

To 421

1992/DO

THESE

présentée par

Boris GIORDANENGO



pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université Joseph Fourier - Grenoble I
Spécialité Physique

Diagramme de phase magnétique
et anisotropie des composés
Tl₂Ba₂CaCu₂O₈ et Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀

Soutenue le 23 janvier 1992 devant la Commission d'examen :

MM. M. Renard

Président

P. Averbuch

M. Barrault

G. Deutscher

J. Etourneau

A. Février

N. Schopohl

R. Tournier

Examineurs

Thèse préparée au sein du Centre de Recherche sur les Très Basses Températures
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -



SOMMAIRE

	<i>Pages</i>
INTRODUCTION	1
I - GENERALITES	5
I.1 - Techniques de mesures	5
I.1.1 - Magnétométrie à champ magnétique statique..	5
I.1.1.1 - <i>Magnétomètre à extraction</i>	5
I.1.1.2 - <i>Magnétomètre à SQUID</i>	7
I.1.2 - Magnétométrie alternative	7
I.1.2.1 - <i>Susceptibilité alternative</i>	7
I.1.2.2 - <i>transmissivité</i>	8
I.2 - Synthèse et qualité des échantillons	10
I.2.1 - Céramique de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$	10
I.2.1.1 - <i>Méthode de synthèse</i>	10
I.2.1.2 - <i>Qualité de la céramique</i>	11
I.2.2 - Cristaux de $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	12
I.2.2.1 - <i>Méthode de synthèse</i>	12
I.2.2.2 - <i>Qualité des cristaux</i>	13
I.2.3 - Multifilamentaires NbTi	15
II - CHAMP DE PREMIERE PENETRATION : H_p	19
II.1 - Définition de H_{c1}	19
II.2 - Supraconducteur de type II idéal	20
II.3 - Supraconducteur de type II réel	20
II.4 - Evaluation de H_p à partir de la première aimantation	22
II.5 - Autres méthodes d'évaluation de H_p	23
II.5.1 - Relaxation d'aimantation	23
II.5.2 - Cycles mineurs	23
II.6 - Résultats expérimentaux pour le cristal n°1 suivant l'axe \vec{c}	23
II.6.1 - Hautes températures	24
II.6.2 - Basses températures	26
II.7 - Conclusion sur H_p	30

	<i>Pages</i>
III - LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE	33
III.1 - Généralités	33
III.1.1 - Premières observations	33
III.1.2 - Critère retenu en aimantation	34
III.2 - Hautes températures	38
III.2.1 - Résultats expérimentaux	38
III.2.2 - Loi générale	39
III.2.3 - Interprétation	39
III.3 - Températures intermédiaires	42
III.3.1 - Résultats expérimentaux	42
III.3.2 - Différentes théories	43
III.3.3 - Le modèle d'effet de proximité	44
III.3.4 - Réinterprétation du champ de première pénétration	45
III.4 - Basses températures	50
III.5 - La ligne d'irréversibilité est-elle une ligne de transition ?	51
III.5.1 - Une transition de phase	51
III.5.2 - Indices en faveur d'une transition de phase ...	52
 IV - AU DESSUS DE H^* : UN SUPRACONDUCTEUR DE TYPE II IDEAL	 61
IV.1 - Introduction	61
IV.2 - Résultats expérimentaux	61
IV.2.1 - Céramique Bi "2223"	61
IV.2.2 - Cristal TI n°1	63
IV.3 - Interprétation	65
 V - ENTRE H_p ET H^* : un verre de vortex ?	 69
V.1 - Relaxation de l'aimantation	69
V.1.1 - Introduction	69
V.1.2 - Relaxation de la céramique Bi "2223"	70
V.1.2.1 - Résultats expérimentaux	70
V.1.2.2 - Interprétation	71
V.1.3 - Relaxation du cristal TI n°1	73
V.1.3.1 - Résultats expérimentaux	73
V.1.3.2 - Interprétation	75

III

Sommaire

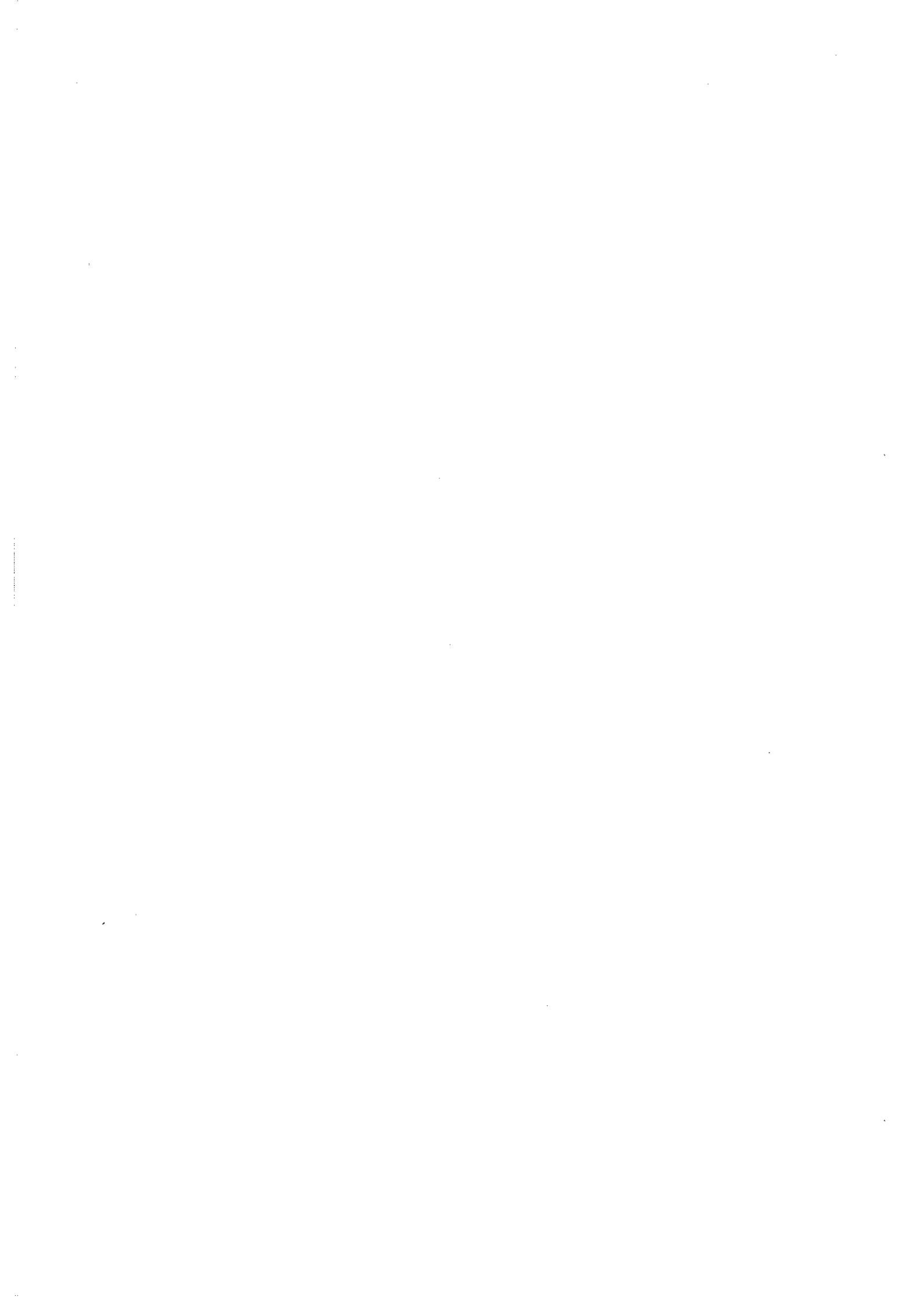
	<i>Pages</i>
V.2 - Les deux maxima de M 	77
V.2.1 - Résultats expérimentaux	77
V.2.2 - Interprétation	78
VI - MULTIFILAMENTAIRES NbTi	81
VI.1 - Introduction	81
VI.2 - Aimantation bas champ en champ parallèle aux filaments	81
VI.3 - Aimantation bas champ et χ_{ac} en champ perpendiculaire aux filaments	84
VI.4 - Mesures d'aimantation sous différents champs..	87
VI.5 - Mesures d'aimantation pour différentes longueurs de brins	92
VI.6 - Relaxation de l'aimantation	95
VI.7 - Conclusion NbTi	98
VII - EFFETS ANGULAIRES	101
VII.1 - Généralités	101
VII.2 - Mesures d'aimantation	104
VII.2.1 - Porte-échantillon orientable	104
VII.2.2 - Courbe d'aimantation 40 K, $\vec{H} // \vec{c}$	106
VII.2.3 - Courbe d'aimantation 40 K, $\vec{H} \perp \vec{c}$	108
VII.2.4 - Courbes d'aimantation 40 K, angles intermédiaires	110
VII.2.5 - Courbes d'aimantation 77 K	118
VII.2.6 - Autre cristal	121
VII.2.7 - Courbes d'aimantation 4 K pour différentes orientations	123
VII.2.8 - Cycles d'aimantation en champ faible à 4 K, $\vec{H} \perp \vec{c}$	124
VII.3 - Mesures de transmissivité	128
VII.3.1 - Champ parallèle à \vec{c}	128
VII.3.1.1 - Régime granulaire	129
VII.3.1.2 - Etat critique	130
VII.3.2 - Champ continu parallèle au plan (\vec{a}, \vec{b})	133
VII.3.3 - Champ continu faisant un angle θ avec l'axe \vec{c}	134

IV

Sommaire

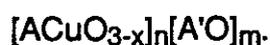
	<i>Pages</i>
VII.4 - Conclusion sur l'effet d'angle	137
CONCLUSION	139
ANNEXES	143
Annexe I	143
Annexe II	145
Annexe III	147
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	151

INTRODUCTION



Fin 1986, à la surprise générale, J. G. Bednorz et K. A. Müller [1] ont découvert une transition supraconductrice au-dessus de 30 K dans le composé $(La_{1-x}Ba_x)_2CuO_4$. Depuis, de nombreux autres oxydes de cuivre supraconducteurs ont été découverts, notamment la phase $YBa_2Cu_3O_7$ [2] et les composés appartiennent aux systèmes Bi-Sr-Ca-Cu-O [3,4] et Tl-Ba-Ca-Cu-O [5] avec une température critique record $T_c = 125$ K pour la phase $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$.

Les composés de bismuth et de thallium appartiennent à une seule et même famille structurale, correspondant à l'intercroissance d'un ou de plusieurs feuillets de type NaCl et d'un ou de plusieurs feuillets de type pérovskite déficitaire en oxygène, et dont la formulation générale s'écrit :



Ces composés se caractérisent donc par une structure cristallographique anisotrope. Il nous a semblé important d'essayer de corrélérer les propriétés physiques, dont certaines sont très anisotropes, à la structure.

Nous avons étudié une céramique de phase $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (termes $n = 3$ et $m = 3$ de la formulation générale) et un monocristal de phase $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ (termes $n = 2$ et $m = 3$). Les structures de ces deux phases sont présentées figure 1. Les paramètres de maille sont $a = b = 5,39$ Å et $c = 37,1$ Å pour le Bi "2223" [6] et $a = b = 3,861$ Å et $c = 29,413$ Å pour le Tl "2212" [7].

Une propriété caractéristique des oxydes de cuivre supraconducteurs est l'existence d'un comportement réversible de l'aimantation au-dessus d'une ligne $H^*(T)$ telle que $H^* \ll H_{c2}$ le champ critique supérieur. Cette propriété a été mise en évidence en 1987 par K. A. Müller et col. [8]. La ligne séparant les régimes réversible et irréversible ou ligne d'irréversibilité étant très dépendante de la structure considérée, il nous a semblé intéressant d'étudier le diagramme de phase magnétique champ/température d'un cristal de Tl "2212". Cette étude est divisée en quatre parties :

- 1) le champ de première pénétration du flux,
- 2) la ligne d'irréversibilité,
- 3) l'état réversible,
- 4) l'état irréversible.

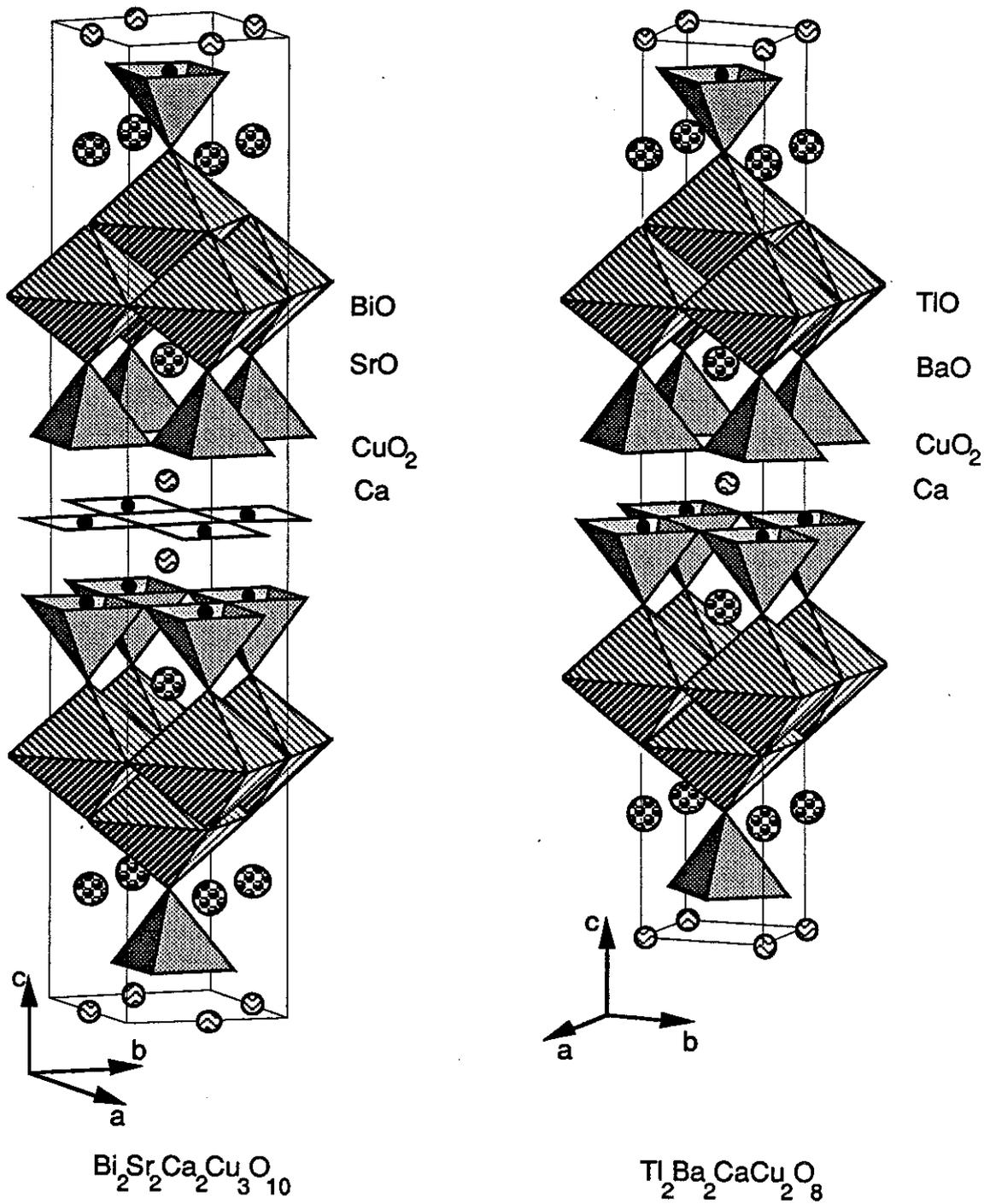


Figure 1 - Structures des phases $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (à gauche) et $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ (à droite).

Les hypothèses que nous avons émises pour interpréter la ligne d'irréversibilité, à savoir que les supraconducteurs à haute température critique seraient constitués de feuillets supraconducteurs séparés par des feuillets normaux à l'intérieur de la maille élémentaire, nous ont conduit à étudier un composite supraconducteur/métal normal : le NbTi multifilamentaire, afin d'essayer de corréler les propriétés des supraconducteurs à haute température critique à celles des composites.

Ce travail est complété par une étude angulaire de l'aimantation et de l'écrantage d'un champ magnétique alternatif, en présence d'un champ magnétique statique de direction variable, afin de savoir si les propriétés du cristal étudié sont celles d'un supraconducteur anisotrope ou celles d'un multicouche artificiel. Cette question est pertinente car les mesures ont montré que la longueur de cohérence est très faible suivant l'axe \vec{c} , le paramètre d'ordre pouvant éventuellement être modulé dans cette direction comme dans un multicouche artificiel.

CHAPITRE I

GENERALITES.

Toutes les mesures présentées dans ce mémoire sont exprimées en unités C.G.S. (centimètre Gauss seconde) u.e.m. (unité électromagnétique). La conversion en unités S.I. (Système International) est donnée en annexe I.

I.1 - Techniques de mesures

I.1.1 - Magnétométrie à champ magnétique statique

I.1.1.1 - Magnétomètre à extraction

La plupart des courbes d'aimantation présentées dans ce mémoire ont été réalisées avec un magnétomètre à extraction qui a fait l'objet de la thèse de Docteur Ingénieur de A. Sulpice [9].

Dans ce magnétomètre, l'échantillon est déplacé entre deux bobines montées en série-opposition. La variation de flux créée par le déplacement de l'échantillon génère une tension aux bornes des bobines (figure 2) :

$$e = - \frac{d\phi}{dt} \quad (1)$$

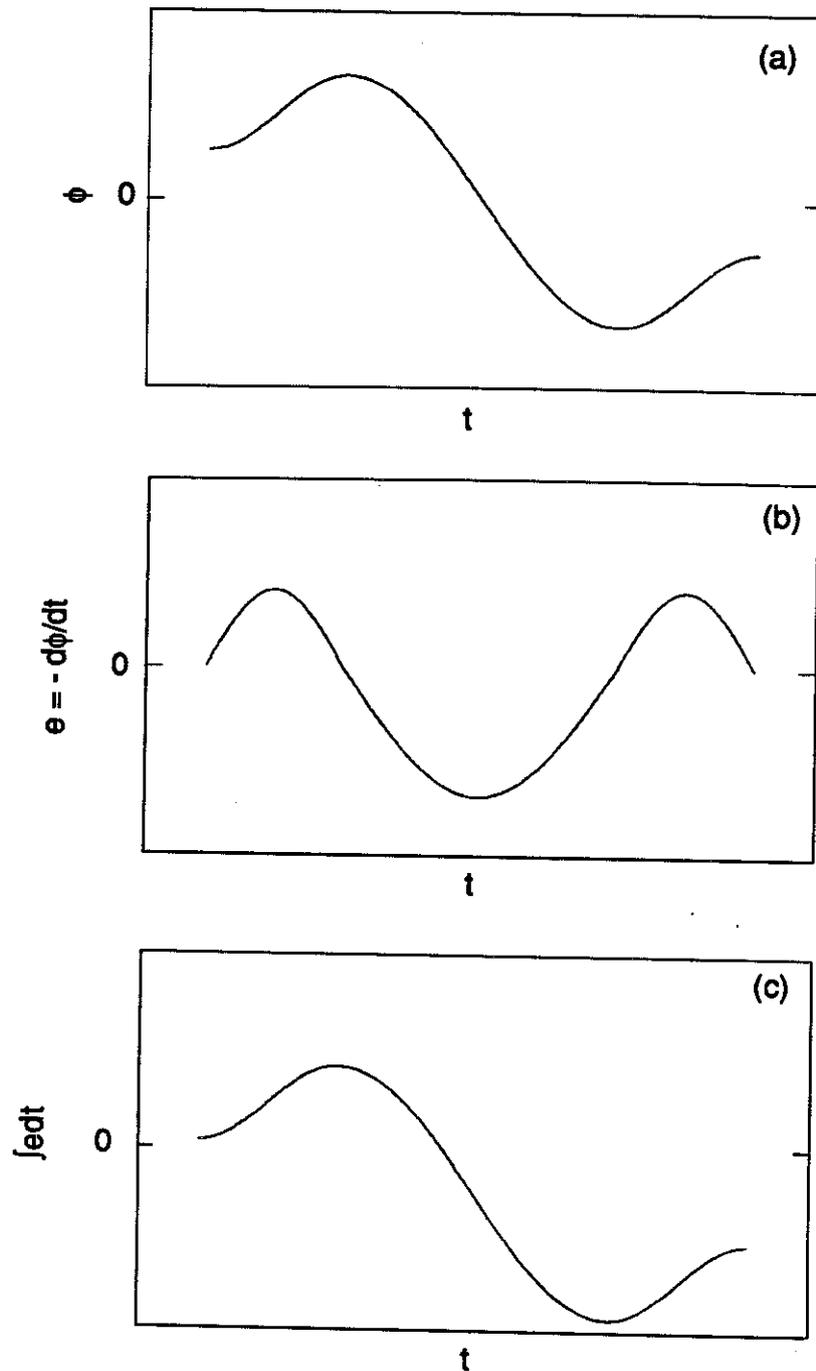
e est la tension, ϕ le flux magnétique et t le temps. La tension e est ensuite intégrée soit :

$$\int e dt = \Delta\phi \quad (2)$$

Or on peut montrer très facilement que, tant que l'échantillon peut être considéré comme ponctuel c'est-à-dire qu'il est petit par rapport aux bobines, le moment magnétique est proportionnel à la variation de flux $\Delta\phi$ entre les deux extrema de ϕ (voir figure 2).

Le choix de deux bobines en série-opposition sert à éliminer les signaux parasites provenant de l'extérieur. En effet un flux variable dans le temps mais homogène sur la longueur d'extraction génèrera une tension de même amplitude mais de signe opposé dans chaque bobine. La tension totale recueillie sera donc, en réalité, presque nulle; le signal dépendant essentiellement de la différence entre les surfaces des 2 bobines.

Etant donné qu'il est difficile d'amplifier un signal lentement variable, la tension e est d'abord transformée en alternatif par un hacheur supraconducteur puis amplifiée, et intégrée.



**Figure 2 - (a) Flux dans la bobine de mesure. (b) tension e mesurée
(c) tension intégrée $\int e dt$.**

La calibration de l'appareil a été faite en mesurant une sphère d'indium dans l'état supraconducteur qui crée dans un champ magnétique donné une variation de flux connue et déterminée par la valeur du moment magnétique \mathcal{M} :

$$\mathcal{M} = \frac{-1}{4\pi(1-n)} H V = \frac{-3}{8\pi} H V \quad (3)$$

avec V le volume de la sphère, H le champ magnétique extérieur, et n le coefficient de champ démagnétisant; pour une sphère : $n = 1/3$.

Sur la longueur d'extraction, c'est-à-dire 3 cm, le champ appliqué est homogène à 1‰. Il n'y a pas d'écran protégeant l'échantillon du champ magnétique ambiant (le champ terrestre plus celui dû à l'ascenseur, au béton armé...etc...) dont l'amplitude est de l'ordre de 0,5 Oe verticalement mais qui n'est pas uniforme. La sensibilité de l'appareil, dans les meilleurs conditions, est de $5 \cdot 10^{-6}$ uem. Les mesures sont reproductibles à 5 ‰ près.

La température de l'échantillon est mesurée avec une résistance de NbN qui a l'avantage d'être très peu dépendante du champ magnétique. La température est stabilisée avec une régulation P.I.D. (Proportionnelle, Intégrale, Dérivée). La précision sur la température absolue est meilleure que 2 ‰ avec une stabilité meilleure que 1 ‰.

A cause des temps de thermalisation et d'application du champ magnétique, l'origine des temps dans les mesures de relaxation est défini à 100 s près environ. La précision sur l'instant de la mesure est de l'ordre de la seconde.

1.1.1.2 - Magnétomètre à SQUID

Très récemment le laboratoire a acquit un magnétomètre à SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) de METRONIQUE INSTRUMENTS. Il a été utilisé pour étudier la ligne d'irréversibilité du multifilamentaire NbTi. Cet appareil a actuellement (il persiste des problèmes de signal du porte-échantillon) une sensibilité de 10^{-8} uem et une reproductibilité de quelques 10^{-2} %. Le thermomètre est une résistance "Carbon-Glass" dont la sensibilité est de quelques mK à 4 K.

1.1.2 - Magnétométrie alternative

1.1.2.1 - Susceptibilité alternative

L'appareil utilisé pour les mesures de susceptibilité alternative a été conçu par J. L. Genicon. Il permet de superposer un champ statique au champ

alternatif de mesure, les deux champs étant orientés dans la même direction. Cette technique permet une deuxième approche de la réponse d'un supraconducteur à un champ magnétique important.

Le bruit est de l'ordre de 10^{-9} uem pour un champ alternatif de 1 Oe. On peut donc mesurer aisément un signal de quelques 10^{-9} uem dans un champ statique pouvant varier de 0 à 40 kOe.

La thermométrie est presque identique à celle du magnétomètre à extraction.

1.1.2.2 - Transmissivité

Ce dispositif a été réalisé par J. Gilchrist [10]. La figure 3 montre le montage composé de deux petites bobines identiques ($\phi_{\text{ext}} \approx 0,9$ mm) entourant l'échantillon obligatoirement plat. Une des bobines, soumise à un courant alternatif, crée un champ à la surface de l'échantillon. La tension aux bornes de l'autre bobine est, d'après la loi de Lenz, $e = -d\phi/dt$, ϕ étant le flux magnétique traversant la bobine et t le temps. Cette tension est ensuite analysée par une détection synchrone qui fournit les parties en phase T' et en quadrature T'' du signal transmis à travers l'échantillon. Le signal recueilli est proportionnel à la mutuelle-inductance entre les deux bobines.

Si l'échantillon était une plaque mince de taille infinie, dans l'état Meissner, la mutuelle serait nulle car aucun flux ne traverserait la bobine secondaire. Par contre, dans l'état normal ($T > T_c$) l'échantillon serait transparent au flux et la mutuelle maximale. Toutefois un échantillon réel est de taille finie. La bobine secondaire reçoit donc une partie du signal d'excitation, même lorsque l'échantillon est dans l'état Meissner. Par exemple, le cristal étudié ici a une dimension à peine supérieure à celle des bobines (1 mm x 1,5 mm). Dans l'état Meissner, la fraction de flux vue par la bobine secondaire atteint 40 %. Il est donc nécessaire de normaliser les signaux mesurés avec les conventions suivantes :

- dans l'état Meissner la transmission est nulle à travers le cristal soit $T' = 0$ et $T'' = 0$.
- dans l'état normal $T' = 1$. T'' a été normalisée à la même échelle que T' .

Cette normalisation revient à poser : $\mathcal{C} = T' + iT'' = (M - M_S) / (M_N - M_S)$ avec M la mutuelle mesurée, M_S sa valeur dans l'état Meissner et M_N sa valeur dans l'état normal. Cette mesure de la transmission du flux est très proche d'une mesure de susceptibilité alternative.

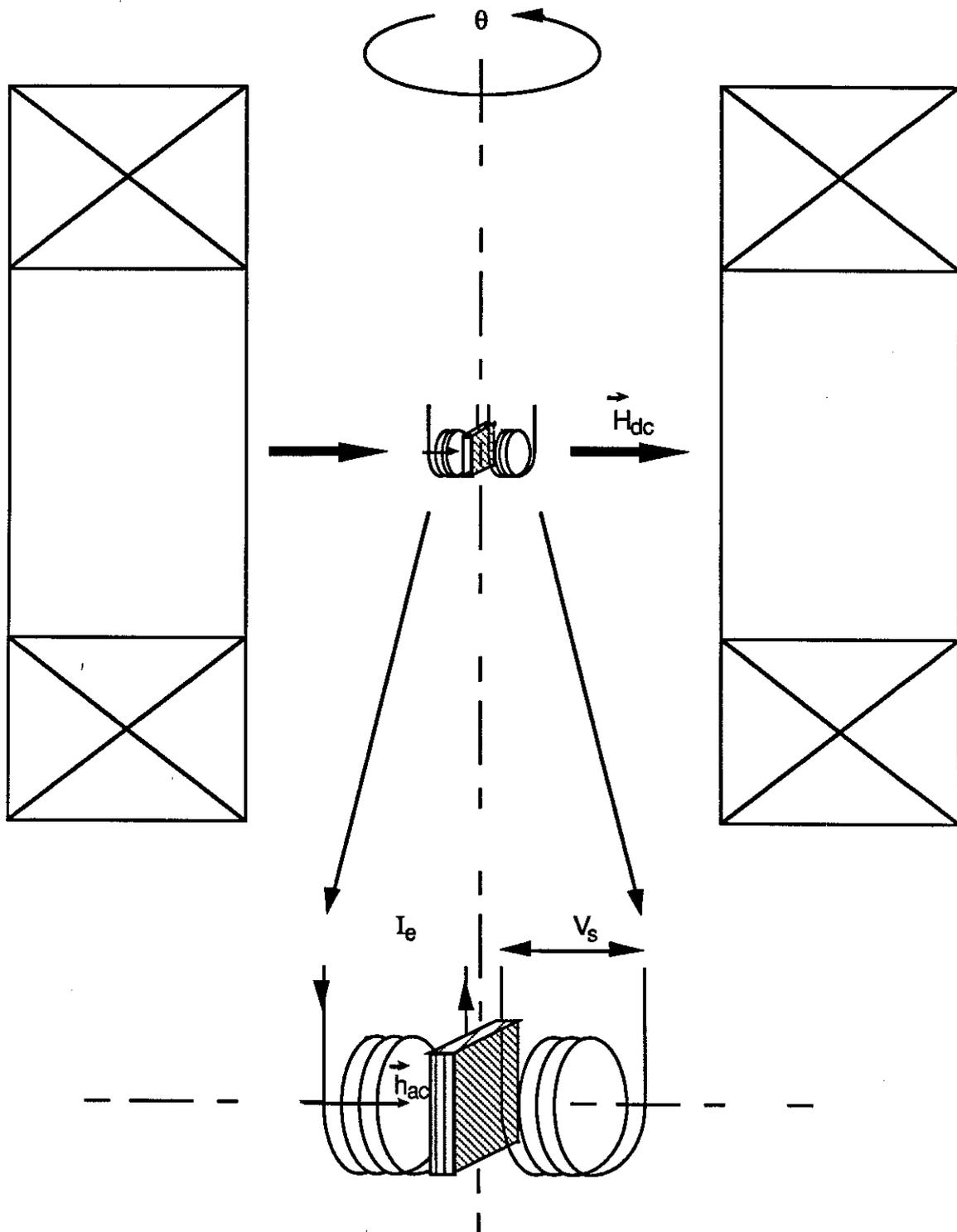


Figure 3 - Dispositif de mesure de la transmissivité d'un échantillon que l'on peut orienter par rapport au champ statique créé par une paire de bobines de Helmholtz.

Pour pouvoir faire des mesures avec un champ statique orienté dans différentes directions par rapport au champ alternatif, le système de mesure, orientable autour de la verticale, a été placé dans une paire de bobines de Helmholtz qui produit un champ dans le plan horizontal (figure 3). La précision sur l'orientation relative des deux champs (angle θ) est meilleure que le degré. L'angle θ peut être changé en cours d'expérience ce qui, malgré la bonne précision, s'est révélé nécessaire pour trouver le minimum de transmission pour le champ statique orthogonal à l'axe \vec{c} du cristal étudié.

Le dispositif ne pouvant pas être thermalisé à une température choisie, les deux seules températures accessibles sont 4,2 K et 77 K. Le principe même du montage impose que le champ alternatif soit orthogonal à la surface de l'échantillon.

I.2 - Synthèse et qualité des échantillons

I.2.1 - Céramique de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$

Une céramique de la phase $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (noté Bi "2223") a été étudiée. Elle a été fabriquée au laboratoire par P. de Rango au cours de sa thèse [11].

I.2.1.1 - Méthode de synthèse

La céramique est obtenue par réaction à l'état solide à partir de poudres de Bi_2O_3 , CuO , SrCO_3 , CaCO_3 et PbO de pureté 99,99 %. Le PbO est ajouté parce qu'il favorise la formation de la phase "2223" au détriment de la phase "2212" [12]. La composition de départ correspond à $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x + 0,6\text{PbO}$.

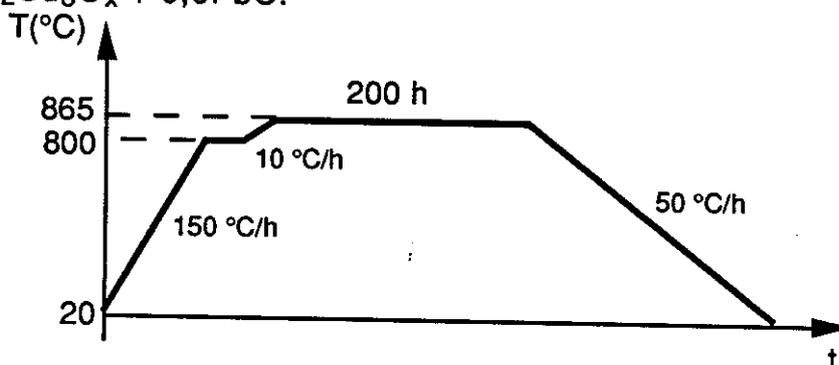


Figure 4 - Cycle thermique de synthèse du Bi "2223".

