100 µm. Les réseaux ont été montés dans une canne de mesure pour 3 échantillons.

Une courbe mesurée de la transition résistive est représentée en figure 5.22. Le rapport des résistivités à l'ambiante et résiduelle a une valeur  $RRR = 27$ . La température de transition à 50 % de la résistance au dessus de la transition est de  $T_c = 9.12\text{K}$  avec une largeur de transition  $\Delta T_c$  d'environ 6 mK. En comparaison, les valeurs pour la couche mince  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  sont  $RRR = 29$ ,  $T_c = 9.08\text{ K}$  et  $\Delta T_c = 7\text{ mK}$  (voir tableau 5.2). Les caractéristiques du réseau sont meilleures que celles de la couche mince mais il faut tenir compte de la barre d'erreur. Il ne s'agissait pas de la même couche mince de départ que celle que nous avons caractérisée. D'autres réseaux de  $T_c = 8.8$  à  $8.9\text{ K}$  ont été mesurés.

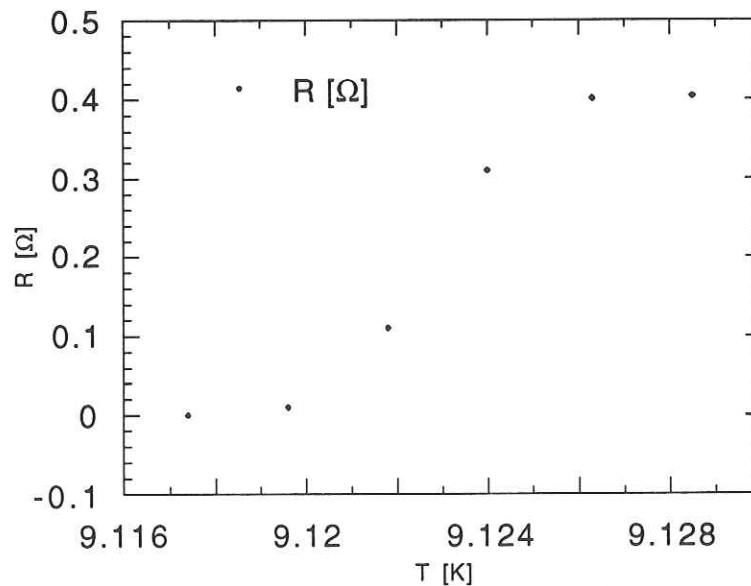


Fig. 5.22 : Transition résistive d'un réseau en  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  (pas du réseau  $2\ \mu\text{m}$ , largeur des fils  $0.25\ \mu\text{m}$ , épaisseur  $1000\ \text{Å}$ , 720 cellules). La température de transition à 50 % de la résistance au dessus de  $T_c$  a une valeur de  $9.12\text{ K}$ .

Pour calculer la longueur de cohérence  $\xi(0)$ , nous avons mesuré les oscillations quantique de la température de transition en fonction du champ magnétique appliqué  $B$ . Il a été plus simple de mesurer les oscillations  $R(B)$  et d'admettre que le déplacement  $\Delta T_c(B)$  est directement proportionnel à  $\Delta R(B)$  si on reste dans la largeur de transition. Les points mesurés  $R(B)$  sont représentés en figure 5.23.

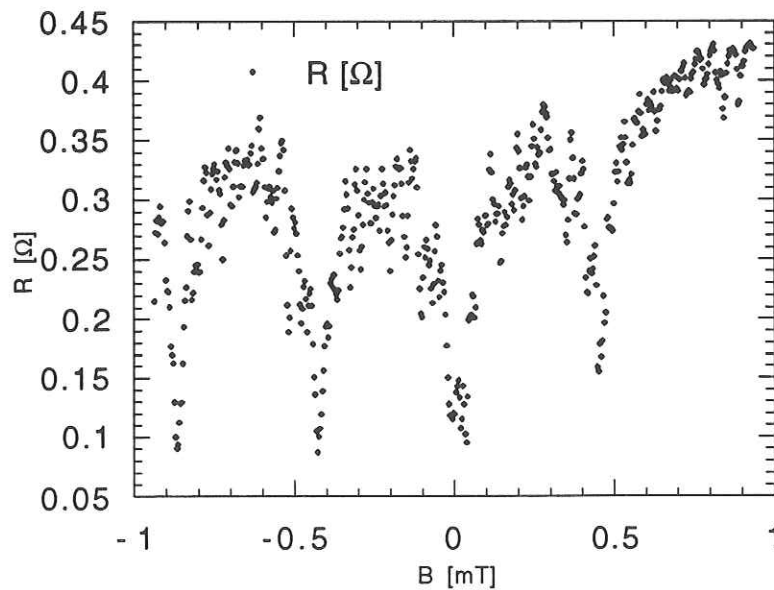


Fig. 5.23 : Oscillations  $R(B)$  mesurées sur un réseau de  $Nb_{saphir}500^\circ C$  (pas du réseau  $2 \mu m$ , largeur des traits  $0.25 \mu m$ , épaisseur  $1000 \text{ \AA}$ , 720 cellules).

Les oscillations quantiques de  $T_c(f)$  ont été calculées numériquement;  $f$  est la frustration définie comme le flux magnétique par cellule du réseau en unité du quantum de flux  $\phi_0$  [8]. Pour la frustration  $\frac{1}{2}$ , la dépendance de la longueur de cohérence est donnée par le formule suivante :

$$T_c\left(\frac{1}{2}\right) = T_c(0) \left[ 1 - \frac{\xi(0)^2 \pi^2}{4a^2} \right] \quad (5.7)$$

$a$  est le pas du réseau. La valeur  $T_c\left(\frac{1}{2}\right)$  peut facilement être déterminée expérimentalement



car il s'agit d'un minimum local prononcé entre les minima principaux à  $f = n$  où  $n$  est un nombre entier. Pour le déplacement  $\Delta T_c$  par rapport à  $T_c(0)$ , on obtient donc l'expression suivante :

$$\frac{\Delta T_c}{T_c} = \frac{\xi(0)^2 \pi^2}{4a^2} \quad (5.8)$$

Il s'en suit pour la longueur de cohérence :

$$\xi(0) = \frac{4a}{\pi} \sqrt{\frac{\Delta T_c}{T_c(0)}} \quad (5.9)$$

La conversion de la mesure de  $\Delta R(B)$  en  $\Delta T_c(B)$  se fait à partir de la courbe de transition résistive donnée en figure 5.22. Nous avons choisi les deux possibilités extrêmes pour tracer une droite  $R(T) = c_1 T + c_2$  où  $c_1$  et  $c_2$  sont des constantes :

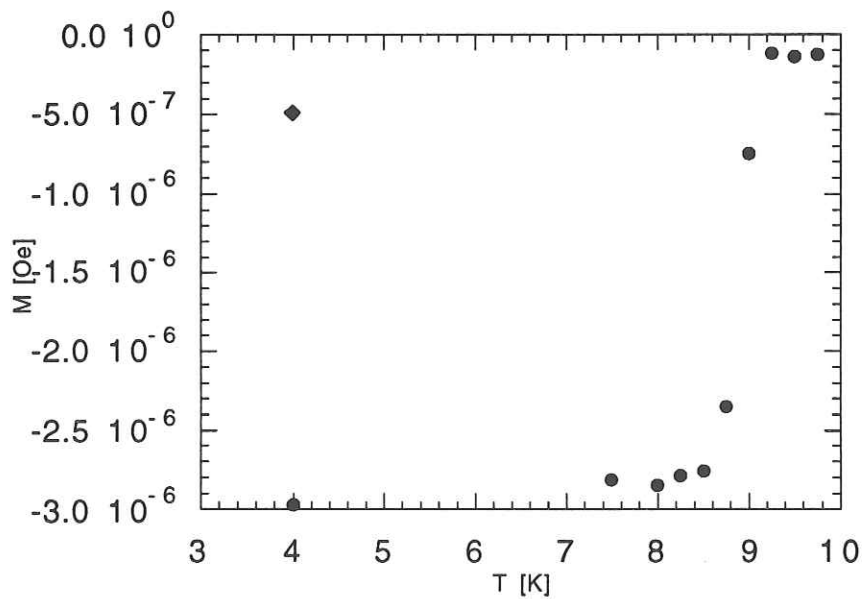
(a)  $R(T) = 61.511T - 560.95$

(b)  $R(T) = 90.909T - 829.14$

Les résultats des calculs pour la largeur de transition, la longueur de cohérence et le pas du réseau en prenant  $\xi(0) = 22$  nm, sont donnés dans le tableau 5.4.

### 5.4.2 Aimantation

Une mesure d'aimantation a été effectuée par A. Sulpice au laboratoire, sur deux échantillons composés de 4 champs de 9 réseaux en Nb<sub>saphir</sub>500°C, de pas différents ( $a = 1.0, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8, 2.0 \mu\text{m}$ ) et d'environ  $30 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$  de surface chacun, pour vérifier que les échantillons restent supraconducteurs après l'étalement d'une résine de planarisation. Une courbe du moment magnétique  $M$  en fonction de la température est donnée en figure 5.24.



*Fig. 5.24 : Moment magnétique  $M(T)$  en fonction de la température, d'un échantillon composé de 4 champs de 9 réseaux de pas différents en Nb<sub>saphir</sub>500°C. Les points ronds ont été mesurés en réchauffant l'échantillon après refroidissement sous champ magnétique nul, le point carré après refroidissement sous un champ magnétique de 0.2 mT.*

Le refroidissement sans champ avec une application de 0.2 mT à basse température montre que l'effet d'écrantage est important. L'aimantation est forte par rapport au faible volume de l'échantillon. En comparaison, le refroidissement sous champ,  $B = 0.2 \text{ mT}$ , donne un signal très petit. Cela indique que les vortex sont piégés et que seulement les fils écrantent.

### 5.4.3 Résultats et conclusion

Les résultats des caractérisations de réseaux sont présentés en figure 5.3.

$T_c$ [K] par mesure R(T)	9.12
$\Delta T_c$ [mK] par mesure R(T)	$3.7 \pm 0.7$
$\xi(0)$ [nm] par mesure R(B)	$51 \pm 0.5$
$T_c$ [K] par mesure M(T)	environ 9
$\Delta T_c$ [mK] par mesure M(T)	environ 400

Tableau 5.4 : Résultats des mesures de caractérisations de réseaux en  $Nb_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$

Les propriétés supraconductrices de la couche mince de niobium sont très peu affectées par la gravure par plasma réactif. Cependant, pour différents réseaux de la même géométrie (pas du réseau  $2 \mu\text{m}$ , largeur des fils  $0.25 \mu\text{m}$ , épaisseur  $1000 \text{ \AA}$ , 720 cellules) nous avons mesuré des températures de transitions allant de  $8.8 \text{ K}$  à  $9.1 \text{ K}$ .

Les valeurs de  $\xi(0)$  et de  $a$  ne peuvent être considérées que comme approximative, car l'hypothèse de proportionnalité directe entre  $\Delta R(B)$  et  $\Delta T_c(B)$  n'est valable que pour des déplacements faibles. L'ordre de grandeur de  $a$  correspond à la valeur mesurée directement sous le microscope à balayage électronique.

Les mesures d'aimantation montrent clairement, que l'échantillon écran un champ magnétique de  $0.2 \text{ mT}$ . Ce résultat est essentiel pour l'expérience de décoration qui n'est possible que si une quantification du flux dans chaque cellule est réalisé. Cette condition est équivalente à un fort écrantage du champ magnétique dans chaque fil. Pour l'expérience de décoration il sera important de refroidir l'échantillon sous champ magnétique pour avoir un état d'équilibre entre le nombre de vortex et la valeur du champ appliqué.



## Chapitre 6

# RESULTATS ET DISCUSSION



## 6. RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous présenterons et discuterons les résultats de décorations de couches minces de niobium et de plomb, de réseaux gravés, de réseaux double-couche et de réseaux planarisés.

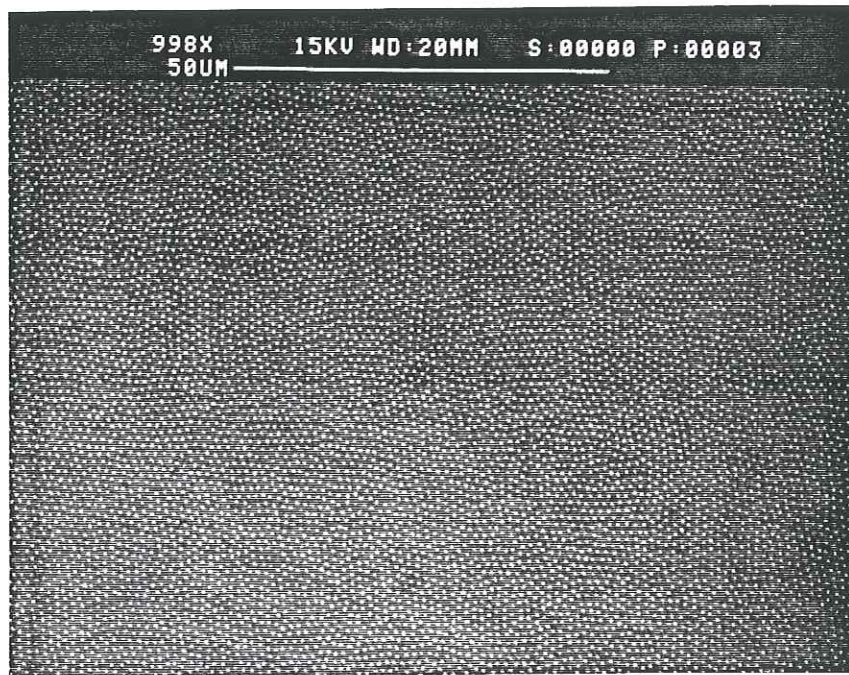
### 6.1 Décoration de couches minces

L'optimisation de la cellule de décoration s'est faite d'abord sur l'état intermédiaire d'échantillons de plomb car il s'agit d'une structure moins fine que l'état de vortex, donc plus simple à observer. Nous avons affiné la méthode sur les couches minces de niobium puis sur les couches minces de plomb.

#### 6.1.1 Couches minces de niobium

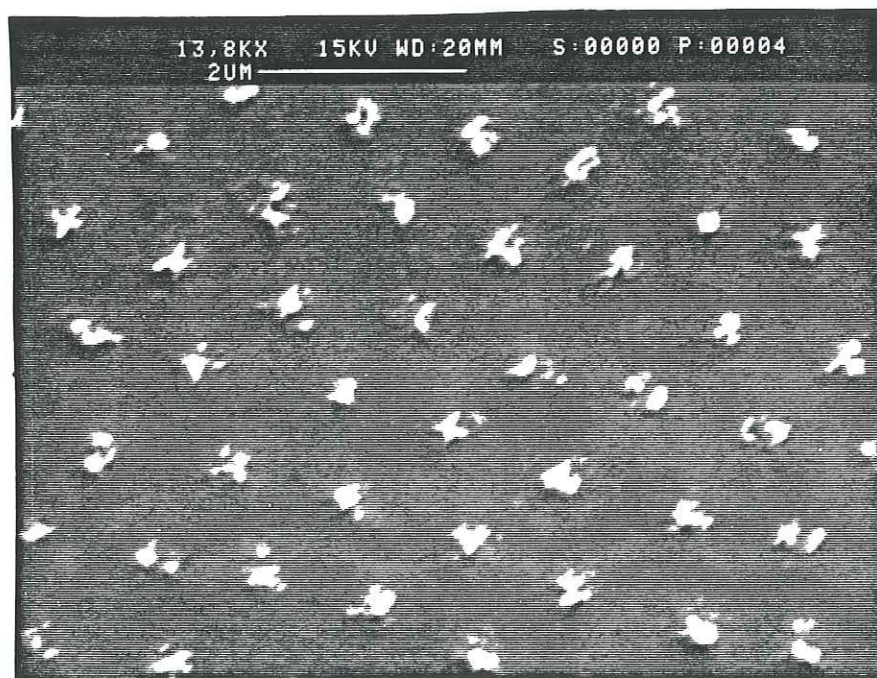
Nous avons décoré des couches minces de niobium dont la fabrication et les caractéristiques sont décrites en chapitre 5. Une photographie prise au microscope électronique à balayage d'un échantillon de Nb<sub>saphir</sub>500°C décoré, est montrée en figure 6.1. L'échantillon a été refroidi à 4.2 K à une vitesse de refroidissement d'environ 1 K/min dans la région de la transition résistive sous un champ magnétique de 1.5 mT. Les points blancs sont les particules nickel qui marquent l'emplacement des vortex lors de la décoration. Le réseau de vortex en figure 6.1 ne présente pas d'ordre à longue portée mais se décompose en domaines d'un diamètre d'environ 8 à 10  $\mu\text{m}$  où le réseau triangulaire d'Abrikosov est observé. Les joints de domaines ne sont pas abrupts.





*Fig. 6.1 : Couche mince de NbSaphir 500°C décorée à 4.2 K après refroidissement sous un champ magnétique de 1.5 mT.  
Les points blancs sont les particules de nickel marquant l'emplacement des vortex.*

Un détail d'une couche mince de  $\text{Nb}_{\text{saphir}}500^\circ\text{C}$  qui a été décorée à 4.2 K après refroidissement sans contrôle de la vitesse de refroidissement, sous un champ magnétique de 2 mT est donné en figure 6.2. Nous avons agrandi un domaine de l'échantillon où le réseau de vortex est triangulaire. Les agglomérations de nickel sont composées d'environ 20 particules concentrées sur un rayon d'environ 0.1 à 0.2  $\mu\text{m}$  qui correspond à la valeur estimée de la longueur de pénétration. Entre les vortex, on ne distingue que très peu de nickel.



*Fig. 6.2 : Détail d'une couche mince de  $\text{Nb}_{\text{saphir}}500^\circ\text{C}$  décorée à 4.2 K après refroidissement sous un champ magnétique de 2 mT. La distance entre deux vortex est d'environ 1.07  $\mu\text{m}$ .*



La figure 6.3 est une photographie d'une couche mince de Nb<sub>saphir</sub>800°C décorée à 4.2 K après refroidissement sous un champ très faible de 0.2 mT. L'arrangement de vortex présente le même ordre que pour les décorations à plus fort champ (figures 6.1 et 6.2) avec des domaines de symétrie six mais pas d'ordre à longue portée.

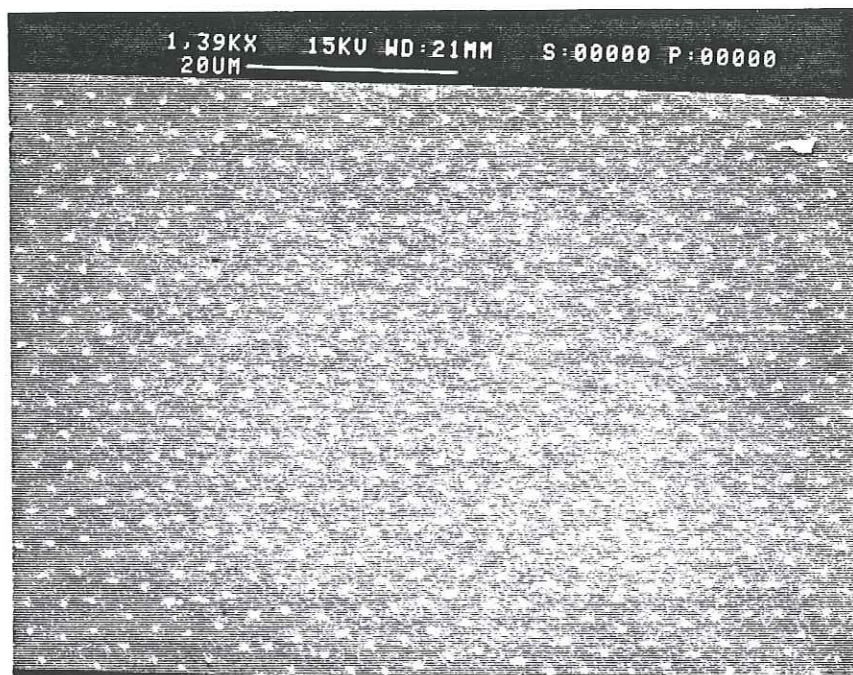


Fig. 6.3 : Couche mince de Nb<sub>saphir</sub>800°C décorée à 4.2 K sous un champ magnétique de 0.25 mT.