La poudre est calcinée trois fois durant 24 h à 800 °C. Elle est mélangée et broyée entre chaque calcination de manière à être homogénéisée. La poudre est ensuite pressée en forme de pastille et, après un palier à 800 °C, elle est chauffée à 865 °C pendant 200 h, puis refroidie à une vitesse de 50 °C/h (voir figure 4).

1.2.1.2 - Qualité de la céramique

Le spectre de diffraction de rayons X (figure 5) montre la présence majoritaire de la phase Bi "2223". Les autres petits pics proviennent des phases Bi "2212" et Ca₂PbO₄.

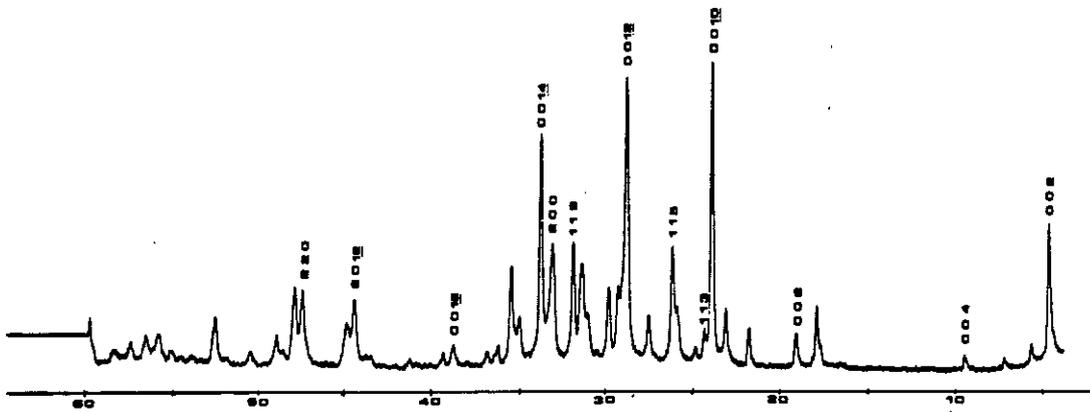


Figure 5 - Spectre de diffraction de rayons X de la céramique Bi "2223".

Un seul échantillon de cette phase a été mesuré. Sa taille est de 1x1x10 mm³ environ pour une compacité de 0,25 seulement car les cristallites, très grosses, sont très peu liées entre elles.

La figure 6 montre les aimantations mesurées sous 10 Oe après refroidissement en champ nul champ (+) et pendant le refroidissement sous champ (□). L'amplitude du signal après refroidissement en champ nul à basse température coïncide avec l'hypothèse de grains découplés et de forme sphérique soit $M/H \approx -1/4\pi(1-n)$ avec $n = 1/3$ (sphère). La transition supraconductrice de la phase "2212" minoritaire (~ 10 %) est visible vers 80 K. La transition supraconductrice à 110 K, après refroidissement en champ nul et après refroidissement sous champ, est assez étroite démontrant le caractère relativement homogène de cet échantillon.

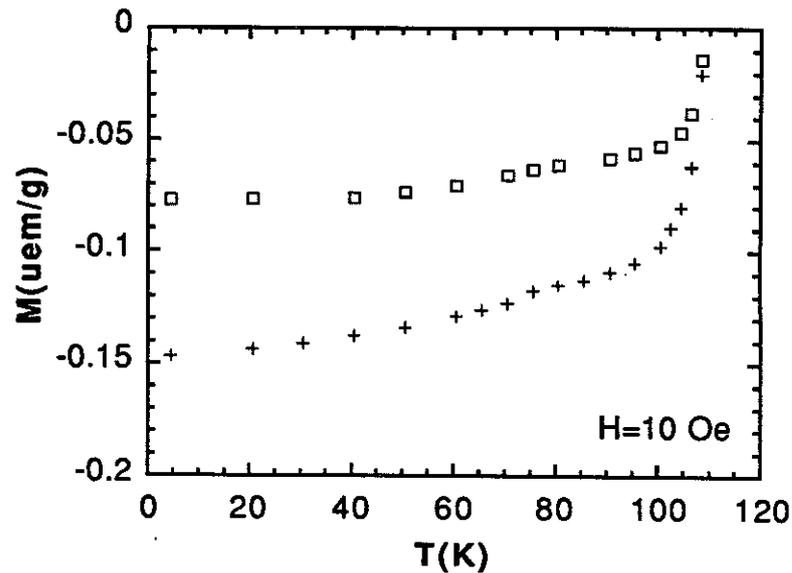


Figure 6 - Courbes d'aimantation sous 10 Oe de la céramique Bi "2223".

+ : mesure effectuée après refroidissement en champ nul.

□ : mesure effectuée pendant le refroidissement sous champ.

1.2.2 - Cristaux de $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$

Dans le cadre d'une collaboration avec le Laboratoire de Chimie du Solide du CNRS à Talence, nous avons étudié des cristaux des phases $TlBaCaCuO$. Ils ont été synthétisés par J. C. Frison qui a soutenu une thèse en 1990 sur la cristallogénèse et la caractérisation d'oxyde supraconducteurs à base de thallium [7]. Il a de même réalisé toutes les caractérisations cristallographiques et chimiques de ces cristaux.

1.2.2.1 - Méthode de synthèse

Des poudres de Tl_2O_3 , CaO et CuO de pureté 99,99 % et BaO_2 de pureté 99 % sont mélangées en proportions stoechiométriques à un flux constitué de $6BaO+10CuO$. Ce flux présente l'avantage de n'avoir aucune réactivité avec le reste du bain car les ions sont communs avec ceux de la phase à cristalliser. Par contre les cristaux ne peuvent être séparés du flux par attaque chimique.

La cristallisation se fait par refroidissement lent en ampoule scellée. Cette méthode est un gage de sécurité vis-à-vis de la toxicité du Tl_2O_3 . Le cycle thermique est présenté figure 7.

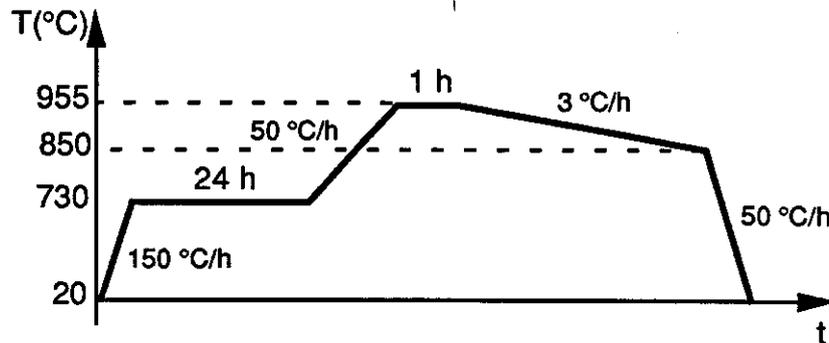


Figure 7 - Cycle thermique de synthèse des cristaux de TI "2212".

Il comporte :

- une montée en température à 150 °C/h,
- un palier à 730 °C où s'effectue une réaction préliminaire,
- une nouvelle montée à 50 °C/h,
- un palier à 955 °C durant lequel le bain s'homogénéise,
- une descente lente de 3 °C/h jusqu'à 850 °C où se réalise la cristallogénèse,
- un retour rapide à la température ambiante à 50 °C/h.

1.2.2.2 - Qualité des cristaux

Pour s'assurer de la bonne qualité des cristaux plusieurs techniques ont été employées sur des cristaux issus du même bain que ceux étudiés ici.

Un diffractomètre à compteur de rayons X permet de caractériser les cristaux. Cependant cette méthode ne renseigne que sur une dizaine de microns en surface, ce qui est insuffisant car, dans ce système, l'épitaxie entre phases différentes est très fréquente.

Une chambre de Weissenberg a été utilisée pour caractériser la tranche des cristaux et s'assurer qu'ils sont bien monophasés.

Les cristaux ont aussi été étudiés à la sonde de Castaing pour connaître leur composition exacte et voir si elle est bien homogène d'un bord à l'autre. Ces études ont montré une bonne qualité des cristaux de ce bain.

Deux cristaux de la phase "2212" ont été étudiés (TI n°1 et TI n°2). Ils proviennent de la même expérience de croissance. Ils présentent les paramètres de maille suivants :

$$a = b = 3,861 \text{ \AA}$$

$$c = 29,413 \text{ \AA}.$$

Le cristal TI n°1 est montré figure 8. Ses dimensions sont 1,5x1x0,2 mm³ environ pour une masse de 1,15 mg.

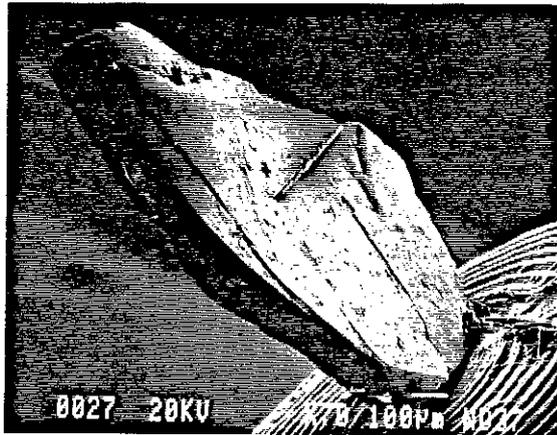


Figure 8 - Photographie au Microscope Electronique à Balayage (MEB) du cristal TI n°1. Les taches blanches sur la tranche proviennent de graisse à vide que nous n'avons pu enlever.

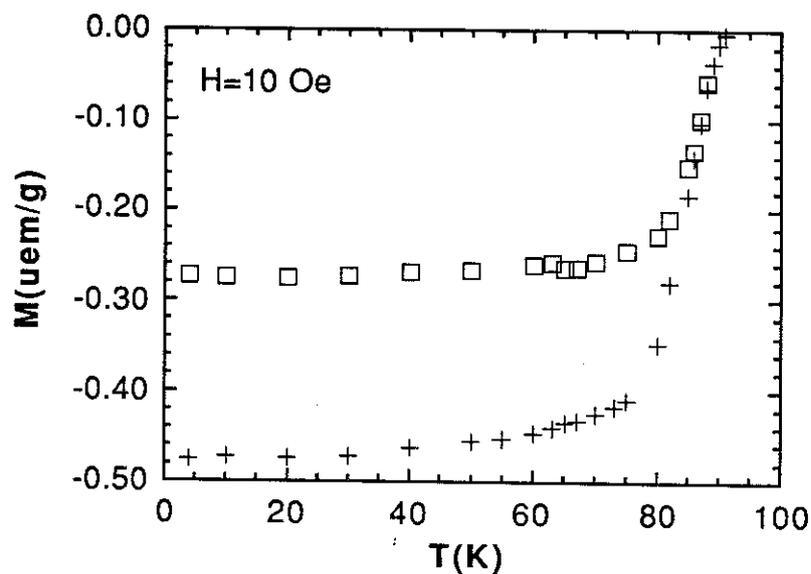


Figure 9 - Courbes d'aimantation sous 10 Oe du cristal TI n°1.

+ : mesure effectuée après refroidissement en champ nul.

□ : mesure effectuée pendant le refroidissement sous champ.

Nous avons mesuré l'aimantation dans un champ de 10 Oe appliqué suivant l'axe \vec{c} . Ce cristal présente une transition à 91 K après refroidissement en champ nul (+) et pendant le refroidissement sous champ (\square) (figure 9). La grande amplitude de l'aimantation après refroidissement en champ nul provient de la valeur importante du coefficient de champ démagnétisant (voir annexe 2).

Le cristal TI n°2, d'une masse de 640 μg , transite à 101 K avec une transition assez étroite (figure 10). Il a été peu étudié jusqu'à présent mais le sera prochainement avec le SQUID.

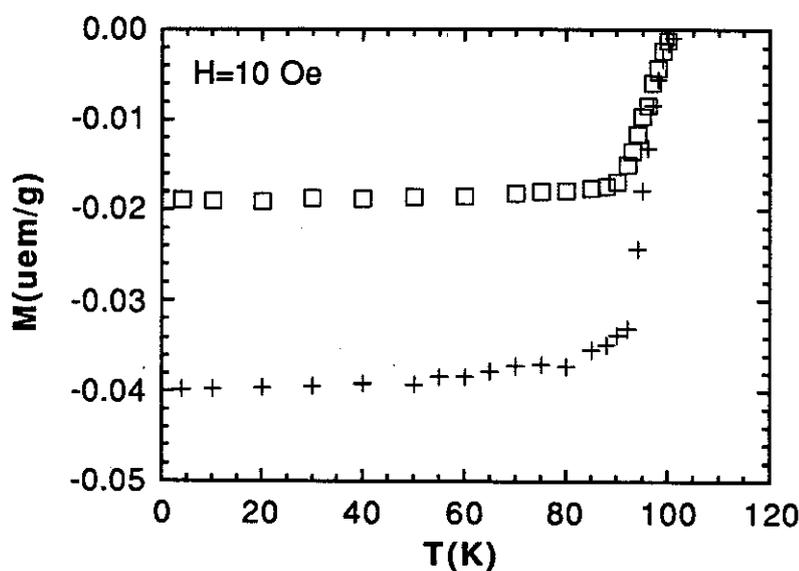


Figure 10 - Courbes d'aimantation sous 10 Oe du cristal TI n°2.

1.2.3 - Multifilamentaires NbTi

Différents brins multifilamentaires fabriqués par Alstom Intermagnetics S. A. (AISA) [13,14] ont été étudiés. Leur fabrication comporte plusieurs étapes. Le brin est constitué de m faisceaux identiques, eux-même constitués de n filaments élémentaires en NbTi entourés d'une matrice en CuNi (n et m étant de l'ordre de quelques centaines à un millier) (figure 11).

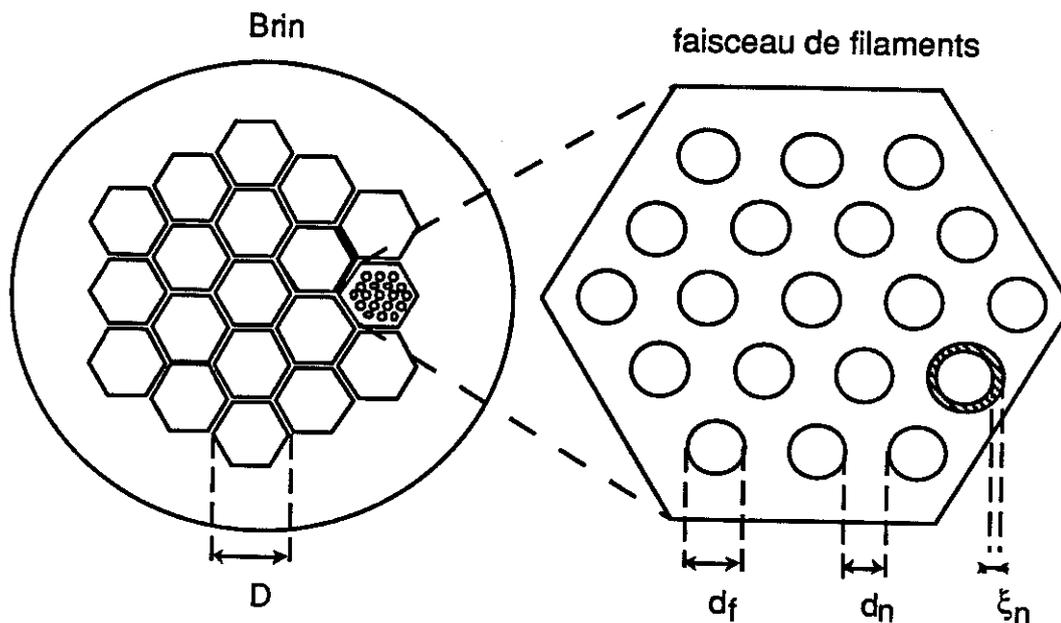


Figure 11 - Schéma de la structure des brins.

Le tableau 1 résume les caractéristiques principales des différents brins étudiés soient : le diamètre du brin, le diamètre des faisceaux de filaments D , le nombre de filaments par faisceau, le diamètre des filaments d_f et l'espace entre filaments d_n .

Contrairement aux brins commerciaux, ces brins ne sont pas torsadés, afin de permettre une approche plus simple de leur comportement sous champ magnétique. Les filaments de NbTi sont donc parallèles à l'axe du brin.

Les échantillons sont tous constitués de quelques dizaines de brins droits de 4 mm de longueur collés côte-à-côte et avec leurs axes parallèles. Les extrémités des brins ont été polies mécaniquement afin d'éviter que des filaments voisins, légèrement couchés sur le bord du brin, ne soient reliés par un court-circuit. Ils constitueraient des boucles supraconductrices créant une aimantation sans rapport avec le comportement propre du brin. Ces échantillons ont toujours été étudiés en champ parallèle ou perpendiculaire aux filaments.

brin n°	diamètre du brin (mm)	nombre de faisceaux	diamètre d'un faisceau D (μm)	nombre de filaments par faisceau	diamètre d'un filament d_f (nm)	espace entre filaments d_n (nm)
1	0,12	1050	3,6	919	53	51
2	0,18	1050	5,3	919	79	76
3	0,21	463	9,4	817	140	125
4	0,12	96	8,8	151	580	76

Tableau 1 - Tableau donnant les principales caractéristiques des différents brins étudiés.

CHAPITRE II

CHAMP DE PREMIERE PENETRATION DU FLUX : H_p .

Contrairement à un supraconducteur de type I qui, sous champ, transite brutalement de l'état Meissner à l'état normal, un supraconducteur de type II transite progressivement en passant d'abord dans l'état mixte.

II.1 - Définition de H_{c1}

Au-delà du champ de première pénétration H_{c1} , le flux pénètre l'échantillon sous forme de ligne de flux quantifié appelées vortex, comme l'a montré Abrikosov en 1957 [15].

Les vortex peuvent pénétrer le supraconducteur lorsque l'énergie magnétique gagnée par l'entrée du flux :

$$E_M \approx - \frac{H^2}{8\pi} \pi \lambda^2 L \quad (4)$$

devient égale ou supérieure à l'énergie de condensation perdue en faisant transiter le cœur du vortex :

$$E_C \approx \frac{H_c^2}{8\pi} \pi \xi^2 L \quad (5)$$

avec H le champ magnétique, H_c le champ critique thermodynamique, λ la profondeur de pénétration, ξ la longueur de cohérence et L l'épaisseur de l'échantillon. Ce qui donne [16] :

$$H_{c1}^2 \lambda^2 \approx H_c^2 \xi^2 \quad (6)$$

or

$$H_c = \frac{\phi_0}{2\sqrt{2}\pi\lambda\xi} \quad (7)$$

donc

$$H_{c1} \approx \frac{\phi_0}{2\sqrt{2}\pi\lambda^2} \quad (8)$$

ϕ_0 étant le quantum de flux : $\phi_0 = hc/2e$, avec h la constante de Planck, c la vitesse de la lumière et e la charge de l'électron.

En fait ce calcul n'est que très approximatif. Le calcul exact tient compte de la répartition des courants d'écrantage autour du cœur du vortex et du fait qu'aucun courant ne circule à une distance inférieure à ξ du centre du vortex (le cœur du vortex de rayon ξ est à l'état normal). Ce qui donne :

$$H_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda^2} \ln\left(\frac{\lambda}{\xi}\right) \quad (9)$$

Le terme $\ln(\lambda/\xi)$ provient de la coupure à la distance ξ .

II.2 - Supraconducteur de type II idéal

Au champ H_{c1} , l'entrée des vortex correspond à la transition vers l'état mixte. Les vortex n'interagissant pas tant qu'ils sont à des distances supérieures à λ , ils pénètrent en grand nombre à H_{c1} jusqu'à ce qu'ils se repoussent lorsqu'ils sont séparés d'une distance de l'ordre de λ . La courbe de première aimantation $M(H)$ a une divergence logarithmique lorsque H décroît jusqu'à H_{c1} .

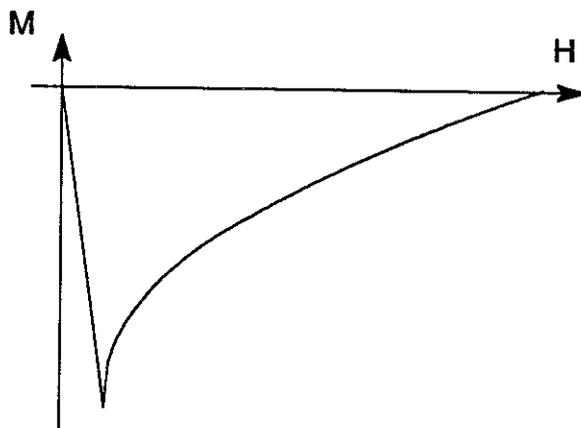


Figure 12 - Courbe d'aimantation d'un supraconducteur de type II idéal.

II.3 - Supraconducteur de type II réel

Un supraconducteur de type II réel se comporte très différemment. Au champ H_{c1} le flux commence à pénétrer à la surface de l'échantillon mais ne peut entrer plus en profondeur car il est piégé par les défauts d'une taille de l'ordre de ξ^3 . Ces défauts peuvent être des inclusions normales ou des écarts à la stoechiométrie. En effet pour se dépiéger un vortex ancré sur un défaut ponctuel, c'est-à-dire d'une taille de l'ordre de grandeur de ξ^3 (les défauts plus petits ou plus grands sont beaucoup moins efficaces), doit franchir une barrière énergétique correspondant à l'énergie de condensation des électrons supraconducteurs sur le volume ξ^3 , soit environ $H_c^2 \xi^3 / 8\pi$.

La susceptibilité dM/dH ne présente, dans ce cas, pas de discontinuité à H_{c1} , la courbe d'aimantation $M(H)$ est seulement légèrement courbée.

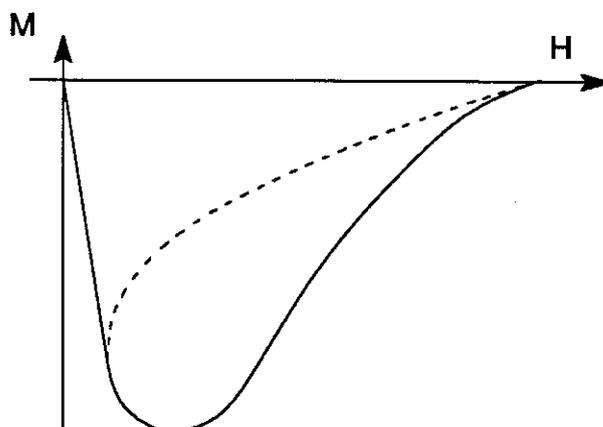


Figure 13 - Courbe de première aimantation d'un supraconducteur de type II réel.

C. P. Bean et J. D. Livingston [17] ont montré qu'un échantillon dont la surface est très plane présente une barrière à l'entrée des premiers vortex. Un vortex très proche de la surface de l'échantillon a des lignes de courant déformées par l'impossibilité qu'ont les paires de Cooper de sortir de l'échantillon. Cet effet de surface est équivalent à la présence d'un vortex image (vortex de direction opposé) à l'extérieur de l'échantillon à une position symétrique par rapport à la surface. Le vortex et son image s'attirent. Cet effet s'oppose à la force attractive provenant du gradient de flux à la surface de l'échantillon sur une profondeur λ . Le vortex ne peut alors passer à l'intérieur de l'échantillon qu'en franchissant une barrière énergétique résultant de ces 2 effets contraires. Cette barrière peut, dans le cas d'une surface parfaite, correspondre à un champ de première pénétration H_p de l'ordre du champ critique thermodynamique H_c :

$$H_p \approx H_c = \frac{\Phi_0}{2\sqrt{2}\pi\lambda\xi} \quad (10)$$

soit une valeur très supérieure à H_{c1} pour des supraconducteurs de type II extrême, c'est-à-dire ayant un grand paramètre de Ginzburg-Landau (G.-L.) $\kappa = \lambda/\xi$.

Le champ de première pénétration sera dorénavant appelé H_p car il peut avoir une valeur supérieure à H_{c1} .

II.4 - Evaluation de H_p à partir de la première aimantation

Il est très difficile d'évaluer un écart à la linéarité de l'aimantation M en fonction du champ appliqué H dans la courbe de première aimantation et donc de déterminer le champ de première pénétration du flux H_p , et cela pour plusieurs raisons.

a) Les échantillons réels, qu'ils soient des monocristaux ou des céramiques, ne sont pas des ellipsoïdes parfaits. Le champ interne H_i (voir annexe I) n'est donc pas uniforme mais présente des maxima au niveau des pointes et des minima vers les creux de l'échantillon. Un cristal supraconducteur à haute température critique, par exemple, se présente généralement sous forme d'un parallélépipède rectangle qui possède des sommets anguleux où le champ interne est plus élevé que la valeur moyenne donnée par la susceptibilité initiale :

$$H_i = \frac{H_a}{1 - n} \quad (11)$$

H_a étant le champ appliqué et n le coefficient de champ démagnétisant moyen.

b) A suffisamment basse température (en dessous de 20 K pour les supraconducteurs à haute température critique), la pénétration par les pointes peut créer des micro-sauts de flux. Le mouvement des vortex entrés lors d'un de ces sauts chauffe localement l'échantillon à une température supérieure à celle de l'expérience. Il en résulte un affaiblissement du piégeage des vortex qui peuvent se propager plus facilement à l'intérieur de l'échantillon. Ce processus de type avalanche peut faire pénétrer une quantité de vortex très supérieure au seul effet de pointe.

c) A basse température le piégeage des vortex étant fort, très peu de vortex peuvent pénétrer l'échantillon au champ H_{c1} . La courbe de première aimantation s'écarte alors de la linéarité avec le champ appliqué que très progressivement.

Pour ces différentes raisons, l'évaluation de H_p est très difficile et dépend fortement, dans le cas d'un piégeage important, de la sensibilité de l'appareil utilisé. L'expérimentateur ne pourra détecter, au mieux, qu'un écart égal à la sensibilité de son magnétomètre. Or cet écart peut se produire pour un champ très supérieur à H_p , ce qui fausse d'autant la valeur apparente mesurée.

II.5 - Autres méthodes d'évaluation de H_p

Le champ de première pénétration peut être évalué à partir d'autres méthodes dont la liste n'est pas exhaustive.

II.5.1 - Relaxation d'aimantation

Tant que le champ interne est inférieur à H_{c1} , l'aimantation ne peut relaxer car elle est égale à sa valeur thermodynamique. Par contre au-dessus de H_{c1} l'aimantation d'un système où il y a du piégeage doit relaxer vers sa valeur à l'équilibre. Une méthode de mesure de H_{c1} consiste donc à mesurer la relaxation en fonction du champ à température fixe. H_{c1} correspond à l'apparition d'une relaxation. cette méthode est en théorie précise mais très longue. De plus elle ne peut être appliquée que si la bobine créant le champ magnétique relaxe beaucoup moins que l'échantillon étudié, ce qui n'est pas toujours le cas.

II.5.2 - Cycles mineurs

Une autre méthode consiste, à température fixe, à faire des cycles d'aimantation d'amplitude croissante. Le champ de première pénétration est dépassé lorsqu'une aimantation rémanente apparait quand on ramène le champ à zéro. Toutefois cette méthode souffre d'un inconvénient proche de celui de la méthode directe à partir de la première aimantation : la difficulté d'évaluer une très faible aimantation.

II.6 - Résultats expérimentaux pour le cristal n°1 suivant l'axe \vec{c}

Représenter la première aimantation par une courbe induction B en fonction du champ interne H_i permet de déduire plus facilement le champ de

première pénétration H_p car cette courbe présente une cassure très nette à H_p contrairement à $M(H_a)$.

L'évaluation de l'induction B et du champ interne H_i à partir du champ appliqué H_a et de l'aimantation M nécessite la connaissance du coefficient de champ démagnétisant n :

$$B = H_i + 4\pi M \quad (12)$$

$$H_i = H_a - 4\pi n M \quad (13)$$

soit :
$$B = H_a + 4\pi(1-n)M \quad (14)$$

Le coefficient n a été calculé de deux manières (voir l'annexe I). D'abord à partir de la pente de la courbe de première aimantation à $H \ll H_{c1}$, en supposant que l'échantillon est totalement supraconducteur, ce qui donne $n = 0,77$. Ensuite en assimilant le cristal à un ellipsoïde d'axes principaux égaux à ses plus grandes dimensions. Cette deuxième méthode donne $n = 0,78$, ce qui est en très bon accord avec la valeur expérimentale. Par la suite nous retiendrons pour n la valeur expérimentale $n = 0,77$.

II.6.1 - Hautes températures

La figure 14 montre l'induction B en fonction du champ interne H_i pour les courbes de première aimantation à 60 K (+), 70 K (\square), 77 K (x) et 85 K (\bullet).

A bas champ le cristal est dans l'état Meissner et donc $B = 0$. Quand le champ croît au-delà de H_p (montré à chaque température par une flèche verticale), le flux commence à entrer et B croît. H_p est très bien défini très près de T_c (à 85 K) car la courbe d'aimantation est, dans ce cas, très semblable à celle d'un supraconducteur parfait. Par contre, à 60 K H_p est plus difficile à évaluer mais l'incertitude reste cependant faible.

La courbe à 60 K présente une diminution anormale de H_i vers 150 Oe. Cette forme peut s'expliquer par le fait que le champ interne n'est pas uniforme. La valeur portée en abscisse n'est donc qu'une valeur moyenne. De plus cette valeur a été calculée à partir des points mesurés dans l'état Meissner et peut être légèrement différente quand le flux a commencé à entrer. De toute façon, même si le cristal était un ellipsoïde parfait mais avec un fort piégeage, le flux pénétrerait au-dessus de H_p par l'équateur et rendrait le champ interne non uniforme. La représentation en champ interne n'est donc pas parfaitement correcte au-dessus de H_p .

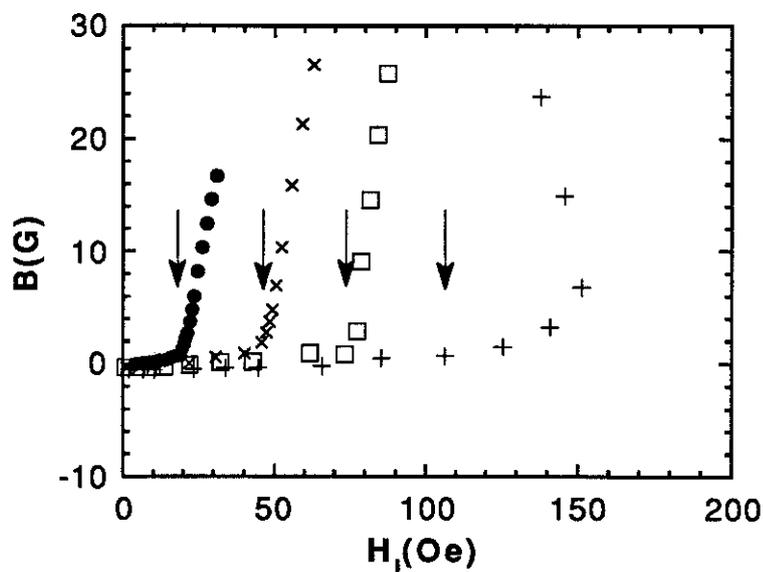


Figure 14 - Induction en bas champ du cristal TI n°1 à 60 K (+), 70 K (\square), 77 K (x) et 85 K (\bullet). Les flèches correspondent aux H_p à ces températures.

La figure 15 montre la partie haute température de la courbe $H_p(T)$ déduite des courbes présentées figure 14. Entre 60 K et T_c , H_p décroît linéairement avec T ce qui est en accord avec le comportement de H_{c1} prédit par la théorie G.-L.:

$$H_{c1}(T) = \frac{\phi_0}{4\pi\lambda(T)^2} \ln\left(\frac{\lambda(T)}{\xi(T)}\right) \quad (15)$$

$$\text{avec } \lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}}$$

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

Cet excellent accord avec G.-L. démontre que, dans ce domaine de températures, les mesures donnent bien la valeur thermodynamique H_{c1} .

Les tirets représentent le meilleur ajustement des points expérimentaux compris entre 60 et 85 K.

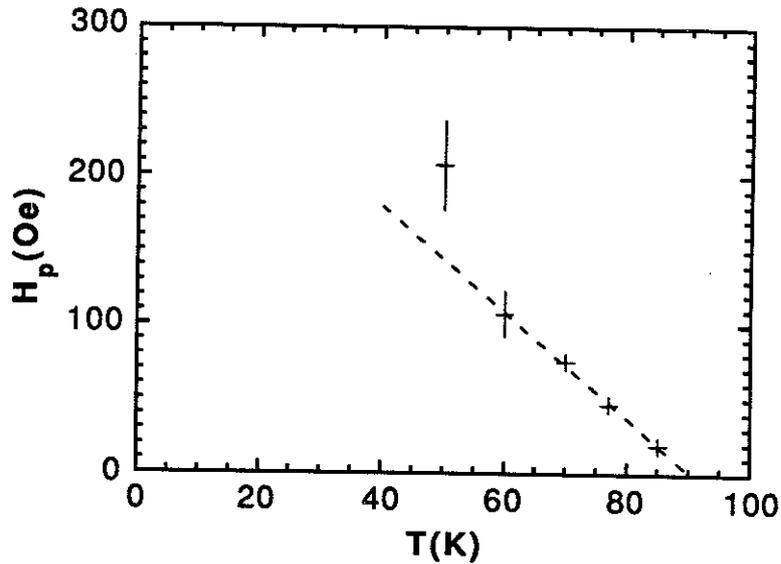


Figure 15 - Partie haute température de la courbe $H_p(T)$ du cristal TI n°1. La taille des barres verticales représente l'incertitude sur H_p .

Bien que ce composé ait des propriétés physiques anisotropes, sa structure quadratique implique un comportement isotrope dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . L'expression du H_{c1} suivant \vec{c} sera donc donnée par la théorie G.L. isotrope (équation 15) avec $\lambda = \lambda_{ab}$ et $\xi = \xi_{ab}$. Ce qui donne :

$T_c = 90,5$ K au lieu de 91 K trouvés en $M(T)$ à bas champ.

$\lambda_{ab}(0) = 1360$ Å en prenant $\xi_{ab}(0) = 40$ Å, valeur calculée au chapitre IV.

Cette valeur de λ_{ab} est plus faible que celle trouvée par R. Schilling et col. [18] sur le même composé par une méthode analogue : $\lambda_{ab}(0) = 2210$ Å. Par contre notre valeur est très cohérente avec les valeurs de la littérature pour différents supraconducteurs à haute température critique (Bi"2223" et YBaCuO): $\lambda_{ab} \sim 1500$ Å [19,20]. En effet λ_{ab} , contrairement à λ_c , semble peu dépendant de la structure considérée pour ces différents oxydes de cuivre.

II.6.2 - Basses températures

En dessous de 60 K environ, H_p croît plus vite que $1-T/T_c$ prévu pour H_{c1} dans la théorie G.-L. et présente par conséquent une courbure vers le haut (figure 15), ce qui est tout à fait inhabituel car H_{c1} tend généralement à

satuer à basse température en suivant la loi phénoménologique (Gorter-Casimir [21]) :

$$H_{c1}(T) = H_{c1}(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right] \quad (16)$$

Les figures 16 et 17 montrent toute la courbe $H_p(T)$ en échelles normale et semi-logarithmique. La courbure s'accroît de plus en plus vers les basses températures et H_p semble même diverger à très basse température.

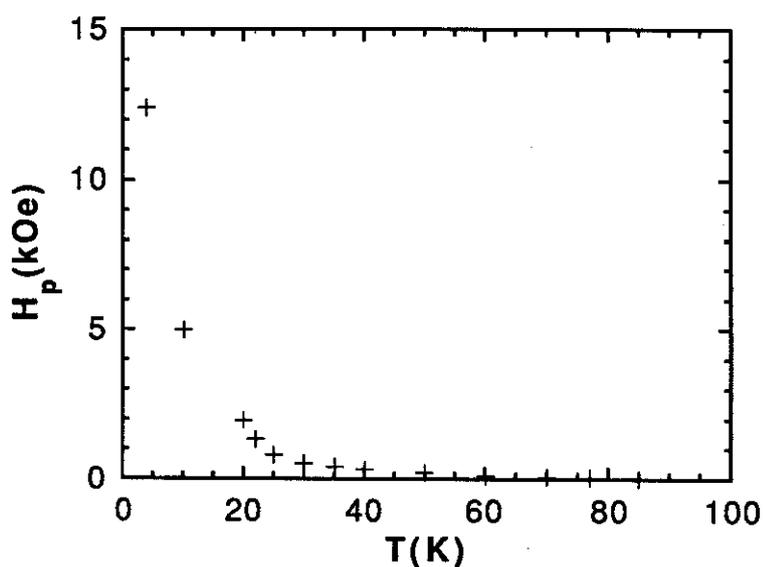


Figure 16 - $H_p(T)$ du cristal TI n°1.

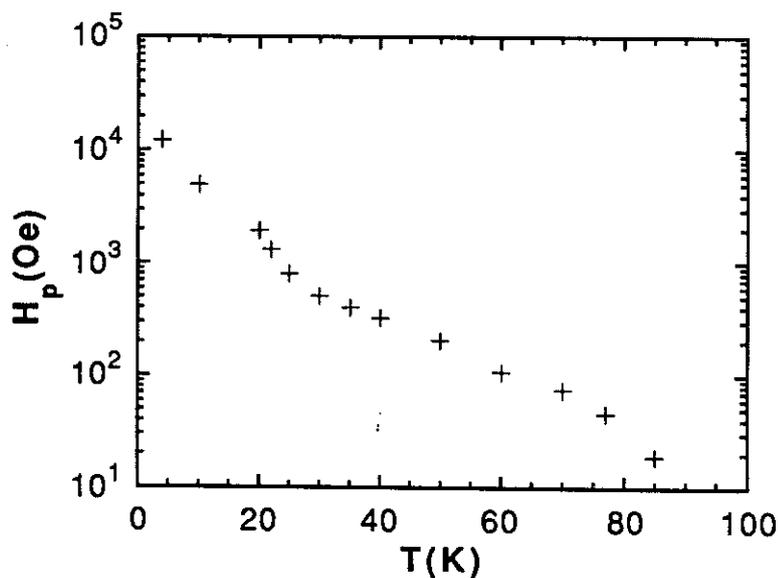


Figure 17 - $H_p(T)$ du cristal TI n°1 en échelle semi-logarithmique.

Ce comportement a été qualitativement observé dans pratiquement tous les supraconducteurs à haute température critique mais avec une divergence moins accentuée [22-25], notamment dans les composés au bismuth dont les propriétés sont proches de celles du TI "2212". Pour YBaCuO, la remontée à basse température de H_p [22] a aussi été observée mais elle est beaucoup plus faible que celle présentée figure 17.

L'explication la plus simple consiste à attribuer cette courbure uniquement au piégeage des vortex. Toutefois la courbure de H_p apparaît en dessous de 60 K. Jusqu'à 40 K les courbes de première aimantation sont encore très proches de celles d'un supraconducteur idéal. Elles sont aussi très réversibles, ce qui suggère que le piégeage est encore faible à cette température. De plus, à très basse température, le piégeage semble insuffisant pour expliquer un accroissement de H_p aussi important (d'un facteur 30 entre 40 et 4 K).

J. P. Ströbel et col. [25] ont proposé un modèle pour expliquer, dans YBaCuO, un H_{c1} apparent croissant fortement à basse température. Leur modèle est basé sur l'hypothèse qu'il existe au sein du matériau deux phases supraconductrices avec des températures et des champs critiques différents. H_{c1} serait dominé par une phase à basse température et par l'autre à haute température. Toutefois ce modèle prévoit une cassure dans la courbe $H_{c1}(T)$ lorsqu'on passe d'un régime à l'autre, ce qui est en contradiction avec le H_p mesuré ici, dont la dérivée dH_p/dT croît progressivement à mesure que T décroît mais sans discontinuité.

T Koyama et col. [26] expliquent quant à eux la courbure du champ de première pénétration par un modèle proche de celui que nous avons proposé pour expliquer la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs à haute température critique à base de thallium et de bismuth [20,27] (voir le chapitre III). Les auteurs supposent le matériau constitué d'une alternance de feuillets supraconducteurs : les multi-plans CuO_2 , et de feuillets normaux : les plans BaO, SrO, LaO ou les chaînes CuO selon la phase considérée. En effet les meilleurs échantillons ont une résistivité de type métallique suivant l'axe \vec{c} [28], ce qui suggère que ces plans puissent être métalliques et non isolants. Les plan BiO, TlO, Y et Ca sont considérés comme isolants et leur effet peut être intégré dans les constantes de couplage entre les différents autres plans. Les plans normaux deviennent supraconducteurs par effet de proximité [29].

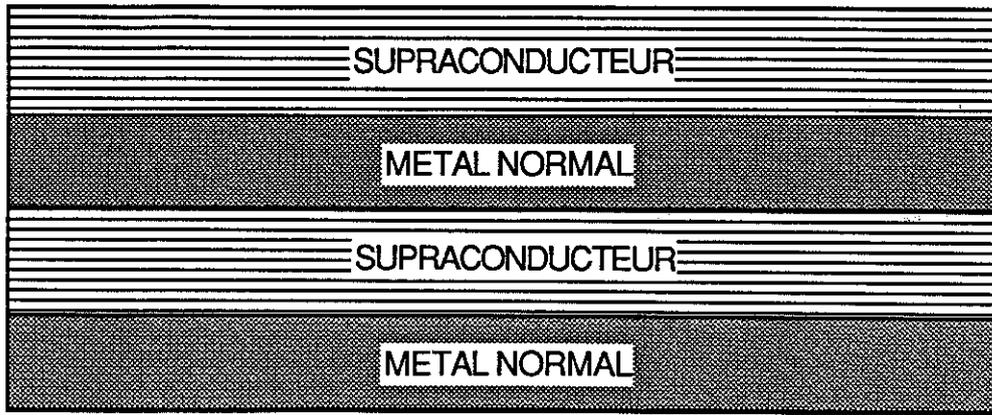


Figure 18 - Structure lamellaire des supraconducteurs à base de Bi ou de Tl suivant le modèle d'effet de proximité.

Près de T_c , seuls les multi-plans CuO_2 sont supraconducteurs. L'énergie de condensation des électrons supraconducteurs perdue lors de la pénétration d'un vortex correspond au seul volume de ces multi-plans CuO_2 et H_p suit la théorie G.-L. Lorsque la température décroît, les électrons supraconducteurs des plans normaux acquièrent une énergie de condensation qui croît beaucoup plus rapidement que celle de G.-L., alors que l'énergie magnétique gagnée lors de la pénétration du vortex est peu différente de celle d'un supraconducteur massif. Il en résulte une courbure de H_{c1} de plus en plus prononcée vers les basses températures. La figure 19 montre la dépendance en température de H_{c1} , calculée numériquement avec ce modèle en prenant un paramètre de G.-L. $\kappa = \lambda/\xi = 5$. Le paramètre L représente le nombre de plans supraconducteurs et normaux :

$L = 2$: 1 plan supraconducteur et 1 plan normal

$L = 3$: 1 plan supraconducteur et 2 normaux : $(\text{LaSr})_2\text{CuO}_4$

$L = 4$: 2 plans supraconducteurs et deux normaux : $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$

$L = 5$: 2 plans supraconducteurs et 3 normaux : $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Le paramètre de G.-L. $\kappa = 5$ choisi par T. Koyama et col. pour leur calcul est très inférieur à celui trouvé pour notre cristal n°1 : $\kappa = 30-40$ (voir chapitre IV). Or les auteurs montrent que la courbure croît avec κ . Pour un κ de 30 à 40, H_{c1} doit donc être beaucoup plus courbé et ressembler, au moins qualitativement, au H_p expérimental du cristal n°1, sauf pour les très basses températures ($T < 20$ K) où l'influence du piégeage sur la courbe $H_p(T)$ semble importante.

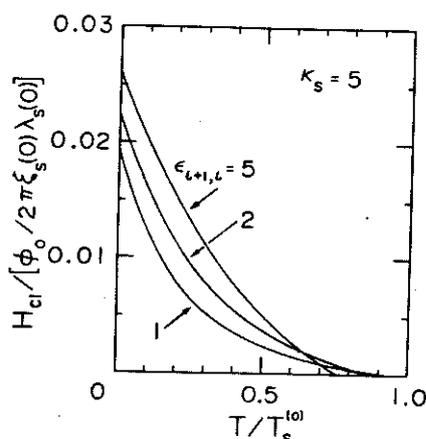


Figure 19 - Dépendance en température de H_{c1} d'après T. Koyama et col. [26] pour différentes valeurs du couplage inter-plans $\epsilon_{i+1,i}$. $T_s^{(0)}$ est la température critique à 0 K des plans supraconducteurs.

D. Davidovic et col. [30] ont proposé pour YBaCuO un modèle basé aussi sur l'effet de proximité. Toutefois dans leur modèle l'effet de proximité n'est pas intrinsèque à la structure du matériau mais se produit dans les micro-défauts supposés être métalliques. Cependant, la courbure de H_p a été observé dans presque tous les composés à base d'oxyde de cuivre, y compris dans les meilleurs cristaux où de tels micro-défauts, s'ils existent, sont peu nombreux et ne peuvent expliquer les courbes $H_p(T)$ observées.

II.7 - Conclusion sur H_p

Finalement, à haute température, le champ de première pénétration du flux H_p correspond bien à sa valeur thermodynamique H_{c1} . Ce résultat nous a permis de calculer une valeur de $\lambda_{ab}(0)$ tout à fait en accord avec les valeurs de la littérature. A plus basse température, la meilleure interprétation de la courbure vers le haut de $H_p(T)$ semble être celle basée sur l'existence intrinsèque à la structure de ces matériaux de plans CuO_2 supraconducteurs et de blocs normaux devenant supraconducteurs par effet de proximité, comme nous l'avons proposé en 1989. Même si l'effet de proximité intrinsèque peut renforcer le champ critique H_{c1} aux basses températures, cette interprétation n'exclue pas que la valeur expérimentale de $H_p(T)$ soit, aux basses températures, bien supérieure à cette nouvelle valeur de H_{c1} . Le piégeage du flux notamment semble jouer un rôle très important à très basse température.

Toutefois au températures intermédiaires la courbes $H_p(T)$ sera réinterprétée au chapitre III.3 en utilisant les résultats concernant la ligne d'irréversibilité.

CHAPITRE III

LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE.

III.1 - Généralités

III.1.1 - Premières observations

La première observation d'une aimantation réversible dans les supraconducteurs à haute température critique a été faite en 1987 par K. A. Müller et col. [8]. La figure 20 présente une courbe d'aimantation typique en fonction de la température après refroidissement en champ nul et pendant le refroidissement sous champ d'après les auteurs sus-cités. La courbe a été réalisée sous un champ statique de 300 Oe sur une céramique de $\text{La}_2\text{CuO}_{4-y} : \text{Ba}$.

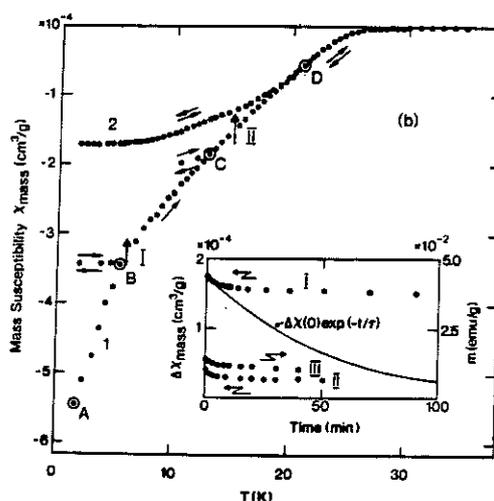


Figure 20 - Dépendance en température de la courbe après refroidissement en champ nul et pendant le refroidissement sous champ montrant un comportement irréversible à basse température et réversible à haute température d'après K. A. Müller et col. [8].

Le processus expérimental est le suivant : l'échantillon est refroidi en champ nul jusqu'à la température du point A. Le champ est appliqué, puis l'échantillon est chauffé pour effectuer la mesure après refroidissement en champ nul. Aux points B et C, une mesure en refroidissant l'échantillon, montre un comportement non réversible (\nrightarrow). Par contre à partir du point D l'aimantation ne dépend plus du chemin suivi démontrant le comportement réversible du système dans ce cas. Le point D (température $T^*(H)$) sépare un régime à basse température où l'aimantation M est irréversible d'un régime à haute température où M est réversible. La ligne représentant ce point en fonction du champ appliqué sera dorénavant appelée la ligne d'irréversibilité. Elle suit, près de T_C , la loi :

$$H^*(T) \propto \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{3/2} \quad (17)$$

que les auteurs interprètent comme le reflet d'un état verre de vortex à basse température, par analogie avec les verres de spins.

Cette ligne a ensuite été observée par la même méthode par Y. Yeshurun et col. sur une céramique [31] puis sur un monocristal [32] d'YBaCuO.

P. L. Gammel et col. ont été les premiers à observer cette ligne par une autre méthode. Leur méthode consiste à observer la ligne de dépiégeage mécanique en regardant la réponse, en fonction de la température, d'un système composé du cristal ayant un réseau de vortex, collé sur un oscillateur mécanique. Lorsque les vortex deviennent mobiles, la fréquence de résonance du système change et une dissipation apparaît. Ces auteurs ont fait des mesures sur des monocristaux d'YBaCuO et de Bi "2223". Ce dernier composé est réversible jusqu'à beaucoup plus basse température que l'YBaCuO et semble par cette méthode être réversible même en champ nul sur une large gamme de températures en dessous de T_c , ce qui semble en contradiction avec les résultats trouvés par d'autres méthodes.

III.1.2 - Critère retenu en aimantation

La figure 21 montre en (a) la susceptibilité alternative mesurée à 9,152 Hz sous un champ alternatif de 0,3 Oe et un champ statique $H_a = 500$ Oe pour le cristal TI n°1, les deux champs étant appliqués suivant l'axe \vec{c} du cristal. Ces résultats ont déjà été partiellement présentés à la conférence LT 19 [27]. La partie réelle χ' caractéristique d'un diamagnétisme parfait à basse température, commence à chuter vers 50 K pour s'annuler à 61 K. La partie imaginaire χ'' présente un pic vers 58 K. En (b) est présentée l'aimantation après refroidissement en champ nul (+) et pendant le refroidissement sous champ (\square). Les deux courbes se séparent à la température T^* (montrée par une flèche) très proche du maximum de χ'' .

Les figures 22 et 23 présentent les mêmes résultats pour des champs statiques de 1 kOe et 2 kOe respectivement. Bien que le champ alternatif utilisé en susceptibilité soit très faible $h_{ac} = 0,3$ Oe, la valeur T^* déduite de la courbe d'aimantation se situe entre 50 % et 90 % de la valeur initiale de χ' . Cela montre qu'au-delà du problème du critère à choisir en susceptibilité, les deux méthodes donnent des résultats très proches malgré les différences

de vitesse de mesure : $\sim 10^3$ s par point en aimantation contre $1/\nu \sim 0,1$ s en susceptibilité alternative soit un facteur 10^4 entre les deux méthodes.

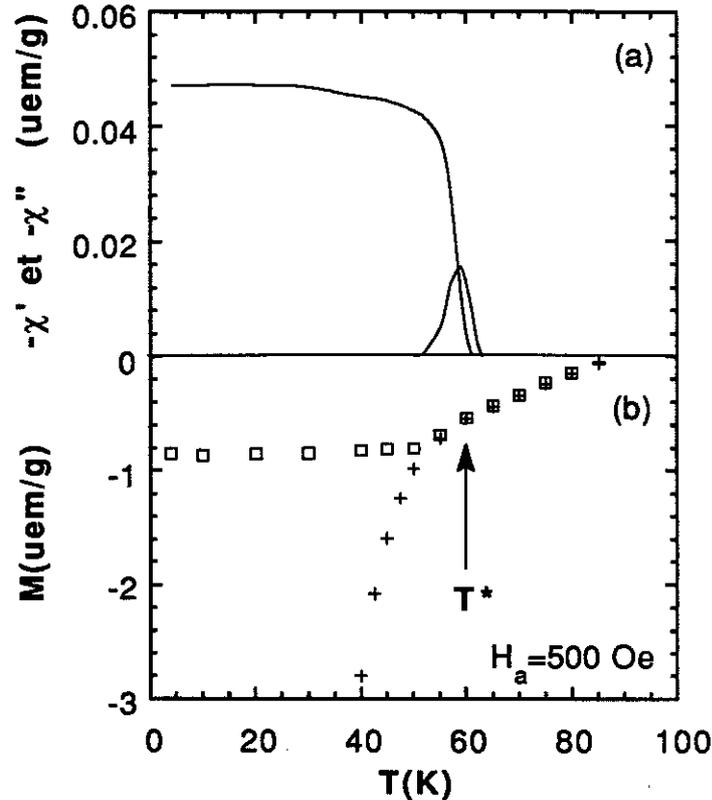


Figure 21 - Cristal TI n°1 : (a) parties réelle χ' et imaginaire χ'' de la susceptibilité alternative. (b) courbes d'aimantation après refroidissement en champ nul (+) et pendant le refroidissement sous champ (\square).

La figure 24 montre les susceptibilités statiques M/H après refroidissement en champ nul et pendant le refroidissement sous champ ainsi que la valeur retenue pour T^* (H) pour 4 valeurs du champ H : 50 Oe (---), 100 Oe (-----), 500 Oe(— — —) et 2000 Oe(- - - -).

La figure 25 présente l'ensemble des points $H^*(T)$ ($\Leftrightarrow T^*(H)$) pour le cristal TI n°1. Les (\square) correspondent aux mesures d'aimantation $M(T)$ sous champ constant et les (+) à 90 % de la valeur à basse température de la susceptibilité alternative sous 0,15 Oe et à 9,152 Hz. Les deux critères donnent bien des résultats très proches.

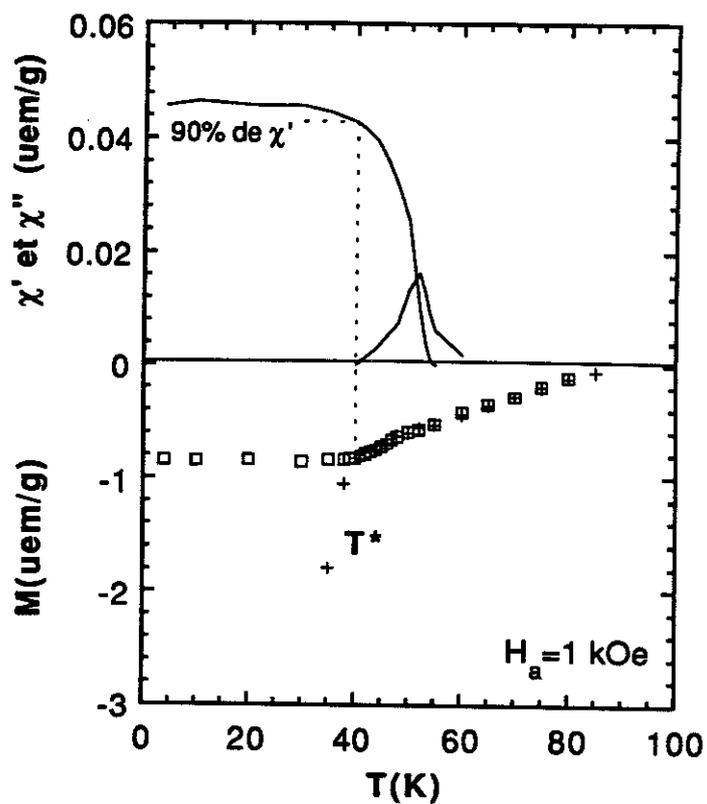


Figure 22 - Idem figure 21 mais sous 1 kOe.

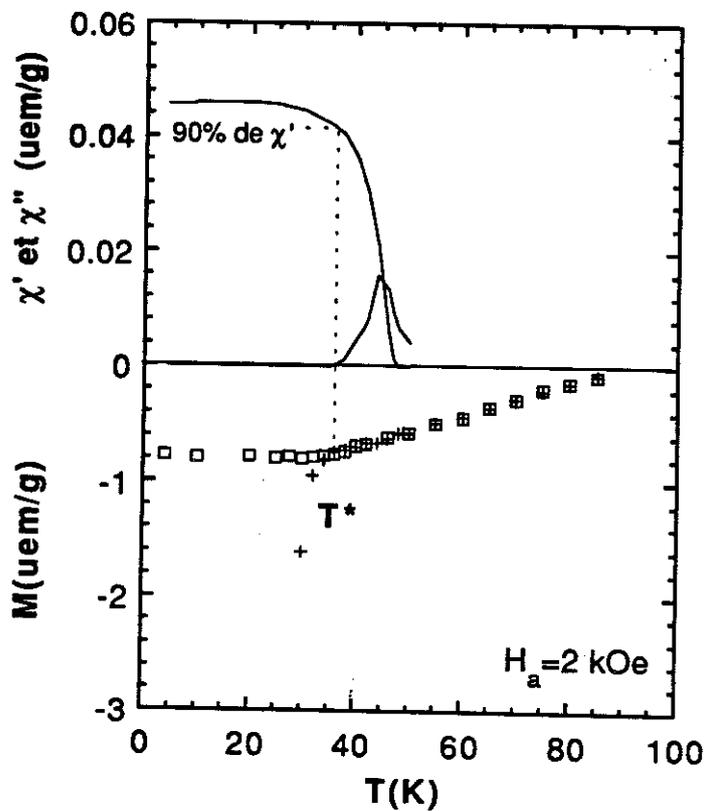


Figure 23 - Idem figure 21 mais sous 2 kOe.

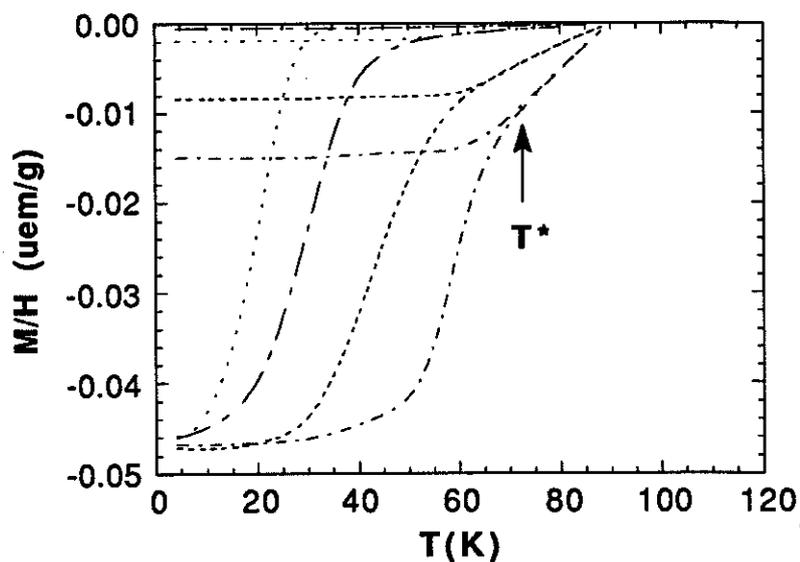


Figure 24 - Susceptibilité statique M/H pour différents champs appliqués :
 $H = 50$ Oe (---), 100 Oe (- · - · -), 500 Oe (— — —) et 2000 Oe (· · · · ·)
 après refroidissement en champ nul et pendant le refroidissement sous champ pour le cristal TI
 n°1.

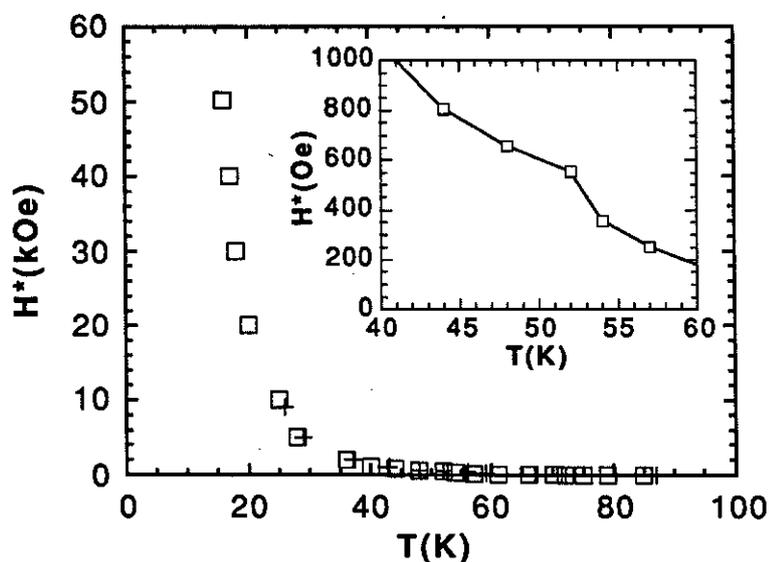


Figure 25 - Ligne d'irréversibilité $H^*(T)$ du cristal TI n°1 déterminée en aimantation
 et en susceptibilité alternative. L'encart montre un point anguleux présent dans la courbe $H^*(T)$
 vers 52 K et 600 Oe.

III.2 - Hautes températures

III.2.1 - Résultats expérimentaux

La figure 26 montre la partie haute température de la courbe $H^*(T)$ du cristal TI n°1. Les tirets (---) montrent que, en dessous de 60 K environ, $H^*(T)$ définie en aimantation (\square) suit la loi :

$$H^{*2/3} \sim 1 - \frac{T}{T_c} \quad (18)$$

Les extrémités des barres horizontales (|—|) correspondent à 10 % et 90 % de la susceptibilité alternative à basse température. Il semble que la susceptibilité alternative donne un résultat proche de l'aimantation près de T_c .

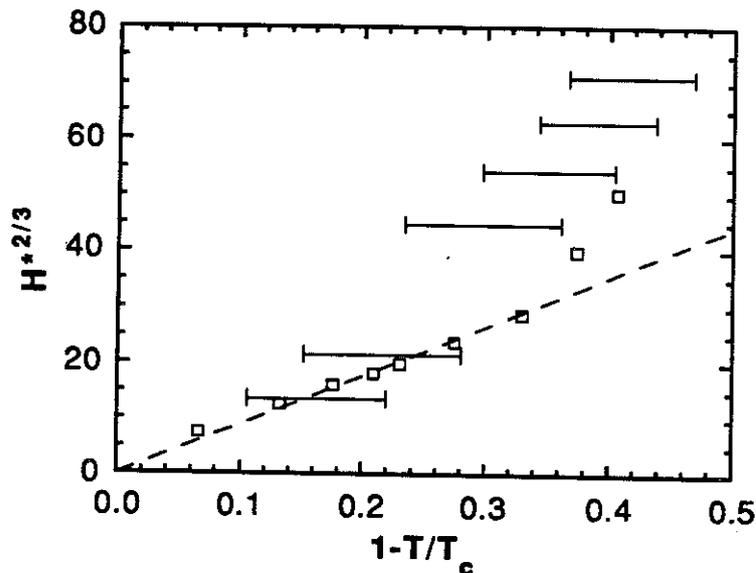


Figure 26 - Partie haute température de la ligne d'irréversibilité du cristal TI n°1.

Par contre à plus basse température, c'est-à-dire à droite sur la figure 26, $H^{*2/3}$ croît plus vite que $1 - T/T_c$, autant en aimantation qu'en susceptibilité alternative.

La figure 27 montre un résultat similaire pour la céramique Bi "2223" [20]. Les (Δ) correspondent à l'annulation de l'irréversibilité de l'aimantation et les (\square) à 50 % de la susceptibilité alternative. Ici nous n'avons pu utiliser le critère 90 % de χ' car cet échantillon non monophasé possède une faible fraction de phase Bi "2212" qui transite à 85 K.

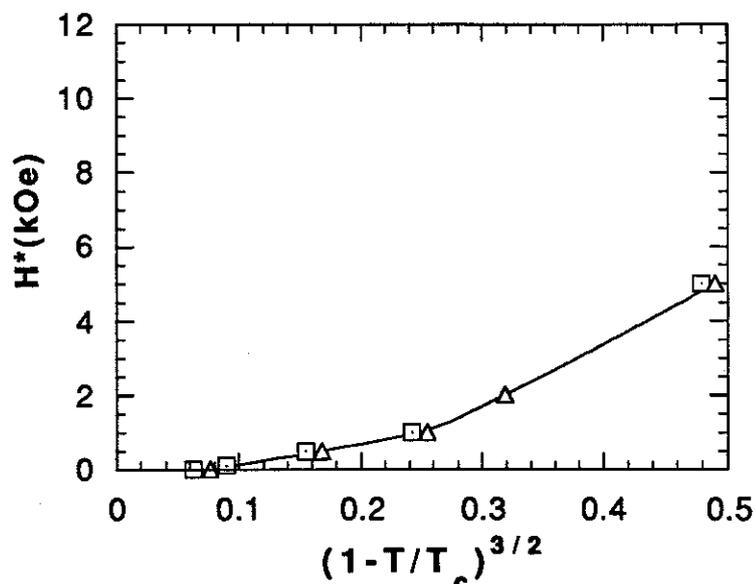


Figure 27 - Partie haute température de la ligne d'irréversibilité de la céramique de Bi "2223".

(Δ) critère $\Delta M = 0$; (\square) critère 50 % de χ' .

III.2.2 - Loi générale

Depuis la première observation par K. A. Müller et col. de la loi 18, le comportement $H^* \sim (1 - T/T_c)^m$ avec $m \approx 3/2$ a été observé dans quasiment tous les supraconducteurs à haute température critique. Il a été observé sur YBaCuO [31,32], sur le Bi "2212" [34] et "2223" [20,34,35], sur le Tl "2212" [27] ainsi que "2223" [36]. Il a de même été observé sur les composés $(\text{SmCe})_2\text{CuO}_4$ [37] et $(\text{NdCe})_2\text{CuO}_4$ [38] dont les porteurs sont, contrairement aux autres supraconducteurs à haute température critique, des électrons. Ce comportement est donc commun à tous ces nouveaux supraconducteurs.

Cette loi n'est cependant pas propre à ces composés à base d'oxyde de cuivre car elle a été observée récemment dans la phase de Chevrel PbMo_6S_8 [39] qui est isotrope mais possède en commun avec les supraconducteurs à haute température critique une faible longueur de cohérence. Cette loi a aussi été observé au laboratoire par P. Jonnard dans un multifilamentaire NbTi [40] (voir chapitre VI).

III.2.3 - Interprétation

La loi 18 a été attribuée par K. A. Müller et col. à un état verre de vortex par analogie avec les verres de spins pour lesquels on retrouve cette loi.

Y. Yeshurun et col. ont montré qu'un modèle de "flux-creep" géant activé thermiquement pouvait donner un tel comportement. Selon eux, la trop forte activation thermique à T^* rend les centres de piégeage inefficaces, l'aimantation devenant alors réversible. Différents modèles basés sur une activation thermique ont depuis été élaborés.