La distance  $s$  entre les vortex dépend du champ magnétique appliqué  $B$  et correspond, avec une marge d'erreur d'environ 10 pour-cent, à la prédiction d'Abrikosov pour le pas  $s$  d'un réseau triangulaire donnée par l'expression suivante :

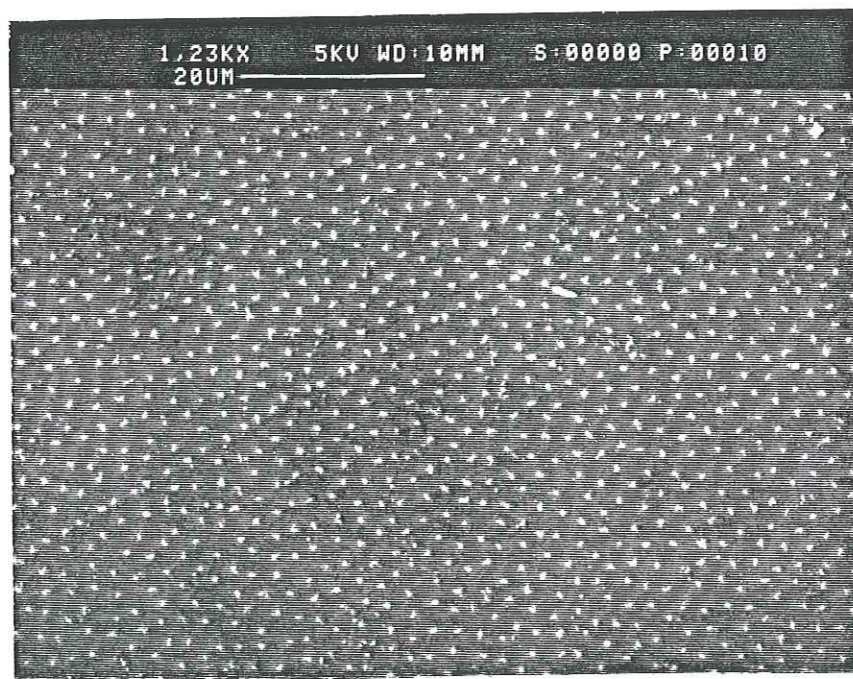
$$s^2 = \frac{2 \phi_0}{\sqrt{3} B}$$

Dans les phénomènes de piégeage d'un réseau de vortex, la force de piégeage est à comparer à la force élastique du réseau de vortex. Le réseau de vortex s'adapte aux centres de piégeage de manière à se trouver dans un minimum d'énergie. Les résultats obtenus sur les couches minces de niobium déposé à 500°C ou à 800°C peuvent être interprétés de deux manières. Dans le cadre du piégeage collectif, où la densité de centres de piégeage faible est grande par rapport à la densité de vortex, des domaines ordonnés se créent, mais sans ordre à longue portée [1]. L'ensemble de centres de piégeage faible aléatoire est entièrement caractérisé



par sa force et sa portée. On définit un volume de corrélation, dans lequel le réseau de vortex est ordonné. En effet, des simulations numériques [2] donnent des arrangements de vortex similaires à ceux que nous trouvons sur les couches minces de niobium. Cependant, le même arrangement est trouvé pour une densité faible de centres de piégeage fort, où un vortex est fortement piégé et les vortex voisins s'arrangent autour de lui en réseau triangulaire. Des domaines ordonnés se créent donc à cause de la rigidité du réseau de vortex. Dans les deux cas, les centres de piégeage détruisent l'ordre à longue portée mais l'ordre à courte portée se conserve dans un certain volume de corrélation. Les plans de vortex sont courbés et des dislocations, des lacunes et des joints de grain apparaissent. Pour distinguer les deux modes de piégeage, il faut effectuer des mesures supplémentaires, par exemple de courant critique.

Un dernier exemple d'une couche mince de  $Nb_{\text{saphir}}500^{\circ}\text{C}$  décorée est donné en figure 6.4. L'échantillon a été refroidi sous un champ magnétique de 0.34 mT et décoré à 4.2 K. Une rayure traverse la couche mince. Elle représente un centre de piégeage fort donc les vortex s'alignent dans la diagonale de la photographie, sur la rayure.



*Fig. 6.4 : Couche mince de  $Nb_{\text{saphir}}500^{\circ}\text{C}$  décorée à 4.2 K sous un champ magnétique de 0.34 mT. Une rayure sur l'échantillon donne lieu à un fort piégeage d'où l'arrangement des vortex en lignes.*

Les endroits où la couche mince a une épaisseur affaiblie constituent donc des centres de piégeage importants de vortex, car le gain d'énergie de condensation est directement

proportionnel au volume supraconducteur qui doit être ramené à l'état normal. Ce volume représente le coeur normal du vortex d'environ  $\pi\xi^2d$  où  $\xi$  est la longueur de cohérence et  $d$  l'épaisseur de la couche mince.

### 6.1.2 Couches minces de plomb

Les couches minces de plomb que nous avons décorées sont composées de plusieurs couches évaporées successivement sur un substrat de saphir : 50 Å de germanium (sous-couche d'adhérence), 1000 Å de plomb évaporé à l'ambiante, 50 Å de germanium (couche de protection). La couche de protection est nécessaire car le plomb s'oxyde très rapidement à l'air.

Une couche mince décorée après refroidissement à 4.2 K sous un champ magnétique de 1 mT est montrée en figure 6.5. Les points blancs sont les particules de nickel qui décorent l'emplacement des vortex.

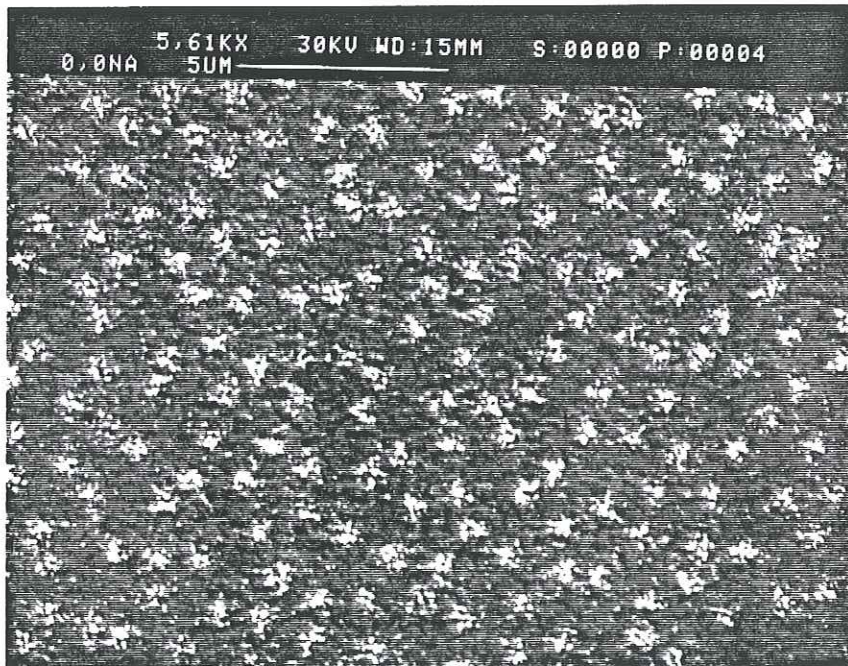


Fig. 6.5 : Couche mince de plomb d'épaisseur de 1000 Å décorée à 4.2 K sous un champ magnétique de 1 mT.

L'arrangement de vortex ne présente pas d'ordre à longue portée ni d'ordre à courte portée ce qui indique la présence d'un grand nombre de centres de piégeage dans la couche mince.



Des observations au microscope électronique à balayage en incidence rasante ont montré une forte rugosité de la surface de l'échantillon. Les endroits de la couche mince d'épaisseur plus fine constituent des centres de piégeage forts comme expliqué dans le paragraphe précédent. Des simulations numériques d'un arrangement de vortex dans un milieu de piégeage fort donnent des arrangements similaires, ne présentant ni d'ordre à courte portée ni d'ordre à longue portée [2].

### 6.1.3 Conclusion

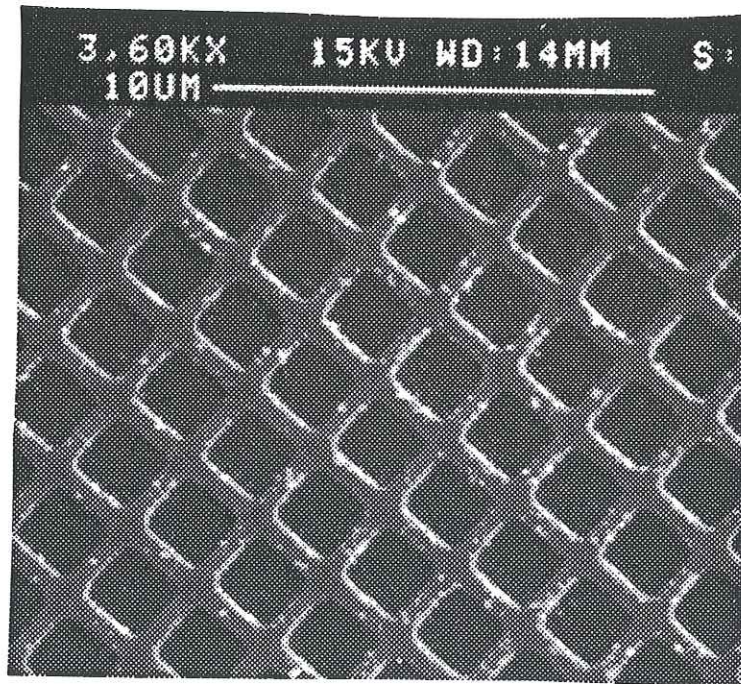
Nous avons décoré des couches minces de niobium et de plomb. Les résultats de décorations montrent que les couches de niobium fabriquées au laboratoire ne présentent que peu de centres de piégeage fort ou un grand nombre de centres de piégeage faible, tandis que les couches minces de plomb ont de nombreux sites de piégeage fort de vortex.

L'ordre des vortex donne une caractérisation supplémentaire des couches minces. Nous trouvons que le piégeage intrinsèque des couches minces de niobium est faible comparé au piégeage par les cellules du réseau gravé. Ce résultat est important pour l'étude d'arrangements de vortex qui ne doivent pas être influencés par les propriétés intrinsèques des réseaux supraconducteurs.



## 6.2 Décoration de réseaux

Nous avons décoré un réseau carré de niobium comportant 3500 cellules ( $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  d'épaisseur de  $0.1 \mu\text{m}$ , pas du réseau de  $2 \mu\text{m}$ , largeur de trait de  $0.3 \mu\text{m}$ ) avec un facteur de contraste estimé de 0.78 (voir chapitre 3) [3]. Le réseau a été décoré à 4.2 K dans un champ magnétique de 0.25 mT qui correspond à un flux moyen de  $\frac{\Phi_0}{2}$  par cellule. Le résultat est montré en figure 6.6.



*Fig. 6.6 : Réseau de niobium décoré (épaisseur  $0.1 \mu\text{m}$ , pas du réseau de  $2 \mu\text{m}$ , largeur des traits  $0.3 \mu\text{m}$ ). Les points blancs sont les particules de nickel, elles décorent les courants.*

*Le facteur de contraste a été estimé à 0.78 (voir chapitre 3) [3].*

Les points blancs sont les particules de nickel. Elles s'accumulent préférentiellement sur les fils du réseau. Ceci est en accord avec les calculs de profil de champ que nous avons effectués (chapitre 3) : le nickel s'accumule aux endroits où le champ magnétique local a une valeur maximale. Pour des hauteurs très proches de la surface du réseau ce maximum se trouve près des courants. On remarque qu'il n'y a pas de particules sur les croisements des fils. En effet, le profil de champ calculé a des minima à ces endroits; le nickel ne doit pas s'y accumuler.

En conclusion, la force exercée par les gradients de champ magnétique à proximité d'un vortex est suffisamment forte pour attirer les particules de nickel. La décoration directe d'un réseau de fils supraconducteur visualise donc les courants traversant les fils.

Pour le super-réseau de vortex de frustration  $f = \frac{1}{2}$ , l'amplitude de courant est uniforme. En conséquence tous les fils du réseau devraient être décorés. Des défauts dans le réseau de vortex, par contre, induisent certains fils sans courant. Ceux-ci devraient être observables par la méthode de décoration. Pour les frustrations  $f < \frac{1}{2}$ , la distribution de courant dans le réseau supraconducteur est inhomogène car uniquement les fils de cellules contenant un vortex sont traversés de courant dans le cas idéal. La décoration marquerait donc seulement ces cellules.

Cependant, les échantillons pour une décoration directe doivent avoir un état de surface extrêmement lisse, difficile à réaliser avec nos méthode de lithographie. Par ailleurs, le fort contraste entre le réseau de niobium et le substrat recouvre le faible contraste entre le nickel et le réseau, et rend difficile l'observation au microscope électronique. Nous avons donc développé des échantillons plus faciles à observer.

### **6.3 Décoration de réseaux double-couche**

Dans l'idée de "focaliser" les vortex émergeant du réseau supraconducteur à l'aide d'une deuxième couche mince uniforme, supraconductrice, nous avons fabriqué des réseaux double-couche dont la conception est décrite en chapitre 3. L'avantage de ces réseaux est, qu'on devrait être capable de compter le nombre de quanta de flux par cellule du réseau, à cause de la quantification des vortex dans la couche mince supérieure. En conséquence, même des frustrations supérieures à  $f = 1$  pourraient être décorées. Dans les paragraphes suivants, nous décrirons les résultats de décoration de trois différentes sortes de réseaux double-couche.

#### **6.3.1 Echantillon niobium-silicium-niobium**

Les premiers essais ont été effectués sur un réseau de  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  de pas de  $1 \mu\text{m}$ , de caractéristiques décrites en chapitre 5 recouvert de  $2000 \text{ \AA}$  de silicium puis de  $1000 \text{ \AA}$  de  $\text{Nb}_{25^\circ\text{C}}$ . Le silicium a été évaporé par faisceau d'électrons en tournant l'échantillon pour obtenir une couche plus homogène. La deuxième couche de niobium a été évaporée à température ambiante au lieu de chauffer le substrat. Cela permet d'obtenir une température de transition résistive plus faible que celle du réseau de fils ce qui est important pour ne pas perturber la nucléation de vortex dans le réseau.



Une photographie d'un réseau de pas de  $1\ \mu\text{m}$ , décoré à  $4.2\ \text{K}$  après refroidissement sous un champ magnétique de  $0.75\ \text{mT}$  est donnée en figure 6.7. La frustration est  $f = \frac{15}{40}$ . Sur les régions à côté de l'échantillon, on distingue clairement des vortex ce qui indique que la couche mince supérieure est supraconductrice.

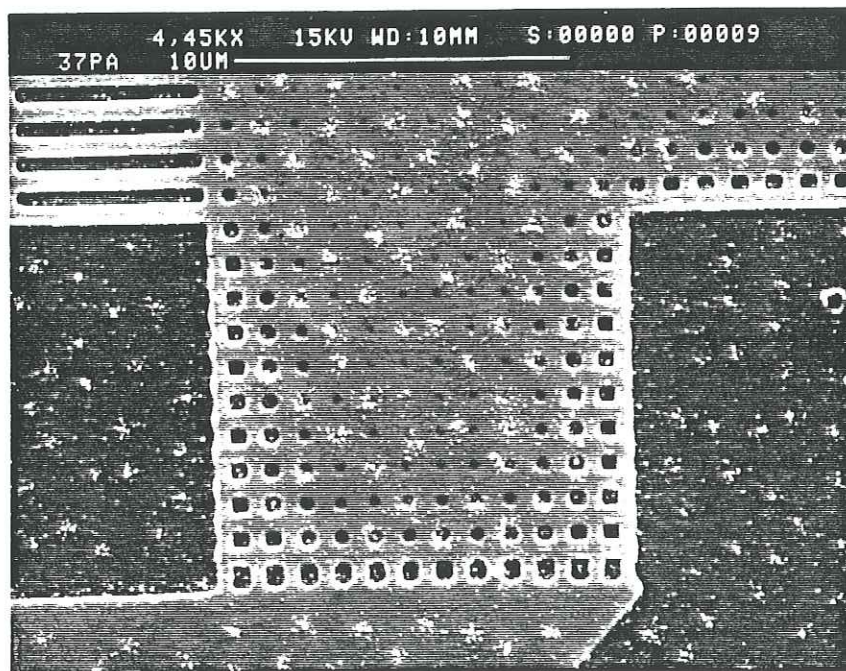


Fig. 6.7 : Réseau de  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  de pas de  $1\ \mu\text{m}$ , recouvert de  $0.2\ \mu\text{m}$  de silicium puis d'une couche mince de  $\text{Nb}_{25^\circ\text{C}}$ , décoré à  $4.2\ \text{K}$  après refroidissement sous un champ magnétique de  $0.75\ \text{mT}$ . Les points blancs sont les particules de nickel marquant l'emplacement des vortex.

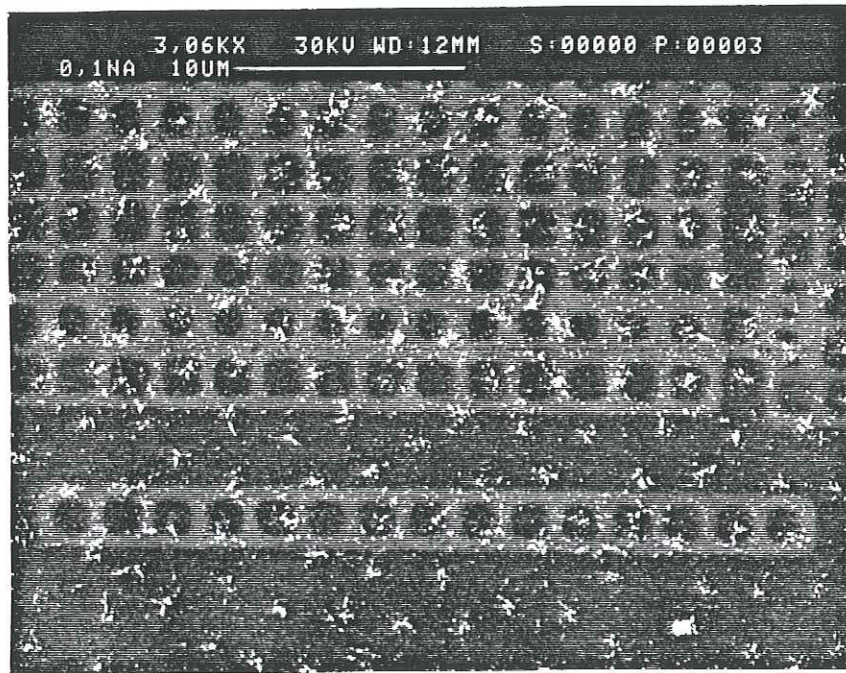
Comme le montre la photographie, le recouvrement de silicium et de niobium ne planarise pas parfaitement l'échantillon. Sur les bords, on reconnaît les cellules du réseau en relief où certaines sont clairement entourées de nickel. La décoration sur les fils, c'est-à-dire sur le bord des cellules au bord de l'échantillon, indique que les maxima de champ magnétique se trouvent proche des fils et que la hauteur de planarisation est insuffisante. Seulement à partir d'environ  $0.2a$  ( $a$  est le paramètre du réseau), les maxima sont localisés au milieu des cellules.

Une partie de l'échantillon a été surexposée lors de la lithographie électronique et se comporte comme une couche mince avec des centres forts de piégeage de vortex. La surexposition provient des effets de proximité lors de l'écriture électronique. Dans cette région, les vortex se trouvent surtout dans les trous, quelques uns à côté.



### 6.3.2 Echantillon niobium-résine-niobium

Pour obtenir une planarisation plus épaisse et plus lisse, nous avons étalé de la résine photosensible AZ 1400-17, Shipley sur des réseaux de fils de Nb<sub>saphir</sub>500°C (les caractéristiques du niobium sont décrites en chapitre 5). Avec une vitesse d'étalement de 8000 trs/min, la résine a une épaisseur de 0.35 µm. La deuxième couche de niobium a les mêmes caractéristiques que celle sur l'échantillon précédent. Un exemple d'un échantillon décoré est donné en figure 6.8.



*Fig. 6.8 : Réseau et échelle de Nb<sub>saphir</sub>500°C de pas de 2 µm, recouverts de 0.35 µm de résine puis d'une couche mince de Nb<sub>25</sub>°C, décorés à 4.2 K après refroidissement sous un champ magnétique de 0.32 mT (f = 0.64). Les points blancs sont les particules de nickel marquant l'emplacement des vortex de la couche supérieure.*

Le réseau de niobium est parfaitement visible sous la résine et la deuxième couche de niobium. On ne distingue pas d'ordre particulier dans l'arrangement de vortex marqués par les particules de nickel.

Plusieurs raisons peuvent expliquer le désordre des vortex. D'une part, l'épaisseur de résine pourrait être trop importante et en conséquence les vortex dans le réseau supraconducteur et dans la couche mince de niobium seraient faiblement couplés ou même découplés (voir

chapitre 3). D'autre part, les températures supraconductrices du réseau de niobium et de la couche mince de niobium pourraient être trop proches l'une de l'autre. Dans ce cas, pendant le refroidissement de l'échantillon, la nucléation de vortex dans la couche supérieure peut influencer l'emplacement des vortex dans le réseau. Pour exclure cette possibilité, nous avons choisi du plomb ( $T_c = 7.1$  K) comme couche mince supérieure.

### 6.3.3 Echantillon niobium-résine-plomb

Les échantillons sont composés d'un ensemble de 9 réseaux de pas  $a = 1.0$   $\mu\text{m}$ , 1.2  $\mu\text{m}$ , 1.3  $\mu\text{m}$ , 1.4  $\mu\text{m}$ , 1.5  $\mu\text{m}$ , 1.6  $\mu\text{m}$ , 1.7  $\mu\text{m}$ , 1.8  $\mu\text{m}$  et 2.0  $\mu\text{m}$  en  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  pour pouvoir décorer différentes frustrations sous les mêmes conditions expérimentales. Les échantillons ont été préparés de manière suivante : nous avons étalé une couche de résine photosensible AZ 1400-17, Shipley de 0.35  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sur les réseaux de fils. 1000 Å de plomb ont été évaporés comme décrit en chapitre 6.1.2. Une sous-couche et une couche de protection de germanium de 50 Å chacune protègent le plomb contre l'oxydation.

Une photographie prise à incidence rasante, d'un échantillon décoré à 4.2 K indique que la planarisation n'est pas complète. Par contre, les cellules du réseau ne peuvent plus être distinguées. Figure 6.9 montre un détail de l'échantillon décoré à 4.2 K après refroidissement sous un champ magnétique de 0.34 mT, le réseau de pas de 1  $\mu\text{m}$ .

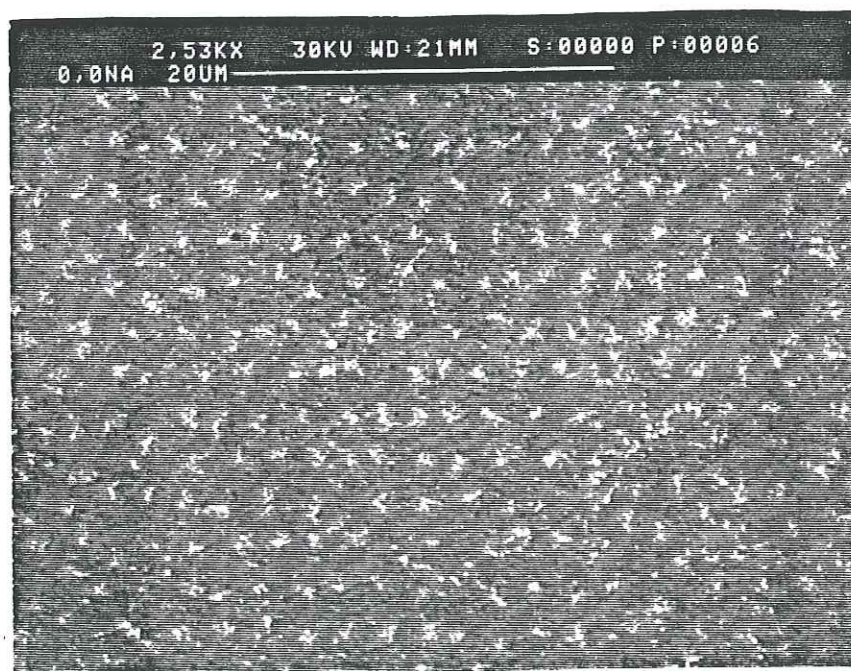


Fig. 6.9 : Réseau de  $\text{Nb}_{\text{saphir}500^\circ\text{C}}$  de pas de 1  $\mu\text{m}$ , recouvert de 0.35  $\mu\text{m}$  de résine



*puis d'une couche mince de plomb, décorés à 4.2 K après refroidissement sous un champ magnétique de 0.34 mT ( $f = 0.17$ ). Les points blancs sont les particules de nickel marquant l'emplacement des vortex.*

Le taux de remplissage du réseau, défini comme la largeur des traits par rapport au pas du réseau, est élevé. Sous la couche mince de plomb, le réseau de fils est difficile à distinguer au microscope électronique à balayage. Les amas de nickel ne donnent que peu de contraste avec le plomb. Cependant, on observe un arrangement des vortex en lignes parallèles aux fils de l'échantillon. Dans les autres échantillons, nous trouvons des réseaux de vortex désordonnés.

Des problèmes de piégeage de vortex dans la couche mince de plomb peuvent être la cause des arrangements en lignes des vortex. L'épaisseur de la couche mince de plomb est probablement plus fine sur les bords des fils du réseau car une évaporation directionnelle sur une surface rugueuse amène des variations d'épaisseur de la couche évaporée. En conséquence, les vortex seraient piégés sur les bords des fils. L'énergie de condensation est proportionnelle au volume supraconducteur que le vortex doit rendre normal. Il est plus faible aux endroits de faible épaisseur de la couche. Ce piégeage au bord des fils du réseau est en compétition avec le piégeage intrinsèque du plomb et avec l'emplacement des vortex fixés par le réseau supraconducteur.

Pour pouvoir séparer les différents effets de piégeage de vortex, il serait important de réussir une planarisation parfaite et plus fine du réseau. Le plomb est un matériau difficile à utiliser dans des échantillons double-couche : d'une part il est rugueux, d'autre part il n'est pas transparent au microscope électronique ce qui rend difficile l'observation simultanée des vortex et du réseau de niobium. Un travail considérable de mise au point reste à faire.

#### **6.3.4 Conclusion**

Nous avons décoré trois différents échantillons double-couche : niobium-silicium-niobium, niobium-résine-niobium et niobium-résine-plomb. L'épaisseur de la couche de planarisation a été choisie de manière à avoir le maximum de champ magnétique local au milieu des cellules avec vortex (voir chapitre 3).

Dans les trois cas, la planarisation n'est pas suffisante pour garantir l'uniformité de la couche mince supérieure. Dans les trois cas, la couche supérieure est de qualité médiocre : le niobium déposé à froid sur une couche mince de niobium présente des propriétés



supraconductrices moins bonne que celle du niobium déposé à chaud, et le plomb a une surface rugueuse. En conséquence, il est difficile de séparer les effets de piégeage du réseau supraconducteur et des variations d'épaisseur de la couche mince supérieure.

Le couplage entre les vortex dans le réseau supraconducteur et ceux de la couche mince supérieure est un autre problème qui se pose. Une distorsion des vortex suivant leur longueur peut se produire si les centres de piégeage dans la couche mince et dans le réseau sont décalés les uns par rapport aux autres. Dans ce cas, l'arrangement de vortex dans la couche supérieure ne serait plus une image du réseau de vortex dans le réseau supraconducteur.

## 6.4 Décoration de réseaux planarisés

Les résultats les plus intéressants ont été obtenus sur des réseaux de niobium planarisés et sans deuxième couche supraconductrice. Nous avons étalé une couche très fine de résine sur les réseaux gravés en Nb<sub>saphir</sub>500°C afin de lisser la surface. L'épaisseur de résine a été choisie telle que les maxima de champ magnétique se trouvent au milieu des cellules entourant un vortex. En chapitre 3, nous avons détaillé la méthode de planarisation. Pour des réseaux de pas entre 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ , l'épaisseur de résine est d'environ 0.2  $\mu\text{m}$ , correspondant à 0.2*a* à 0.1*a* en unité du pas du réseau *a*. Pour les réseaux de pas de 2  $\mu\text{m}$ , les maxima se trouvent déjà sur les fils.

La décoration a été effectuée à 1.6 K où la vitesse thermique des particules de nickel n'est plus que de 0.12 m/s. Cette valeur représente une diminution de 60 % par rapport à la vitesse thermique à 4.2 K. Les particules sont donc plus sensibles aux gradients faibles de champ magnétique.

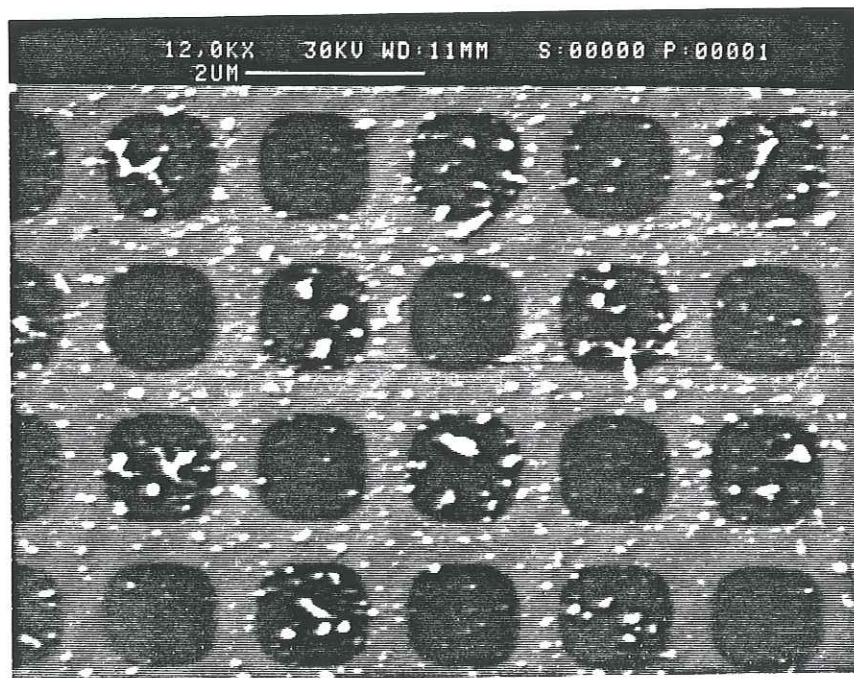
Dans les paragraphes suivants, nous donnerons d'abord une description générale de l'échantillon que nous avons décoré, puis nous discuterons les résultats des différents états de frustration décorés dans cette expérience.

### 6.4.1 Description générale

L'expérience a été effectuée sur 6 ensembles de 9 réseaux supraconducteurs différents (Nb<sub>saphir</sub>500°C de 0.1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, largeur de trait 0.3  $\mu\text{m}$ , pas du réseau variant entre 1 et 2  $\mu\text{m}$ , nombre de cellules entre 250 et 500) pour décorer des frustrations différentes, en même temps, sous les mêmes conditions thermiques et le même champ magnétique. L'épaisseur de résine de planarisation (voir paragraphe 5.3.6) est d'environ 0.2  $\mu\text{m}$  au-dessus des réseaux et

de  $0.12 \mu\text{m}$  à côté. Les pas du réseau  $a = 1.0 \mu\text{m}, 1.2 \mu\text{m}, 1.3 \mu\text{m}, 1.4 \mu\text{m}, 1.5 \mu\text{m}, 1.6 \mu\text{m}, 1.7 \mu\text{m}, 1.8 \mu\text{m}, 2.0 \mu\text{m}$  correspondent aux frustrations  $0.22, 0.31, 0.38, 0.43, 0.49, 0.57, 0.63, 0.80, 0.87 \pm 5 \%$  respectivement pour un champ magnétique appliqué de  $0.45 \text{ mT} \pm 5 \%$ . Les échantillons ont été refroidis sous champ à une vitesse de  $25 \text{ mK/min}$  autour de la transition supraconductrice (de  $9.5 \text{ K}$  à  $8.0 \text{ K}$ ), puis à vitesse non-contrôlée jusqu'à une température de  $1.6 \text{ K}$ .

Un détail d'un réseau décoré de frustration  $f = 0.49$ , c'est à dire proche de  $\frac{1}{2}$  est montré en figure 6.10. Les points blancs sont les particules de nickel ; elles marquent clairement les cellules traversées d'un quantum de flux. L'arrangement des vortex en damier correspond aux prévisions théoriques pour le cas complètement frustré.



*Fig. 6.10 : Détail d'un réseau de niobium planarisé et décoré de frustration  $f = 0.49$ . Les points blancs sont les particules de nickel qui marquent les cellules traversées d'un quantum de flux.*

Le critère pour déterminer l'emplacement d'un vortex a été la densité des particules de nickel. Bien qu'un bruit de fond de particules existe sur tous les réseaux, les variations de densité sont importantes et permettent la détermination à l'oeil.

La figure 6.11 donne un schéma d'un ensemble de réseaux avec les pas du réseau et les frustrations correspondantes pour un champ appliqué de  $0.45 \text{ mT}$ .

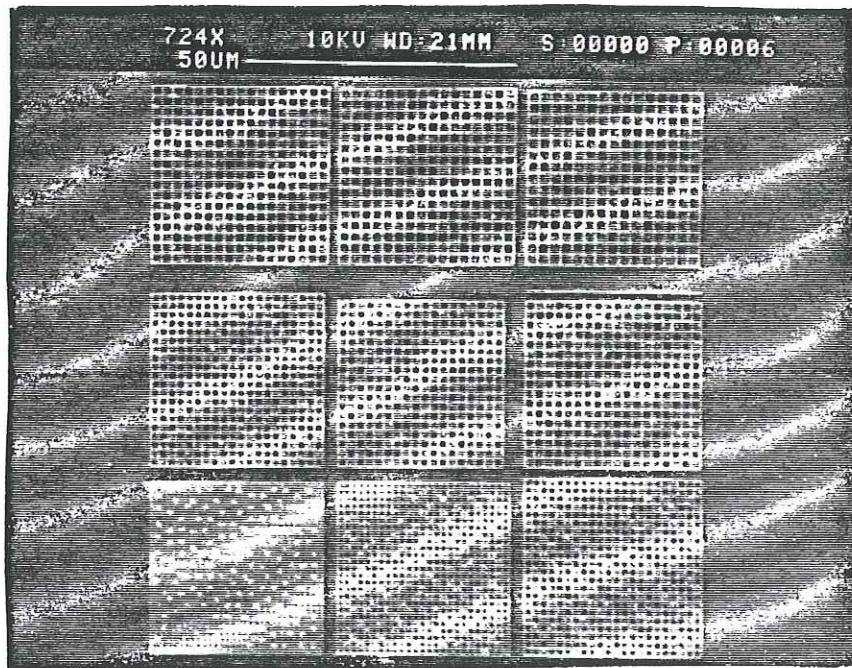
$a=1.7\mu\text{m}$ $f=0.63$	$a=1.8\mu\text{m}$ $f=0.80$	$a=2.0\mu\text{m}$ $f=0.87$
$a=1.4\mu\text{m}$ $f=0.43$	$a=1.5\mu\text{m}$ $f=0.49$	$a=1.6\mu\text{m}$ $f=0.57$
$a=1.0\mu\text{m}$ $f=0.22$	$a=1.2\mu\text{m}$ $f=0.31$	$a=1.3\mu\text{m}$ $f=0.38$

*Fig. 6.11 : Schéma d'un ensemble de réseaux avec les pas du réseaux et les frustrations correspondantes pour un champ magnétique appliqué de 0.45 mT.*

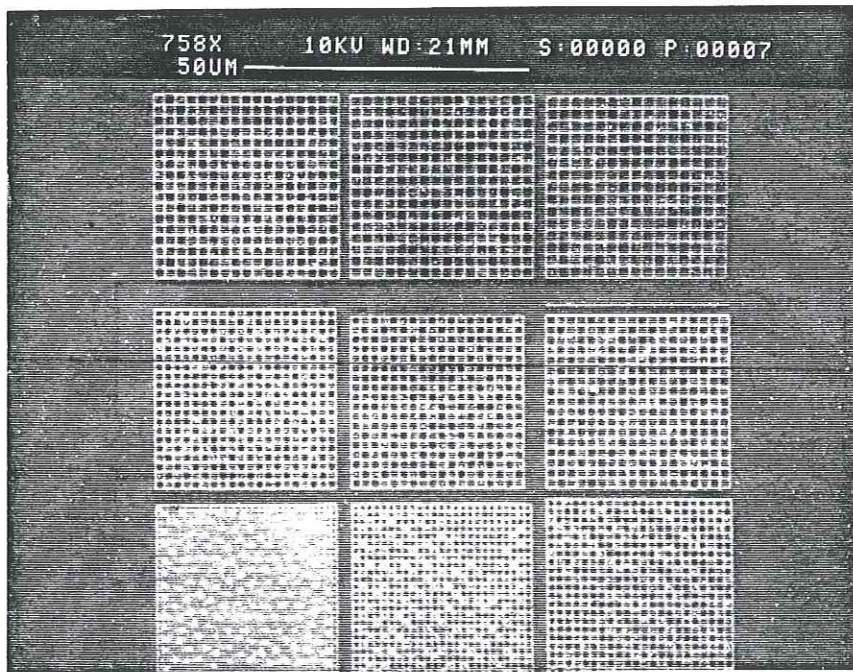
*La marge d'erreur est de 5 %.*

Des photographies de tous les 6 ensembles d'échantillons décorés en même temps, sont montrées en figure 6.12 a), b), c), d), e) et f). Après la décoration et le réchauffement, les échantillons ont été recouverts de 50 Å d'or pour l'observation avec le microscope électronique à balayage.