Plus récemment G. Deutscher et A. Kapitulnik [41] ont proposé un modèle dans lequel les multi-plans CuO_2 sont supraconducteurs et couplés par effet Josephson. L'activation thermique allonge les vortex suivant l'axe \vec{c} en leur rajoutant des segments ΔL entre les plans CuO_2 (voir figure 28), dans la partie non supraconductrice. Au champ $H_b = (\phi_0/2\pi\lambda_c\Delta L)$ il n'y a plus de cohérence de phase entre plans adjacents : les multi-plans CuO_2 sont découplés. Le piégeage du flux est alors considérablement affaibli car le volume de piégeage est réduit, passant du volume total de l'échantillon au seul volume des couches supraconductrices, et le réseau de vortex passe de tridimensionnel à un réseau plutôt bidimensionnel dans chaque multi-plan, avec en conséquence plus d'activation thermique et une diminution considérable de l'irréversibilité. Ce modèle prédit, lorsque λ et ξ suivent G.-L., c'est-à-dire près de T_c , un comportement qui suit la loi expérimentale $H^* \propto (1-T/T_c)^{3/2}$.

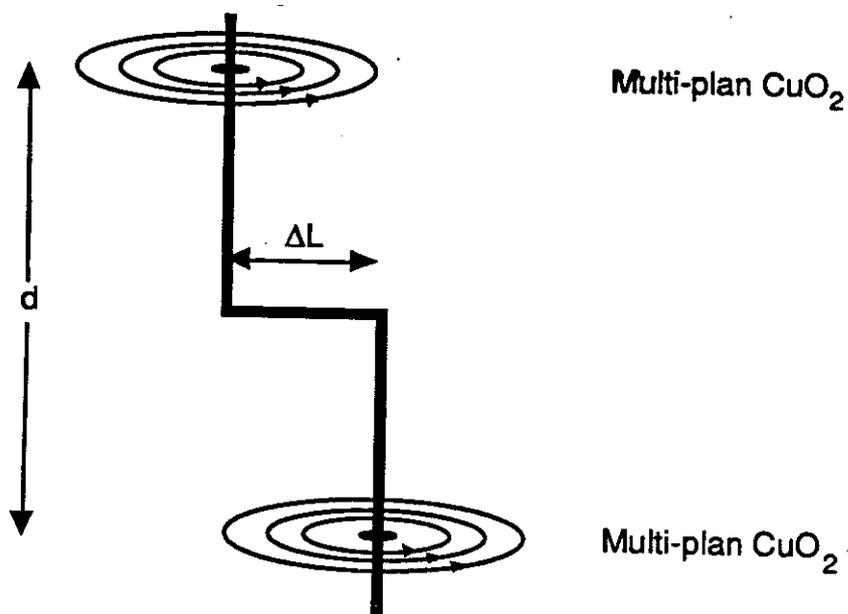


Figure 28 - Modèle de G. Deutscher et A. Kapitulnik de vortex en zigzag.

Cependant ce comportement étant présent même dans un composé isotrope il semble que cette explication soit insuffisante. Toutefois la divergence de ξ et de λ_c à T_c tend à rendre les échantillons beaucoup plus isotropes. L'hypothèse d'une disparition de l'irréversibilité liée à l'activation thermique semble très probable car tous les composés vérifiant la loi 18 ont une longueur de cohérence ξ courte et donc l'énergie de piégeage :

$$E_p \approx H_c^2 \pi \xi^3 = \frac{\phi_0}{2 \sqrt{2} \lambda^2} \xi \quad (19)$$

est faible car elle est proportionnelle à ξ .

Dans l'hypothèse de multi-plans CuO_2 couplés par effet de proximité, près de T_c la longueur de cohérence de la partie supraconductrice ξ_s diverge, lorsque T croît, en $(1 - T/T_c)^{-1/2}$ selon G.-L. ou en $(1 - (T/T_c)^4)^{-1/2}$ selon Gorter-Casimir [21]. Etant proche de T_c , G.-L. doit s'appliquer. En supposant les plans couplés lorsque ξ est supérieure ou égale à la distance inter-plan le système a un comportement tridimensionnel aux températures supérieures à :

$$T_{3D} = T_c \left(1 - \left(\frac{\xi(0)}{d} \right)^2 \right) \quad (20)$$

soit 59 K en prenant la valeur $\xi(0) = 6,8 \text{ \AA}$ déduite par H. Mukaida et col. [42] de mesures résistives de H_{c2} sur un monocristal du même composé soit TI "2212", et $d = 11,5 \text{ \AA}$, la distance entre 2 plans CuO_2 adjacents. Cette valeur de T_{3D} correspond très exactement à la limite du régime en $(1 - T/T_c)^{3/2}$. Il semble donc que la loi 18 ne s'applique que lorsque les plans CuO_2 sont couplés et donc que le système est relativement isotrope, ce qui explique que cette même loi ait été également observée dans le PbMo_6S_8 qui est parfaitement isotrope.

K. E. Kang et col. [43] déduisent eux, de la mesure de H_{c2} sur une couche mince, la valeur $\xi_c = 0,3 \text{ \AA}$. Cette dernière valeur est beaucoup trop faible pour être physiquement acceptable dans le cas de notre cristal.

Notre conclusion est que ξ_c est de l'ordre de 5 \AA et non $0,5 \text{ \AA}$. La transition 3D-2D est donc plutôt vers 60 K que 0,5 ou 1 K en-dessous de T_c .

L. Krusin-Elbaum et col. [129] ont montré tout récemment que la ligne d'irréversibilité des cristaux de YBaCuO présentait un point anguleux à environ 92 K et pour des champs appliqués de 500 Oe à 1 kOe. Cette cassure est interprétée comme étant due au croisement entre deux lignes : la

ligne d'irréversibilité "classique" à basse température et une ligne d'adoucissement thermique des barrières de piégeage; celles-ci n'étant plus efficaces à haute température lorsque ξ , qui diverge à T_c , devient supérieur à la taille des centres de piégeage. La ligne expérimentalement mesurée étant la plus basse de ces deux lignes, la courbe $H^*(T)$ présente une cassure à leur intersection. Ce résultat est à rapprocher de la cassure effectivement observée à 52 K et sous 600 Oe sur le cristal TI n°1 (voir l'encart de la figure 25). La cassure se produit au même champ que pour YBaCuO. Par contre, la température est très inférieure, ce qui doit provenir du fait qu'ici le comportement tridimensionnel apparaît à beaucoup plus basse température (vers 60 K).

III.3 - Températures intermédiaires

III.3.1 - Résultats expérimentaux

La figure 29 présente la ligne d'irréversibilité $H^*(T)$ de la céramique de Bi "2223" [20]. Cette courbe a été déduite des points où les courbes d'aimantation après refroidissement en champ nul et pendant le refroidissement sous champ deviennent confondues. $H^*(T)$ suit à peu près la loi :

$$H^*(T) = H_0 e^{-T/T_0} \quad (21)$$

avec $H_0 = 147$ kOe

$T_0 = 13,3$ K.

Cette équation est assez bien vérifiée entre 100 Oe et 40 kOe.

La figure 30 montre des résultats similaires sur le cristal TI n°1 [27]. Les (\square) correspondent à la disparition de l'irréversibilité de l'aimantation et les (+) au critère de 90 % de la valeur à basse température de la susceptibilité alternative. Les deux courbes sont presque confondues et suivent la loi 21 entre 25 K et 60 K environ avec les paramètres suivants :

$H_0 = 30$ kOe

$T_0 = 13,7$ K.

soit un T_0 très proche de celui de la céramique Bi "2223" mais un H_0 très différent.

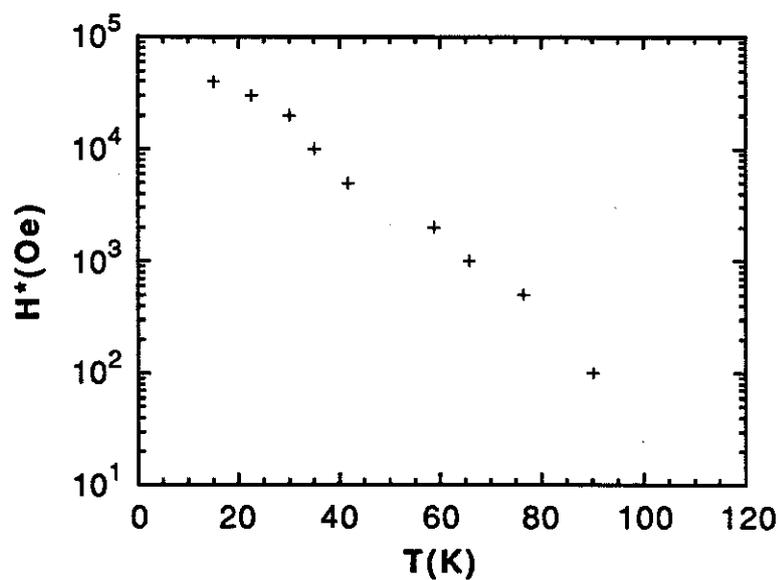


Figure 29 - Ligne d'irréversibilité de la céramique Bi "2223" représentée en échelle semi-logarithmique.

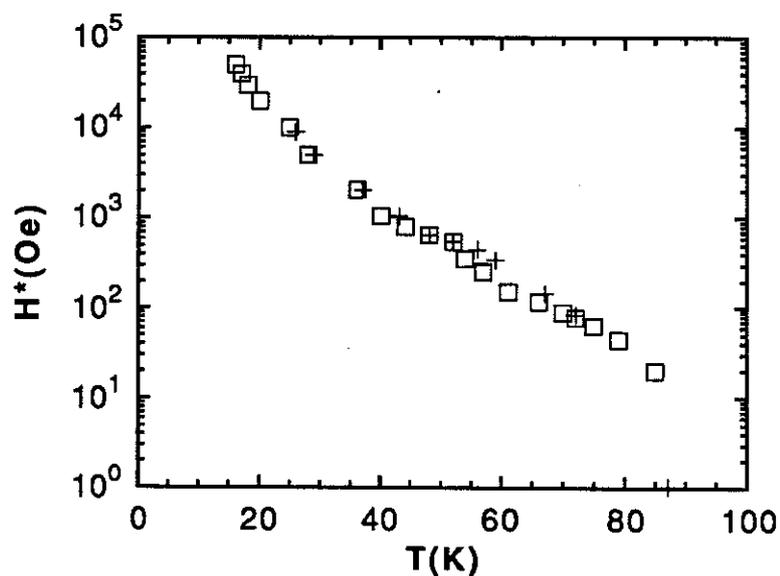


Figure 30 - Ligne d'irréversibilité du cristal de TI n°1 représentée en échelle semi-logarithmique. (□) : critère d'aimantation, (+) : critère 90% de χ' .

III.3.2 - Différentes théories

Comme il a déjà été dit au chapitre III.2 Y. Yeshurun et col. [32] ont attribué la ligne d'irréversibilité à un "flux-creep" géant activé thermiquement. La ligne d'irréversibilité serait donc liée au piégeage des vortex. Toutefois Civale et col. [44] ont montré qu'un monocristal d'YBaCuO irradié avec des protons avait une irréversibilité accrue de manière importante mais sans changement notable de $H^*(T)$. Cependant une irradiation avec des ions de plomb de 5 GeV accroît fortement $H^*(T)$ [45]. De même une irradiation avec des neutrons semble accroître $H^*(T)$. Les résultats sur les irradiations sont donc jusqu'à présent très contradictoires et difficiles à exploiter.

Fisher et col. [46,47] ont attribué la ligne d'irréversibilité à une transition entre un état verre de vortex à basse température et un état liquide de vortex à haute température. Ce modèle de verre de vortex sera testé sur des mesures de relaxation aux chapitre V.

III.3.3 - Le modèle d'effet de proximité

La dépendance exponentielle de H^* avec la température, aux températures intermédiaires, est trop rapide pour être expliquée par les différents modèles de la littérature. En 1989, nous avons émis l'hypothèse [20] que le matériau pourrait être composé de deux types de couches : les multi-plans CuO_2 seraient supraconducteurs, et de blocs SrO-BiO-BiO-SrO ou BaO-TlO-TlO-BaO auraient des propriétés métalliques. Ces blocs métalliques deviendraient supraconducteurs par effet de proximité (voir figure 18); la ligne d'irréversibilité pouvant être une ligne de découplage des multi-plans CuO_2 . Un modèle semblable a également été utilisé par M. Tachiki et col. [48] pour calculer quelques paramètres physiques.

Pour expliquer la diffusion Raman des supraconducteurs à haute température critique, A. A. Abrikosov [127] a récemment proposé un modèle basé sur l'existence intrinsèque à la structure du matériau de zones supraconductrices et de zones normales avec des masses effectives considérablement différentes. Ce modèle a été repris avec succès en collaboration avec R. A. Klemm [128], pour expliquer les mesures du gap supraconducteur Δ qui semblent montrer qu'il est anisotrope, alors que la théorie B.C.S. prévoit une valeur isotrope $2\Delta(0)/k_B T_c = 3,52$.

Le champ de brisure de l'effet de proximité a été calculé par G. Deutscher et P. G. de Gennes [29] pour un supraconducteur de type I. Une bonne approximation en est donnée par la relation :

$$H_b = H_0 e^{-d_n/\xi_n} \quad (22)$$

$$\text{avec } H_0 = \frac{3,8 \phi_0}{2\pi \xi_n \lambda_n} \quad (23)$$

$$\text{et } \xi_n = \frac{\hbar v_{Fn}}{2\pi k_B T} \quad (24)$$

v_{Fn} étant la vitesse de Fermi, ξ_n et λ_n les longueurs de cohérence et de pénétration dans le métal normal. Lorsque $\xi_n < d_n$ les plans d'oxydes de cuivre se retrouvent découplés, ce qui rend le composé beaucoup plus bidimensionnel. L'activation thermique est alors plus importante, expliquant la chute de l'irréversibilité de l'aimantation.

La confrontation de cette loi avec les résultats expérimentaux conduit pour la céramique Bi "2223" à :

$$\frac{3,8 \phi_0}{2\pi \xi_n \lambda_n} = 147000 \text{ Oe}$$

et

$$\frac{\hbar v_{Fn}}{2\pi k_B d_n} = 13,3 \text{ K}$$

en prenant $d_n = 12,2 \text{ \AA}$ soit la distance entre deux plans CuO_2 séparés par un bloc SrO-BiO-BiO-SrO on obtient une vitesse de Fermi $v_{Fn} = 1,4 \cdot 10^6 \text{ cm/s}$ et des longueurs de cohérence et de pénétration :

$$\xi_n = \frac{165}{T(K)} \text{ \AA}$$

et $\lambda_n = 50 \cdot T(K) \text{ \AA}$.

Cette valeur de v_{Fn} est très raisonnable comparée à la vitesse de Fermi dans les blocs CuO_2 : $v_{Fs} = 1,92 \cdot 10^7 \text{ cm/s}$. Cette dernière valeur a été déduite de la relation :

$$\xi_{ab} = 0,18 \frac{\hbar v_{Fs}}{k_B T_c} \quad (25)$$

en choisissant $\xi_{ab} = 24 \text{ \AA}$, valeur calculée à partir de l'aimantation réversible au chapitre IV.

Pour le cristal TI n°1 on obtient :

$$\frac{3,8 \phi_0}{2\pi \xi_n \lambda_n} = 30.000 \text{ Oe}$$

et

$$\frac{\hbar v_{Fn}}{2\pi k_B d_n} = 13,7 \text{ K}$$

or $d_n = 11,4 \text{ \AA}$ dans ce composé. On obtient donc :

$$v_{Fn} = 1,3 \cdot 10^6 \text{ cm/s}$$

$$\xi_n = \frac{156}{T(K)} \text{ \AA}$$

et $\lambda_n = 268 \cdot T(K) \text{ \AA}$.

III.3.4 - Réinterprétation du champ de première pénétration

G. Deutscher et A. Kapitulnik [41] donnent l'expression suivante pour l'énergie supplémentaire associée à la création d'une longueur ΔL de vortex entre les multi-plans CuO_2 (voir figure 28) :

$$U(\Delta L) = \frac{\phi_0^2}{(4\pi)^2 \lambda_{ab} \lambda_c} \Delta L \quad (26)$$

avec λ_{ab} et λ_c les profondeurs de pénétrations dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) et suivant l'axe \vec{c} , en supposant ΔL assez grand pour qu'on puisse négliger l'énergie due à la courbure du vortex, ainsi qu'en négligeant l'énergie de cœur du segment ΔL car ξ_n est petit par rapport à d_n . Cette expression se comprend en se rappelant que l'énergie magnétique par unité de longueur d'un vortex est $u = \phi_0 \cdot H_{c1} / 4\pi$, or le segment ΔL de vortex est dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) soit $H_{c1} \approx \phi_0 / 4\pi \lambda_{ab} \lambda_c$. L'activation thermique est responsable de cet allongement moyen des vortex, il est donc normal de poser $U(\langle \Delta L \rangle) = k_B T$. Comme il a été expliqué au chapitre III.2.3, le champ d'irréversibilité correspond à la perte de cohérence de phase entre plans adjacents selon le modèle de G. Deutscher et A. Kapitulnik, ce qui conduit à l'expression suivante :

$$H^* = \frac{\phi_0}{2\pi \langle \Delta L \rangle \lambda_c} \quad (27)$$

En combinant les équations 26 et 27 il est possible de relier λ_c à H^* :

$$H^* = \frac{\phi_0^3}{4(2\pi)^3 \lambda_{ab} \lambda_c^2 k_B T} \quad (28)$$

Dans le cadre de ce modèle, la connaissance expérimentale de H^* nous permet de calculer λ_c . La figure 31 montre la dépendance en température de λ_c en supposant que λ_{ab} suit G.-C. (\square) ou que λ_{ab} suit G.-L. (+). La différence entre les deux résultats étant minime, dans la suite de ce paragraphe nous ne considérerons plus que l'hypothèse G.-C. pour la variation thermique de λ_{ab} .

La variation de λ_c est linéaire avec T comme cela est attendu pour l'effet de proximité. Le coefficient devant T est voisin de celui calculé dans le modèle de l'effet de proximité appliqué aux supraconducteurs de type I.

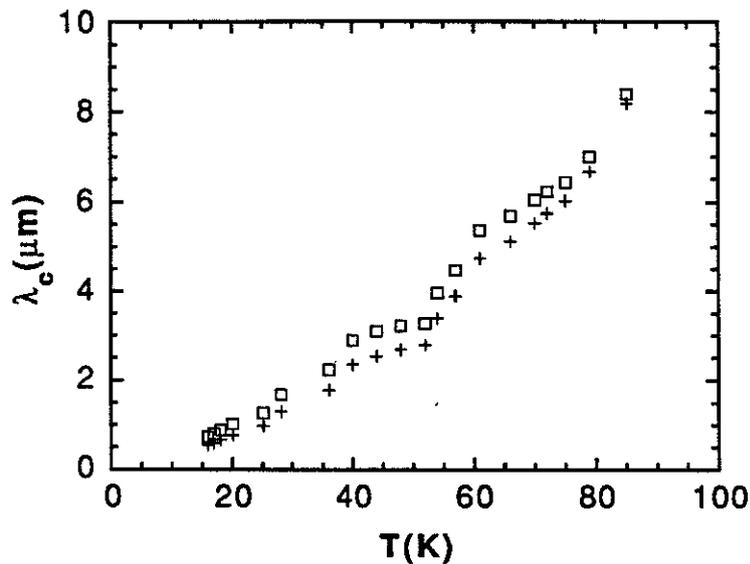


Figure 31 - $\lambda_c(T)$ déduit du modèle de G. Deutscher et col. [41].

Connaissant λ_{ab} , ξ_{ab} et λ_c , il est possible de calculer la dépendance en température de ξ_c . Pour cela nous faisons l'hypothèse très raisonnable que le champ critique thermodynamique suivant les directions principales est donné par l'expression habituelle :

$$H_c = \frac{\phi_0}{2\sqrt{2\pi\lambda\xi}} \quad (29)$$

Or H_c est le même quelle que soit la direction considérée car l'énergie de condensation $H_c^2/8\pi$ est indépendante de la direction. On a donc l'égalité suivante :

$$\lambda_{ab}\xi_{ab} = \lambda_c\xi_c \quad (30)$$

d'où l'on peut déduire ξ_c . La figure 32 montre la variation thermique de ξ_c ainsi déduite. Il est clair que ξ_c décroît lorsque T croît, ce qui correspond bien à l'idée que ξ_c est dominé par l'effet de proximité dans la partie normale et n'est pas la longueur de cohérence d'un supraconducteur classique, longueur qui tend à devenir indépendante de T aux basses températures.

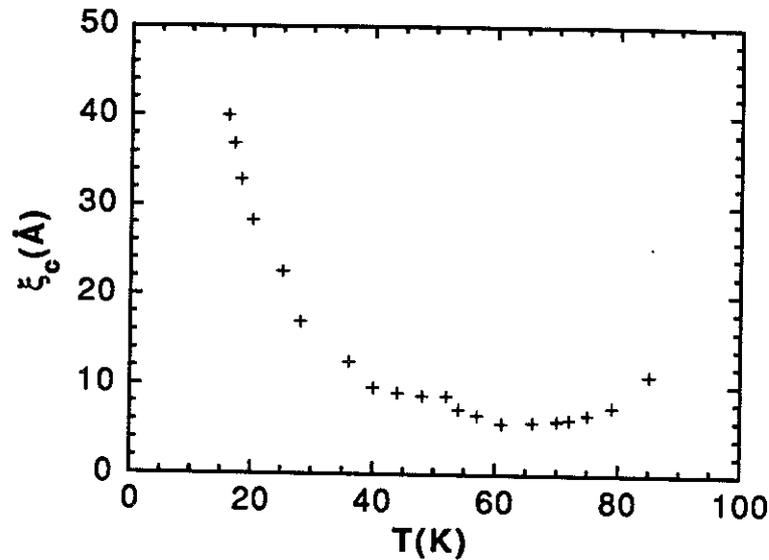


Figure 32 - $\xi_c(T)$ du TI "2212" déduit du modèle de G. Deutscher et col. [41].

L'ordre de grandeur de ξ_c est tout à fait correct. En dessous de 30 K environ, les valeurs de ξ_c sont supérieures au paramètre de maille suivant \vec{c} soit 15 Å. Cela correspond, selon notre modèle d'effet de proximité, à un couplage fort entre les multi-plans CuO_2 . Or les courbes $H_p(T)$ et $H^*(T)$ montrent un accroissement important à une température pas très différente (20 K environ). Il y a donc une relative cohérence entre ces trois courbes.

Le modèle d'un système multicouche S/N/S...pose le problème de la première pénétration du flux en relation avec l'existence possible d'une barrière de Bean-Livingston [17]. Il est possible de tenter de réinterpréter le champ de première pénétration en terme de champ de barrière. A quelle distance de la surface un vortex peut-il être considéré comme ayant pénétré dans le matériau ? Le dessin ci-dessous (figure 33) montre qu'un vortex est bien entré lorsqu'il est à plus de λ_n du bord de l'échantillon. Or λ_n

est isotrope et beaucoup plus grand que le λ_c de la couche supraconductrice. λ_n peut donc être assimilé au λ_c moyen du système multicouche. Le champ de barrière à la pénétration du premier vortex est donné pour un matériau isotrope par l'expression :

$$H_p = \frac{\phi_0}{2\pi \xi \lambda} \quad (31)$$

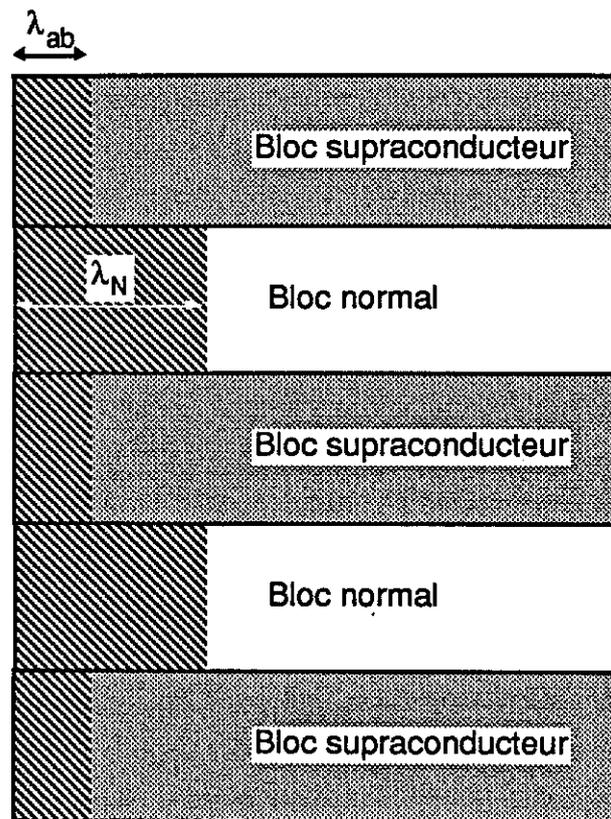


Figure 33 - Dessin schématique de la pénétration du flux à la surface d'un multicouche (régions hachurées)

ce qui donnerait dans notre cas :

$$H_p = \frac{\phi_0}{2\pi \xi_{ab} \lambda_n} \quad (32)$$

C'est bien λ_c et non λ_{ab} qui interviendrait dans l'expression de la barrière car, sur la distance λ_{ab} à partir du bord de l'échantillon, le vortex n'est pas couplé

d'un multi-plan CuO_2 à l'autre; seuls des segments de la longueur d'un bloc supraconducteur peuvent apparaître.

La figure 34 compare le champ de barrière déduit de l'expression 32 (\square) au champ mesuré expérimentalement (+). Les valeurs déduites de l'expression (30) ont été multipliées par 1,6 pour faire coïncider les deux courbes mais il n'est pas surprenant car l'expression 30 n'est qu'un calcul approximatif et ne se veut pas exacte quantitativement.

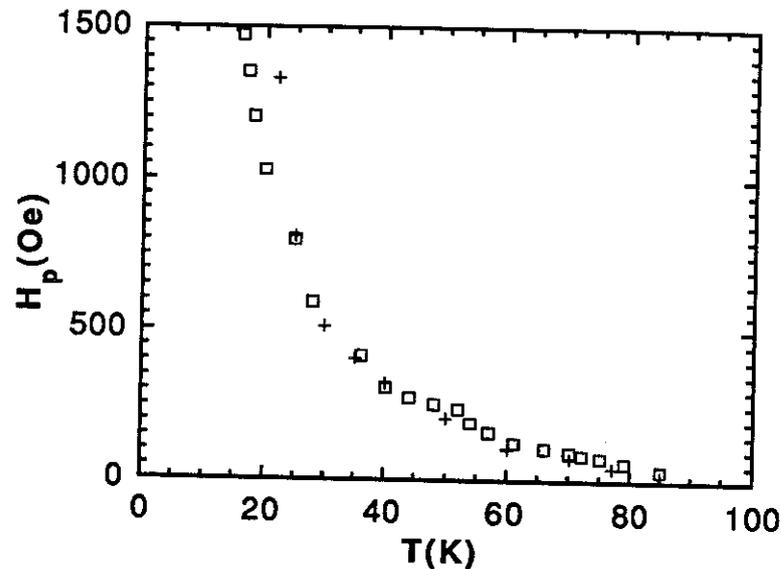


Figure 34 - Comparaison entre la dépendance en température du H_{c1} expérimental et d'un champ de barrière calculé avec le modèle de G. Deutscher et col. [41].

(+) : valeurs expérimentales; (\square) : valeurs calculées.

La superposition des deux courbes est excellente dans une large gamme de températures. Seuls les points à basse température sont en désaccord. Toutefois ce n'est pas surprenant car comme nous l'avons déjà dit au chapitre II il doit y avoir un renforcement important du piégeage à basse température en dessous de 20 K. Mais la raison essentielle doit être qu'en dessous de 20 K environ le système n'est plus dans le régime intermédiaire mais est beaucoup plus isotrope (voir paragraphe suivant). Le raisonnement tenu ici n'est alors plus applicable.

III.4 - Basses températures

Aux températures inférieures à 20 K environ, la ligne $H^*(T)$ du cristal TI n°1 croît, en fonction de la température, plus rapidement qu'une exponentielle. Cependant cet accroissement très rapide ne semble pas être

dû à une imprécision plus forte sur la détermination de H^* car, comme le montrent les figures 35 et 36, l'aimantation après refroidissement en champ nul a un changement de pente bien marqué à T^* . De plus, l'aimantation pendant le refroidissement sous champ est parfaitement constante entre T^* et 4 K, la plus basse température mesurée.

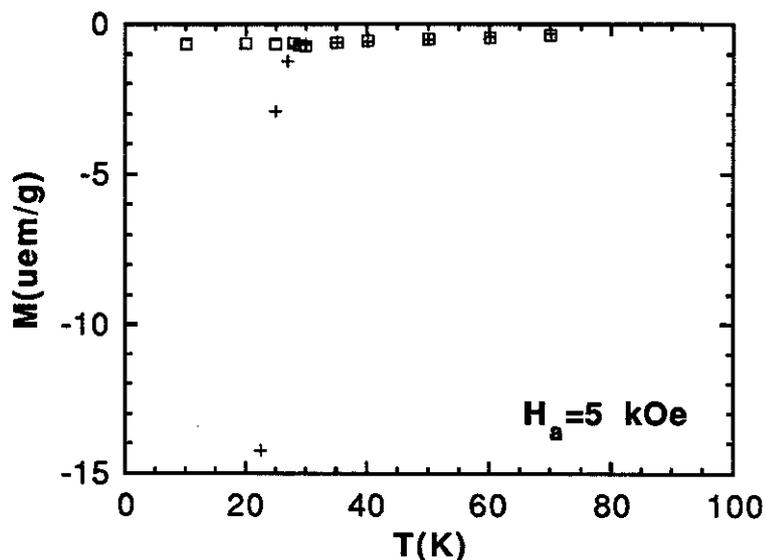


Figure 35 - Courbe d'aimantation après refroidissement en champ nul (+) et pendant le refroidissement sous un champ de 5 kOe (□).

Cette divergence apparente de H^* se produit approximativement à la même température que celle du champ de première pénétration H_p . Elle pourrait en conséquence être attribuée à la divergence à basse température de ξ_n : $\xi_n \sim 1/T$. La pente moyenne de la loi exponentielle conduit à $\xi_n = d_n$ pour $T = 13,7$ K soit une valeur relativement proche de la valeur trouvée pour la divergence de H^* .

Suivant cette hypothèse les plans CuO_2 seraient fortement couplés à basse température, l'ensemble du composé étant de nouveau tridimensionnel. Ce passage à un état de fort couplage entre plans peut expliquer un accroissement important de H^* à basse température.

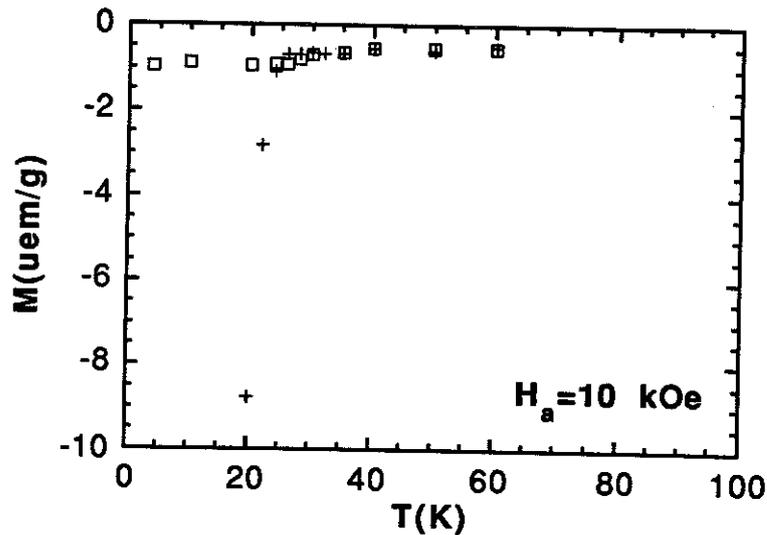


Figure 36 - Courbe d'aimantation après refroidissement en champ nul (+) et pendant le refroidissement sous un champ de 10 kOe (□).

III.5 - La ligne d'irréversibilité est-elle une ligne de transition ?

III.5.1 - Une transition de phase

Une transition du premier ordre est caractérisée par une discontinuité des dérivées premières de l'énergie libre c'est-à-dire une chaleur latente et une discontinuité de l'aimantation notamment comme cela se produit à H_c dans un supraconducteur de type I.

Une transition du deuxième ordre est caractérisée par une discontinuité des dérivées secondes de l'énergie libre. Il y a donc un saut de chaleur spécifique et une rupture de pente de la courbe d'aimantation. Une telle transition s'observe au champ H_{c2} dans un supraconducteur de type II.

Les mesures de chaleur spécifique sont très difficiles à réaliser dans le domaine des 100 K où se trouve la température critique de la plupart des nouveaux supraconducteurs. Par contre les supraconducteurs de type II classiques ont une température critique basse et ils ont été très étudiés en chaleur spécifique, on connaît donc bien leur H_{c2} . Les mesures de résistivité ou d'aimantation sont plus difficiles à interpréter à cause des différents phénomènes pouvant fausser la détermination de H_{c2} tel le fluage du flux, le "flux creep", les inclusions d'autres phases non supraconductrices ou à température critique différente.

III.5.2 - Indices en faveur d'une transition de phase

La figure 37 montre différentes courbes d'aimantation mesurées avec le SQUID sous un champ appliqué de 500 Oe. La courbe 1 a été réalisée après avoir refroidi l'échantillon en champ nul. Pour la courbe 2, nous avons suivi la même procédure que pour la courbe 1, avec toutefois une attente de 6 h à 35 K avant de mesurer les points à plus haute température. La courbe 3 a été réalisée avec la même procédure que la courbe 2 sauf que, après l'attente de 6 h à 35 K, l'échantillon a d'abord été refroidi jusqu'à 25 K puis chauffé jusqu'à T_c . La courbe 4 a été faite en refroidissant l'échantillon sous champ depuis une température supérieure à T_c . Il est clair qu'après une attente de 6 h à 35 K, l'aimantation (2 et 3) rejoint la courbe 1 à 40 K pour donner la même température d'irréversibilité, quelle que soit la procédure suivie : 1, 2 ou 3.

Cette expérience suggère bien que la température d'irréversibilité mesurée correspond bien à une transition entre un état caractérisé par une relaxation lente, peut-être verre de vortex, et un état réversible qui pourrait être un liquide de vortex, comme l'ont proposé D. S. Fisher et col. [47], ou au champ de découplage des multi-plans CuO_2 supraconducteurs comme nous l'avons proposé précédemment.

Les calculs présentés dans les publications ci-dessus reposent sur l'hypothèse d'une transition de phase du deuxième ordre à T^* . Cette hypothèse est suggérée par l'observation expérimentale d'une courbe d'aimantation très cassée à T^* (voir figures 35 et 36), ce qui laisse supposer qu'il y a une discontinuité de la susceptibilité continue $\chi_{dc} = \Delta M / \Delta H$ caractéristique d'une transition du deuxième ordre. L'accord entre l'aimantation expérimentale en dessous de T^* et l'aimantation calculée est bon pour un champ appliqué compris entre 500 Oe et 10 kOe (pour l'échantillon Bi "2223"), et cela sans paramètre ajustable.

L'hypothèse d'une transition de phase du deuxième ordre conduit à l'existence d'un saut de chaleur spécifique dont nous avons calculé l'amplitude pour le composé Bi "2223" :

$$\frac{\Delta C}{T} = 32 \text{ mJ/mole/K}^2.$$

Ces calculs thermodynamiques ne peuvent s'appliquer qu'à un système à l'équilibre. Or, les mesures de relaxation réalisées ultérieurement tendent à montrer que l'aimantation relaxe au-dessous de T^* . Il n'est donc pas certain que l'on puisse appliquer la thermodynamique à un tel système.

Seules des mesures de chaleur spécifique permettraient de confirmer nos hypothèses, à condition que le matériau soit très homogène au plan chimique.

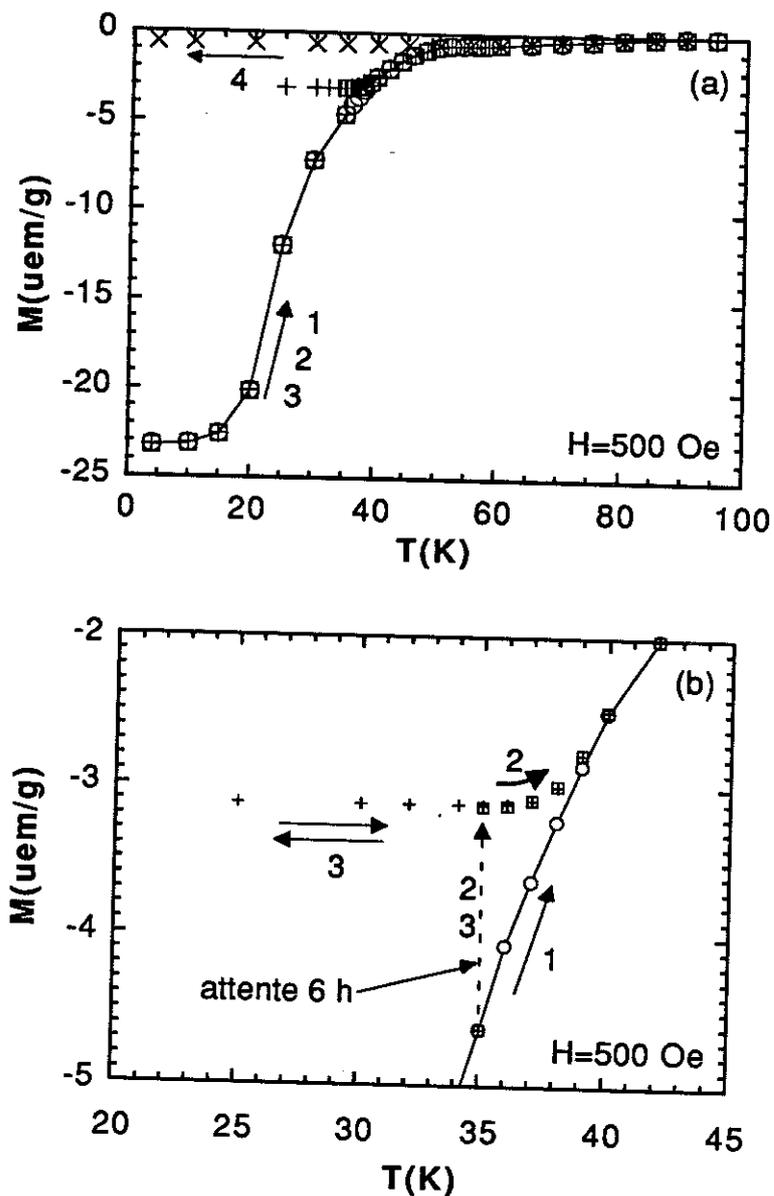


Figure 37 - Courbes d'aimantation sous un champ appliqué de 500 Oe

- 1 - Courbe de première aimantation effectuée après refroidissement en champ nul (\circ).
- 2 - Idem 1 mais attente de 6 h à 35 K (\square).
- 3 - Idem 2 mais avec un refroidissement jusqu'à 25 K puis réchauffement jusqu'à T_c après l'attente de 6 h (+).
- 4 - Courbe d'aimantation effectuée pendant le refroidissement sous champ (\times).

Physica B 165&166 (1990) 1115-1116
North-Holland

THE "IRREVERSIBILITY LINE" VIEWED AS A PHASE TRANSITION :
THERMODYNAMIC PROPERTIES

R. TOURNIER, B. GIORDANENGO*, P. DE RANGO, A. Sulpice

Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, CNRS, BP 166X, 38042
Grenoble, France

*Merlin Gerin, Département de Recherches Générales, rue Henri Tarze, 38050
Grenoble Cédex, France

ABSTRACT - The irreversibility line could be a second order phase transition. A vortex-lattice-dependent term in the Gibbs free energy is assumed to go to zero as $H-H^*$ for $H < H^*$. The reversible magnetization of extremely high κ materials and $H^*(T)$ are used to predict the change of susceptibility and specific heat at the transition without any adjustable parameter.

Two types of irreversibility lines have been observed in high T_c superconductors. The first type which follows the universal law $(1,2) H^{2/3} - (1 - T/T_c)$ exists near T_c in many superconductors. This phenomenon is induced by flux creep. Thermal activation processes tend to produce the motion of fluxon bundles at high temperature. The second type which seems to correspond to a flux-line lattice melting (3), exists at low temperature. A strong weakening of the pinning energy would be produced above a critical field H^* . Mechanical measurements have opened a discussion about the possible existence of such a phase transition which would be the consequence of a reduction of the correlation energy among vortices. More recently, we have proposed (4) that the origin of the weakening could be the existence of breakdown field of an intrinsic proximity effect induced superconductivity (5). The high T_c superconductor structure is viewed as a superlattice of superconducting CuO layer blocks separated by normal blocks. The breakdown field (6) which would correspond to the entrance of a normal wall between superconducting blocks is roughly proportional to e^{-T/T_c} .

The first type of irreversibility line is time dependent while the second type does not seem to be influenced by the time of the measurement. The irreversibility as observed in the d-c magnetization disappears in the region where the a-c susceptibility begins to fall to zero. In addition, the imaginary part of the a-c susceptibility exhibits a very high peak. In the reversible region, the magnetization linearly decreases with the temperature. Below T^* , there is a sharp increase of the magnetization as for a change of superconducting volume. All these properties (6) are signs in favour of the existence of a second order phase transition.

The reversible magnetization which is observed in a large range of fields and temperatures can be used as a thermodynamic variable to analyze this phenomenon. The equilibrium lattice structure is a triangular array of flux-lines. In materials having high κ values and for $H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$ the first order terms (7) in the magnetization can be written :

$$M_j = \frac{-\phi_0}{32\pi^2\lambda^2} \left[\ln \left(\frac{\phi_0}{4\pi\xi^2(H-H_{c1})} \right) \right] \quad (1)$$

ϕ_0 is the flux quantum, H_{c1} and H_{c2} the lower and the higher critical field of type II superconductor, the London penetration depth and ξ the coherence length. The corresponding free energy G_j of such a magnetization can be easily deduced because

$$\left(\frac{\partial G_j}{\partial H} \right)_T = -M_j \quad \left(\frac{\partial G_{oj}}{\partial H} \right)_T = 0$$

$$G_j(H > H^*) = \frac{\phi_0(H-H_{c1})}{2(4\pi)^2\lambda^2} \left[1 + \ln \left(\frac{\phi_0}{4\pi\xi^2(H-H_{c1})} \right) \right] + G_{oj} \quad (2)$$

The reversible magnetization of $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ and $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ varies with $\ln H$ and the parameters λ and ξ which are deduced from eq. (2) are compatible with other results. Consequently, interacting vortices are always present beyond the irreversibility line. Then the leading term in the free energy is given by eq. 2.

The irreversibility line $H^*(T)$ could be a second order phase transition line if the magnetization is continuous at the transition. At $H = H^*$, the formula for the free energy G_j below H^* has to lead to the same magnetization as the formula for

1116

R. Tournier, B. Giordanengo, P. de Rango, A. Sulpice

the free energy G_j above H^* . The vortex-lattice-dependent term in the Gibbs free energy G_i is assumed to be proportional to $(H-H^*)$ in order to take account of the weakening of the correlation energy of vortices at $H = H^*$.

$$G_{i(H < H^*)} = \frac{\phi_0}{2(4\pi)^2\lambda^2} (H-H^*) \ln\left(\frac{\phi_0}{4\pi\xi^2(H-H_{c1})}\right) + G_{oi} \quad (3)$$

$$M_i = \frac{-\phi_0}{32\pi^2\lambda^2} \left[\frac{H^*-H}{H-H_{c1}} + \ln\left(\frac{\phi_0}{4\pi\xi^2(H-H_{c1})}\right) \right] \quad (4)$$

G_{oi} does not depend on the field. For $H=H^*$ we have $M_i = M_j$. If the irreversibility line is a second order phase transition, a supplementary magnetization appears below H^* .

$$\Delta M_j = \frac{-\phi_0}{32\pi^2\lambda^2(T)} \frac{H^*(T)-H}{H-H_{c1}(T)} \quad (5)$$

The numerical coefficient is easily deduced from the coefficient of $\ln(H-H_{c1})$ in the study of the magnetization versus the field at a constant temperature (see eq. 1).

The change of susceptibility at the transition $H^*(T)$ is given by :

$$\left. \frac{d\Delta M_j}{dH} \right|_{T^*} = \frac{\phi_0}{32\pi^2\lambda^2 (H^*-H_{c1})} \quad (6)$$

It is also equal to the susceptibility before the transition :

$$\frac{\Delta\chi_i(H < H^*)}{\chi_j(H > H^*)} = 1 \quad (7)$$

It can be also compared to the susceptibility change at $H = H_{c2}$:

$$\frac{\Delta\chi_i(H=H^*)}{\Delta\chi_j(H=H_{c2})} = 0.58 \frac{H_{c2}}{(H^*-H_{c1})} \quad (8)$$

The jump of specific heat at the transition can be calculated using the Ehrenfest relation.

$$\frac{C_i - C_j}{T} = \left(\frac{dH^*}{dT} \right)^2 \left[\frac{\phi_0}{32\pi^2\lambda^2 (H^* - H_{c1})} \right] \quad (9)$$

If we assume that $H^* = H_0 e^{-T/T_0}$

$$\frac{\Delta C}{T} = \frac{H^{*2}}{(H^*-H_{c1}) T_0^2} \frac{\phi_0}{32\pi^2\lambda^2} \quad (10)$$

If $H^* = 10$ kOe at 38 K (4) we obtain :

$$\frac{\Delta C}{T} = 32 \frac{\text{mJ}}{\text{mole K}^2}$$

for $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$. Larger values (4) are expected at lower temperatures.

CONCLUSION

Some thermodynamic properties associated with an "irreversibility line" $H^*(T)$ viewed as a second order phase transition line have been calculated. The Gibbs free energy for $H \leq H^*$ is assumed to contain vortex correlation energy which goes to zero as $(H-H^*)$ when the field H tends to H^* . Consequently, a supplementary magnetization ΔM appears for $H \leq H^*$. This quantity is calculated from the free energy, the well-known equilibrium magnetization of extremely high κ type II superconductors for $H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$ and the knowledge of $H^*(T)$. An application of the Ehrenfest relation gives the specific heat jump at the transition.

ΔM has been measured (6,8) for $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ and $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Cu}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$. The experimental results are in agreement with the calculated ones. Then, the irreversibility line at low temperatures is a phase transition.

REFERENCES

- 1) Müller K.A. et al., Phys. Rev. Lett., 58 (1987) 1143
- 2) Yeshurun Y. et al., Phys. Rev. Lett., 60 (1988) 2202
- 3) Gammel P.L. et al., Phys. Rev. Lett., 61 (1988) 1666
- 4) de Rango P. et al., J. Phys. France, 50 (1989) 2857
- 5) Deutscher G. et al., Superconductivity Eds R.J. Parks (Marcel Dekker Inc. New York), vol. 2, (1969) 1005
- 6) Giordanengo B. et al. at this conference
- 7) Fetter A.L. et al., Same reference as 5, p. 817
- 8) de Rango P. et al. (this conference)

Physica B 165&166 (1990) 1141-1142
North-Holland

THE IRREVERSIBILITY LINE OF $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$: THE BREAKDOWN OF AN INTRINSIC PROXIMITY EFFECT

P. de RANGO, B. GIORDANENGO*, J.L. GENICON, P. LEJAY, A. SULPICE, R. TOURNIER

Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, C.N.R.S., BP 166 X, 38042 Grenoble-Cédex, France,

*Merlin-Gerin, Département de Recherches Générales, rue Henri Tarze, 38050 Grenoble-Cédex, France.

The presence of an "irreversibility line" is interpreted as being due to the existence of a breakdown field in which a proximity effect induced superconductivity is destroyed. This compound is described as a superlattice of superconducting blocks made up of Cu-O layers separated by blocks composed of normal layers. A second order phase transition seems to take place on the "irreversibility line".

In all superconductors [1-4], it is now expected that the magnetization hysteresis cycle become reversible above a certain field H^* for a characteristic time of measurement near T_c . The "irreversibility line" has to vary as

$$H^* = H_0 [1 - (T/T_c)]^n \quad (1)$$

H_0 is time dependent and n is an exponent close to 1.5. This phenomenon can be described in terms of "giant flux creep" [1-3]. The energy barrier U_0 opposing the motion of fluxons is proportional to the condensation energy $[H_c^2(T)/8\pi]$ and to a volume element containing a bundle of fluxons. Consequently, this barrier height is also proportional to $(\phi_0/B)\xi$. (ϕ_0/B) is the square of the distance between fluxons, ξ is the coherence length, ϕ_0 is the flux quantum, and B the flux density. The normalized barrier for thermally activated processes which varies as $[1 - (T/T_c)]^{3/2} \cdot (1/B)$ determines the relaxation time for the motion of fluxons. Then for a given relaxation time, the irreversibility line follows equation (1).

We have observed this variation [4] for $80 \text{ K} < T < 110 \text{ K}$ in $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ where $T_c = 110 \text{ K}$. The ac susceptibility disappears in a certain d.c. field H^* and for $H^* < H < H_{c2}$ a fully reversible steady diamagnetism is measured for $H^* < H < H_{c2}$. The field-cooled and the zero-field-cooled magnetizations are identical above the temperature T^* . Below 80 K , H^* increases much more rapidly than eq. (1) as T decreases. An exponential law is observed down to 15 K . For $T < 80 \text{ K}$,

$$H^* = 147000 e^{-T/13.3} \quad (2)$$

The presence of this irreversibility line at low temperatures has recently been interpreted by the existence of a breakdown field in which a proximity effect induced superconductivity is destroyed. The 2.2.2.3 phase structure is seen as a superlattice composed of laminae which are alternatively normal and superconducting. The normal lamina could be the SrO-BiO-BiO-SrO layers, the superconducting ones being the 3 CuO layers.

The induced superconductivity into the SrO-BiO-BiO-SrO block is easily weakened by introducing a normal wall between the superconducting layers at the breakdown field H_b^* [5] where

$$H_b^* = H_0 \exp\left(\frac{-d_N 2\pi k_B T}{\hbar v_N}\right) = H_0 \exp\left(\frac{-d_N}{\xi_N}\right) \quad (3)$$

$$H_0 = \frac{3.8 \phi_0}{2\pi \xi_N \lambda(0)} \quad \text{and} \quad \xi_N = \frac{\hbar v_N}{2\pi k_B T}$$

ξ_N and $\lambda(0)$ are respectively the coherence length and the penetration depth at the interface between a normal and the superconducting layer. d_N is the thickness of the normal layers which is chosen to be equal to $d_N = 12.16 \text{ \AA}$. Using eq. (2) and eq. (3), we can calculate $\xi_N \cdot \lambda_L(0)$ which appears to be temperature independent:

$$\xi_N \lambda_L(0) = 8200 \text{ \AA}^2$$

We deduce

$$\xi_N = \frac{165}{T(\text{K})} \text{ \AA} \quad \text{and} \quad \lambda_N = 50 T(\text{K}) \text{ \AA}$$

ξ_N increases and $\lambda_L(0)$ decrease as T decreases.

The exponential variation in H^* cannot be used at temperatures which are too low because $d_N < \xi_N$. Below a temperature of 13.5 K for which $\xi_N = d_N$, a more homogeneous behaviour is expected and perhaps the disappearance of any breakdown field.

Considering that the superconducting blocks are extremely high κ materials, the equilibrium magnetization M for $H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$ is given [6] by

$$4\pi M = \frac{\phi_0}{8\pi\lambda^2} \left[\ln(H - H_{c1}) - \ln \frac{\phi_0}{4\pi\xi^2} \right] \quad (4)$$

1142

P. de Rango, B. Giordanengo, J.L. Genicon, P. Lejay, A. Sulpice, R. Tournier

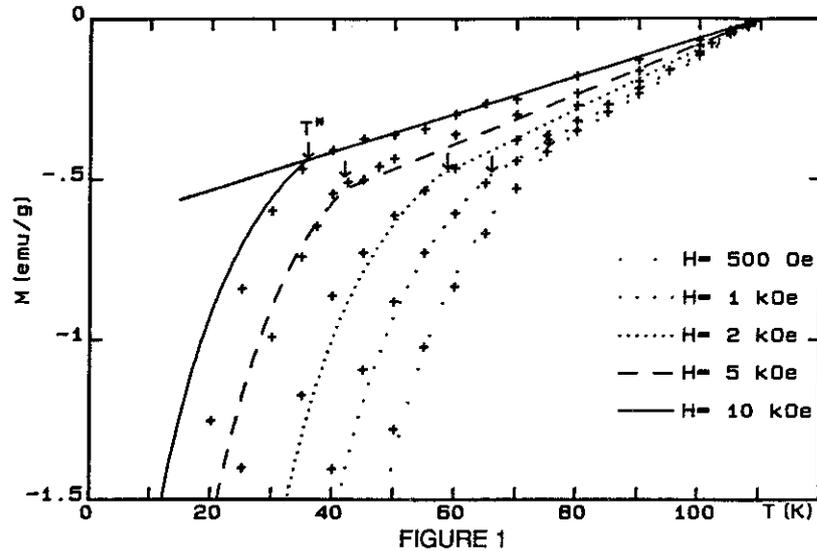


FIGURE 1
The zero-field-cooled magnetization measured in different constant fields applied at 4 K is plotted versus the temperature. Above T^* the magnetization is reversible and varies as $1-(T/T_c)$. Below T^* a supplementary magnetization ΔM appears. The experimental points are indicated by crosses (+). ΔM is calculated using eq. (5) and added to the thermal variation of the reversible magnetization that we would observe in the absence of a phase transition. The position of the phase transition is indicated by an arrow (\downarrow).

Neglecting H_{c1} and knowing the experimental data we are able to calculate λ and ξ . At $T = 77$ K,

$$M \text{ (emu/g)} = 0.207 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) (\ln H - 12.6)$$

and we deduce $\xi = 23 \text{ \AA}$ and $\lambda = 2400 \text{ \AA}$ without any correction for the random orientation of the c-axis in this sintered sample. After correction $1500 < \lambda < 2000 \text{ \AA}$.

At the breakdown field H_b^* there is a first order transition [5] in type I superconductors. In our sample, the proximity effect superconductivity has a very high κ_N value: $\kappa_N = (\lambda_L(0)/\xi_N)$ is 120 at $T = 20$ K and 3660 at $T = 110$ K. The existence of a second order phase transition is the most probable. Knowing the equilibrium magnetization above $H^* = H_b$ and assuming that the magnetization as deduced from the Gibbs free energy is continuous at the transition temperature T^* , the supplementary magnetization which appears below $H = H^*$ can be predicted from $(\delta G/\delta H)_{T=T^*} = -M$ [7]:

$$4\pi\Delta M = \frac{-\phi_0}{8\pi^2\lambda^2} \frac{H^* - H}{H} \quad (5)$$

The total magnetization below H^* is now $M + \Delta M$ where M and ΔM are given in equations (4) and (5). H^* is well known and the other parameters are deduced from experiments.

In figure 1, the calculated magnetization at constant field is plotted versus temperature. The experimental points fit very well with the calculated curves.

CONCLUSION

The irreversibility line of $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ could be due to the breakdown field of a proximity effect induced superconductivity. The structure of the compound is viewed as a superlattice of superconducting blocks of 3 Cu-O layers separated by normal blocks.

A second-order phase transition seems to take place at the breakdown field because we are able from thermodynamic considerations to quantitatively predict the change of magnetization at the phase transition.

REFERENCES

- [1] M. Tinkham, Phys. Rev. Lett. **61** (1988) 1658.
- [2] K.A. Müller *et al.*, Phys. Rev. Lett. **58** (1987) 1143.
- [3] Y. Yeshurun *et al.*, Phys. Rev. Lett. **60** (1988) 2202.
- [4] P. De Rango *et al.*, J. Physique (France) **50** (1989) 2857.
- [5] A.L. Fetter *et al.*, Superconductivity, ed. R.J. Parks (Marcel Dekker Inc. New York) Vol. 2 (1969) p. 817.
- [6] Deutscher G *et al.*, same reference as [5], p. 1005.
- [7] R. Tournier *et al.*, this conference.

Physica B 165&166 (1990) 1147-1148
North-Holland

THE "IRREVERSIBILITY LINE" OF A $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ SINGLE CRYSTAL :
EVIDENCE FOR A PHASE TRANSITION

B. GIORDANENGO*, J.L. GENICON, A. SULPICE, J. CHAUSSY,
R. TOURNIER, J.C. FRISON**, J.P. CHAMINADE**, M. POUCHARD**,
J. ETOURNEAU**,

Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, CNRS, BP 166X, 38042
Grenoble, *Merlin Gerin, Département de Recherches Générales, rue Henri Tarze,
38050 Grenoble Cédex, France, **Laboratoire de Chimie du solide du CNRS,
Université de Bordeaux, 351 Cours de la Libération, 33405 Talence, France

ABSTRACT - The irreversibility line $H^*(T)$ of a $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ single crystal varies as e^{-T/T_0} and diverges below 20 K. These phenomena could be related to a breakdown field of a weak superconductivity induced in BaO-TlO-TlO-BaO layer blocks by superconducting CuO layer blocks. The magnetization at the transition can be calculated assuming the existence of a second order phase transition.

In high T_c superconductors (1-4), magnetization hysteresis cycles are observed to become reversible near T_c in fields larger than a certain value H^* for a characteristic time of measurement. The study of the "irreversibility line" $H^*(T)$ of a $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ single crystal is presented. The critical temperature of this crystal is $T = 92$ K. The transition width is 3 K as observed by a-c susceptibility in zero d-c field. At 4.2 K, a large irreversibility is observed in the dc magnetization hysteresis cycle versus the applied field H . The frozen flux attains a value of 5000 emu/cm^3 for $H//c$ larger than ever observed in $RBa_2Cu_3O_7$. A critical current of $3 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$ is calculated using a Bean model. Applying the field along the ab plane does not lead to any frozen flux. Nevertheless, the irreversibility is a maximum for $H = 20$ Oe as compared to 20 kOe when the field is applied along the c-axis. The anisotropy of the critical currents is as large as 6000.

This crystal is so strongly anisotropic that the supercurrents are only flowing along the ab-planes with a critical current density as large as in $YBa_2Cu_3O_7$. Such a weak coupling between superconducting Cu-O layer blocks has encouraged us to study the d-c magnetization as well as the a-c susceptibility in a d-c field.

The "irreversibility line" can be determined (2) by a systematic study of the points (H^*, T^*) where the zero field-cooled and the field-cooled magnetizations become equal. In Fig. 1, H^* is plotted versus T . An exponential variation is observed between 25 and 80 K, H^* in Oe = $30000 \exp(-T/13.7)$. A divergence of H^* appears below 25 K. In the insert of fig. 1, $H^{*2/3}$ has been plotted versus T/T_c for $70 < T < 90$ K. Straight lines are obtained for the 2 types of measurements as expected from a depinning process of fluxon bundles through thermal activation at high temperatures. In

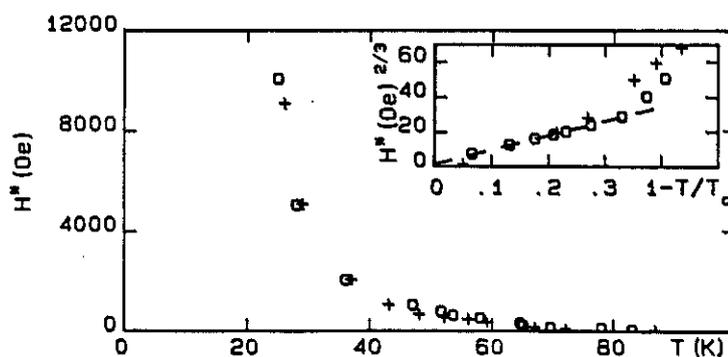


FIGURE I

Irreversibility line $H^*(T)$ defined by the reversibility of the d-c magnetization (\square) and by 90 % of the χ' signal (+). Inset : linear variation of $H^{*2/3}$ versus $(1-T/T_c)$ in low field.

1148

B. Giordanengo et al.

fig. IIa the a-c susceptibility measured in $H = 500$ Oe completely disappears above 60 K after a sharp fall. Its imaginary part shows peak of large amplitude similar to what is observed at a critical temperature. As shown in fig. IIb a d-c diamagnetism is measured from 60 to 90 K. In this temperature range the magnetization is fully reversible. A sharp increase of the zero field-cooled magnetization appears below T^* (fig. IIb) without showing any jump of magnetization at T^* . A second order phase transition could exist because we observe a change of $\left(\frac{\partial M}{\partial T}\right)_H$ at $T = T^*$.

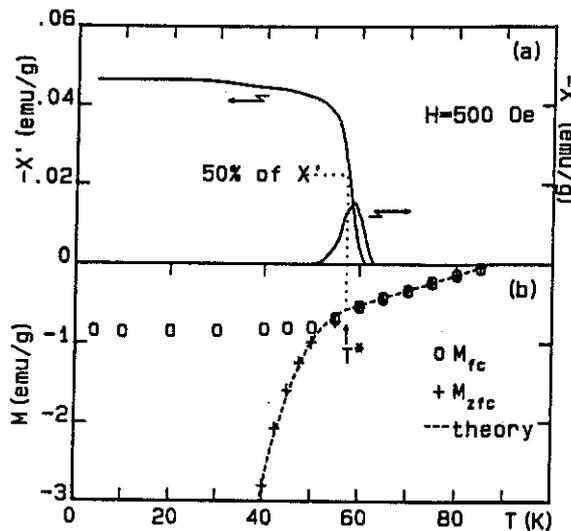


FIGURE II

- (a) Real and imaginary parts of the a-c susceptibility measured in a 500 Oe d-c field
 (b) Zero field-cooled (+) and field-cooled (x) magnetization measured in the same field. The dashed line is calculated using equation (5)

In order to interpret these properties, the crystal structure is viewed as a superlattice of superconducting Cu-O layer blocks separated by normal BaO-TlO-TlO-BaO layer blocks. H^* is considered as the breakdown field (4) H_b of a weak superconductivity induced by a proximity effect. At $H = H_b$, a phase transition occurs which corresponds to the introduction of normal walls between superconducting blocks (6).

$$H^* = H_b = H_0 \exp \frac{-d_N 2\pi k_B T}{\hbar v_N} \approx H_0 \exp \frac{-d_N}{\xi_N} \quad (1)$$

$$\text{where } H_0 = \frac{3.8 \phi_0}{2\pi \xi_N \lambda(0)} \text{ and } \xi_N = \frac{\hbar v_N}{2\pi k_B T} \quad (2)$$

ξ_N and $\lambda(0)$ are respectively the coherence length and the penetration depth at the interface between

normal and superconducting blocks. d_N is the normal block thickness. v_N is the Fermi velocity. $\xi_N \lambda_L(0)$ appears to be temperature independent from 25 K to high temperature. We obtain :

$$\lambda_N(0) \xi_N = 41600 \text{ \AA}^2, \xi_N = 156/T \text{ \AA}, \lambda_N = 268.T \text{ \AA}.$$

For $T < 13.6$ K, d_N becomes larger than ξ_N and H^* diverges at low temperature.

The reversible magnetization M at $T = 77$ K can be written as :

$$\frac{M}{1-T/T_c} = -3.54 + 0.39 \ln(H_i - H_{c1}) \quad (3)$$

H_{c1} is the lower critical field and H_i the internal field. Such a magnetization is expected (5) in extremely high κ superconductors when $H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$.

$$4\pi M = \frac{\phi_0}{8\pi\lambda^2} \left[\ln(H - H_{c1}) - \ln \frac{\phi_0}{4\pi\xi^2} \right] \quad (4)$$

$\lambda_{ab} = 1500$ \AA at $T = 77$ K can be deduced from equation 3. A supplementary magnetization ΔM for $T < T^*$ or $H < H^*$ has been calculated (7) assuming that a second order phase transition takes place at (T^*, H^*)

$$4\pi\Delta M = \frac{-\phi_0}{8\pi^2\lambda^2} \frac{H^* - H}{H - H_{c1}} \quad (5)$$

ΔM has to be added to M (eq. 4) in order to compare the calculated value to the measured one. (fig. IIb). This model agrees well with the experiments for all fields larger than 500 Oe. In lower fields, discrepancies are related to flux creep.

CONCLUSION

A very weak coupling is observed between superconducting Cu-O layer blocks and BaO-TlO-TlO-BaO blocks. The irreversibility line seems to be a phase transition line corresponding to the breakdown of an induced superconductivity in normal blocks. We are able from thermodynamic considerations to calculate without adjustable parameters, the supplementary magnetization which appears below the transition.

REFERENCES

- 1) Tinkham M., Phys. Rev. Lett., **61** (1988) 1658
- 2) Müller K.A. et al., Phys. Rev. Lett., **58** (1987), 1143
- 3) Yeshurun Y. et al., Phys. Rev. Lett., **60**, (1988), 2202
- 4) de Rango P. et al., J. Phys. France, **50**, (1989), 2857
- 5) Fetter A.L. et al., Superconductivity eds. R.J. Parks (Marcel Dekker Inc New York), Vol. **2**, (1969) p. 817
- 6) Deutscher G. et al., see 5 p. 1005
- 7) Tournier R. et al., this conference

CHAPITRE IV

**AU-DESSUS DE H^* : UN SUPRACONDUCTEUR
DE TYPE II IDEAL.**

IV.1 - Introduction

Les supraconducteurs de type II extrêmes, c'est-à-dire à très fort κ , sont connus pour leur fort piégeage du flux magnétique, permettant ainsi de transporter des fortes densités de courant et donc de réaliser des brins commerciaux pour bobines supraconductrices (NbTi, Nb₃Sn).

Cependant, dans les supraconducteurs à basse température critique, il est très difficile d'observer un comportement réversible sur une large gamme de températures en dessous de T_c . $H^*(T)$ est alors très proche de $H_{c2}(T)$.

Les nouveaux supraconducteurs à haute température critique offrent cette possibilité presque unique car leur aimantation est réversible au-delà de H^* et, comme nous l'avons vu précédemment, $H^*(T)$ se situe loin en dessous de $H_{c2}(T)$. On peut donc confronter leur aimantation à la théorie de G.-L. qui a été conçue pour un supraconducteur à l'équilibre et donc réversible en aimantation.