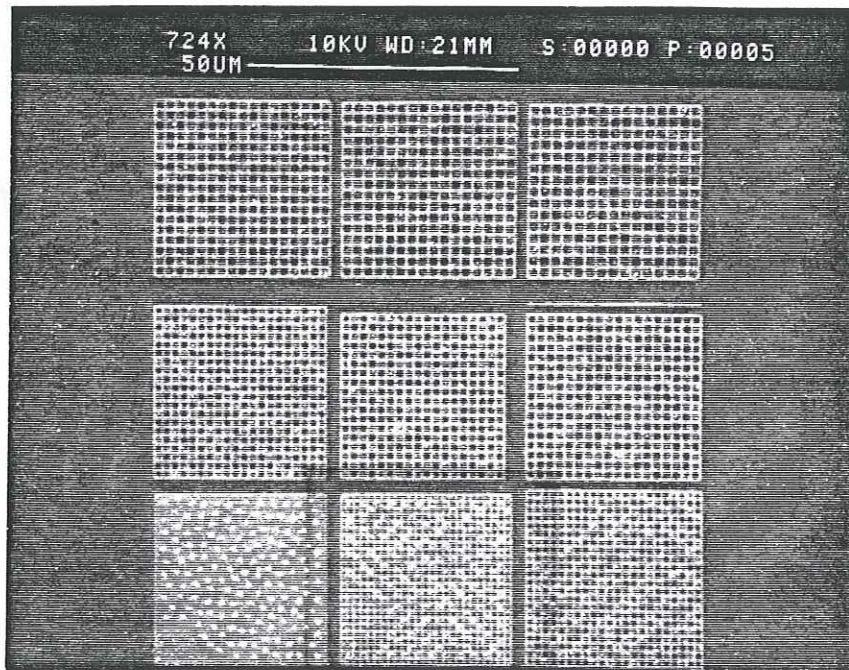


a)

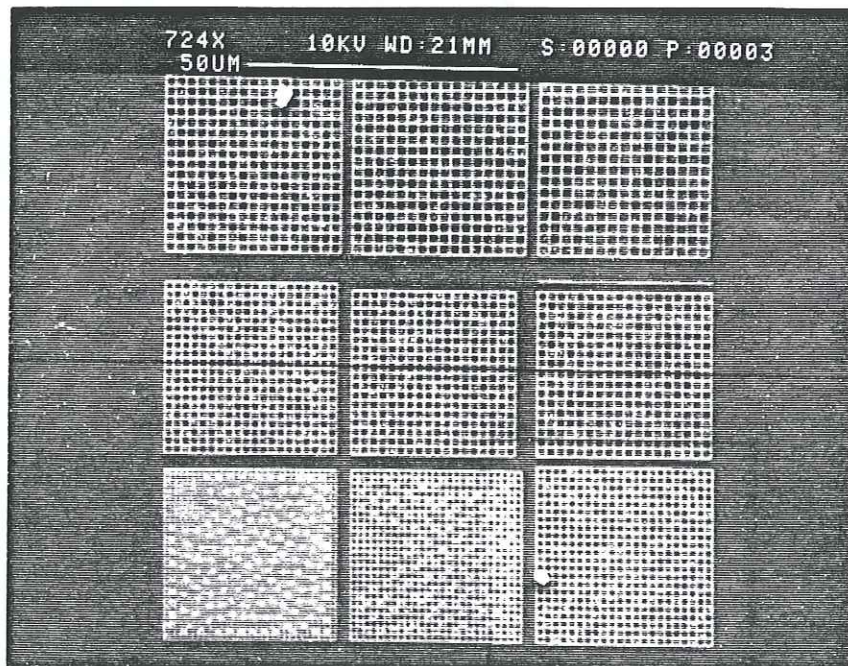


b)



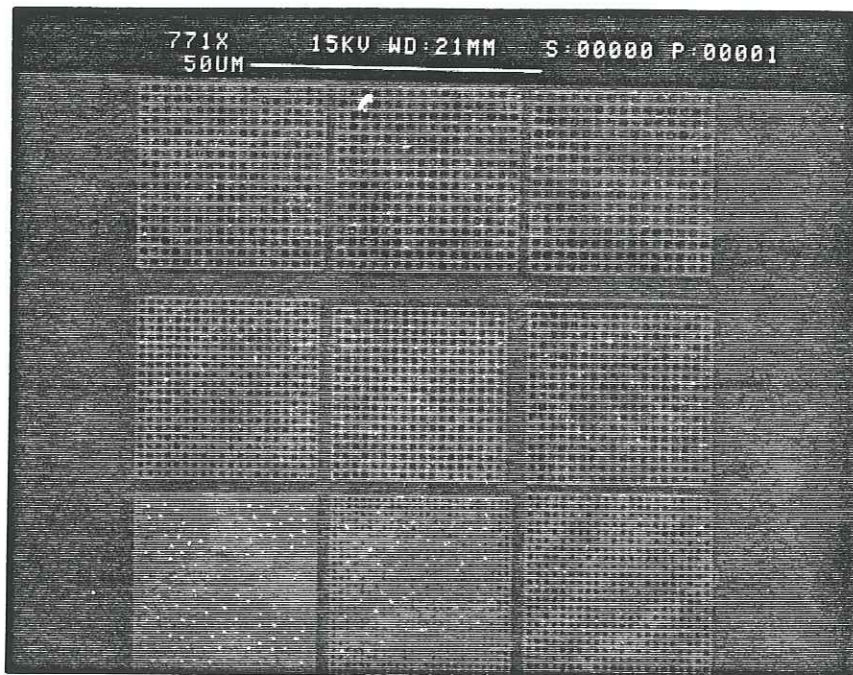


c)

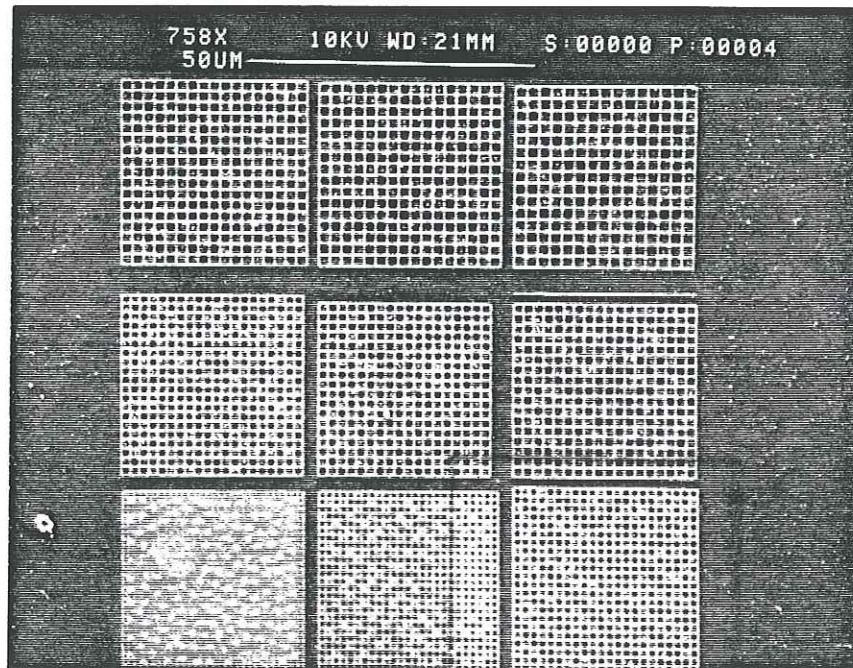


d)





e)



f)

Fig. 6.12 a)-f) : Ensemble de réseaux de niobium planarisé et décoré : de gauche à droite et de bas en haut pour  $a$  croissant :  $f = 0.22, 0.31, 0.38, 0.43, 0.49, 0.57, 0.63, 0.80$  et  $0.87$  correspondant au pas du réseau  $a = 1.0 \mu\text{m}, 1.2 \mu\text{m}, 1.3 \mu\text{m}, 1.4 \mu\text{m}, 1.5 \mu\text{m}, 1.6 \mu\text{m}, 1.7 \mu\text{m}, 1.8 \mu\text{m}, 2.0 \mu\text{m}$ .



On remarque que l'arrangement de vortex dépend fortement de la frustration en accord avec les simulations numériques. Les réseaux de vortex sont très ordonnés pour certaines frustrations (par exemple l'état d'escalier pour  $f = 0.38$ ) où sans ordre apparent pour d'autres frustrations (par exemple pour  $f = 0.43$ ). Les défauts observés diffèrent d'un échantillon à l'autre même pour la même frustration bien que les réseaux de vortex observés dans les plus grands domaines restent les mêmes. Sur chaque échantillon il y a un domaine où les particules de nickel recouvrent de manière homogène le réseau supraconducteur et où il n'est pas possible de distinguer des vortex.

#### **6.4.2 Frustration $f = 0.22$**

Les réseaux de frustration  $f = 0.22$  et de pas du réseau de  $1.0 \mu\text{m}$  correspondant, ont un taux de remplissage important (largeur de fils par rapport au pas du réseau). Ils ressemblent plutôt à des couches minces avec des centres de piégeage fort, réalisés par les trous, qu'à des réseaux de fils. Les vortex piégés dans les trous sont faciles à distinguer car le contraste entre les amas de nickel et le niobium est important. Le réseau de vortex ne présente ni d'ordre à longue portée ni à courte portée, comme prévu pour un milieu à fort piégeage de vortex.

#### **6.4.3 Frustration $f = 0.31$**

Les figures 6.13 a) et b) schématisent l'arrangement de vortex des réseaux de pas de  $1.2 \mu\text{m}$  photographiés en figure 6.12 a) et b), correspondant à la frustration  $f = 0.31$ . Quelques parois ont été tracées en figure 6.13 b) à titre d'exemple.

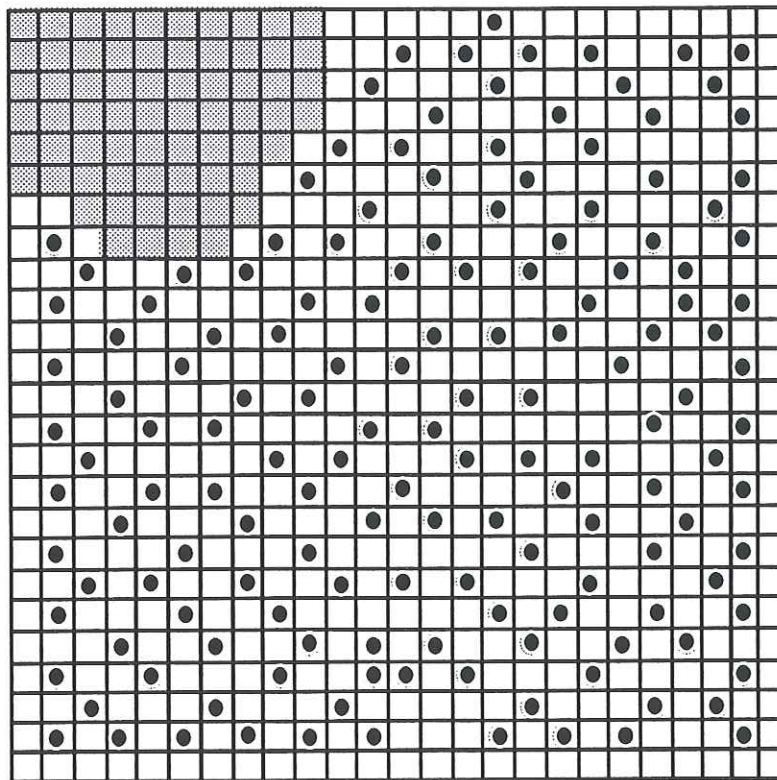


Fig. 6.13 a) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.16 a) de pas de  $1.2 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.31$ .

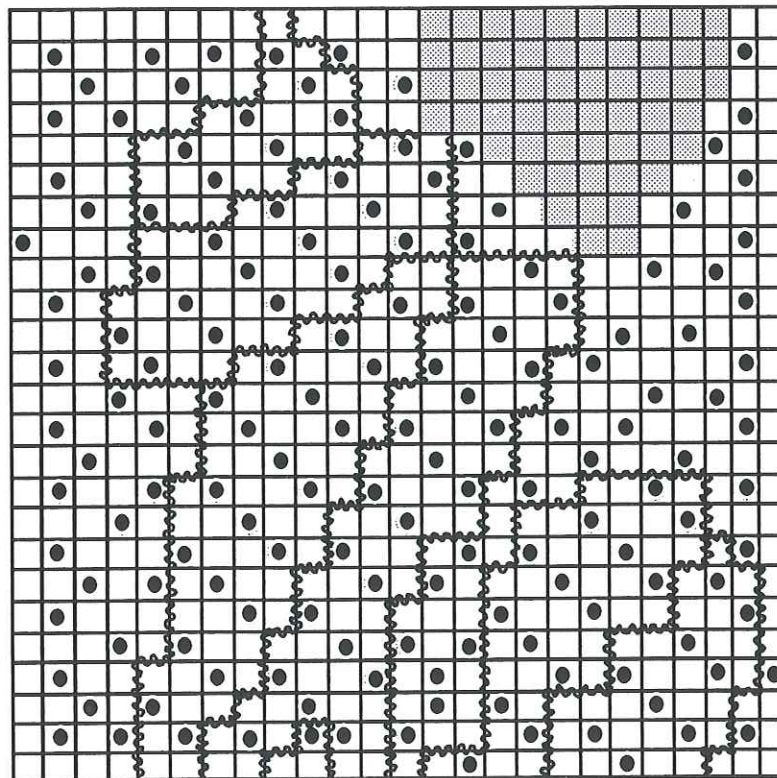


Fig. 6.13 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 b) de pas de  $1.2 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.31$  où quelques parois de domaines ont été marquées.

Le réseau de vortex ressemble à un polycristal, composé de nombreux petits domaines où l'état en escalier prédit pour la frustration  $f = \frac{1}{3}$  est réalisé. En effet, la frustration  $f = 0.31$  est très proche de  $\frac{1}{3}$ . Les domaines de vortex ordonnés sont séparés par des parois curvilignes, où deux cellules vides en majorité se touchent. Les parois sont dégénérées car il existe plusieurs positions équivalentes. Dans les figures 6.13 a) et b), les zones où les vortex ne sont pas clairement marqués par le nickel, sont colorées en gris.

#### 6.4.4 Frustration $f = 0.38$

Les transpositions des figures de décoration de réseaux (figure 6.12 a) et b)) de pas de  $1.3 \mu\text{m}$ , donc de frustration 0.38, sont données en figures 6.14 a) et b). En figure 6.14 b), nous avons marqué les parois.

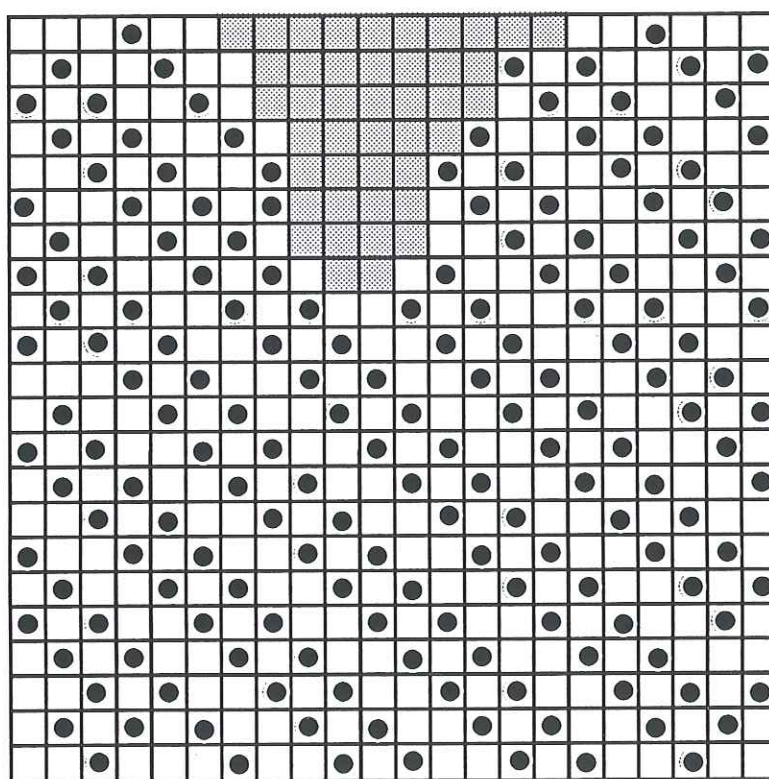


Fig. 6.14 a) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 a) de pas de  $1.3 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.38$ .



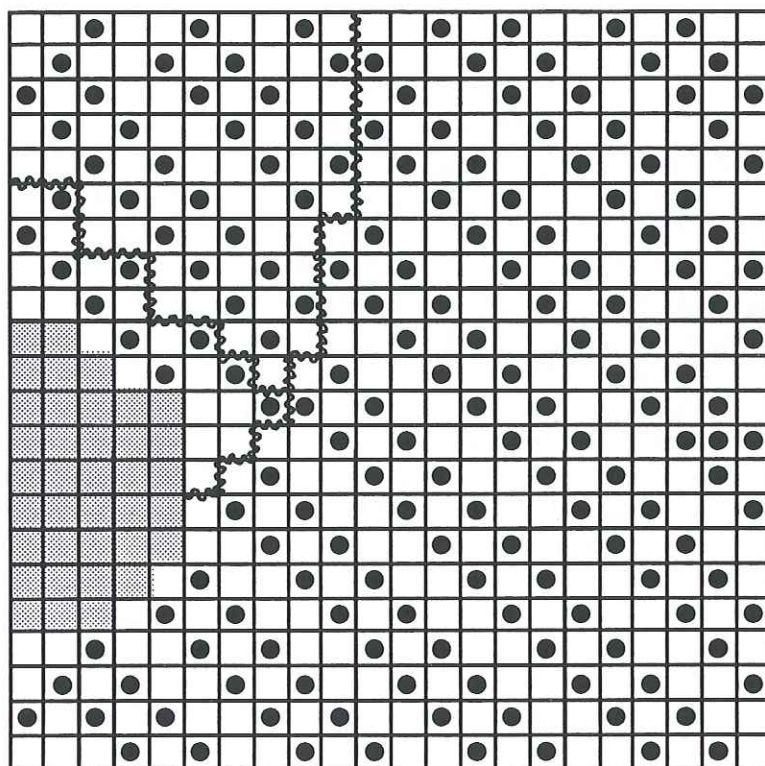


Fig. 6.14 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 b) de pas de  $1.3 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.38$ .

Les arrangements de vortex des différents échantillons ont tous le même aspect général mais les détails comme la position des défauts et des parois les distinguent. Les réseaux de vortex sont composés d'un ou deux grands domaines où l'état fondamental pour une frustration de  $\frac{2}{5}$  est réalisé. La figure 6.15 montre un détail d'un domaine ordonné. Les autres domaines sont trop petits pour pouvoir définir avec certitude la symétrie du réseau de vortex. Comme sur tous les échantillons, il existe une région où les particules de nickel ne décoorent pas clairement de vortex. Dans les figures, cette région est marquée en gris.