IV.2 - Résultats expérimentaux

IV.2.1 - Céramique de Bi "2223"

Figure 38 les dépendances en champ des aimantations isothermes normalisées par $(1 - T/T_c)$ à 30 K, 40 K et 77 K, sont tracées en échelle semi-logarithmique. Les points en dessous de H^* ont été calculés en supposant que l'aimantation à l'équilibre suit la relation :

$$M_{\text{éq.}} = \frac{M(H\uparrow) + M(H\downarrow)}{2} \quad (33)$$

$M(H\uparrow)$ et $M(H\downarrow)$ étant les aimantations en champ croissant et décroissant respectivement. Cette approximation ne doit être applicable que lorsque $|M(H\uparrow) - M(H\downarrow)| \ll |M_{\text{éq.}}|$.

Au-delà de H^* (montré par une flèche à 40 K) les trois courbes sont superposées et sont linéaires suivant l'équation :

$$M = 0,183 \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) (\ln H - 13) \quad (34)$$

avec une incertitude de 10 % environ, M étant exprimée en uem/g et H en Oersteds.

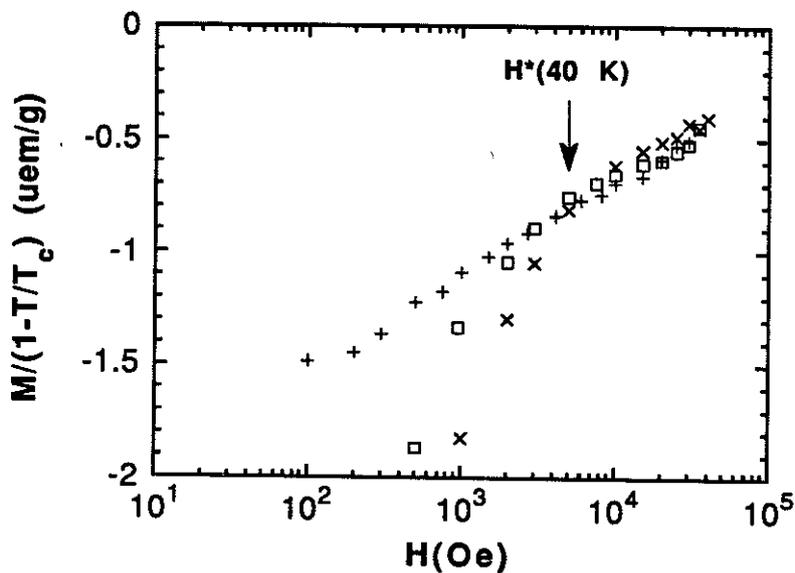


Figure 38 - Dépendance en champ des aimantations normalisées par $(1-T/T_c)$ à 30 K (x), 40 K (\square) et 77 K (+) pour la céramique de Bi "2223".

La figure 39 montre des points relevés sur les courbes $M(T)$ à champ constant, pour différentes températures et différents champs. Les points notés (+ : 0 K) correspondent, comme le montre l'encart de la figure, à l'extrapolation de la partie approximativement linéaire de la courbe d'aimantation (partie réversible) à 0 K. Les différents points s'alignent sur une seule droite d'équation :

$$M = 0,207 \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) (\ln H - 12,6) \quad (35)$$

peu différente de l'équation 34 déduite des courbes d'aimantation isotherme.

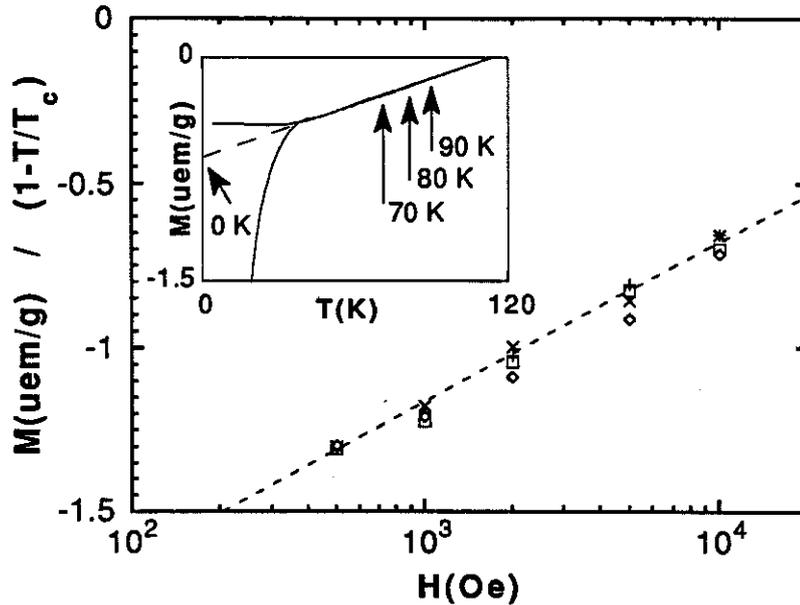


Figure 39 - Points relevés sur les courbes $M(T)$ à 90 K (\diamond), 80 K (\times) et 70 K (\square), ainsi que l'extrapolation à 0 K (+) de la céramique Bi "2223". Cette courbe montre la même loi d'échelle que les courbes $M(H)$.

IV.2.2 - Cristal TI n°1

La figure 40 montre l'aimantation du cristal TI n°1 à 77 K en échelle semi-logarithmique. Les champs sont exprimés en champ interne, représentation nécessaire à cause du grand coefficient de champ démagnétisant de ce cristal. La courbe d'aimantation suit l'équation :

$$M = 0,0591 \cdot \ln (H - H_{c1}) - 0,542 \quad (36)$$

avec une précision remarquable entre 5 Oe et 3 kOe environ, c'est-à-dire sur presque trois ordres de grandeurs.

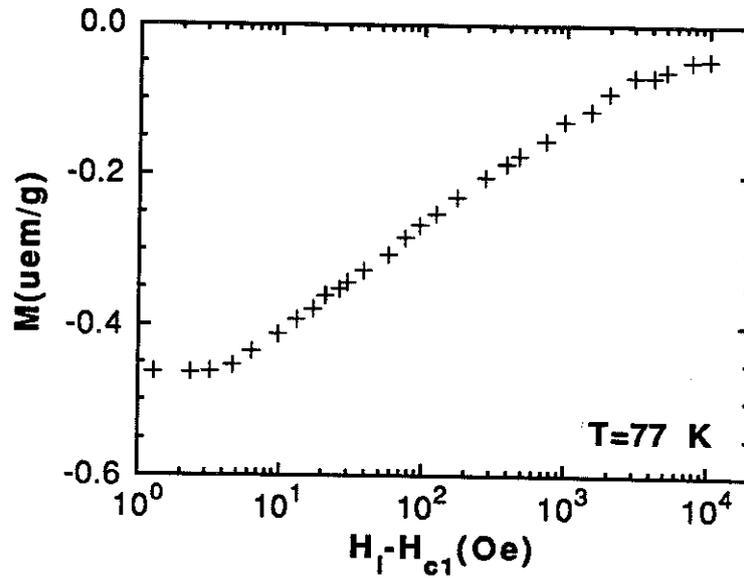


Figure 40 - Courbe d'aimantation à 77 K montrant un comportement parfaitement linéaire en fonction du logarithme du champ.

La figure 41 montre que les courbes à 50 K, 60 K et 85 K se superposent relativement bien avec la courbe à 77 K dans la représentation $M/(1 - T/T_c)$ en fonction de $\ln[(H - H_{c1})/(1 - T/T_c)]$.

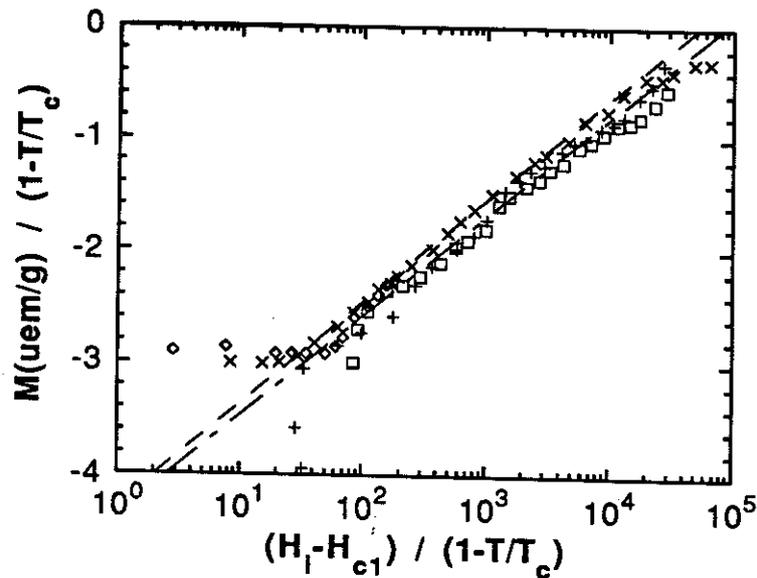


Figure 41 - Courbes d'aimantation à 50 K (+), 60 K (□), 77 K (x) et 85 K (◇) en échelles normalisées : $M/(1 - T/T_c)$ en fonction de $\ln[(H - H_{c1})/(1 - T/T_c)]$.

Les deux droites en tirets (— - — et - - - -) montrent l'incertitude sur le meilleur ajustement des points expérimentaux par une droite dans ce diagramme. Ces droites correspondent aux équations :

$$M = 0,396 \cdot \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) \left(\ln \frac{H - H_{c1}}{1 - T/T_c} - 11,3 \right) \quad (37)$$

$$M = 0,387 \cdot \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) \left(\ln \frac{H - H_{c1}}{1 - T/T_c} - 11,3 \right) \quad (38)$$

IV.3 - Interprétation

A. Abrikosov a donné en 1957 la solution de l'équation de G.-L. d'un supraconducteur de type II pour $H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$ [15]. Le supraconducteur est alors dans l'état mixte avec des zones normales cylindriques, les vortex, et des zones supraconductrices.

Pour un supraconducteur de type II extrême, la solution au premier ordre en $\ln(H)$ est :

$$M = \frac{\phi_0}{32\pi^2\lambda^2} \ln \left(\frac{4\pi\xi^2}{\phi_0} (H - H_{c1}) \right) \quad (39)$$

Pour $H \gg H_{c1}$, H_{c1} peut être négligé dans l'équation 39. La théorie G.-L. prédit les variations thermiques de λ et ξ suivantes :

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}} \quad (40)$$

$$\xi(T) = \frac{\xi(0)}{\sqrt{1 - T/T_c}} \quad (41)$$

ce qui permet de justifier la loi d'échelle (équations 37 et 38).

Les résultats expérimentaux pour la céramique de Bi "2223" ne se comprennent que si la variation thermique de ξ est négligée, ce qui est tout à fait surprenant. Cependant l'échantillon mesuré est une céramique non orientée. Si, comme nous le montrons au chapitre VII pour un cristal, l'aimantation d'un cristallite est totalement dominée par la composante du champ suivant l'axe \vec{c} , les cristallites voient une distribution de champs allant

de $H = 0$ pour les cristallites tels que $\vec{c} \perp \vec{H}_a$ jusqu'à $H = H_a$ pour les cristallites tels que $\vec{c} // H_a$. La courbe d'aimantation est donc une moyenne dont la dépendance en champ est très différente de celle d'un monocristal de la même phase. On peut tout de même calculer des valeurs de λ_{ab} et ξ_{ab} , mais la valeur de ξ_{ab} déduite de ces mesures n'est qu'un ordre de grandeur.

Pour cela il est nécessaire de corriger le terme devant le logarithme dans les équations 34 et 35 pour deux raisons. D'abord, à fort champ, l'orientation aléatoire des cristallites impose une correction d'un facteur 2 pour tenir compte du fait qu'on ne mesure que la projection de l'aimantation de chaque cristallite. Une correction de 20 % est de plus nécessaire pour tenir compte de la présence de phases normales parasites. Ce qui donne 0,46 et 0,52 au lieu de 0,183 et 0,207 pour les équations 34 et 35 respectivement.

La confrontation avec l'équation théorique donne :

$$\lambda_{ab}(0) = 1480 \text{ \AA} \text{ et } \xi_{ab} = 19 \text{ \AA} \text{ pour l'équation 34,}$$

$$\lambda_{ab}(0) = 1390 \text{ \AA} \text{ et } \xi_{ab} = 24 \text{ \AA} \text{ pour l'équation 35.}$$

Ces valeurs sont très cohérentes avec celles de la littérature pour le même composé [49]. On peut donc conclure à $\lambda_{ab}(0) = 1450 \pm 100 \text{ \AA}$ et $\xi_{ab} = 22 \pm 4 \text{ \AA}$.

Les résultats pour le cristal TI n°1 ne sont superposés que si on introduit la dépendance thermique de ξ_{ab} ce qui paraît normal. Ce cristal suit donc parfaitement G.-L. dans l'état réversible, lorsque le champ est appliqué suivant l'axe \vec{c} . Il est de plus ici nécessaire de tenir compte du terme H_{c1} dans le logarithme car les premiers points sont à des champs peu supérieurs à H_{c1} . Le H_{c1} introduit dans le calcul est le champ expérimental H_p et non le H_{c1} de G.-L. calculé au chapitre II. Pour les courbes à 85 K, 77 K et 60 K les 2 champs sont confondus; le choix de l'un ou l'autre n'importe donc pas. Par contre à 50 K, il existe une différence importante entre les 2 champs. Le champ expérimental a donné la meilleure superposition avec les autres courbes dans la loi d'échelle. Cela semble montrer qu'à 50 K, H_p est bien la valeur thermodynamique du champ de première pénétration, certainement à cause de l'effet de proximité qui tend à courber H_{c1} vers le haut. Les résultats expérimentaux conduisent à :

$$\lambda_{ab}(0) = 1420-1530 \text{ \AA}$$

$$\xi_{ab}(0) = 38-54 \text{ \AA.}$$

Cette valeur de λ_{ab} est en bon accord avec la valeur $\lambda_{ab}(0) = 1360 \text{ \AA}$ déduite de la pente de H_{c1} près de T_c . Par rapport à la littérature [49] l'accord est correct. Pour ξ_{ab} , la valeur trouvée est sensiblement supérieure à celle

déduite des mesures de H_{c2} de H. Mukaida et col. [42] sur un cristal de la même phase soit TI "2212" : $\xi_{ab} = 30 \text{ \AA}$.

A bas champ ($(H-H_{c1})/(1-T/T_c) < 30 \text{ Oe}$) l'aimantation ne suit plus la loi d'échelle. Cela peut être dû à plusieurs causes :

- L'équation 39 est le premier terme d'un développement. Elle n'est plus valable lorsque la condition $H_{c1} \ll H$ n'est pas vérifiée.
- Près de H_{c1} les erreurs commises lors de l'évaluation de H_{c1} sont amplifiées dans le terme $\ln(H-H_{c1})$. Cela pourrait expliquer la dispersion des courbes à bas champ (les courbes à 85 K et 77 K sont au-dessus des droites calculées alors que les courbes à 60 K et 50 K sont en dessous).
- A bas champ l'aimantation est irréversible et il est certain que, lorsque $|M(H\uparrow) - M(H\downarrow)|$ n'est plus très inférieur $|M_{\text{éq.}}|$, l'aimantation d'équilibre ne peut plus être assimilée à la moyenne des aimantations à la montée et à la descente du champ.

A haut champ deux causes peuvent expliquer les désaccords entre les points expérimentaux et les droites calculées :

- Le paramagnétisme du composé devient important à haut champ. Cependant, dans la gamme de températures et de champs étudiés, il semble rester relativement faible par rapport au signal diamagnétique ($< 20\%$). De plus, tenir compte de cet effet accroîtrait le désaccord et ne pourrait donc pas l'expliquer.
- L'équation 39 n'est pas valable près de H_{c2} . A $H_{c2}/2$ notamment elle donne $M = 0$; elle ne peut donc s'appliquer que pour $H \ll H_{c2}/2$. Or les droites observées nous conduisent à $H_{c2}(0) = 10^5 - 1,6 \cdot 10^5 \text{ Oe}$ soit $H_{c2}(77 \text{ K}) = 15-25 \text{ kOe}$, ce qui n'est environ que 2 fois supérieur au plus haut champ mesuré à cette température (10 kOe). Il est donc normal que les derniers points mesurés à 77 K soient en-dessous des droites calculées car l'équation 39 n'est plus valable.

En conclusion nous retiendrons la validité du modèle de G.-L. sur une large gamme de champs et de températures, ce qui nous a permis de déduire les paramètres supraconducteurs $\lambda_{ab} = 1420-1550 \text{ \AA}$ et $\xi_{ab} = 38 \pm 44 \text{ \AA}$, en assez bon accord avec la littérature.

CHAPITRE V

ENTRE H_p ET H_{c1} : UN VERRE DE VORTEX ?

V.1 - Relaxation de l'aimantation

V.1.1 - Introduction

Depuis la première observation de relaxation de l'aimantation dans le composé $\text{La}_2\text{CuO}_4:\text{Ba}$ par K. A. Müller et col.[8], cet effet a beaucoup été étudié, principalement sur les familles de composés LaCuO [50], YBaCuO [32] et BiSrCaCuO [51].

Deux interprétations principales ont été avancées pour expliquer la forme des courbes de relaxation observées.

La première interprétation pour expliquer la relaxation des supraconducteurs de type II a été proposée en 1962 par P. W. Anderson [52]. Elle est basée sur la description classique de vortex activés thermiquement. Dans ce processus la dépendance temporelle de l'aimantation M est décrite par :

$$M(t,T) = M_0(T) \left(1 + \frac{k_B T}{U_0(T)} \ln \frac{t}{\tau} \right) \quad (42)$$

τ étant le temps de relaxation, $M_0(T)$ l'extrapolation de l'aimantation au temps $t = \tau$ et $U_0(T)$ l'énergie d'activation ou hauteur de la barrière de piégeage.

La seconde interprétation est basée sur l'hypothèse qu'aux basses températures les vortex se retrouvent dans un état vitreux où le piégeage fort les contraint à être disposés de manière désordonnée avec de nombreuses frustrations et de multiples états d'énergies identiques ou extrêmement proches. Les calculs de M. P. A. Fisher [46] conduisent à l'expression suivante pour la dépendance temporelle de l'aimantation :

$$M = M_\infty + m_1 \left(\ln \frac{t}{\tau} \right)^{-1/\mu} \quad (43)$$

M_∞ étant l'aimantation au temps $t = \infty$, m_1 une constante dépendant de la densité de courant critique et μ un exposant universel avec $0 \leq \mu \leq 1$. Cette expression conduit à une aimantation qui relaxe vers M_∞ quand $t \rightarrow \infty$.

V.1.2 - Relaxation de la céramique Bi "2223"

V.1.2.1 - Résultats expérimentaux

La figure 42 montre les courbes de relaxation du moment magnétique \mathcal{M} de la céramique de Bi "2223" sous 1 kOe aux températures $T = 20$ K, 30 K, 40 K, 50 K et 55 K respectivement de bas en haut. La procédure expérimentale utilisée est la suivante : l'échantillon est refroidi en champ nul depuis une température supérieure à T_c jusqu'à 4 K où le champ est appliqué. La température est ensuite augmentée jusqu'à la température de l'expérience où la relaxation est mesurée.

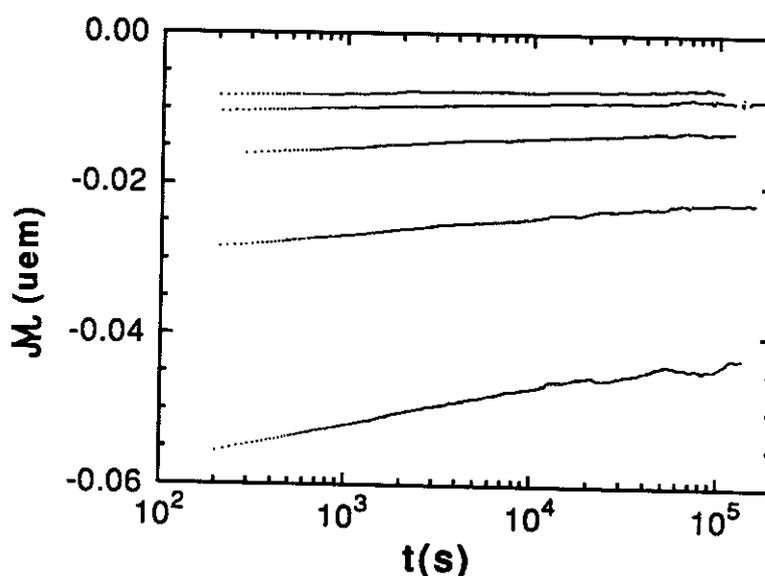


Figure 42 - Relaxation du moment magnétique de la céramique de Bi "2223" à 20 K, 30 K, 40 K, 50 K et 55 K respectivement de bas en haut.

Cette méthode permet d'éviter que l'aimantation relaxe de façon importante avant le début de la mesure car, les temps de relaxation étant en exponentielle de $1/T$, la relaxation qui s'est produite à une température inférieure à celle de la mesure T_m est complètement négligeable par rapport à la relaxation se produisant à T_m . Par contre il existe une incertitude de l'ordre de 100 s sur le début de la mesure car il est difficile de savoir exactement à quel instant l'échantillon est parfaitement thermalisé. Un autre défaut de cette procédure est la non connaissance de la valeur vers laquelle l'aimantation expérimentale relaxe. La procédure consistant à mesurer la relaxation de l'aimantation rémanente présente l'avantage que, dans ce cas, l'équilibre est

connu : $M = 0$. Par contre la valeur de départ est alors beaucoup moins bien connue que par la méthode employée ici, de sorte que les deux méthodes ont autant d'avantages que d'inconvénients.

Les 5 moments magnétiques mesurés sous un champ de 1 kOe à 20 K, 30 K, 40 K, 50 K et 55 K relaxent linéairement avec le logarithme du temps suivant une loi du type :

$$\mathcal{M} = \mathcal{M}_0 (1 + \alpha . \ln t) \quad (44)$$

\mathcal{M}_0 étant dans ce cas le moment magnétique extrapolé au temps $t = 1$ s si t est exprimé en secondes. Cette forme est vérifiée dans toute la gamme de températures étudiées et sur 3 ordres de grandeurs de temps, de 10^2 s à 10^5 s.

La figure 43 montre que les courbes $\mathcal{M} . T^2$ sont assez bien superposées entre 30 K et 50 K. Ce résultat implique deux conclusions : l'aimantation initiale est proportionnelle à $1/T^2$ et la relaxation de l'aimantation relative $\mathcal{M}/\mathcal{M}_0$ ne dépend que très peu de la température.

Les courbes à 20 K et à 55 K sont à peu près superposées mais sont un peu plus hautes dans ce diagramme que les courbes à 30 K, 40 K et 50 K.

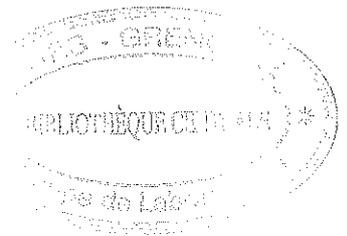
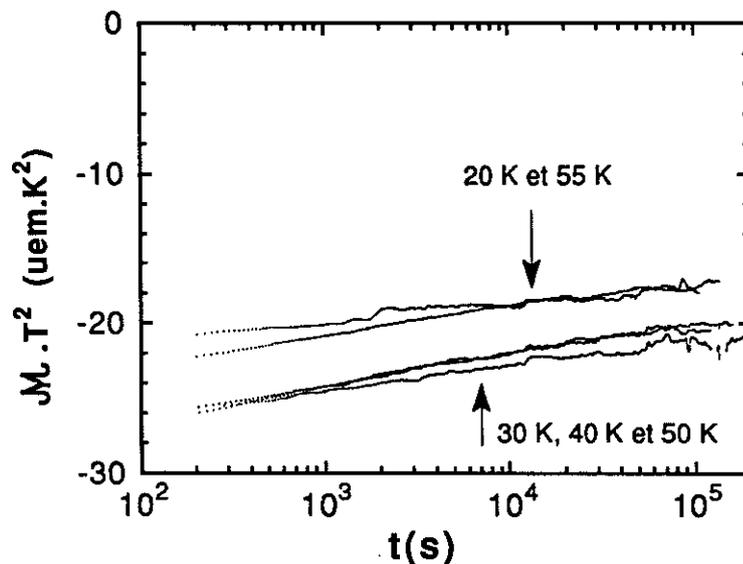


Figure 43 - Mêmes courbes que la figure 42 mais c'est $\mathcal{M} . T^2$ qui est ici représenté en fonction du logarithme du temps.

V.1.2.2 - Interprétation

Selon C. W. Hagen et col. [53] la relaxation du moment magnétique \mathcal{M} est bien décrite par :

$$\mathcal{M}(t,T) = \mathcal{M}(0,T) \cdot \left(1 - \frac{k_B T}{U_0} \ln(1 + t/\tau) \right) \quad (45)$$

où typiquement $10^{-12} \text{ s} \leq \tau \leq 10^{-6} \text{ s}$. L'énergie d'activation peut être déduite de la vitesse de relaxation :

$$S = \left| \frac{1}{\mathcal{M}} \frac{d\mathcal{M}}{d\ln t} \right|_{t=t_0} = \frac{1}{U_0(T)/k_B T - \ln(t_0/\tau)} \quad (46)$$

où t_0 est l'instant de la mesure, par exemple $t_0 = 200 \text{ s}$.

La loi 46 est bien vérifiée expérimentalement à toutes les températures de mesure.

La vitesse de relaxation en fonction de la température ainsi que le potentiel U_0 qu'on en déduit sont montrés figures 44 et 45. S semble relativement constant entre 20 K et 40 K, avec toutefois une décroissance importante à partir de 50 K.

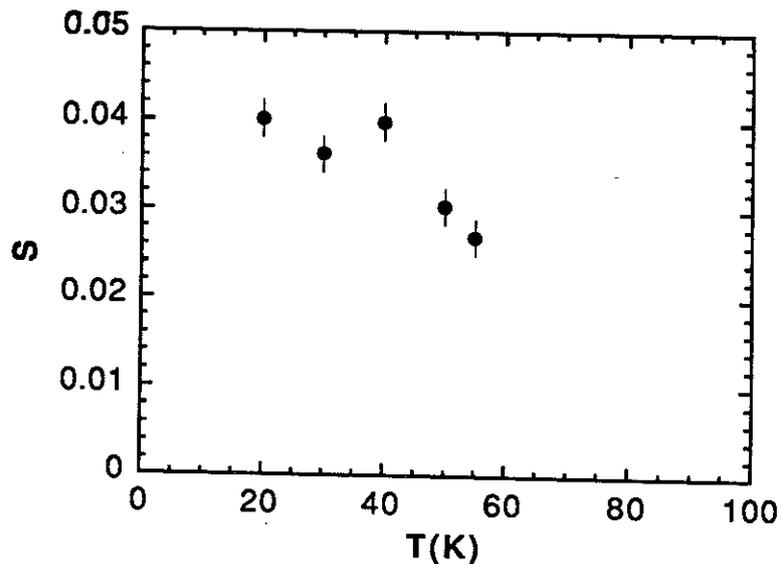


Figure 44 - Vitesse de relaxation de l'aimantation $S = |1/\mathcal{M} \cdot d\mathcal{M}/d\ln t|_{t=t_0}$ en fonction de la température. S est déduit des courbes présentées figure 42. Les barres correspondent à l'incertitude sur S .

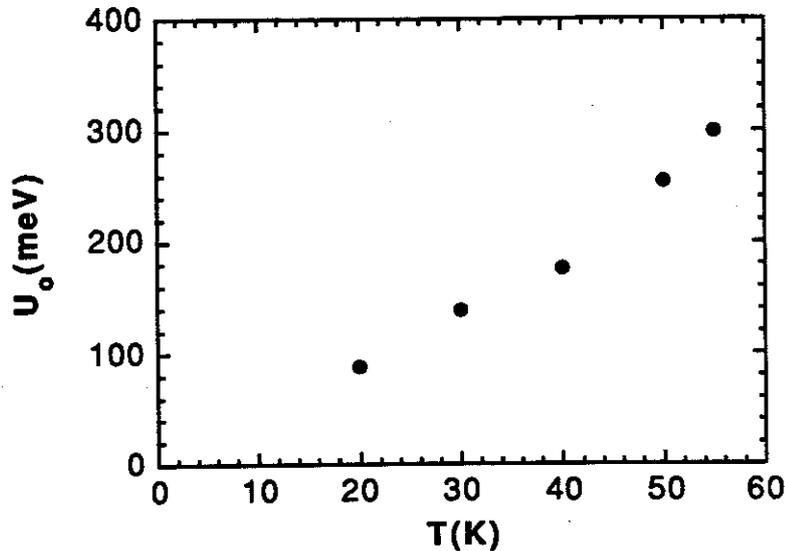


Figure 45 - Potentiel de piégeage U_0 déduit des valeurs de S , en fonction de la température.

Le potentiel U_0 déduit des valeurs de S est approximativement linéaire avec la température entre 20 K et 40 K. Au delà U_0 croît plus rapidement. Ce résultat est tout à fait cohérent avec celui de Mittag et col. [54] qui trouvent, pour le Bi "2223" et sous 1 kOe, un U_0 linéaire avec T entre 10 K et 50 K environ puis un accroissement important de U_0 à plus haute température. Cet accroissement est interprété comme étant dû à l'approche de la réversibilité pour laquelle la relaxation nulle donne un U_0 apparent infini. En effet, sous 1 kOe, la température d'irréversibilité $T^* = 65,7$ K n'est supérieure à la plus haute température mesurée que de seulement 10 K. Cette forme de potentiel croissant avec la température a également été observée par Y. Yeshurun [32] sur un monocristal d'YBaCuO. On s'attend par contre, à plus haute température, à trouver un U_0 décroissant avec la température pour s'annuler à T_c , étude qu'il faudrait entreprendre sous un champ appliqué plus faible car sous 1 kOe la température d'irréversibilité est trop basse pour pouvoir étudier la relaxation près de T_c .

V.1.3 - Relaxation du cristal de TI n°1

V.1.3.1 - Résultats expérimentaux

La figure 46 montre la relaxation de l'aimantation du cristal TI n°1 à 35 K et sous 1 kOe appliqués suivant l'axe \vec{c} . La courbe du bas a été faite suivant le même processus expérimental que celui décrit

précédemment pour la céramique de Bi "2223". Par contre, la courbe de haut a été mesurée après que l'échantillon ait été refroidi sous champ jusqu'à la température de mesure. Il est clair que, sur plus de 3 ordres de grandeur du temps, cette aimantation n'en dépend pas. Ce résultat peut se comprendre dans la mesure où τ croît en exponentielle de $1/T$ lorsque T décroît, de sorte que l'essentiel de la relaxation s'est produit à haute température. L'aimantation ne relaxe alors que très peu, si ce n'est pas du tout, à la température de mesure; le temps de refroidissement ayant suffi à faire complètement relaxer l'échantillon. On peut donc s'attendre à ce que l'aimantation mesurée pendant le refroidissement sous champ soit beaucoup plus proche de l'aimantation d'équilibre que celle mesurée après refroidissement en champ nul.

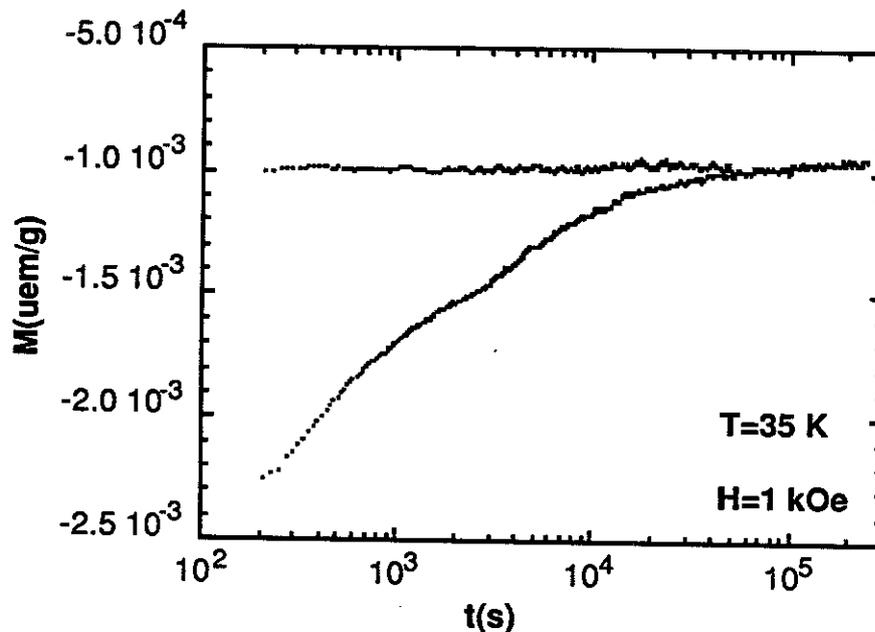


Figure 46 - Relaxation de l'aimantation du cristal TI n°1 avec 2 procédés expérimentaux.

La figure 46 montre que les deux courbes expérimentales se rejoignent aux grands temps, vers 10^5 s, montrant un comportement très différent de celui de la céramique de Bi "2223". De plus il est clair que la courbe après refroidissement en champ nul n'est pas linéaire en fonction de $\ln t$, et ce, quel que soit l'intervalle de temps choisi.

V.1.3.2 - Interprétation

La non linéarité de la relaxation de l'aimantation avec le logarithme du temps montre clairement que la théorie classique de la relaxation ne peut pas s'appliquer ici.

Par contre nous avons tenté d'appliquer le modèle de M. P. A. Fisher et col. [46,55,56] où en dessous de la ligne d'irréversibilité, l'état est supposé être un verre de vortex tel que les vortex sont désordonnés et fixés aux nombreux défauts du réseau cristallin alors que l'état au-dessus serait un liquide de vortex. Il existe dans cet état vitreux presque une infinité d'états différents d'énergies très voisines, de sorte que le système peut adopter n'importe lequel de ces états.

Pendant les énergies des différents états étant légèrement différentes, l'aimantation relaxe tout de même très lentement. M. P. A. Fisher donne l'expression suivante pour la relaxation :

$$M = M_{\infty} + m_1 \left(\ln \frac{t}{\tau} \right)^{-1/\mu} \quad (47)$$

M_{∞} : aimantation au temps $t = \infty$

m_1 : constante

τ : constante de temps d'activation thermique. Typiquement $\tau = 10^{-9}$ - 10^{-10} s.

μ : constante universelle avec $0 \leq \mu \leq 1$.

Les deux traits (continu et tirets) figure 47 ont été calculés avec l'expression 47 en choisissant $\tau = 10^{-9}$ s et avec les deux valeurs $\mu = 0,04$ et $\mu = 0,05$. Les courbes expérimentale et théorique ne sont en accord que pour les temps supérieurs à 3000 s. Toutefois ce désaccord aux faibles temps n'est pas trop surprenant car l'expression 47 n'est donnée que pour les grands temps.

La valeur au temps infini trouvée par le calcul $M_{\infty} = -0,8$ uem/g est très proche de la valeur trouvée expérimentalement en mesure après refroidissement en champ nul, ce qui nous conforte dans le choix d'appliquer ce modèle.

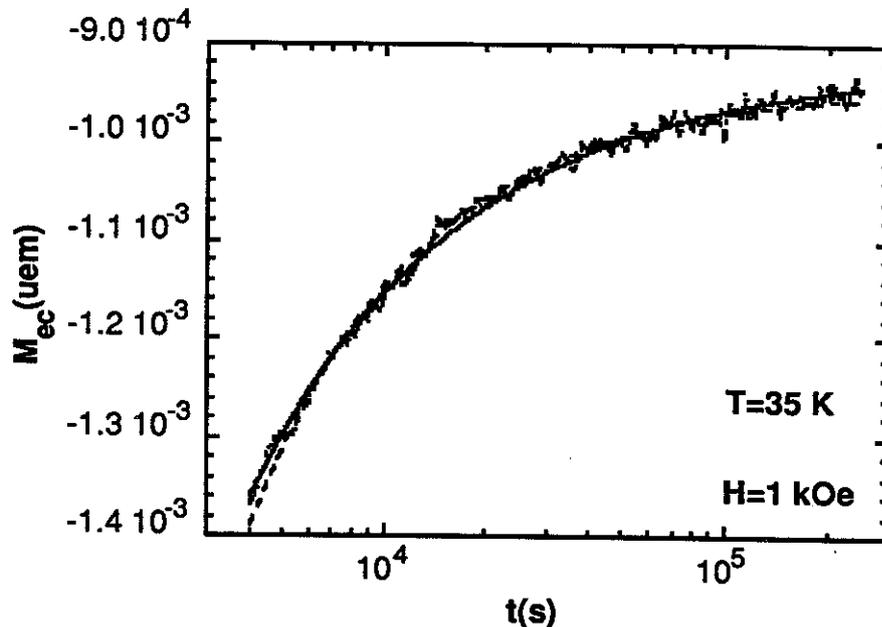


Figure 47 - Relaxations de l'aimantation expérimentale (.....) et calculée avec le modèle de M. P. A. Fischer [46] (--- et —), pour $t > 300$ s.

Par contre la valeur de la constante universelle $\mu = 0,04-0,05$ est très différente de celle déduite par R. H. Koch et col. [55] à partir de mesures $V(I)$: $\mu = 0,4 \pm 0,2$. Malgré la forte imprécision, de leur valeur liée au fait que ce type de mesure est mal adapté pour déduire une valeur de μ , notre valeur est au minimum 4 fois plus faible que la leur, ce qui révèle une relaxation beaucoup plus rapide dans notre cristal. La valeur déduite par ces auteurs est-elle faussée par le piégeage extrinsèque beaucoup plus fort dans les couches minces pleines de défauts que dans les monocristaux ?

La différence de comportement de la relaxation de l'aimantation entre la céramique Bi "2223" qui suit le modèle d'activation thermique de Y. B. Kim et le cristal Tl "2212" n°1 qui semble obéir au modèle de verre de vortex de M. P. A. Fisher pourrait provenir d'une différence dans les processus de piégeage. La céramique ayant un piégeage individuel des vortex alors que dans le cristal les vortex seraient piégés collectivement. Cette différence de comportement doit être due à la structure du matériau (céramique ou cristal) mais aussi aux gammes de champs et de températures étudiées.

V.2 - Les deux maxima de $|M|$

V.2.1 - Résultats expérimentaux

La figure 48 montre les courbes de première aimantation $M(H)$ à 20 K (-----), 22 K (— — —), 25 K (— - - —), 30 K (.....), 35 K (— - —) et 50 K (——) pour le cristal TI n°1, suivant l'axe \vec{c} .

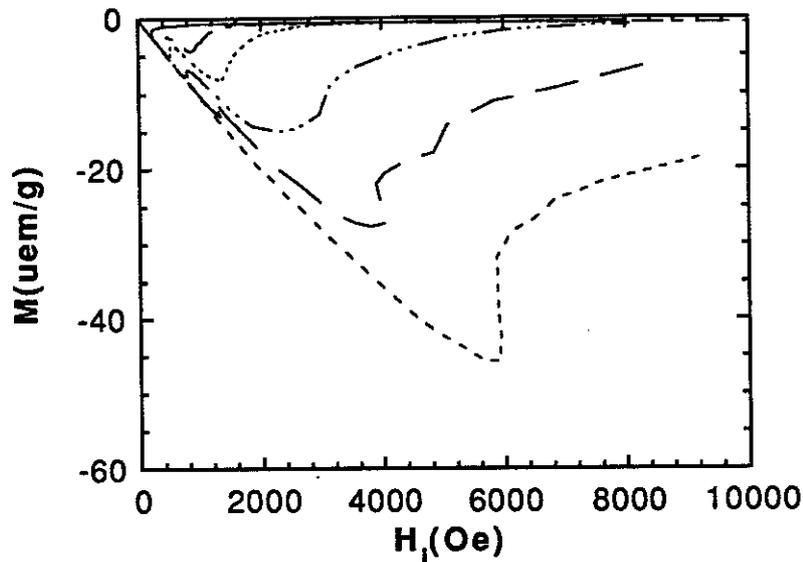


Figure 48 - Courbes de première aimantation à 20 K, 22 K, 25 K, 30 K, 35 K et 50 K.

Les courbes entre 22 K et 35 K présentent deux maxima d'aimantation. Le deuxième maximum peut même présenter une amplitude plus importante que le premier comme c'est le cas à 22 K, 25 K et 30 K. Par contre les courbes faites à 20 K et à 50 K sont parfaitement classiques avec un seul maximum d'aimantation suivi d'une décroissance très rapide comme le prévoit la théorie pour un supraconducteur réversible.

Ces courbes ont été représentées en champ interne de manière à bien montrer la chute brutale de $|M|$ au-dessus du premier maximum. La courbe à 22 K présente une diminution du champ interne au-dessus du premier maximum de $|M|$. Pour certaines valeurs du champ interne, l'aimantation peut donc prendre plusieurs valeurs, ce qui est très surprenant. Toutefois la vraie courbe expérimentale a été mesurée en champ appliqué, représentation dans laquelle l'aimantation est parfaitement définie. La diminution du champ interne doit être due au fait qu'il a été calculé à l'aide du coefficient de champ démagnétisant, or ce calcul n'est correct que pour un ellipsoïde uniformément

démagnétisant, or ce calcul n'est correct que pour un ellipsoïde uniformément aimanté. Notre cristal n'est pas un ellipsoïde mais surtout son aimantation n'est uniforme que dans l'état Meissner et non au-dessus de H_{c1} (voir l'annexe II). Néanmoins il y a bien une chute brutale de $|M|$ au champ du premier maximum.

V.2.2 - Interprétation

Différents auteurs ont observé des courbes d'aimantation à deux maxima, notamment V. N. Kopylov [57] sur un monocristal de Tl "2212" entre 35 K et 55 K soit dans une gamme proche de la nôtre et M. Däumling [58] sur Bi "2212", mais aucune de ces courbes ne ressemble exactement à celles de la figure 48.

K. Chikumoto et col. [59] ont attribué un tel effet sur un monocristal de Bi "2212" à un piégeage du flux passant d'individuel à collectif. Le flux étant mieux piégé, l'aimantation croît lorsque le champ augmente. En accord avec cette idée, il est à noter que la relaxation de l'aimantation est plus importante à 40 K qu'à 20 K et est plus importante au-delà du deuxième maximum qu'en-deçà de ce maximum.

La discontinuité apparente de M au premier maximum pourrait indiquer la présence d'une force attractive entre vortex [60-62]. Elle pourrait être due à une "granularité intra-grain" comme l'ont suggéré M. Däumling et col. en 1990 [58]. L'existence d'une barrière de surface de type Bean-Livingston [17] pourrait aussi expliquer ce saut d'aimantation comme nous allons le voir.

Une barrière de surface s'oppose à l'entrée des vortex au sein du matériau. L'échantillon reste alors dans l'état Meissner jusqu'au champ de barrière H_p puis saute brutalement à la valeur donnée par le modèle de Bean [63], sans barrière.

Pour une plaque d'épaisseur D et de taille infinie dans les 2 autres directions, Bean [64] donne les expressions suivantes pour l'induction moyenne B :

$$B = \frac{H^2}{2H_B} \quad \text{pour } H \leq H_B \quad (48)$$

$$B = H - \frac{H_B}{2} \quad \text{pour } H \geq H_B \quad (49)$$

H_B étant le champ pour lequel il y a pénétration complète du flux à l'intérieur de l'échantillon : $H_B = \pi J_c D / 5$. Ce champ est approximativement égal au champ pour lequel $|M|$ est maximale.

Si le premier saut d'aimantation correspond au dépassement d'un champ de barrière H_p , l'induction passe alors de $B = 0$, tant que la barrière est efficace c'est-à-dire pour $H < H_p$, à $B = H^2/(2H_B)$ selon le modèle de C. P. Bean, au dessus de H_p . Le saut d'induction à H_p est alors :

$$\Delta B = \frac{H_p^2}{2H_B} \quad (50)$$

La figure 49 présente le saut d'induction ΔB en fonction de $H_p^2/(2H_B)$. Les (+) représentent les valeurs expérimentales à 35 K, 30 K, 25 K et 22 K respectivement de gauche à droite. La droite en tiret (----) correspond au modèle de Bean (équation 50). L'accord semble assez bon car les incertitudes sur les points expérimentaux sont importantes. H_B le champ du maximum de $|M|$ n'est pas facile à déterminer précisément car il dépend de la vitesse de balayage en champ, la relaxation étant importante dans cette partie de la courbe.

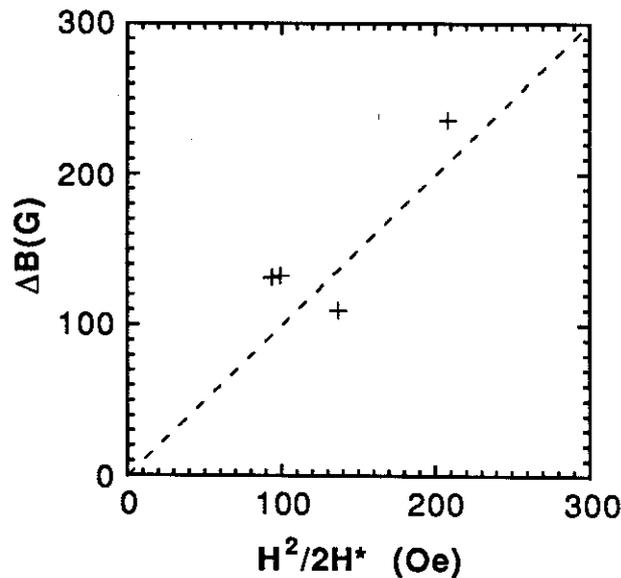


Figure 49 - Comparaison entre le saut d'induction ΔB au champ H_p (+) et la valeur calculée à partir du modèle de Bean (----)

L'échantillon se présente sous la forme d'une plaquette. Or C. P. Bean a développé son modèle pour des échantillons infinis dans la direction du champ appliqué. D. J. Frankel [65] puis M. Däumling et col. [66] ont notamment montré expérimentalement et par une simulation numérique que l'induction locale peut même être dirigée dans la direction opposée au champ

appliqué, sur les bords d'un échantillon suffisamment mince. Ils ont également montré que pour un échantillon mince la dimension D à prendre en compte dans le modèle de C. P. Bean est l'épaisseur de l'échantillon et non son diamètre moyen. Il est donc normal d'appliquer le modèle de Bean dans le cas d'une plaque et non d'un cylindre (cette seconde hypothèse donne des résultats bien moins bons). Cependant il ne faut pas chercher un accord quantitatif trop parfait entre les résultats expérimentaux et le calcul car le modèle employé n'est qu'une approximation très grossière.

Sur cette base, notre interprétation du saut d'aimantation à bas champ par la présence d'une barrière de surface semble une nouvelle fois satisfaisante.

CHAPITRE VI

MULTIFILAMENTAIRES NbTi.

VI.1 - Introduction

Nous avons présenté aux chapitres II et III, pour expliquer certaines propriétés supraconductrices des composés BiSrCaCuO et TlBaCaCuO, un modèle qui suppose que ces composés sont formés de multi-plans CuO₂ supraconducteurs séparés par des couches métalliques où la supraconductivité est induite par effet de proximité. Il était donc important d'étudier comme modèle un composite artificiel dans lequel l'existence d'un effet de proximité est certaine lorsque les conditions de champ et de température sont adéquates. A. Février de l'entreprise Alcatel-Alsthom Recherche, avec qui nous collaborons, nous a proposé d'étudier comme composite leurs brins multifilamentaires NbTi enrobés dans une matrice en CuNi. Ces brins, qui ont déjà été longuement étudiés [13,14], présentent une importante supraconductivité dans la matrice induite par effet de proximité. Malgré la forte résistivité du CuNi, cette supraconductivité induite est importante car la distance entre filaments supraconducteurs est très faible. En faisant varier les distances interfilamentaires, nous espérons mieux comprendre le couplage par effet de proximité dans ce composite et transposer éventuellement certains résultats aux supraconducteurs à haute température critique.

Ces brins n'ont pas une structure lamellaire mais filamentaire ce qui est certes différent mais peut néanmoins permettre certaines comparaisons.

VI.2 - Aimantation bas champ en champ parallèle aux filaments

Un échantillon composé de 40 brins n° 1 (diamètre des filaments $d_f = 53$ nm et distance entre filaments $d_n = 51$ nm) a été mesuré en aimantation en champ parallèle aux filaments à la température de 2 K (figure 50). L'aimantation est linéaire en fonction du champ magnétique jusqu'à 7,5 Oe mais elle est très faible. Si le moment magnétique de l'échantillon est rapporté au volume de NbTi V_{NbTi} , la susceptibilité continue trouvée est donnée par l'expression :

$$\chi_{dc} = \frac{1}{V_{NbTi}} \frac{\Delta \mathcal{M}}{\Delta H} = 4,44 \cdot 10^{-2} \cdot \frac{-1}{4\pi} \quad (51)$$

La susceptibilité attendue pour un supraconducteur massif allongé dans le sens du champ appliqué étant $\chi_{\text{massif}} = -1/4\pi$, le volume diamagnétique apparent ne représente donc que 4% du volume de NbTi. Cette faible fraction supraconductrice n'est en fait pas étonnante car les filaments élémentaires ont un rayon R plus faible que la profondeur de pénétration λ . On pourrait au contraire s'attendre à une fraction encore plus faible.

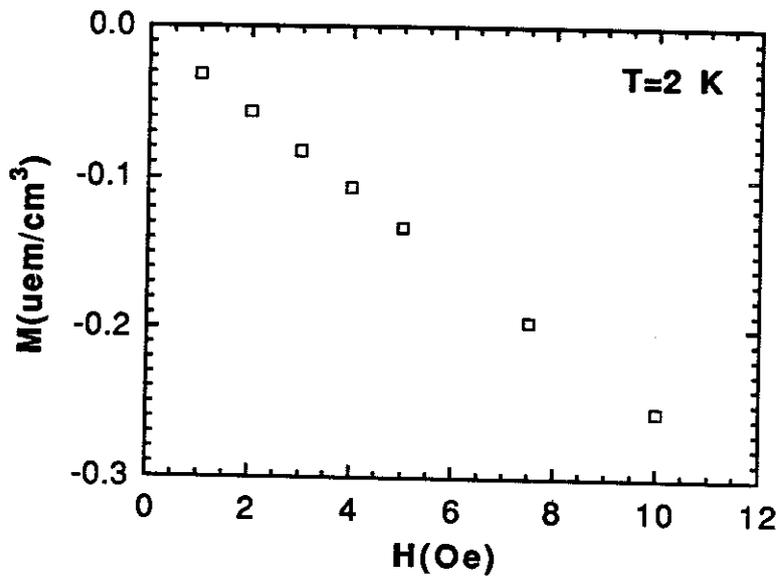


Figure 50 - Courbe de première aimantation en bas champ du brin n°1, à 2 K. Le champ est appliqué parallèlement à l'axe du brin.

En négligeant le couplage entre filaments voisins, la pénétration du champ peut être vue comme isotrope autour d'un filament unique. La symétrie cylindrique du système rend la première équation de London facilement soluble [67] :

$$F(x) = 1 - \frac{2}{x} \frac{I_1(x)}{I_0(x)} \quad (52)$$

avec $F(x)$: fraction supraconductrice apparente

$$x = R/\lambda$$

I_1 et I_0 : fonctions de Bessel modifiées du premier type et d'ordre 1 et 0 respectivement.

Pour $R \gg \lambda$, un développement de F en série donne :

$$F(x) = \frac{x^2}{8} - \frac{x^4}{384} + O(x^6) \quad (53)$$

Cette expression conduit à $\lambda = 44$ nm. Cette valeur est beaucoup plus faible que celles proposées par différents auteurs dont A. K. Gosh et W. B. Sampson [68] : $\lambda = 270$ nm à 4,2 K, valeur qui a été déduite de la fraction supraconductrice de 10 brins NbTi/CuNi différents avec $0,125 \mu\text{m} < d_f < 1 \mu\text{m}$ et $d_n \approx 0,15.d_f$. Cette valeur concorde avec les valeurs que I. Hlasnik [69] déduit d'une mesure de H_{c2} et avec l'hypothèse que $\kappa = 40-80$: $\lambda = 210-420$ nm à 4,2 K. Ce qui conduit à $\lambda = 203-410$ nm à 2 K en utilisant l'expression de Gorter-Casimir $\lambda(T) = \lambda(0)/\sqrt{1 - (T/T_c)^4}$. La valeur de λ que nous trouvons est trop faible pour être acceptable.

Le brin étudié a une distance entre filaments d_n très inférieure à celle du brin de Gosh. Les filaments de NbTi supraconducteurs sont entourés d'un métal normal, la matrice en CuNi. Le NbTi induit dans ce métal, par effet de proximité [29], une supraconductivité faible sur une distance égale approximativement à la longueur de cohérence dans le métal normal. Dans la limite qui peut être appliquée ici d'un supraconducteur sale la longueur de cohérence dans le CuNi, ξ_n est donné par l'expression :

$$\xi_n = \sqrt{\frac{\hbar v_F l}{6\pi k_B T}} \sim \rho^{-\frac{1}{2}}. \quad (54)$$

v_F étant la vitesse de Fermi, l le libre parcours moyen et ρ la résistivité du métal normal. ξ_n est d'autant plus faible que le matériau est plus résistif. A 4,2 K différents auteurs [70,71] trouvent une valeur typique $\xi_n = 15$ nm. Cette supraconductivité induite, bien que faible, peut porter des courants diamagnétiques capables d'écranter un faible champ appliqué [29] et ce approximativement sur un diamètre $d_f + 2\xi_n$.

Le λ à considérer ici n'est pas celui du NbTi λ_s car l'écrantage est dû en parti à la supraconductivité induite dans le CuNi qui a un $\lambda_n \neq \lambda_s$. Faisons par exemple l'hypothèse simple que $\lambda_n = \lambda_s = 170$ nm. Cette valeur conduit à un rayon supraconducteur apparent $R_{\text{apparent}} = d_f/2 + \xi_n = 102$ nm soit plus que le rayon minimum pour qu'il y ait recouvrement des zones supraconductrices induites par des filaments adjacents ($\approx d_f/2 + d_n/2 = 52$ nm). On ne peut donc pas raisonner en termes de filaments indépendants. Il semble plutôt que les faisceaux de filaments se comportent comme de gros "filaments" dont le rayon est celui du faisceau et la profondeur de pénétration une moyenne entre celles du NbTi et du CuNi. Cette hypothèse conduit à un $\lambda_{\text{effectif}} = 12 \mu\text{m}$, ce qui peut paraître grand par rapport aux valeurs de la littérature, mais $\lambda_{\text{effectif}}$ est une valeur moyenne

pour un faisceau de filaments qui contient du NbTi et du CuNi, alors que les valeurs de la littérature sont toutes données pour une supraconductivité restreinte aux seuls filaments de NbTi.

VI.3 - Aimantation bas champ et susceptibilité alternative en champ perpendiculaire aux filaments

Le brin n°1 a été mesuré pour H orthogonal aux filaments en aimantation continue à 2 K. La figure 51 montre la courbe de première aimantation. A part entre 0 et 0,5 Oe où l'aimantation est très faible, peut-être à cause du champ rémanent de la bobine, l'aimantation est linéaire en fonction du champ appliqué entre 1 et 10 Oe.

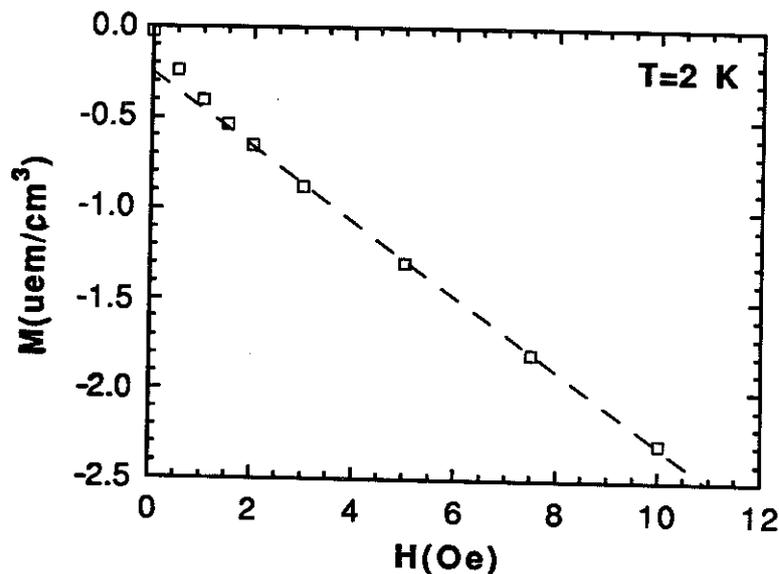


Figure 51 - Courbe de première aimantation en bas champ du brin n°1, à 2 K.

Le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe du brin.

La susceptibilité $\Delta M/\Delta H$ correspond à $V_{\text{apparent}} = 2,6 \cdot V_{\text{NbTi}}$, valeur comparable au volume des faisceaux $V_{\text{faisceau}} = 3,86 \cdot V_{\text{NbTi}}$ ce qui est normal. On s'attend effectivement à un effet de proximité sur ξ_n autour de chaque filament. A basse température ξ_n diverge en $T^{-1/2}$ et on s'attend à avoir un effet de proximité croissant à mesure que T s'abaisse, couplant ainsi de plus en plus les filaments au sein d'un même faisceau. Toutefois il semble important de tenir compte du coefficient de champ démagnétisant n qui accroît le volume apparent. L'annexe 3 présente le calcul de n dans le cas d'une assemblée infinie de brins infiniment longs séparés par une distance d les

uns des autres. Ici les brins sont jointifs ce qui conduit à $n = 0,09 \approx 0,1$ beaucoup plus proche d'une plaque infinie ($n = 0$) que d'un cylindre isolé ($n = 1/2$). Le volume apparent est donc $V_{app.} = 2,34.V_{NbTi}$. Après correction des effets de champ démagnétisant, la différence avec $V_{faisceau}$ doit être due à la pénétration du flux magnétique sur λ . Cet échantillon étant très proche d'une plaque, il est normal de considérer la pénétration dans cette géométrie :

$$f(x) = 1 - \frac{1}{x} \text{th}(x) \quad (55)$$

soit $x = R/\lambda = 2,5$ où $\lambda = 720$ nm car $R_{faisceau} = 1,8$ μm . Cette valeur est tout à fait raisonnable par rapport aux valeurs de la littérature correspondant au NbTi seul. Cette valeur est beaucoup plus faible que celle trouvée dans le cas des brins parallèles au champ. Cela est peut-être dû au plus fort effet de proximité dans cette géométrie à cause des plus faibles densités de courant requises dans le CuNi supraconducteur. Le diamètre des zones supraconductrices élémentaires a été multiplié par 67 en passant de 53 nm à 3,6 μm (diamètre du faisceau de filaments).

Pour vérifier cette hypothèse J. L. Genicon a mesuré dans les mêmes conditions, c'est à dire en champ perpendiculaire aux filaments, le brin n°3 dont les filaments sont espacés de 125 nm au lieu de 51 nm pour le brin n°1 (avec un diamètre $d_f = 140$ nm). La figure 52 montre les parties réelle χ' et imaginaire χ'' de la susceptibilité alternative mesurées entre 4,2 K et 9 K sur 15 brins n°3. Ces mesures ont été faites sous un champ d'excitation $h_{ac} = 0,15$ Oe et à 9,152 Hz.

La susceptibilité mesurée $\chi'_m = 1/V_{NbTi} \cdot dM/dH$ vaut 0,319 soit $4 \cdot (-1/4\pi)$. En tenant compte de la longueur de pénétration $\lambda = 720$ nm à 2 K soit 740 nm à 4,2 K, la valeur de χ' mesurée correspond à un volume diamagnétique $V_{dia} \approx 4,8.V_{NbTi}$. cette valeur est à comparer avec $V_{faisceau} = 3,6 V_{NbTi}$. L'écart provient sûrement du n qui ici doit être plus important car, pour des raisons de thermalisation des brins, ils ont été collés manuellement un par un sur le porte-échantillon et ne sont donc pas bien jointifs. La mesure de la largeur totale de l'échantillon conduit à une distance moyenne entre brins $\bar{d} = 0,51.R_{brin}$. La prise en compte de l'effet de forme conduit (annexe 3) pour $n = 1 - V_{faisceau}/V_{dia} = 0,25$ à $d = 0,52.R_{brin}$. Le très bon accord entre les deux valeurs montre que le schéma envisagé est tout à fait raisonnable.

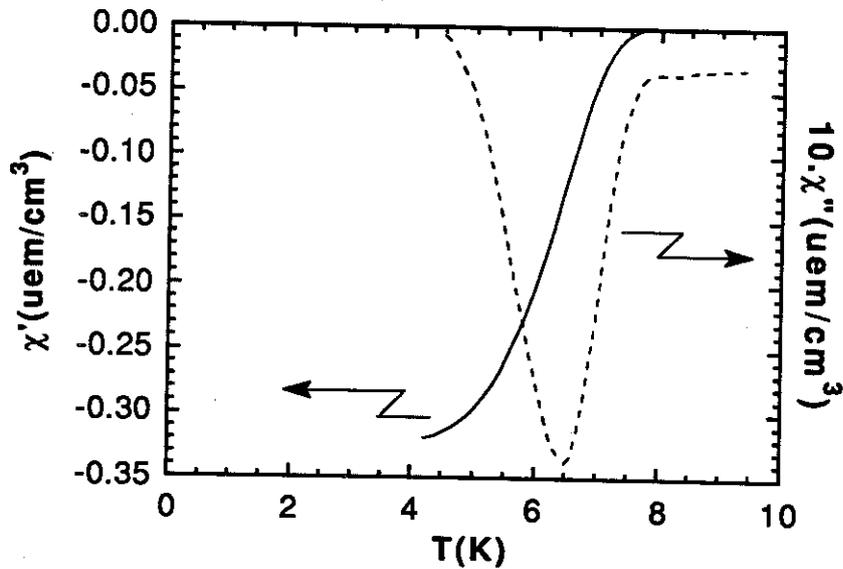


Figure 52 - Parties réelle χ' et imaginaire χ'' de la susceptibilité alternative du brin n°3. χ'' a été multiplié par 10 pour plus de clarté.

Toutefois il est important de vérifier que les fortes valeurs des signaux mesurés ne sont pas dues aux courants induits dans la matrice en CuNi supposée normale, en comparant la fréquence du champ alternatif $\nu = 9,152 \text{ Hz}$ à la fréquence de décroissance d'un courant induit dans l'échantillon : $\tau^{-1} = R/\mathcal{L}$, R étant la résistance du système et \mathcal{L} son inductance. En faisant l'hypothèse simple de deux filaments de NbTi séparés par du CuNi (figure 53) on a :

$$R \approx \rho \frac{d_n}{L d_n} \ln(\text{facteur géométrique}) \approx \rho L^{-1} \approx 4 \cdot 10^{-7} L^{-1} \quad (56)$$

$$\mathcal{L} \approx 4 \cdot 10^{-7} L \ln(\text{facteur géométrique}) \quad (57)$$

soit pour $L = 4 \text{ mm}$: $\tau^{-1} = R/\mathcal{L} \approx L^{-2} \approx 6 \cdot 10^4 \text{ Hz}$

Les différences sur R et \mathcal{L} entre cette hypothèse simple et le brin réel, n'interviennent que dans des logarithmes de facteurs géométriques, ce qui ne peut conduire à une erreur sur R/\mathcal{L} que d'un facteur 10 au plus. On est donc assuré que $\tau^{-1} \gg 9 \text{ Hz}$.

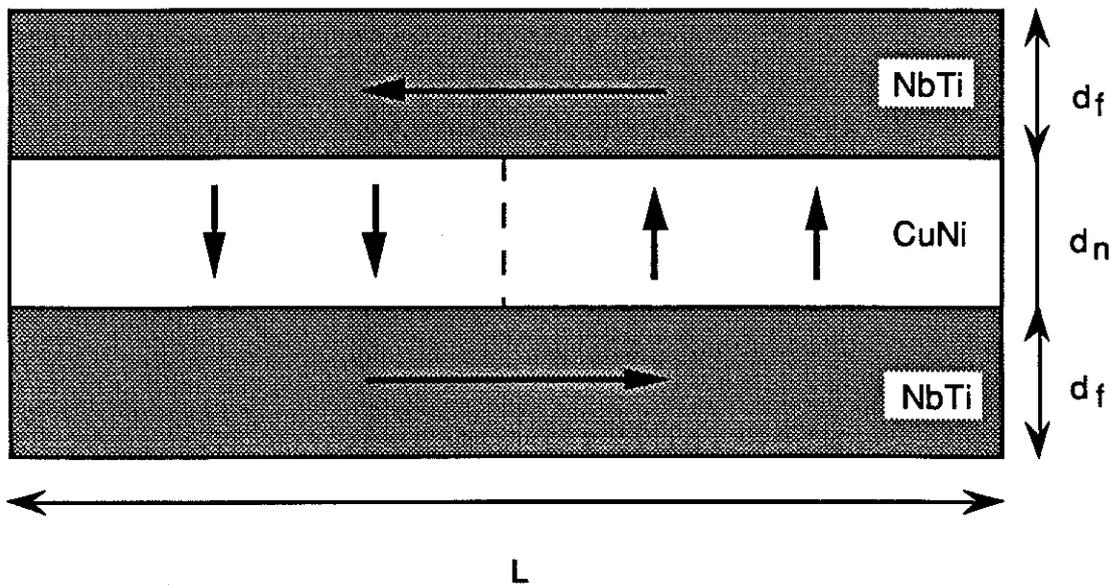


Figure 53 - Schéma simplifié de la répartition des courants supraconducteurs à l'intérieur d'un brin multifilamentaire.

VI.4 - Mesures d'aimantation sous différents champs

La figure 54 montre des courbes d'aimantation en fonction de la température sous 1 kOe (a) 10 kOe (b) et 20 kOe (c) pour le brin n°1 en champ perpendiculaire aux filaments, d'après P. Jonnard et col. [40]. Les (x) représentent les courbes mesurées après refroidissement en champ nul, et les (+) les courbes mesurées pendant le refroidissement sous champ.