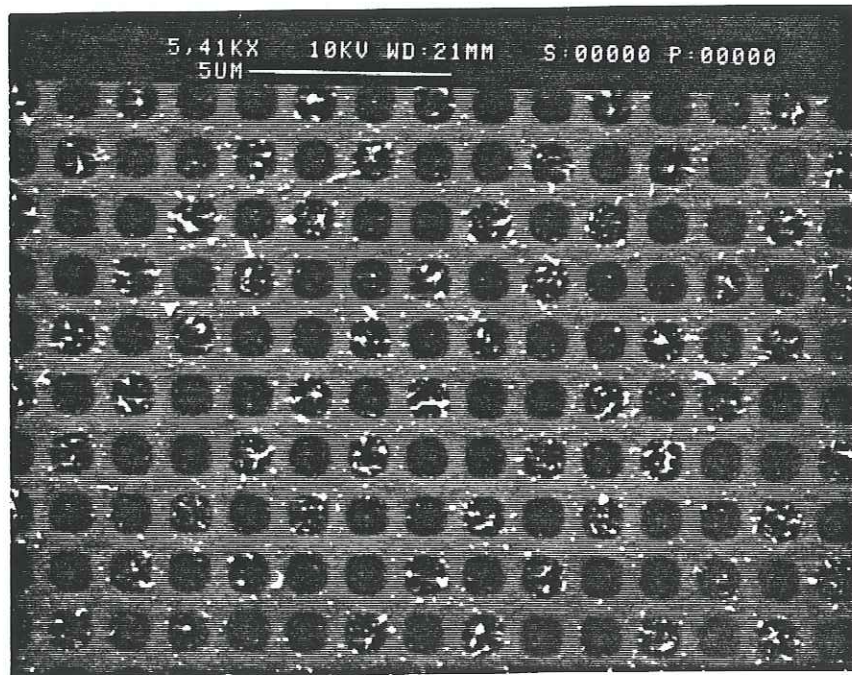


Fig 6.15 : Détail d'un domaine ordonné de vortex dans l'état fondamental  $f = \frac{2}{5}$ .

Bien que la valeur de frustration  $f = 0.38$  soit proche de  $\frac{2}{5}$ , de  $\frac{3}{8}$  et de  $1-\Omega$  ( $\Omega$  est le nombre d'or, défini comme  $\Omega = \frac{\sqrt{5}-1}{2}$ ), nous observons seulement des domaines d'état fondamental  $\frac{2}{5}$ . Nous remarquons, qu'il y a une erreur de  $\pm 5\%$  sur la valeur de la frustration.

L'exemple de la frustration irrationnelle  $1-\Omega$  a été étudié par simulation Monte-Carlo par Halsey [4] (voir chapitre 1, paragraphe 1.2.4). La figure 6.14 b) ressemble beaucoup à l'arrangement proposé pour  $f = 1-\Omega$ . Cependant, nos échantillons sont de petites tailles, tandis que les simulations ont été effectuées sur des échantillons de taille infinie. En effet, une frustration irrationnelle ne peut être réalisée que sur des échantillons de taille infinie. Des réseaux de taille finie ont un nombre fini de cellules avec un nombre fini de vortex. En conséquence, la frustration est forcément rationnelle.

Une bonne approximation de  $f = 0.38$  est donnée par  $f = \frac{3}{8} = 0.375$  où l'état fondamental est supposé être en escalier (voir figure 1.4 dans le chapitre 1). On remarque, qu'il n'est pas réalisé sur les échantillons décorés.

La configuration trouvée correspond à l'état fondamental pour  $f = \frac{2}{5}$ . En effet, l'énergie de l'état fondamental  $\frac{2}{5}$  est faible par rapport à l'énergie des autres états. Uniquement les énergies des états en damier  $f = \frac{1}{2}$  et d'escalier  $f = \frac{1}{3}$  sont plus faibles dans cet intervalle de frustration.

#### 6.4.5 Frustration $f = 0.43$

Les figures 6.16 et 6.17 représentent une photo et un schéma de l'arrangement de vortex des réseaux de pas de  $1.4 \mu\text{m}$  de la figure 6.12 a) et b), correspondant à la frustration  $f = 0.43$ . Nous avons marqué les parois et les lacunes dans les deux figures.



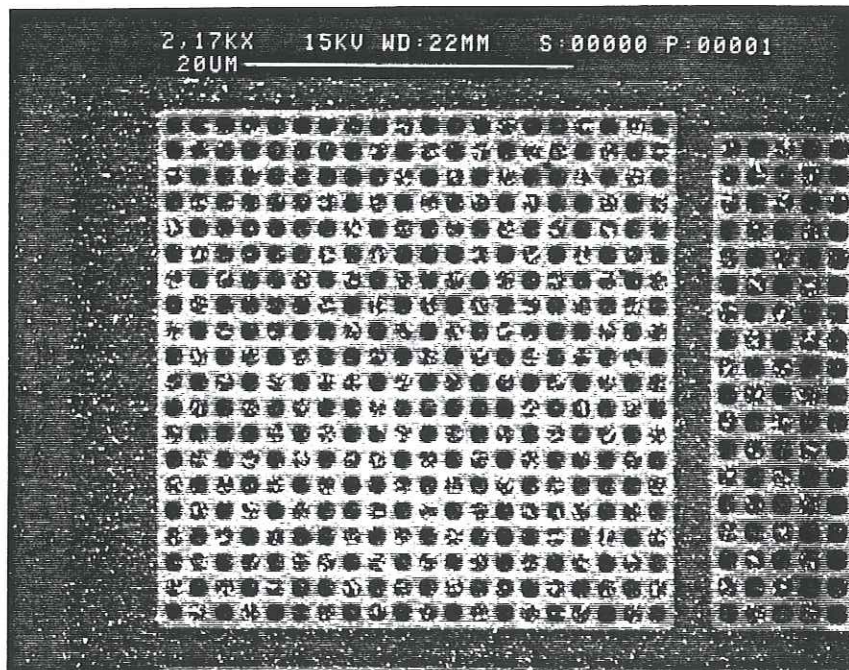


Fig. 6.16 a) : photo de la décoration du réseau de pas de  $1.4 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.43$  (figure 6.12 a).

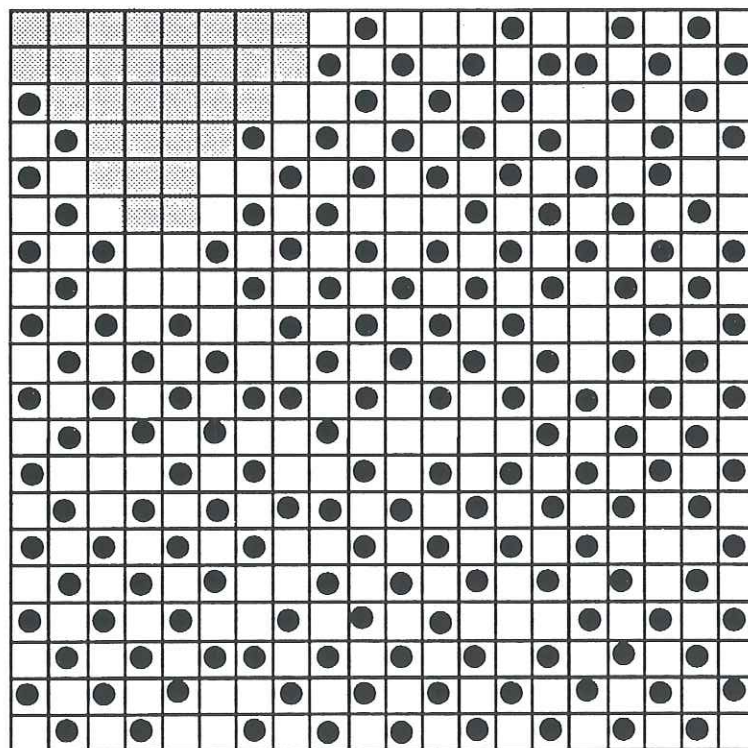


Fig. 6.16 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.16 a) de frustration  $f = 0.43$ .

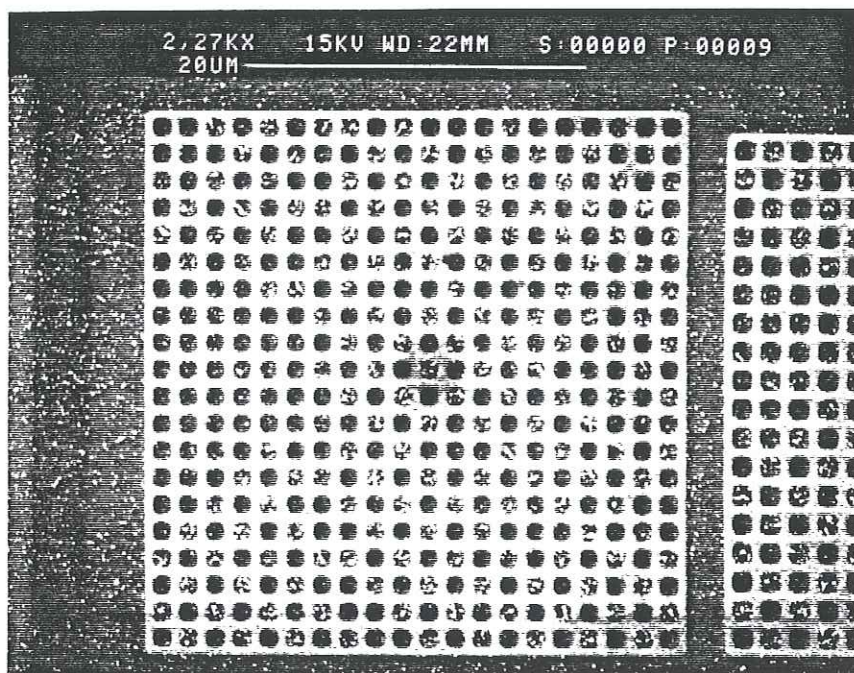


Fig. 6.17 a) : photo de la décoration du réseau de pas de  $1.4 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.43$  (figure 6.12 a).

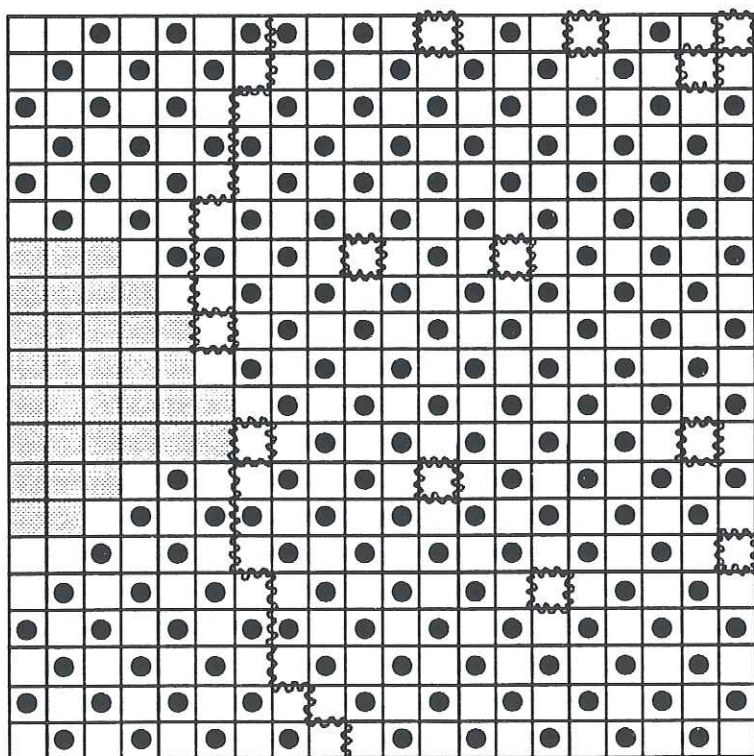


Fig. 6.17 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.17 a) pour la frustration  $f = 0.43$ .



Les arrangements de vortex sont composés d'un grand domaine et de deux à trois petits domaines, séparés par des parois curvilignes. Sur la plus grande partie de l'échantillon, on observe le réseau de vortex en damier, comme calculé pour la frustration  $f = \frac{1}{2}$ , avec environ 12 % de lacunes. Elles ne forment pas de super-réseau ordonné, mais elles sont quand même distribuées uniformément sur tout l'échantillon. La frustration  $f = 0.43$  est donc suffisamment proche de  $\frac{1}{2}$  pour que l'état fondamental de  $\frac{1}{2}$  soit réalisé, avec des lacunes et quelques parois qui diminuent le flux magnétique traversant l'échantillon. L'état d'équilibre avec le champ magnétique appliqué est réalisé surtout par les lacunes.

#### 6.4.6 Frustration $f = 0.49$

Les réseaux de pas de  $1.5 \mu\text{m}$  (frustration 0.49) de figure 6.12 a) et b) sont schématisés en 6.18 et 6.19 b).

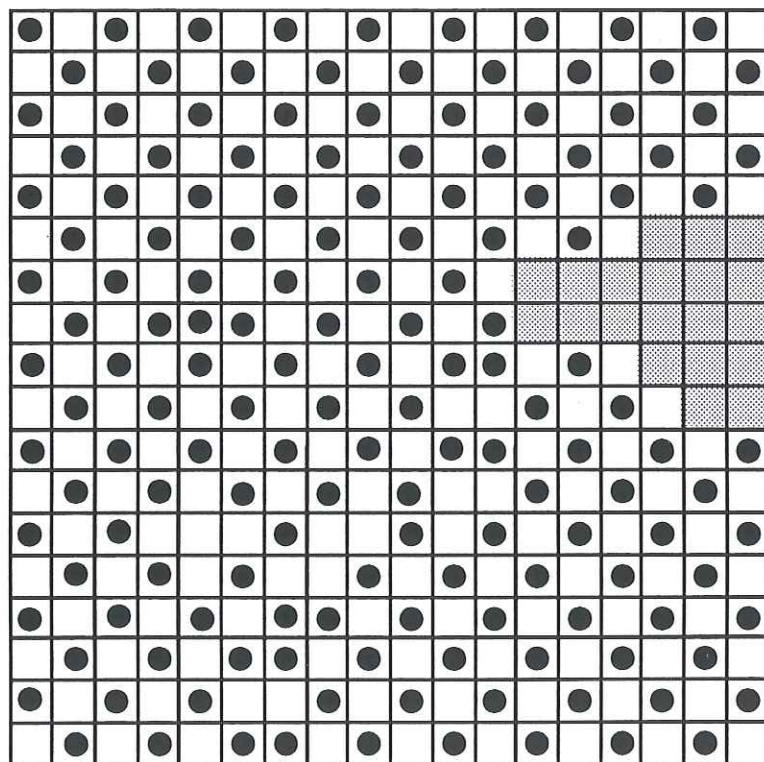


Fig. 6.18 : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.18 a) pour  $f = 0.49$ .



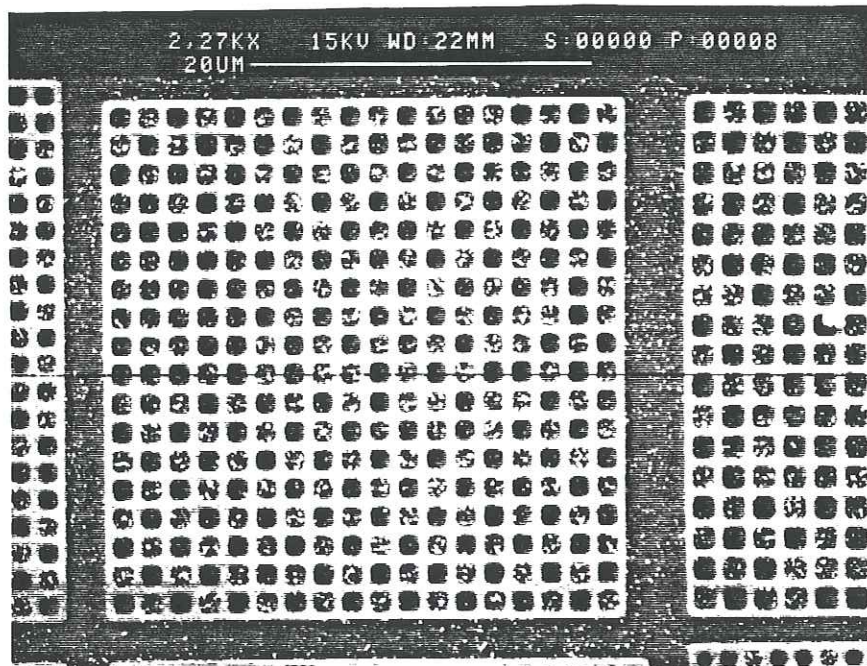


Fig. 6.19 a) : photo de la décoration du réseau de pas de  $1.5 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.49$  (figure 6.12 b).

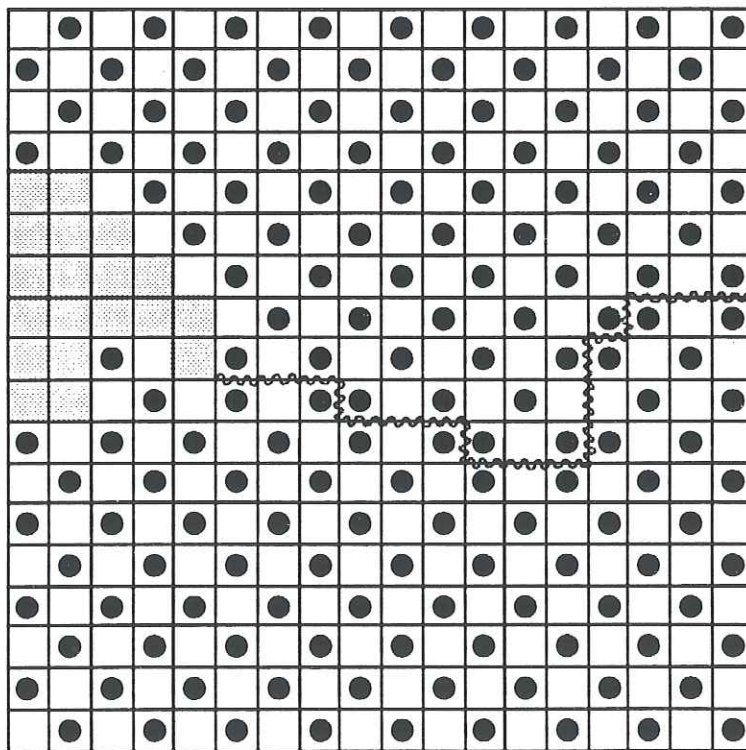


Fig. 6.19 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.19 a) pour  $f = 0.49$ .

Dans les deux cas montrés en figures 6.18 et 6.19, deux grands domaines d'état fondamental  $f = \frac{1}{2}$  composent le réseau de vortex. La paroi curviligne entre les deux domaines traverse à peu près le milieu de l'échantillon. Dans un des domaines de la figure 6.18, on observe deux défauts : un vortex supplémentaire et une lacune. L'introduction d'une paroi de domaine diminue le nombre de vortex par rapport à l'état  $f = \frac{1}{2}$ , pour que le flux magnétique traversant l'échantillon soit en état d'équilibre avec le champ magnétique appliqué.

#### 6.4.7 Frustration $f = 0.57$

Figure 6.20 a) et b) représentent une transposition de l'arrangement de vortex des réseaux de pas de  $1.6 \mu\text{m}$  de la figure 6.12 a) et b), correspondant à la frustration  $f = 0.57$ .

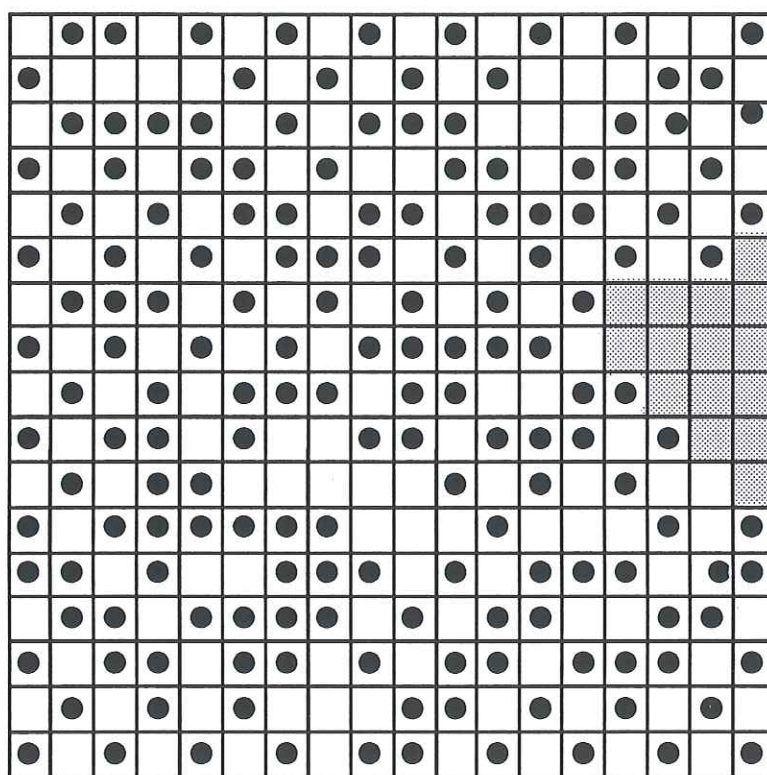
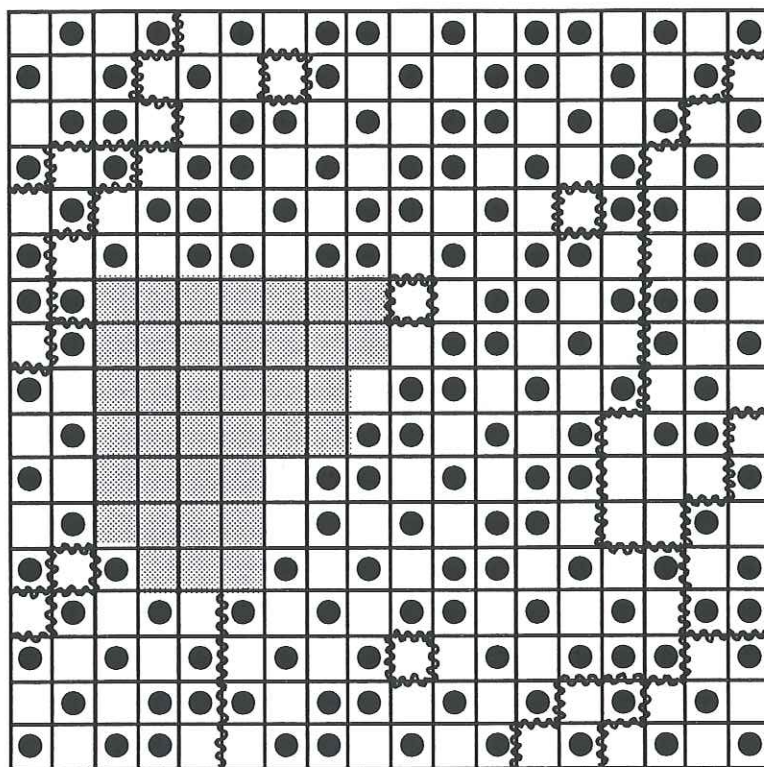


Fig. 6.20 a) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 a) de pas de  $1.6 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.57$ .





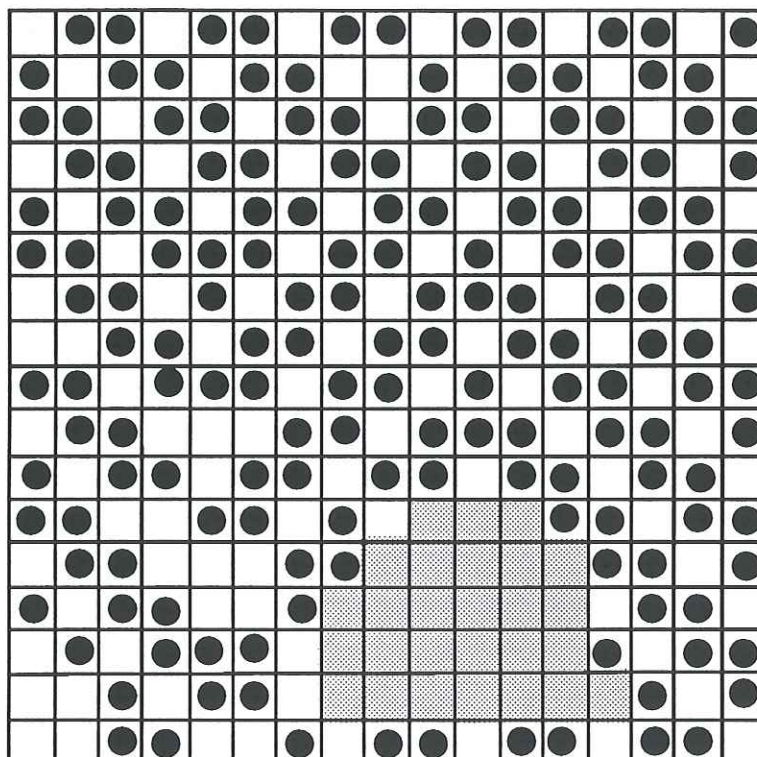
*Fig. 6.20 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 b) de pas de  $1.6 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.57$ .*

Le réseau de vortex en figure 6.20 a) se décompose en de nombreux petits domaines, celui en figure 6.20 b) se décompose en un grand et quelques petits domaines, où l'état fondamental en escalier pour  $f = \frac{3}{5}$  peut être observé. Les parois de domaines sont curvilignes et dégénérées car il existe plusieurs positions possibles. Des défauts supplémentaires sous forme de lacunes existent dans les deux réseaux. En inversant la figure de décoration de  $f = \frac{3}{5}$ , c'est-à-dire en interchangeant les cellules avec et sans vortex, on obtient l'état fondamental de  $f = \frac{2}{5}$ . Les réseaux de vortex réalisés dans les grands domaines des figures 6.14 et des figures 6.20 sont donc les négatifs les uns des autres, mis à part les lacunes. Cette observation confirme les prédictions théoriques d'états fondamentaux antisymétriques par rapport à la frustration  $\frac{1}{2}$ .



### 6.4.8 Frustration $f = 0.63$

Les schémas des figures de décoration de deux réseaux (figures 6.12 a) et b)) de pas de  $1.7 \mu\text{m}$ , donc de frustration  $0.63$ , sont données en figures 6.21.



*Fig. 6.21 a) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 a) de pas de  $1.7 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.63$ .*

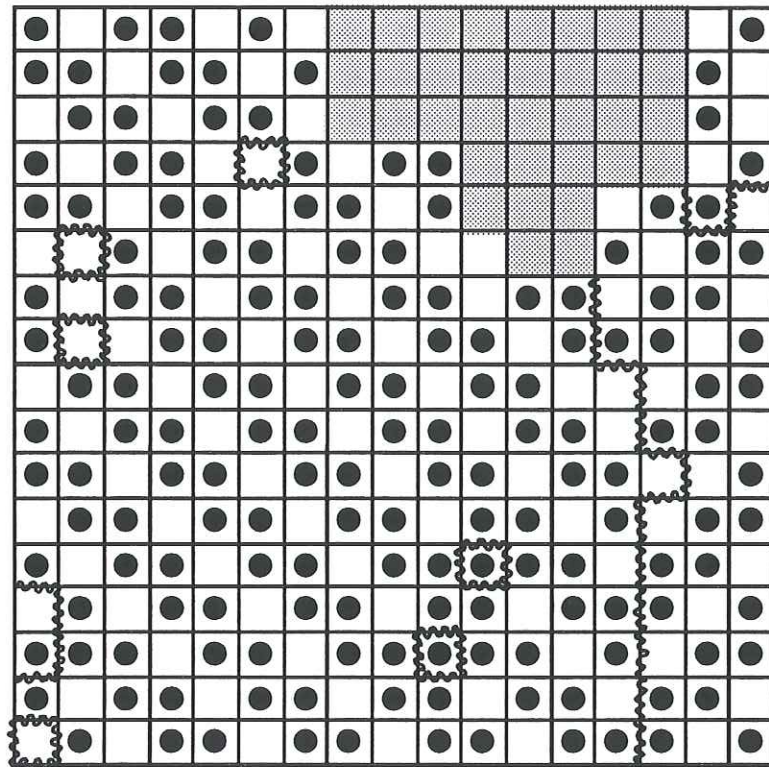
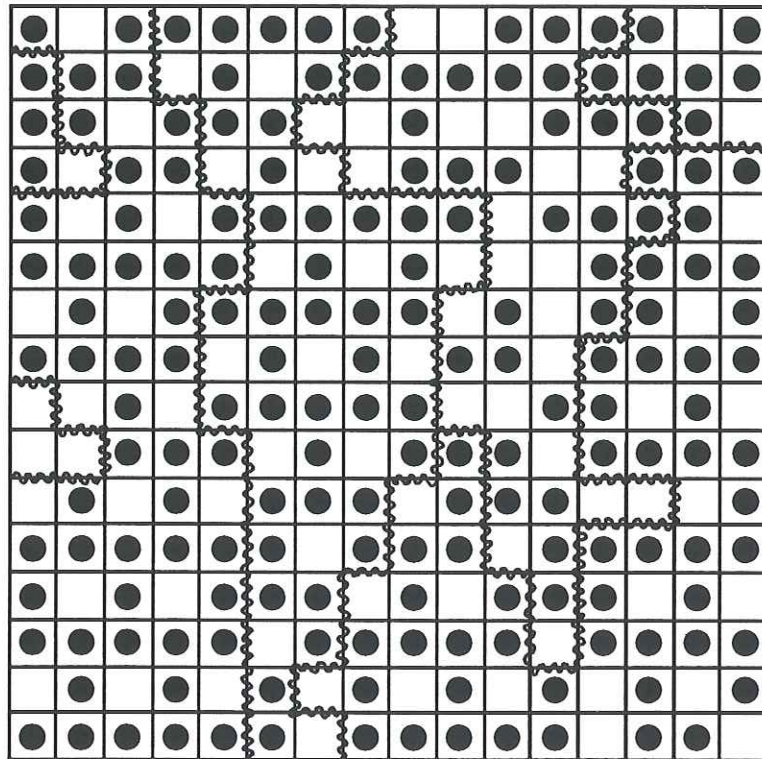


Fig. 6.21 b) : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 b) de pas de  $1.6 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.63$ .

Comme dans les réseaux précédents, le réseau de vortex de frustration  $f = 0.63$  est composé de plusieurs domaines séparés par des parois curvilignes. La valeur  $f = 0.63$  est proche de  $\frac{2}{3}$ , on observe cet état fondamental en escalier dans les domaines. En inversant les cellules avec vortex et sans vortex, on retrouve l'état fondamental pour  $f = \frac{1}{3}$ , que nous avons trouvé dans les domaines ordonnés de la figure 6.13. Comme dans le cas des frustrations  $f = \frac{2}{5}$  et  $f = \frac{3}{5}$ , ces deux figures de décoration confirment la prédiction sur l'antisymétrie des états fondamentaux par rapport à  $f = \frac{1}{2}$ .

#### 6.4.9 Frustrations $f = 0.80$ et $f = 0.87$

Les figures 6.22 et 6.23 représentent les arrangements de vortex pour les réseaux de frustration  $f = 0.80$  (pas de réseau de  $1.8 \mu\text{m}$ ) et de frustration  $f = 0.87$  (pas de réseau de  $2.0 \mu\text{m}$ ) respectivement, de la figure 6.12 a).



*Fig. 6.22 : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 a) de pas de  $1.8 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.80$ .*



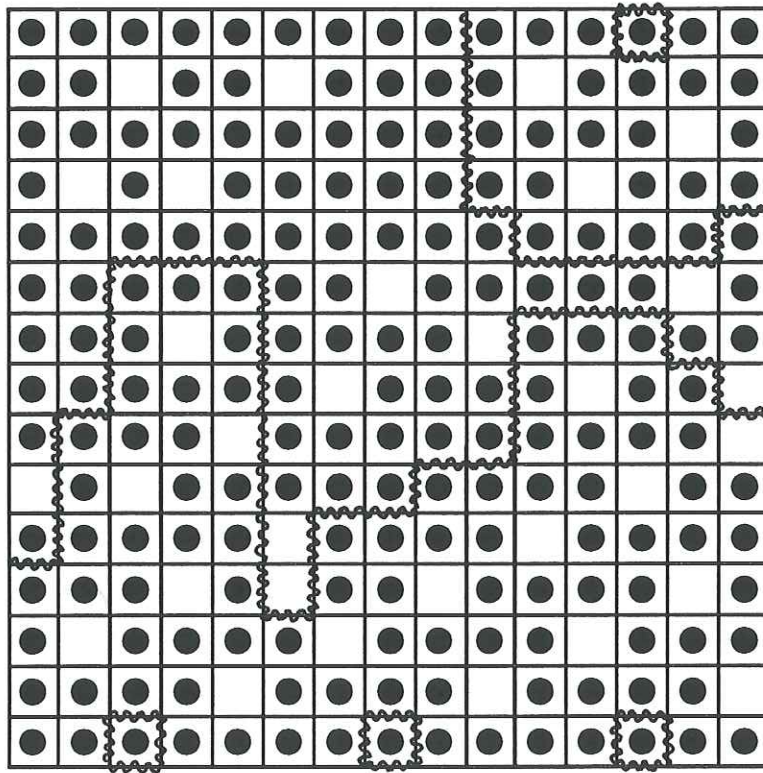


Fig. 6.23 : Arrangement de vortex du réseau de figure 6.12 a) de pas de  $2.0 \mu\text{m}$  correspondant à la frustration  $f = 0.87$ .

Les vortex dans les réseaux de pas de  $1.8 \mu\text{m}$  et de  $2.0 \mu\text{m}$  ne sont pas marqués très clairement car beaucoup de particules se trouvent sur les fils du réseau et il n'y a que peu de cellules sans vortex. La plupart des fils est donc décorée ce qui indique que les maxima de champ magnétique ne sont plus localisés au milieu des cellules contenant un vortex. En effet, l'épaisseur de résine de planarisation est de l'ordre de  $0.1a$  ( $a$  est le pas du réseau). A cette hauteur, les maxima de champ magnétique se trouvent sur les fils. Cependant, il est possible de distinguer les cellules sans vortex car il n'y a aucune particule au centre. Les cellules avec vortex sont tout de même marquées faiblement par quelques particules. Le domaine de l'échantillon, où les vortex ne sont pas clairement marqués par le nickel est difficile à distinguer. Le grand nombre de vortex a comme conséquence que tous les fils et presque toutes les cellules sont marqués.

Dans l'arrangement de vortex pour  $f = 0.80$ , on reconnaît plusieurs domaines où l'état fondamental pour  $f = \frac{3}{4}$  est réalisé. Cet état est particulièrement intéressant en temps qu'antisymétrique à l'état  $f = \frac{1}{4}$  pour lequel deux configurations dégénérées ont été calculées, autant dans les réseaux de fils que dans les réseaux de jonctions Josephson [5,6]. L'échantillon décoré présente des domaines de structure de Bravais au lieu de la structure plus compliquée, représenté en figure 1.6 du chapitre 1.

La figure 6.23 représente l'échantillon décoré de frustration  $f = 0.87$  où nous avons marqué deux domaines d'état fondamental  $f = \frac{4}{5}$ . Il s'agit de l'état antisymétrique à  $f = \frac{1}{5}$ . Les parois et des vortex isolés supplémentaires introduisent un surplus de vortex par rapport à l'état pur  $f = \frac{4}{5}$ .

Cependant, il faudra effectuer des décorations supplémentaires pour confirmer nos observations. En particulier, des planarisations plus épaisses sont requises pour déplacer les maxima de champ magnétique vers le milieu des cellules, et en conséquence, pour bien pouvoir déterminer la position des vortex.

#### 6.4.10 Discussion

Les réseaux de vortex que nous observons sont composés de domaines où l'état fondamental pour des frustrations rationnelles simples est réalisé. Seulement pour le réseau de pas de  $1 \mu\text{m}$  où le taux de remplissage est important, nous ne trouvons pas de domaine ordonné. Le champ magnétique nominal est de  $(4.5 \pm 0.2) \cdot 10^{-4} \text{ T}$ , ce qui donne différentes frustrations pour les réseaux de pas  $a = 1.0, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.6, 1.7, 1.8$  et  $2.0 \mu\text{m}$ . Dans le tableau 6.1, nous avons rassemblé pour chaque réseau, les valeurs de frustration nominale ( $f_{\text{nominale}}$ ), de frustration réalisé sur les domaines ordonnés ( $f_{\text{domaine}}$ ) et de frustration déterminée comme le nombre de cellules divisé par le nombre de vortex ( $f_{\text{observée}}$ ). Nous n'avons pas tenu compte des cellules où les vortex ne peuvent pas être distingués, marquées en gris dans les figures.

pas du réseau [ $\mu\text{m}$ ]	$f_{\text{observée}} \pm 5\%$	$f_{\text{domaine}}$	$f_{\text{calculée}}$	type de défaut prépondérant
1.2	0.31	$\frac{1}{3} = 0.33$	0.27	paroi
1.3	0.38	$\frac{2}{5} = 0.40$	0.39	paroi
1.4	0.43	$\frac{1}{2} = 0.50$	0.45	lacune
1.5	0.49	$\frac{1}{2} = 0.50$	0.50	paroi
1.6	0.57	$\frac{3}{5} = 0.60$	0.56	paroi
1.7	0.63	$\frac{2}{3} = 0.67$	0.64	paroi et lacune
1.8	0.80	$\frac{3}{4} = 0.75$	0.70	paroi et lacune
2.0	0.87	$\frac{4}{5} = 0.80$	0.80	

*Tableau 6.1 : Frustration nominale ( $f_{\text{nominale}}$ ), frustration réalisée sur les domaines ordonnés ( $f_{\text{domaine}}$ ) et frustration calculée comme nombre de cellules du réseau divisé par le nombre de vortex ( $f_{\text{observée}}$ ), sans tenir compte des régions sans décoration nette, pour les réseaux décorés.*



La frustration nominale et la frustration observée diffèrent l'une de l'autre mais pas systématiquement dans le même sens. Ce désaccord reste dans la marge d'erreur sauf pour les réseaux de pas  $a = 1.2, 1.8$  et  $2.0 \mu\text{m}$ . Une raison pour la différence  $f_{\text{nominale}} - f_{\text{observée}}$  pourrait être la création de vortex supplémentaires ou de paires vortex-antivortex proche de  $T_c$  par des fluctuations thermiques. Ces vortex pourraient rester piégés dans le réseau lors du refroidissement. En effet, nous ne connaissons pas les temps caractéristiques de réarrangement des vortex en fonction de la température. Il faut cependant garder en mémoire, qu'avec la méthode de décoration, nous ne pouvons pas distinguer les vortex des antivortex.

Nous trouvons que  $f_{\text{domaine}}$  est supérieure ou égale à  $f_{\text{observée}}$  pour tous les échantillons. Il semble qu'en général, les parois servent à diminuer la densité de vortex par rapport à la densité de vortex d'une frustration rationnelle simple. Cependant, pour les réseaux de pas de  $1.5 \mu\text{m}$  et de  $2.0 \mu\text{m}$ ,  $f_{\text{domaine}} = f_{\text{calculée}}$  et, la question se pose si les parois font vraiment partie de l'état fondamental ou s'il ne s'agit pas d'une excitation. L'existence de paroi est effectivement très probable dans un réseau de vortex, car la création d'une paroi coûte très peu d'énergie. Nous citerons à titre d'exemple les trois configurations qui ont été trouvées par simulation numérique, pour l'arrangement de vortex pour  $f$  proche de  $\frac{5}{11}$  : a) un état avec des parois diagonales au réseau [7], b) un état avec des parois curvilignes et des lacunes [8] et c) un état avec uniquement un super-réseau de lacunes [9]. La différence d'énergie par site entre les états a) et b) est de l'ordre du pour-cent [8], entre b) et c) de l'ordre du pour-mille [9] (voir chapitre 1). Pour des frustrations inférieures à  $f = \frac{1}{2}$ , l'énergie d'une paroi est même encore plus faible. Plusieurs origines pour la création d'une paroi sont à priori possibles.

Si la nucléation de la supraconductivité se fait indépendamment aux bords de l'échantillon, il est possible de trouver une paroi au milieu de l'échantillon. Des inhomogénéités de l'échantillon pourraient avoir cet effet. Cependant, les domaines de vortex dans les réseaux ne semblent pas corrélés avec les domaines dans les couches minces de niobium. Dans les couches minces, les domaines ordonnés ont tous une taille d'environ  $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$  tandis que les domaines dans les réseaux ont des tailles et des formes très différentes, dépendant de la frustration. Des inhomogénéités de température et de champ magnétique pourraient avoir le même effet mais ne sont pas significatives sur les dimensions de l'échantillon.

Récemment, des études sur la dissipation dans des réseaux de fils ont montré l'importance des fluctuations thermiques proche de la température de transition résistive  $T_c$ . Les fluctuations thermiques  $k_B T_c$  sont à comparer à deux énergies caractéristiques  $U_B$  et  $E_J$  qui déterminent le piégeage de vortex et la création de paires vortex-antivortex respectivement [10]. Selon la valeur des deux énergies qui dépendent de l'écart de  $T_c$ , l'état de vortex à basse température pourrait être soit le résultat de défauts créés proche de  $T_c$  et gelés lors du refroidissement, ou bien un réseau ordonné dû à un réarrangement de vortex en-dessous de  $T_c$ .

Des calculs théoriques effectués dans la limite de densité de vortex faible dans un réseau de fils supraconducteur montrent que le piégeage dans ces systèmes est faible proche de  $T_c$  [11]. La situation est plus compliquée pour des densités de vortex plus importantes, cependant les grands domaines de vortex que nous observons suggèrent que le piégeage est également faible dans ce régime.

Finalement, plusieurs questions restent ouvertes. D'abord, l'influence de la taille finie des réseaux sur la configuration de vortex n'a pas encore été étudiée. Par exemple, il est probable qu'un état de périodicité  $n \times n$  cellules sera favorisé dans un réseau de taille d'un multiple entier de  $n \times n$  cellules. La taille finie influence peut-être l'arrangement de vortex dans le sens suivant: l'arrangement de vortex est forcé à s'adapter à un réseau qui peut être plus petit qu'un multiple de supercellules correspondant à la frustration appliquée. En conséquence, des parois et des défauts apparaissent. Ensuite, l'existence d'un domaine sans décoration nette est difficile à expliquer. Nous ne savons pas, s'il s'agit d'un domaine normal, s'il y a une densité de vortex plus grande ou une densité plus faible à cet endroit que dans le reste du réseau. Finalement, la raison pour l'existence de lacunes dans l'échantillon de frustration  $f_{\text{nominale}}^{12} = 0.43$  et de parois surtout dans les autres échantillons n'est pas claire.

Il faut garder en mémoire, que nous avons effectué avec succès qu'une décoration de 6 ensembles de 9 réseaux. Pour répondre aux questions ouvertes, il est indispensable de faire une étude systématique pour des réseaux de taille et de frustration différentes. Pour se placer à des valeurs exactes de frustration rationnelle simple, on pourrait utiliser des mesures de résistivité: les oscillations de la température de transition ont des maxima prononcés aux valeurs rationnelles simples de la frustration. Il suffirait de se placer sur un tel maximum, d'éteindre le courant traversant l'échantillon et d'effectuer la décoration. Des décorations de réseaux traversés par un courant se feraient de la même manière.





## CONCLUSION



## CONCLUSION

Notre étude a comme but la visualisation de fluxoïdes dans des réseaux de fils 2D artificiels supraconducteurs. Dans ce mémoire nous avons présenté la mise au point de la technique de décoration magnétique, le calcul du profil de champ magnétique au-dessus d'un réseau supraconducteur de frustration  $f = \frac{1}{2}$ , les fabrications et les caractérisations de couches minces et de réseaux supraconducteurs de niobium, ainsi que les résultats de décoration.

L'expérience de décoration consiste à évaporer à température de l'hélium liquide une petite quantité de nickel dans une atmosphère résiduelle d'hélium. Les particules de nickel viennent se poser sur les vortex du supraconducteur. Pendant quelques millisecondes, il existe une différence de température d'environ 2500 K dans le calorimètre. Après le réchauffement de l'échantillon, on observe l'emplacement des amas de nickel sous le microscope électronique. La difficulté majeure de la décoration magnétique de réseaux de fils est le faible contraste magnétique entre les cellules qui contiennent un vortex et celles sans vortex. On s'attend à une force très faible agissant sur les particules de nickel, car le champ magnétique induit par un fluxoïde est celui d'une boucle de courant circulant autour d'une cellule. En comparaison, le coeur normal d'un vortex dans une couche mince a un diamètre d'environ  $\xi^2$  où  $\xi$  est la longueur de cohérence. Il y a donc une différence de deux ordre de grandeur entre la modulation magnétique dans une couche mince et dans un réseau. Nous avons réussi à optimiser les paramètres pour l'application de la méthode de décoration à des réseaux de fils.

Dans le but de prédire la position des particules de nickel sur l'échantillon, nous avons calculé le profil de champ magnétique au dessus d'un réseau carré supraconducteur de frustration  $f = \frac{1}{2}$ . Les particules de nickel s'accumulent sur les endroits de l'échantillon où le champ magnétique a un maximum. Pour des hauteurs inférieures à 10 % du pas du réseau, les maxima sont situés proche des fils traversés par un courant; pour des hauteurs supérieures à 20 % du pas du réseau, les maxima se trouvent au milieu des cellules contenant un quantum de flux. La modulation magnétique au dessus du réseau décroît exponentiellement avec la hauteur. Un autre paramètre important est le contraste magnétique qui dépend du rapport de la longueur de pénétration effective et de la largeur des fils du réseau. Les résultats de ce calcul impliquent les conceptions des échantillons que nous avons réalisés et décorés.

Une étape importante de ce travail a été la fabrication d'échantillon. Des couches minces ont été fabriquées et caractérisées. Pour la fabrication de réseaux, nous avons choisi des couches minces de niobium évaporé par faisceau d'électrons sur un substrat de saphir de 500°C. Il s'agit de couches minces épitaxiées qui présentent d'excellentes propriétés supraconductrices. Les réseaux ont été dessinés sur une résine négative électrons-sensibles puis gravés par plasma réactif. Les propriétés supraconductrices du niobium ne sont que peu affectées par la gravure et les réseaux sont d'excellente qualité ( $T_c = 9.1$  K,  $\Delta T_c \approx 4$  mK,



RRR = 30). Dans l'idée de focaliser le champ magnétique émergent des cellules du réseau, nous avons fabriqué des échantillons double-couche : une deuxième couche supraconductrice a été évaporée sur les réseaux recouverts auparavant d'une couche mince isolante et planarisante. A basse température, les vortex de la couche mince supérieure marqueraient les emplacements des vortex du réseau. Finalement, nous avons réalisé des réseaux planarisés par une couche fine de résine pour arrêter les particules de nickel à une hauteur au dessus du réseau. L'épaisseur de planarisation a été choisie de manière à ce que les maxima de champ magnétique se trouvent au milieu des cellules entourant un vortex.

Les résultats de décoration portent sur quatre types d'échantillons différents: les couches minces, les réseaux simples, les échantillons double-couche et les réseaux planarisés. Les couches minces de niobium décorées présentent des domaines où le réseau de vortex est triangulaire. L'ordre à longue portée est détruit soit par un grand nombre de centres de piégeage faible soit par quelques centres de piégeage fort. Les réseaux de vortex sur les couches minces de plomb par-contre n'ont pas d'ordre ni à courte portée ni à longue portée, donc un grand nombre de centres de piégeage fort. Nous avons ensuite décoré un réseau de niobium de frustration  $f = \frac{1}{2}$ . Nous observons des particules de nickel sur tous les fils du réseau mais pas sur les croisements des fils. Ce résultat est en accord avec nos calculs du profil de champ magnétique où les maxima de champ se trouvent très proche des courants. Le nickel décore donc les courants. Nous nous sommes intéressés aux échantillons double-couche dont nous avons décoré trois types: réseau-silicium-niobium, réseau-résine-niobium et réseau-résine-plomb. La planarisation et la qualité de la couche mince supérieures se sont avérées insuffisantes pour pouvoir distinguer les effets de piégeage de la couche supérieure des effets de réseau.

Finalement, les résultats les plus intéressants ont été obtenus sur des échantillons planarisés comportant six ensembles de neuf réseaux de pas différent. Ainsi, nous avons décoré des frustrations différentes sous le même champ magnétique et sous les mêmes conditions expérimentales. Les frustrations réalisées sont proches de nombres rationnels simples. Dans les réseaux décorés, nous observons systématiquement des domaines ordonnés où l'état fondamental pour une frustration rationnelle simple est réalisée, certains avec des lacunes. Un domaine sans décoration nette, difficile à expliquer se trouve sur chaque échantillon. Des parois séparent les domaines de taille et de forme variant en fonction de la frustration. Si les parois font partie de l'état fondamental, elles servent à ajuster le nombre de vortex dans l'ensemble du réseau, par rapport au champ magnétique appliqué. Sinon, il s'agit d'excitations qui peuvent avoir des origines diverses. Des inhomogénéités dans l'échantillon peuvent conduire à l'existence de parois. Des excitations thermiques proche de  $T_c$  et gelées lors du refroidissement peuvent avoir le même effet, d'autant plus que la création d'une paroi coûte très peu d'énergie. Des calculs de l'énergie de piégeage et de l'énergie de création de vortex et de paires en champ

magnétique non-nul et en fonction de la température sont nécessaires pour clarifier le rôle des fluctuations thermiques.





## REFERENCES



## REFERENCES

### Introduction

- 1 P.G. de Gennes, C.R.Acad. Sci. B **292** (1981) 973
- 2 Par exemple B. Pannetier in "Quantum Coherence in Mesoscopic Systems", ed. : B. Kramer, NATO ASI series, Plenum Presse, New York 1991
- 3 Y.Y. Wang, R. Rammal, B. Pannetier, J. Low Temp. Phys. **68** (1987) 301
- 4 T.C. Halsey, Phys. Rev. B **31** (1985) 5728
- 5 J.P. Straley, G. M. Barnett, Phys. Rev. B **48** (1993) 3309

### Chapitre 1

- 1 Y.Y. Wang, R. Rammal, B. Pannetier, J. Low Temp. Phys. **68** (1987) 301
- 2 T.C. Halsey, Phys. Rev. B **31** (1985) 5728
- 3 J.P. Straley, G.M. Barnett, Phys. Rev. B **48** (1993) 3309
- 4 C.C. Chi, P. Santhanam, P.E. Blöchl, J. Low Temp. Phys. **88** (1992) 163
- 5 Y.Y. Wang, Thèse, Université Joseph-Fourier, Grenoble (1987)
- 6 Par exemple M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, (1980)
- 7 P.G. de Gennes, C. R. Acad. Sci. B **292** (1981) 9
- 8 P.G. de Gennes, C. R. Acad. Sci. B **292** (1981) 279
- 9 S. Alexander, Phys. Rev. B **27** (1983) 1541
- 10 S. Alexander, E. Halevi, J. Phys. (Paris) **44** (1983) 805
- 11 M. Niu, Ph. D. Thesis, Texas, A&M University, 1993
- 12 S. Teitel, C. Jayaprakash, Phys. Rev. Lett. **51** (1983) 1999
- 13 T.C. Halsey, Phys. Rev. B **31** (1985) 5728
- 14 J. Villain, J. Phys. (Paris) **36** (1975) 581
- 15 M.R. Kolahchi, J.P. Straley, Phys. Rev. B **43** (1991) 7651
- 16 S. Teitel, Physica B **152** (1988) 30
- 17 D.R. Hofstadter, Phys. Rev. B **14** (1976) 2239
- 18 T.C. Halsey, Phys. Rev. Lett. **55** (1985) 1018
- 19 H.S.J. van der Zant, M.N. Webster, J. Romijn, J.E. Mooij, Phys. Rev. B **42** (1990) 2647
- 20 M. Giroud, O. Buisson, Y.Y. Wang, B. Pannetier, D. Mailly, J. Low Temp. Phys. **87** (1992) 683
- 21 N.B. Kopnin, P.I. Soininen, to be published



- 22 J.R. Phillips, H.S.J. van der Zant, J. White, T.P. Orlando, *Phys. Rev. B* **47** (1993) 5219
- 23 V.L. Berezinskii, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **61** (1971) 1144 (*Sov. Phys. JETP* **34** (1971) 610)
- 24 J.M. Kosterlitz, D.J. Thouless, *J. Phys. C* **5** (1972) L124
- 25 J.M. Kosterlitz, D.J. Thouless, *J. Phys. C* **6** (1973) 1181
- 26 P. Lerch, Thèse, Université de Neuchâtel, 1987
- 27 A.M. Chang, H.D. Hallen, L. Harriott, H. F. Hess, H. L. Kao, J. Kwo, R. E. Miller, R. Wolfe, J. van der Ziel, T.Y. Chang, *Appl. Phys. Lett.* **61** (1992) 1974
- 28 L.N. Vu, M.S. Wistrom, D.J. van Harlingen, *Appl. Phys. Lett.* **63** (1993) 1693

## Chapitre 2

- 1 C.J. Lobb, *Coherence in Superconducting Networks* (Delft 1987), Eds : J.E. Mooij, G.B. Schön, *Physica B* **152** (1988) 1
- 2 D. Cribier, B. Jacrot, L. Madhav Rao, B. Farnoux, *Phys. Lett.* **9** (1964) 106
- 3 A.A. Abrikosov, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **32** (1957) 1442 (*Sov. Phys. JETP* **5** (1957) 1174)
- 4 J. Schelten, H. Ullmaier, W. Schmatz, *phys. stat. sol. (b)* **48** (1971) 619
- 5 E.M. Forgan, R. Cubitt, S.L. Lee, D. McK. Paul, H.A. Mook, M. Yethiraj, D.A. Bishop, P.L. Gammel, R.N. Kleiman, Submitted to *Physica Scripta*, April 1993
- 6 H. Träuble, U. Essmann, *J. Sci. Instrum.* **43** (1966) 344
- 7 H. Träuble, U. Essmann, *phys. stat. sol.* **18** (1966) 813
- 8 H. Träuble, U. Essmann, *phys. stat. sol.* **20** (1967) 95
- 9 L.Ya. Vinnikov, L.A. Gurevich, Yu.I. Latyshev, A.M. Nikitina, A.V. Antokhina, M.P. Lisitskii, N.P. Kukhta, *JETP Lett.* **57** (1993) 259
- 10 F. Weiss, J.P. Sénateur, A. Rouault, M. Audier, Y. Bréchet, S. Blais, R. Blum, *Cryogenics* **33** (1993) 50
- 11 P.L. Gammel, C.A. Duran, D.J. Bishop, V.G. Kogan, M. Ledvij, A.Yu. Simonov, J.P. Rice, D.M. Ginsberg, *Phys. Rev. Lett.* **69** (1992) 3808
- 12 D.J. Bishop, P.L. Gammel, D.A. Huse, C.A. Murray, *Science* **255** (1992) 165
- 13 C.A. Bolle, P.L. Gammel, D.G. Grier, C.A. Murray, D.J. Bishop, *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991) 112
- 14 G.J. Dolan, G.V. Chandrashekhar, T.R. Dinger, C. Feild, F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 827
- 15 R.P. Huebener, "Magnetic Flux Structures in Superconductors", Springer-Verlag 1979
- 16 H. Kirchner, *phys. stat. sol. (a)* **4** (1971) 531
- 17 M.V. Indenbom, N.N. Kolesnikov, M.P. Kulakov, I.G. Naumenko, V.I. Nikitenko, A.A. Polyanskii, N.F. Vershinin, V.K. Vlasko-Vlasov, *Physica C* **166** (1990) 486

- 18 M.V. Indenbom, A. Forkl, H. Kronmüller, to be published in Journal of Superconductivity (1993)
- 19 M.V. Indenbom, Th. Schuster, M.R. Koblishka, A. Forkl, H. Kronmüller, L.A. Dorosinskii, V.K. Vlasko-Vlasov, A.A. Polanskii, R.L. Prozorov, V.I. Nikitenko, 2nd Israeli International Conference on High  $T_c$  Superconductivity, Eilat, Israel, 4-7 January 1993, to be published as a special issue of Physica C
- 20 A.A. Polyanskii, V.K. Vlasko-Vlasov, M.V. Indenbom, V.I. Nikitenko, Sov. Tech. Phys. Lett. **15** (1989) 872
- 21 H. Boersch, B. Lischke, H. Söllig, phys. stat. sol. (b) **61** (1974) 215
- 22 K. Harada, T. Matsuda, J. Bonevich, M. Igarashi, S. Kondo, G. Pozzi, U. Kawabe, A. Tonomura, Nature **360** (1992) 51
- 23 T. Matsuda, S. Hasegawa, M. Igarashi, T. Kobayashi, M. Naito, H. Kajiyama, J. Endo, N. Osakabe, A. Tonomura, Phys. Rev. Lett. **62** (1989) 2519
- 24 S. Hasegawa, T. Matsuda, J. Endo, N. Osakabe, M. Igarashi, T. Kobayashi, M. Naito, A. Tonomura, R. Aoki, Phys. Rev. B **43** (1991) 7631
- 25 A.M. Chang, H.D. Hallen, L. Harriott, H.F. Hess, H.L. Kao, J. Kwo, R. E. Miller, R. Wolfe, J. van der Ziel, T. Y. Chang, Appl. Phys. Lett. **61** (1992) 1974
- 26 A.M. Chang, H.D. Hallen, H.F. Hess, H.L. Kao, J. Kwo, A. Sudbo, T. Y. Chang, to be published
- 27 L.N. Vu, D.J. van Harlingen, IEEE Trans. Appl. Superconduct. **3** (1993) 1918
- 28 L.N. Vu, M.S. Wistrom, D.J. van Harlingen, Appl. Phys. Lett. **63** (1993)
- 29 H.F. Hess, R. B. Robinson, R.C. Dynes, J.M. Valles, Jr., J.V. Waszczak, Phys. Rev. Lett. **62** (1989) 214
- 30 H.F. Hess, R.B. Robinson, J.V. Waszczak, Phys. Rev. Lett. **64** (1990) 2711
- 31 R. Berthe, U. Hartmann, C. Heiden, Appl. Phys. Lett. **57** (1990) 2351
- 32 J. Mannhart, J. Bosch, R. Gross, R. P. Huebener, Phys. Rev. B **35** (1987) 5267

### Chapitre 3

- 1 Y.Y. Wang, R. Rammal, B. Pannetier, J. Low Temp. **68** (1987) 301
- 2 R.P. Feynman, R.B. Leighton, M. Sands, "The Feynman Lectures on Physics II", Addison-Wesley 1969, p.7.11

### Chapitre 4

- 1 Le programme machine a été écrit par J. L. Génicon
- 2 G. Dolan, Ph. D. Thesis, Cornell (1974)
- 3 A. Tasaki, S. Tomiyama, S. Iida, Jpn. J. Appl. Phys. **4** (1965) 707

- 4 K. Kimoto, Y. Kamiya, M. Nonoyama, R. Uyeda, *Jpn. J. Appl. Phys.* **2** (1963) 702
- 5 *Handbook of Chemistry and Physics*, 52nd edition, 1971-1972

## Chapitre 5

- 1 M. Ingold, Thèse, Grenoble (1990)
- 2 Edit. F. Maurice, L. Meny, R. Tixier, "Microanalyse, Microscopie Electronique à Balayage", Ecole d'Eté de St Martin D'Hères (1978)
- 3 M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida (1980) 113
- 4 N. W. Ashcroft, N.D. Mermin, "Solid State Physics", Saunders College, Philadelphia (1976)
- 5 J.P. Burger, "La supraconductivité des métaux, des alliages et des films minces", Masson et Cie, Editeurs, Paris (1974)
- 6 T.P. Orlando, K.A. Delin, "Foundations of Applied Superconductivity", Addison-Wesley Publishing Company (1991)
- 7 P. Xavier, Thèse, Grenoble 1993
- 8 R. Rammal, T. C. Lubensky, G. Toulouse, *Phys. Rev. B* **27** (1983) 2820

## Chapitre 6

- 1 A.I. Larkin, Yu.N. Orchinnikov, *J. Low Temp. Phys.* **43** (1979) 409
- 2 E.H. Brandt, U. Essmann, *Phys. Stat. Sol. (b)* **144** (1987) 13
- 3 K. Runge, B. Pannetier, *J. Phys. I France* **3** (1993) 389
- 4 T.C. Halsey, *Phys. Rev. Lett.* **55** (1985) 1018
- 5 C.C. Chi, P. Santhanam, P.E. Blöchl, *J. Low Temp. Phys.* **88** (1992) 163
- 6 J.P. Straley, G.M. Barnett, *Phys. Rev. B* **48** (1993) 3309
- 7 T.C. Halsey, *Phys. Rev. B* **31** (1985) 5728
- 8 S. Teitel, *Physica B* **151** (1988) 30
- 9 M.R. Kollahchi, J.P. Straley, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 7651
- 10 H.S.J. van der Zant, M.N. Webster, J. Romijn, J.E. Mooij, *Phys. Rev. B* **42** (1990) 2647
- 11 M. Giroud, O. Buisson, Y.Y. Wang, B. Pannetier, D. Mailly, *J. Low Temp. Phys.* **87** (1992) 683



## Annexe 1

- 1 Y.Y. Wang, R. Rammal, B. Pannetier, J. Low Temp. **68** (1987) 301
- 2 I.N. Bronstein, K.A. Semendjajew, "Taschenbuch der Mathematik", Gemeinschaftsausgabe Verlag Nauka, Moskau, BSB B. G. Teubner Verlagsgesellschaft, Leipzig 1985



# ANNEXES





## Annexe 1

### Application de la loi de Biot-Savard à un réseau de fils

Nous considérons un réseau de fils dans l'état supraconducteur et de frustration  $\frac{\phi}{\phi_0} = \frac{1}{2}$ , placé dans le plan XY. La frustration est définie comme le flux magnétique moyen par cellule en unité du quantum de flux  $\phi_0$ . Un schéma du réseau est donné en figure A1.1, où les vortex sont marqués par des points noirs et les courants par des flèches

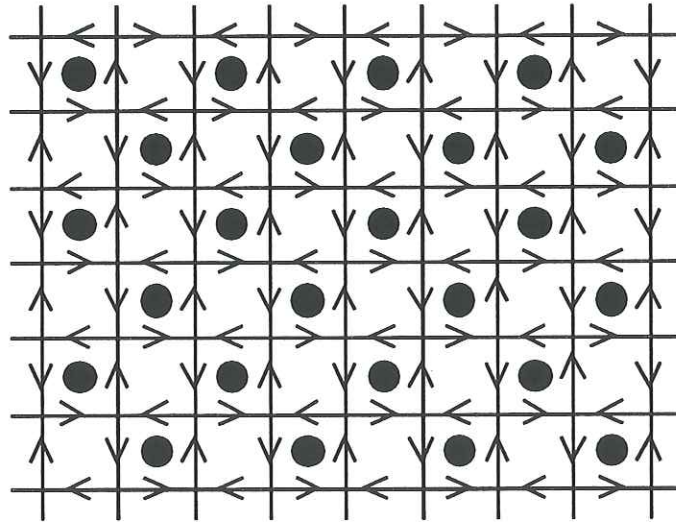


Fig. A1.1

Schéma d'un réseau supraconducteur de frustration  $f = \frac{1}{2}$ .

Les vortex sont marqués par des points noirs, les courants par des flèches.

L'arrangement pour la frustration  $\frac{1}{2}$  consiste en un damier de vortex avec des courants de même amplitude dans chaque fil du réseau [1]. Seulement le sens des courants varie.

Notre but est de déterminer la distribution du champ magnétique dans l'espace environnant et dans les cellules, afin d'en déduire le gradient de champ et la force à laquelle sont soumises les particules de nickel. Nous allons appliquer la loi de Biot-Savard.

Nous considérons d'abord un fil élémentaire du réseau, traversé par le courant d'amplitude  $i$ , schématisé en figure A1.2.

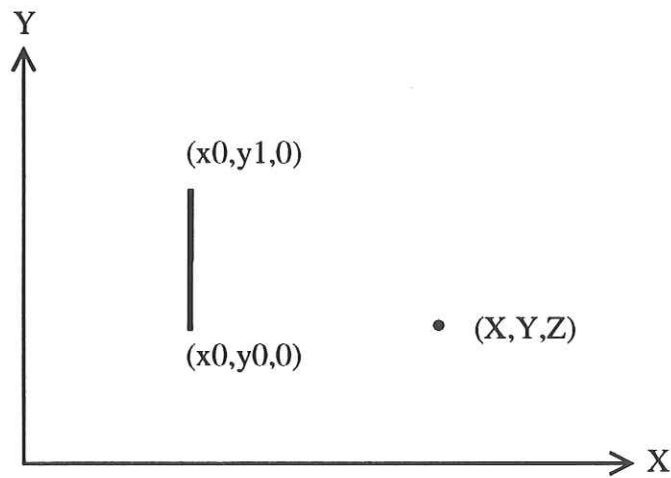


Fig. A1.2

Fil élémentaire vertical du réseau, auquel nous appliquons la loi de Biot-Savard.

On s'intéresse au champ magnétique au point  $(X, Y, Z)$ . La loi de Biot-Savard est donnée par l'équation suivante :

$$d\mathbf{B} = \frac{\mu_0 i d\mathbf{l} \times \mathbf{r}}{4\pi r^3} \quad (\text{A1.1})$$

Dans notre cas,  $d\mathbf{l}$ ,  $\mathbf{r}$  et  $d\mathbf{l} \times \mathbf{r}$  sont donnés par les vecteurs suivants :

$$d\mathbf{l} = \begin{pmatrix} 0 \\ dy \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \mathbf{r} = \begin{pmatrix} X-x_0 \\ Y-y_0 \\ Z \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad d\mathbf{l} \times \mathbf{r} = \begin{pmatrix} Zdy \\ 0 \\ -(X-x_0)dy \end{pmatrix} \quad (\text{A1.2})$$

Les intégrales des composantes du champ magnétique s'écrivent comme :

$$B_x = \frac{\mu_0 i Z}{4\pi} \int_{y_0}^{y_1} \frac{dy}{r^3} \quad (\text{A1.3a})$$

$$B_y = 0 \quad (\text{A1.3b})$$

$$B_z = \frac{\mu_0 i (X-x_0)}{4\pi} \int_{y_0}^{y_1} \frac{dy}{r^3} \quad (\text{A1.3c})$$

L'intégrale se calcule analytiquement et on obtient la solution suivante [2] :



$$\int_{y_0}^{y_1} \frac{dy}{r^3} = \frac{(y_1 - Y)\sqrt{(Y - y_1)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2} - (y_0 - Y)\sqrt{(Y - y_0)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2}}{\sqrt{[(Y - y_1)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2][(Y - y_0)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2]}[(X - x_0)^2 + Z^2]} \quad (\text{A1.4})$$

Pour un fil élémentaire horizontal, on trouve les expressions équivalentes :

$$B'_x = 0 \quad (\text{A1.5a})$$

$$B'_y = \frac{\mu_0 i Z}{4\pi} \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{r^3} \quad (\text{A1.5b})$$

$$B'_z = \frac{\mu_0 i (Y - y_0)}{4\pi} \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{r^3} \quad (\text{A1.5c})$$

avec :

$$\int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{r^3} = \frac{(x_1 - X)\sqrt{(Y - y_0)^2 + (X - x_1)^2 + Z^2} - (x_0 - X)\sqrt{(Y - y_0)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2}}{\sqrt{[(Y - y_0)^2 + (X - x_1)^2 + Z^2][(Y - y_0)^2 + (X - x_0)^2 + Z^2]}[(Y - y_0)^2 + Z^2]} \quad (\text{A1.6})$$

Il faut maintenant sommer sur tous les fils élémentaires du réseau, verticaux et horizontaux. On remarque, que le champ magnétique s'exprime simplement en fonction des coordonnées des noeuds des fils. C'est pourquoi, nous divisons le réseau en noeuds. La sommation sera plus simple à effectuer que si on divisait le réseau en boucles où il faudrait sommer sur une boucle sur deux.

Il existe deux sortes de noeuds dans le réseau que nous appelons négatif et positif. Dans la figure A1.3, nous les avons marqués par un signe "-" et un signe "+" respectivement suivant le sens des courants dans les quatre fils.

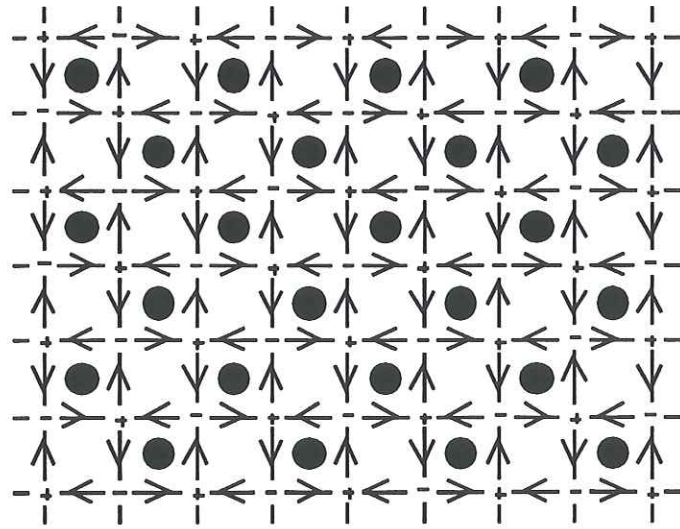


Fig. A1.3

Réseau supraconducteur divisé en noeuds négatifs et positifs suivant le sens des courants dans les quatre fils.

On attribue des valeurs de champ magnétique à chaque noeud du réseau. Il faut noter que ces expressions n'ont un sens que dans le contexte d'une sommation sur tout le réseau. Les composantes du champ magnétique d'un noeud négatif de coordonnées  $mn$  sont données par les expressions suivantes :

$$B_x(\mathbf{r}) = \frac{2\mu_0 i}{4\pi} \frac{(y_n - Y)Z}{\sqrt{(X-x_m)^2 + (Y-y_n)^2 + Z^2} [(X-x_m)^2 + Z^2]}$$

$$B_y(\mathbf{r}) = \frac{2\mu_0 i}{4\pi} \frac{(x_m - X)Z}{\sqrt{(X-x_m)^2 + (Y-y_n)^2 + Z^2} [(Y-y_n)^2 + Z^2]}$$

$$B_z(\mathbf{r}) = \frac{2\mu_0 i}{4\pi} \left[ \frac{(X-x_m)(Y-y_n)}{\sqrt{(X-x_m)^2 + (Y-y_n)^2 + Z^2} [(X-x_m)^2 + Z^2]} + \frac{(X-x_m)(Y-y_n)}{\sqrt{(X-x_m)^2 + (Y-y_n)^2 + Z^2} [(Y-y_n)^2 + Z^2]} \right] \quad (\text{A1.7})$$

Pour un noeud positif, les champs sont de signes opposés.

Jusqu'à présent, un noeud se trouve à l'origine de notre système de référence. Nous déplaçons le réseau d'une demi-cellule  $\frac{a}{2}$  en direction de  $X$  et  $Y$  pour que le milieu d'une cellule soit placée au point  $(0,0,0)$ . La discrétisation des coordonnées  $x_m$  et  $y_n$  s'écrit comme :

$$x_m = (m + \frac{1}{2})a \quad \text{et} \quad y_n = (n + \frac{1}{2})a \quad (\text{A1.8})$$

Il reste à remplacer  $x_m$  et  $y_n$  dans les équations (A1.7) et à effectuer la sommation suivante pour chaque composante  $i$  du champ magnétique:

$$B_{imn}(\mathbf{r}) = \sum_{m,n=-\infty}^{+\infty} (-1)^{|m+n|} B_{imn} \quad (\text{A1.9})$$

Jusqu'ici nous avons fait l'hypothèse de fils de largeur zéro. Ce calcul n'est donc correcte que jusqu'à une distance finie de chaque fil, car la densité de courant devient infinie à  $Z = 0$ .





## **Annexe 2**

**Programme calculant les composantes du champ magnétique au  
dessus d'un réseau supraconducteur.**





```

/* Katharina Runge, 19.5.1992 */
#include <math.h>
#include <stdio.h>
/*****
**
** Programme calculant les composantes du champ magnetique d'un reseau
** de fils d'epaisseur non-nul. La distribution du courant dans les fils
** est uniforme. On admet une configuration des courants correspondant a
** un flux moyen de phi0/2 par cellule. On calcule le champ sur une
** cellule.
**
**
*****/
main()
/* definition des variables */
FILE *fp;
int i,j;
int k,l;
int cell;
int pts;
int ct;
double a;
double w,d;
double x,y,z;
double I,J,K,L,Pts; /* pour transformer i,j,k,l,pts en reelles */
double B1,Bex; /* B1 valeur intermediaire de sommation */
double B2,Bey; /* Bex valeur du champ selon x */
double B3,B4,Bez; /* de meme selon y */
double Int; /* de meme selon z */
double phi0; /* integral sur le champ divise par une constante et le */
double Jc; /* par le courant */
double *Bx; /* en 10E-15T/m */
double *By; /* densite de courant calculee par induct et a la main */
double *Bz;
pts=40;
ct=(pts+1)*(pts+1);
Bx=((double *)malloc(ct*sizeof(double)));
By=((double *)malloc(ct*sizeof(double)));
Bz=((double *)malloc(ct*sizeof(double)));
/* initialisation des variables */
i=0; j=0; k=0; l=0; I=0.0; J=0.0; K=0.0; L=0.0; Pts=0.0; cell=5;
x=0.0; y=0.0;
B1=0.0; Bex=0.0;
B2=0.0; Bey=0.0;
B3=0.0; B4=0.0; Bez=0.0;
Int=0.0; Jc=1.242; phi0=2.07;

```

```

a=1.0; w=0.2*a; z=0.5*a;
/* balayage en z */
printf("balayage en z\n");
Pts=pts*1.0;
for (l=0; l<pts; ++l)
{
L=1*1.0;
z=2.0*a*L/Pts+0.1*a;
/* balayage en x */
for (k=0; k<pts; ++k)
{
K=k*1.0;
x=2.0*a*K/Pts+2.0;
/* sommation sur les noeuds interieurs */
for (i=l-cell; i<=cell-1; ++i)
{
I=i*1.0;
for (j=1-cell; j<=cell-1; ++j)
{
J=j*1.0;
B1 = z*((J+0.5)*a-y) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);
B2 = z*((I+0.5)*a-x) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);
B3 = (x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);
B4 = (x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);
Bex = Bex+B1*pow(-1.0,I+J);
Bey = Bey+B2*pow(-1.0,I+J);
Bez = Bez+(B3+B4)*pow(-1.0,I+J);
}
}
/* sommation sur les noeuds du bord */
for (i=-cell; i<=cell; i=i+2*cell)
{
I=i*1.0;
for (j=1-cell; j<=cell-1; ++j)
{
J=j*1.0;
B1 = 0.5*z*((J+0.5)*a-y) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);
B2 = 0.5*z*((I+0.5)*a-x) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /

```

```

May 27 1992 20:23:52      champ1.c      Page 4

fp=fopen("tempo.fic","w");
fprintf(fp,"Bx=(\n");
for (i=0;i<=((pts+1)*(pts+1)-2);++i)
    fprintf(fp,"%lf",Bx[i]);
fprintf(fp,"%lf;\n",Bx[(pts+1)*(pts+1)-1]);

fprintf(fp,"By=(\n");
for (i=0;i<=((pts+1)*(pts+1)-2);++i)
    fprintf(fp,"%lf",By[i]);
fprintf(fp,"%lf;\n",By[(pts+1)*(pts+1)-1]);

fprintf(fp,"Bz=(\n");
for (i=0;i<=((pts+1)*(pts+1)-2);++i)
    fprintf(fp,"%lf",Bz[i]);
fprintf(fp,"%lf;\n",Bz[(pts+1)*(pts+1)-1]);

fprintf(fp,"calcul sur une cellule\n");
fprintf(fp,"hauteur=%lf;\n",z);
fprintf(fp,"nombre de points=%d;\n",pts);
fclose(fp);
}
    
```

```

May 27 1992 20:23:52      champ1.c      Page 3

((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);

B3 = 0.5*(x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);

B4 = 0.5*(x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);

Bex = Bex+B1*pow(-1.0,I+J);
Bey = Bey+B2*pow(-1.0,I+J);
Bez = Bez+(B3+B4)*pow(-1.0,I+J);
}

for (j=-cell; j<=cell; j=j+2*cell)
    for (i=1.0; i<=cell-1; ++i)
        I=i+1.0;
        B1 = 0.5*z*((J+0.5)*a-y) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);
        B2 = 0.5*z*((I+0.5)*a-x) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);
        B3 = 0.5*(x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z);
        B4 = 0.5*(x-(I+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) /
sqrt((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a) +
(x-(I+0.5)*a)*(x-(I+0.5)*a)+z*z) /
((y-(J+0.5)*a)*(y-(J+0.5)*a)+z*z);
        Bex = Bex+B1*pow(-1.0,I+J);
        Bey = Bey+B2*pow(-1.0,I+J);
        Bez = Bez+(B3+B4)*pow(-1.0,I+J);
    }

Bx[1*(pts+1)+k]=phi0/2.0/a/a+2.0*Jc*Bex;
By[1*(pts+1)+k]=phi0/2.0/a/a+2.0*Jc*Bey;
Bz[1*(pts+1)+k]=phi0/2.0/a/a+2.0*Jc*Bez;
Bex=0.0;
Bey=0.0;
Bez=0.0;
}

/* ecriture des donnees de calcul Bx, By, Bz dans le fichier tempo.fic */
printf("      ecriture dans tempo.fic\n");
    
```







## Abstract

We present an experimental investigation to observe fluxoids in superconducting micronetworks by decoration at low temperatures with magnetic particles. We have built an apparatus that can make decorations at low temperatures (down to 1.6 K) and very low fields (down to 0.2 mT). The nickel particles decorate the locations of the sample where the magnetic field is maximum. After warming up to room temperature, the samples are observed with an electron microscope. The samples consist of niobium wire networks (lattice parameter 1-2  $\mu\text{m}$ , wire width 0.3  $\mu\text{m}$ , thickness 0.1  $\mu\text{m}$ ) showing excellent superconducting properties (transition temperature 9.0 K, RRR approximately 30). Our calculation of the magnetic field profile near the network shows that the magnetic contrast between cells with and without a vortex is extremely low. Depending on the height above the network we decorate either the currents or the middle of the cells. Accordingly, planarized samples have been decorated at  $T \ll T_c$  to achieve maximum magnetic contrast. We performed first decorations on niobium networks at frustrations between 0 and 1 flux quanta per cell. Instead of the triangular vortex lattice predicted by Abrikosov, we observe complex arrangements depending on the applied magnetic field and on the underlying network geometry. We found large domains of commensurate vortex states separated by curved domain walls.