Le fort signal paramagnétique mesuré, surtout en fort champ, provient de la matrice en CuNi. Au premier ordre on peut faire l'hypothèse que le paramagnétisme du CuNi et la supraconductivité s'ajoutent simplement. Il est alors possible de calculer l'irréversibilité de l'aimantation du supraconducteur :

$$M_{\text{écran}}^{\text{mesuré}} \approx M_{\text{écran}} + M_{\text{para}} \quad (58)$$

$$M_{\text{Meissner}}^{\text{mesuré}} \approx M_{\text{Meissner}} + M_{\text{para}} \quad (59)$$

$$\Delta M^{\text{mesuré}} = \Delta M^{\text{supra}} = M_{\text{Meissner}} - M_{\text{écran}} \quad (60)$$

$\Delta M_{\text{mesuré}}$ est en fait la seule grandeur que l'on puisse corrélérer directement à la supraconductivité du NbTi car les valeurs de l'effet d'écran ou de l'effet Meissner mesurées sont dominées par le paramagnétisme du CuNi.

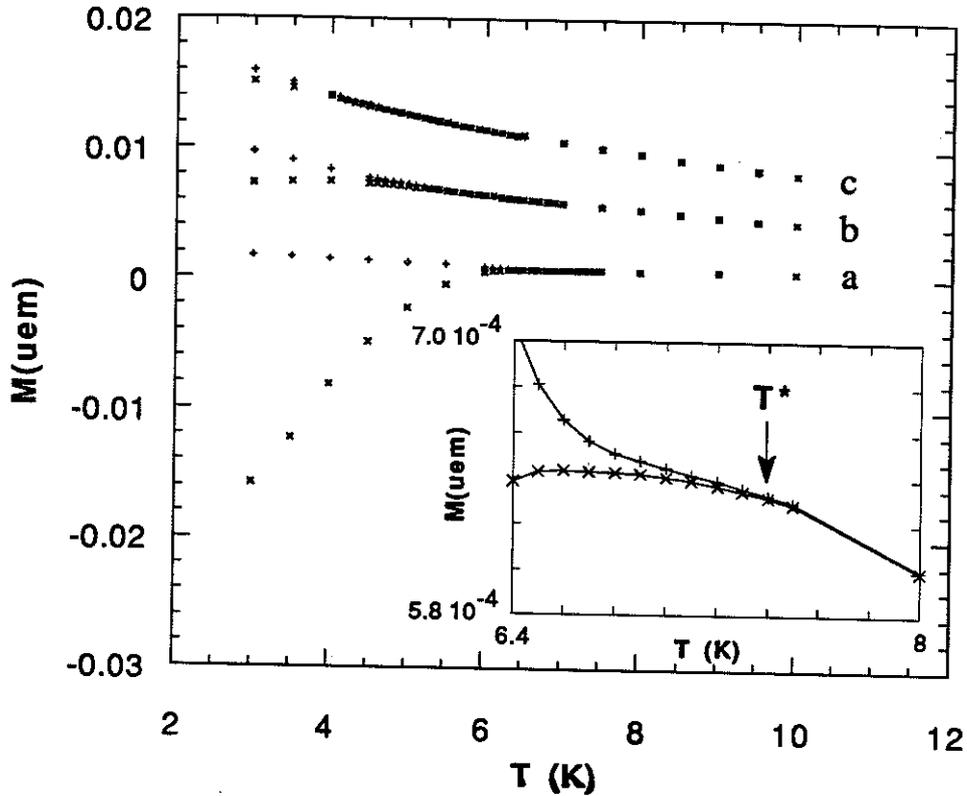


Figure 54 - Courbes d'aimantation $M(T)$ du brin n°1 sous 1 kOe (a), 10 kOe (b) et 20 kOe (c). Les (x) représentent les courbes mesurées après refroidissement en champ nul et les (+) les courbes mesurées pendant le refroidissement sous champ. En encart est montré un agrandissement de la courbe (a) au voisinage de T^* .

La figure 54 montre bien que ΔM décroît quand la température croît pour s'annuler, à la précision de nos mesures près, à une température $T^*(H)$ (montrée par une flèche). Au-delà de T^* , l'aimantation mesurée est apparemment réversible avec la température. La ligne d'irréversibilité H^* a été reportée figure 55 en fonction de $(1 - T/T_c)^{3/2}$. La linéarité de la courbe dans ce diagramme montre que, près de T_c , ce brin suit le même comportement que les supraconducteurs à haute température critique [8,20,72].

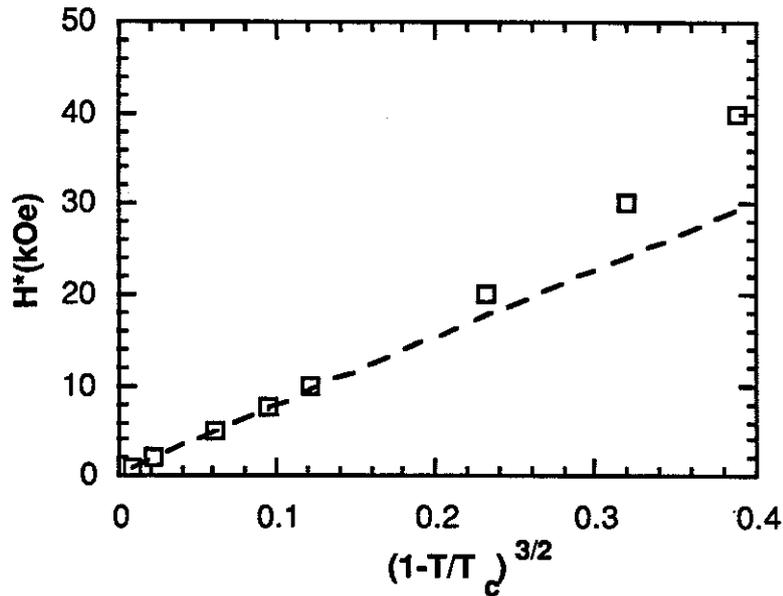


Figure 55 - Ligne d'irréversibilité du brin n°1 en fonction de $(1-T/T_c)^{3/2}$.

La figure 56 présente les mêmes résultats en fonction de la température réduite T/T_c . Nous avons également porté les lignes d'irréversibilité du brin n°4 qui a des filaments de 580 nm de diamètre au lieu de 53 nm pour le brin n°1, et du brin de Suenaga [73] dont le diamètre des filaments est de $d_s = 24 \mu\text{m}$. Toutefois ce dernier brin possède une matrice en cuivre et non en CuNi. La ligne d'irréversibilité qu'ils observent pour le NbTi se trouve beaucoup plus haut dans l'espace champ/température que celle que nous avons mesurée. Toutefois dans leur brin, la grande distance entre les filaments adjacents rend l'effet de proximité négligeable, ce qui n'est pas le cas pour les brins étudiés ici.

Les auteurs sus-cités interprètent cette ligne par un modèle de fusion du réseau de vortex [74]. Toutefois, la ligne d'irréversibilité du brin le plus fin (n°1) est beaucoup plus basse dans l'espace champ/température que la leur et ne peut en aucune façon être expliquée par ce modèle. D'après Matsumoto et col. [72] l'effet de proximité est important pour une séparation des filaments $d_n < 7 \cdot \xi_n$. On s'attend donc à ce qu'il soit important dans le brin n°1 mais négligeable dans le brin de Suenaga. En effet, malgré la grande longueur de cohérence du cuivre $\xi_n = 300 \text{ nm}$, les filaments espacés de l'ordre de $d_n \approx 0,2d_s \approx 15 \cdot \xi_n$ sont trop éloignés pour que l'effet de proximité soit important. Cependant on ne peut exclure la possibilité que la différence de $H^*(T/T_c)$ soit due à l'effet de la taille des filaments [75,76]. Le H^* du brin n°4

dont les filaments et les distances interfilamentaires sont intermédiaires entre les deux autres ne contredit pas les deux hypothèses présentées ci-dessus.

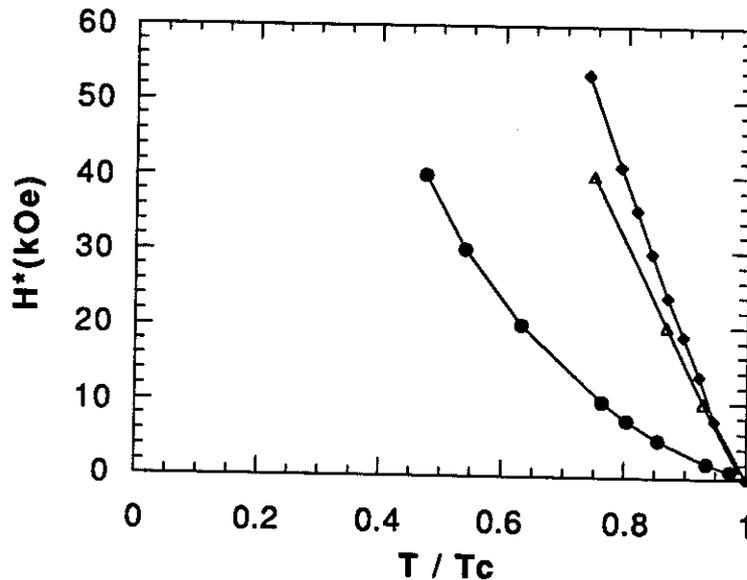


Figure 56 - Ligne d'irréversibilité en fonction de la température réduite T/T_c du brin n°1 (•), du brin n°4 (Δ) et du brin de Suenaga (◆) [73].

Au-delà de la ligne d'irréversibilité le brin semble, en aimantation, parfaitement réversible et pourtant il peut transporter une densité de courant relativement forte sans pertes appréciables. Par exemple sous 20 kOe et dans l'hélium liquide, en courant de transport, A. Lacaze et Y Laumond [13] trouvent pour le même brin $J_c = 2.10^5$ A/cm² alors qu'on est déjà bien au-dessus de la ligne d'irréversibilité. Cette contradiction n'est qu'apparente.

Le modèle de Bean [64] :

$$\Delta M(\text{uem/cm}^3) = \frac{J_c(\text{A/cm}^2) d(\text{cm})}{30} \quad (61)$$

montre que l'aimantation est proportionnelle au diamètre des régions supraconductrices élémentaires. A basse température l'effet de proximité accroît le diamètre effectif des filaments supraconducteurs. Par contre, quand la température augmente, l'effet de proximité disparaît progressivement car ξ_n décroît comme $T^{-1/2}$. Le diamètre effectif des filaments tend alors vers le diamètre réel des filaments de NbTi d_f . Au-delà de T^* le diamètre effectif est suffisamment faible pour que les mesures d'aimantation semblent parfaitement réversibles. Pourtant une faible irréversibilité due à l'aimantation des seuls filaments

persiste mais, à cause de la précision limitée de nos mesures, elle est trop faible pour être mesurée. La figure 57 montre les deux cas extrêmes [77]. Lorsque le couplage entre filaments de NbTi adjacents est fort, un courant diamagnétique assez fort peut être porté par le CuNi. Dans ce cas le diamètre effectif à prendre dans le modèle de Bean est le diamètre du faisceau de filaments (figure 57 (a)), avec une densité de courant critique effective moyenne entre celle forte du NbTi, et celle faible du CuNi. Lorsque l'effet de proximité est complètement détruit, seul le NbTi reste diamagnétique (figure 57 (b)) et le diamètre du filament intervient dans le modèle de Bean. Dans le cas de ces brins multifilamentaires le rapport des diamètres est supérieur à 67 ce qui explique les différences d'irréversibilité de l'aimantation.

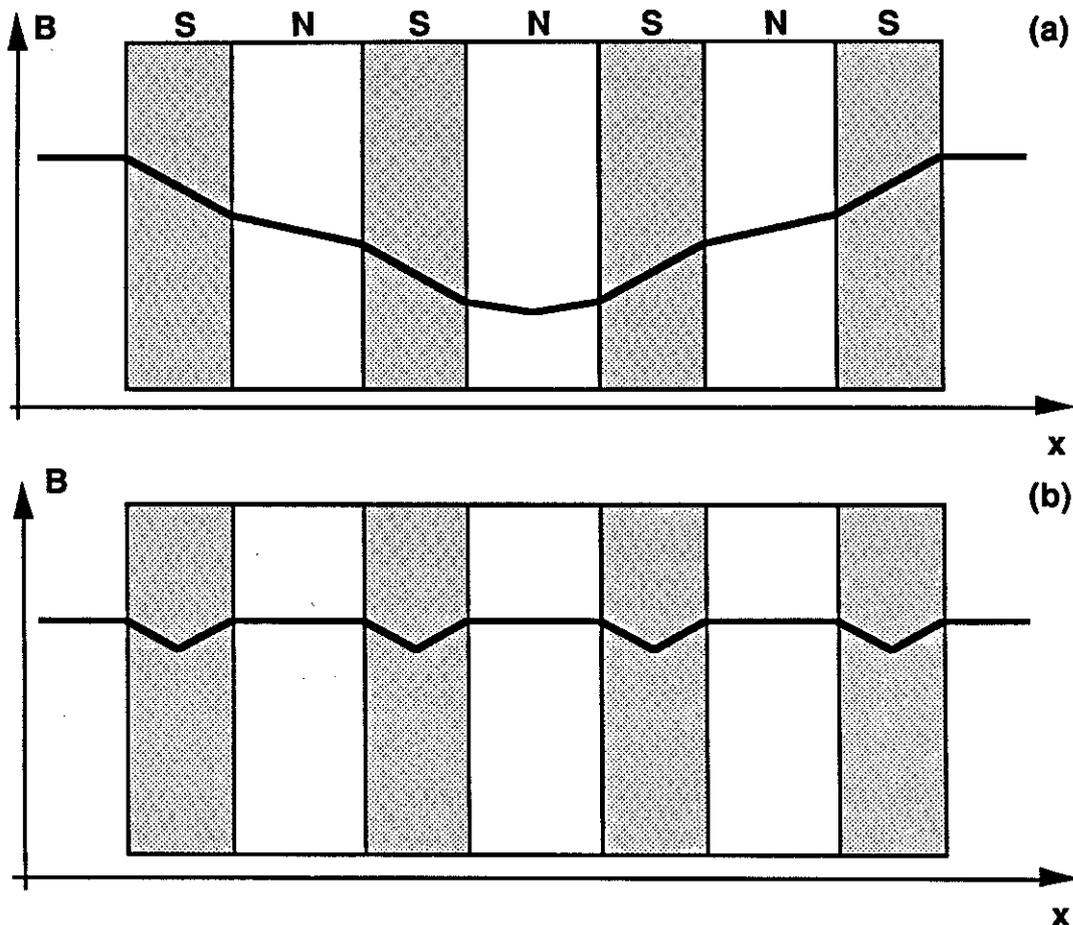


Figure 57 - Dessin schématique du profil d'induction à l'intérieur des faisceaux de filaments.

Cette explication de la disparition de l'irréversibilité due à la destruction de l'effet de proximité induit dans le métal normal pourrait expliquer la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs à haute température critique. Cette ligne serait due à la destruction d'un effet de proximité induit dans les plans

BaO par les couches supraconductrices composées des plans d'oxyde de cuivre. Cette hypothèse a une conséquence très importante pour ces supraconducteurs : au-delà de la ligne d'irréversibilité ils pourraient transporter des courants forts mais uniquement dans les plans CuO_2 . Toutes les mesures de transport étant faites avec des contacts placés sur le dessus des cristaux supraconducteurs, la résistivité non nulle attendue perpendiculairement aux plans CuO_2 contribue à la résistance totale, en apparence mesurée parallèlement aux plans supraconducteurs.

VI.5 - Mesures d'aimantation pour différentes longueurs de brins

Suite à des mesures montrant une aimantation irréversible beaucoup plus grande dans le cas de brins longs, nous avons entrepris d'étudier l'influence de la longueur des brins sur les courbes d'hystérésis. Trois échantillons dont tous les paramètres sont identiques, sauf la longueur des brins, ont été étudiés. Ils sont composés de 88 brins $n^{\circ}2$ ($d_f = 79$ nm et $d_n = 76$ nm) de longueurs 4 mm (- - - -), 7,7 mm (— - —) et 12 mm (——). Ces échantillons ont été mesurés en champ perpendiculaire aux filaments. Les mesures des différences d'aimantation ΔM entre champ croissant et champ décroissant sont reportées figure 58 pour chacune des trois longueurs mesurées. Il est clair que ΔM s'accroît avec la longueur des brins.

Dans l'hypothèse simple où le courant ne circule que dans les filaments de NbTi, la taille intervenant dans le modèle de Bean est le diamètre d_f des filaments (lorsque leur longueur $L \gg d_f$). L'aimantation est dans ce cas indépendante de la longueur des brins. Cette hypothèse n'est donc pas convenable pour expliquer les résultats expérimentaux.

Une autre hypothèse consiste à supposer que l'effet de proximité est suffisant pour que des supercourants puissent passer d'un filament à l'autre à travers le CuNi, ce matériau pouvant transporter une densité de courant $J_c^{\perp} \ll J_c^{\parallel}$ la densité de courant critique le long des filaments. E. M. Gyorgy et col. [78] ont étendu le modèle de Bean au cas anisotrope :

$$\Delta M = \frac{J_c^{\perp} L}{20} \left(1 - \frac{J_c^{\perp} L}{3J_c^{\parallel} d} \right) \quad (62)$$

avec L : longueur des filaments

d : diamètre des zones supraconductrices élémentaires (filament ou faisceau de filaments).

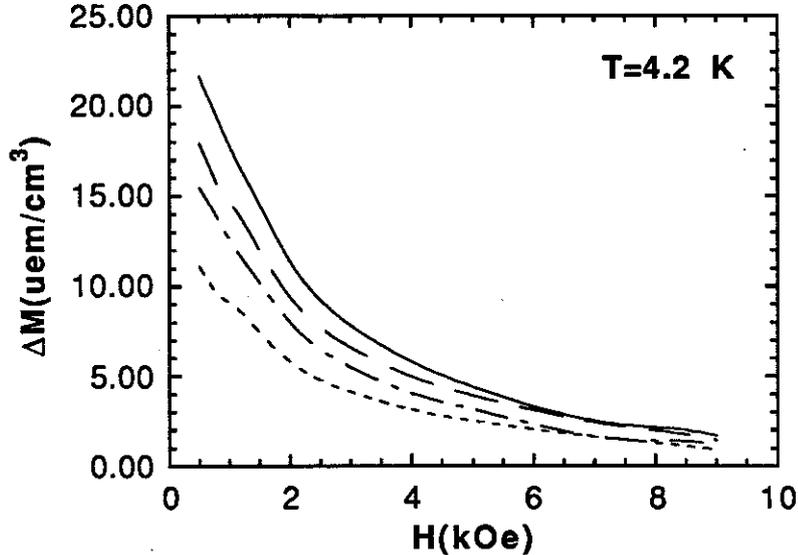


Figure 58 - Différence d'aimantation entre champ croissant et décroissant, à 4,2 K pour trois longueurs de brins : 4 mm (---), 7,7 mm (— —) et 12 mm (—). Une courbe calculée a également été portée (— —).

Nous avons supposé ce modèle applicable au cas d'un matériau inhomogène. Dans ce cas J_c^\perp et J_c^\parallel sont les moyennes, perpendiculairement et parallèlement respectivement, des densités de courant critique entre celle du CuNi et celle du NbTi. Sur la base de ce modèle, nous avons calculé, à partir des aimantations expérimentales des brins de 4 et 12 mm de long, l'aimantation du brin de 7,7 mm. Cette courbe calculée est représentée en tirets (— —) sur la figure 58. L'accord entre les deux courbes n'est pas parfait, la courbe calculée étant systématiquement au-dessus de la courbe expérimentale. Toutefois, vu la simplicité du modèle, l'accord quantitatif est correct.

Le modèle de Bean anisotrope permet de calculer la densité de courant critique parallèle aux filaments. Les valeurs calculées ont été reportées figure 59 (+). Elles sont comparées aux valeurs de courant critique de transport [79] du même brin (\square). Les valeurs calculées sont environ trois fois plus faibles que les valeurs mesurées. Est-ce dû à la simplicité du modèle envisagé ou au critère de champ électrique choisi pour le courant de transport ?

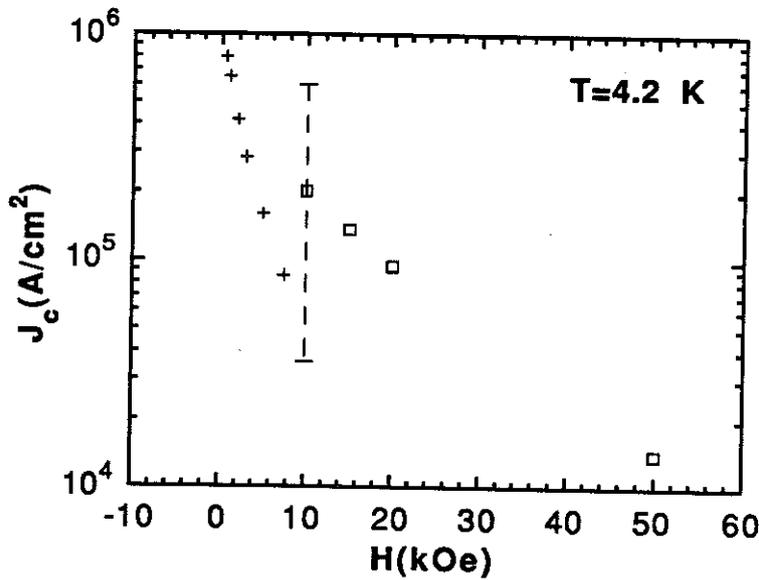


Figure 59 - Densité de courant critique de transport (□) et calculée avec le modèle de Bean (+).

Les valeurs de J_c^\perp déduites de l'équation 62 sont typiquement comprises entre 633 A/cm² en champ nul et 54 A/cm² sous 10 kOe. Ces valeurs, bien que de l'ordre de 3000 fois plus faibles que les valeurs de J_c^{\parallel} sont tout de même suffisantes pour permettre un accroissement de l'irréversibilité de l'aimantation d'un facteur 2 entre les brins de 4 mm et 12 mm de long.

Les valeurs de J_c^{\parallel} déduites de la courbe 58 ont également été portées (extrémités de la ligne verticale en pointillés). Ce matériau a suffisamment d'ancrage des vortex pour que l'effet Meissner soit faible car la plupart des vortex entrés à haute température restent piégés lorsque l'échantillon est refroidi jusqu'à 4 K. Il est donc raisonnable de faire l'approximation suivante :

$$\Delta M_{\text{hystérésis}}(10 \text{ kOe}, 4\text{K}) \approx 2(M_{\text{Meissner}}(10 \text{ kOe}, 4\text{K}) - M_{\text{écran}}(10 \text{ kOe}, 4\text{K})) \quad (63)$$

Ce qui permet de calculer J_c^{\parallel} en utilisant le modèle de Bean dans deux hypothèses extrêmes. La première consiste à supposer que seuls les filaments de NbTi sont supraconducteurs. Dans ce cas la taille à considérer est d_f le diamètre des filaments, ce qui conduit à $J_c^{\parallel} = 6,3 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$. La seconde hypothèse suppose que l'ensemble du faisceau de filaments est supraconducteur. Dans ce cas $d = D_{\text{faisceau}}$, ce qui donne $J_c^{\parallel} = 3,6 \cdot 10^4 \text{ A/cm}^2$.

Ces valeurs sont rapportées à la section totale du brin. La valeur de la densité de courant de transport est clairement entre ces deux valeurs. L'effet de proximité ne doit pas être totalement détruit à 4,2 K et sous 10 kOe. Le comportement du brin est donc intermédiaire entre ces deux hypothèses extrêmes.

N. Harada et col. [80] ont expliqué récemment des courbes d'aimantation d'un brin NbTi multifilamentaire torsadé où l'effet de proximité existe, à partir d'un modèle développé par W. J. Carr [81]. L'idée de base de ce modèle est que les courants d'écrantage d'un brin torsadé ne circulent pas dans les filaments mais dans l'ensemble du faisceau de filaments avec une direction parallèle à l'axe du filament. En effet si les courants circulaient uniquement dans les filaments, pour écranter le faisceau, ils devraient circuler dans un sens différent sur chaque demi-torsade, ce qui est impossible. Des filaments torsadés ne peuvent donc pas écranter un champ magnétique si le courant ne circule que dans les filaments. L'auteur en déduit la densité de courant critique d'écrantage du brin en fonction des densités de courant critique des filaments et d'effet de proximité entre les filaments et en fonction de l'angle entre les filaments et l'axe du brin. Ce modèle est proche de celui utilisé ici. Tous deux visent à calculer l'écrantage d'un brin multifilamentaire avec effet de proximité en regardant le brin comme un milieu homogène et anisotrope faiblement supraconducteur.

VI.6 - Relaxation de l'aimantation

P. Jonnard et A. Sulpice ont mesuré la relaxation des brins n°1 et n°4 à 4 K et sous 1 kOe. Ces mesures ont été faites en champ perpendiculaire aux filaments (figure 60 et 61). Après avoir refroidi l'échantillon en champ nul, le champ a été appliqué à 2 K. Puis l'échantillon a été rapidement chauffé jusqu'à 4 K où, après une stabilisation en température de quelques secondes, la mesure de relaxation a débuté.

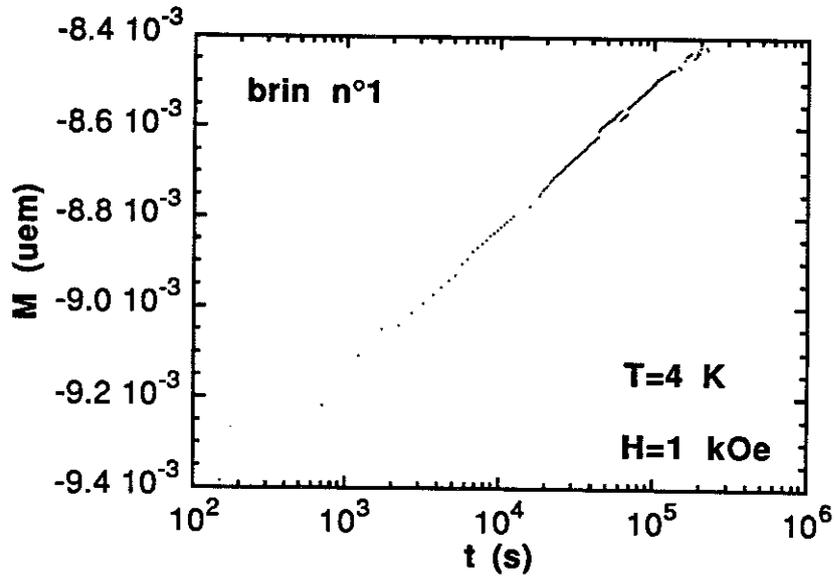


Figure 60 - Relaxation de l'aimantation du brin n°1 à 4 K sous 1 kOe.

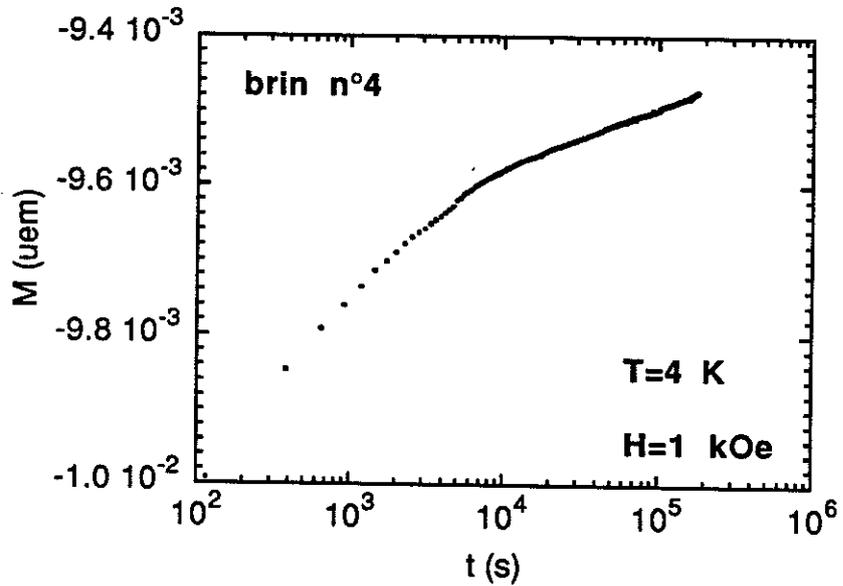


Figure 61 - Relaxation de l'aimantation du brin n°4 à 4 K sous 1 kOe.

Pour le brin n°1, l'aimantation relaxe suivant une loi logarithmique sur quelques 10^4 secondes :

$$M = -1.10^{-2} + 3,2.10^{-4} \ln(t) \quad (64)$$

M étant exprimé en uem et t en s. L'aimantation du brin n°4 (figure 61) n'est linéaire en fonction de $\ln(t)$ que pour les temps supérieurs à 8000 s :

$$M = -9,9 \cdot 10^{-3} + 3,5 \cdot 10^{-5} \ln(t) \quad (65)$$

Pour les temps plus faibles $M(\ln(t))$ présente une courbure vers le bas trop importante pour être attribuée à une éventuelle erreur sur l'instant où le processus de relaxation a débuté.

L'hypothèse d'un processus d'activation thermique classique de Kim-Anderson [82] avec une relaxation par reptation du flux (flux-creep) donne :

$$-\frac{1}{M(t)} \frac{dM}{d\ln t} = \frac{kT}{U_0} \quad (66)$$

Cette expression conduit à $U_0 = 11$ meV et 100 meV pour les brins n°1 et n°4 respectivement, en prenant $M=M(t_0)$ et en supposant un temps d'attente de $t_0 = 10^{-10}$ s. La valeur pour le brin n°4 est proche de celles trouvées par K. Matsumoto et col. [83,84] sur des brins multifilamentaires dont les brins sont plus espacés que les nôtres : $U_0 = 61-586$ meV suivant l'échantillon et pour un processus expérimental proche du nôtre. Elle est aussi en accord avec les résultats de A. Sulpice [85] déduits de la mesure de la décroissance d'un courant piégé dans un tube en NbTi plongé dans l'hélium liquide. Il trouve :

$$\frac{1}{I} \frac{dI}{d\ln t} = 3,56 \cdot 10^{-3} \quad (67)$$

soit : $U_0 = 109$ meV

I étant le courant dans le tube et t le temps.

Par contre la valeur trouvée pour le brin n°1 est très faible comparativement aux autres valeurs sus-citées. La faible distance entre filaments crée un effet de proximité relativement fort dans notre échantillon, ce qui pourrait expliquer la faible valeur de U_0 trouvée si on suppose que la relaxation provient essentiellement du CuNi, zone de plus faible supraconductivité. Dans ce cas, une mesure de la relaxation en champ parallèle aux filaments doit conduire à un plus grand U_0 puisque dans cette direction la supraconductivité induite par effet de proximité est très faible et l'aimantation n'est due quasiment qu'au NbTi qui relaxe peu. C'est effectivement ce que K. Matsumoto et col. trouvent sur le brin à plus fort effet de proximité. Parmi les brins étudiés par ces auteurs ce brin est celui qui

possède les filaments les plus rapprochés, mais surtout sa matrice est en cuivre, or ce matériau a, à 4,2 K, une longueur de cohérence $\xi_n = 300$ nm [86] soit 20 fois plus que le CuNi. Les auteurs sus-cités trouvent $U_o'' = 586$ meV et $U_o^\perp = 61$ meV. Le potentiel de piégeage est donc presque dix fois supérieur parallèlement aux filaments que perpendiculairement. L'idée d'un effet de proximité important en champ perpendiculaire aux filaments est aussi confortée par l'observation de la persistance de cet effet jusqu'à 20-30 kOe [80].

VI.7 - Conclusion NbTi

L'étude de différents brins multifilamentaires montre, à bas champ et basse température, un effet de proximité assez fort à cause de la faible distance entre filaments de NbTi. Il conduit à un volume supraconducteur apparent qui peut atteindre le volume des faisceaux de filaments soit 3,7 fois le volume de NbTi.

A plus fort champ, ou plus haute température, l'effet de proximité s'affaiblit. Le diamètre des zones supraconductrices élémentaires diminue progressivement pour atteindre le diamètre des filaments de NbTi lorsque la longueur de cohérence dans la matrice en CuNi devient très inférieure à ce diamètre. Le diamètre des filaments est trop petit pour que l'aimantation irréversible soit alors mesurable. Nous mesurons donc une aimantation irréversible jusqu'à une certaine température (ou un certain champ) au-delà de laquelle le composé semble parfaitement réversible, bien qu'il continue à transporter des courants forts. L'aimantation doit être en réalité irréversible mais c'est la précision limitée de nos mesures qui la rend apparemment réversible. La ligne séparant les régimes réversible et irréversible ressemble beaucoup à la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs à haute température critique. Près de T_c notamment, nous retrouvons la loi $H^* \propto (1 - T/T_c)^{3/2}$ commune à tous les supraconducteurs à haute température critique. Ces résultats appuient bien l'idée que la ligne d'irréversibilité des supraconducteurs à haute température critique peut être représentative d'un changement dans la taille des zones supraconductrices, par exemple par la destruction d'un effet de proximité induit dans les plans BaO par les couches supraconductrices composées des plans d'oxyde de cuivre. Si cette hypothèse est correcte, nous devons nous attendre à ce que les supraconducteurs à haute température critique puissent transporter de fortes densités de courant lorsqu'un champ est appliqué strictement dans le plan

(\vec{a}, \vec{b}) , à condition d'être capable d'injecter correctement le courant dans les plans d'oxyde de cuivre, et d'avoir des plans CuO_2 parfaitement cohérents d'un bord à l'autre du cristal, sans dislocations par exemple, ce qui paraît très difficile à réaliser.

Des mesures en champ moyen pour des brins de différentes longueurs montrent une hystérésis croissante avec la longueur des brins. Cet effet est assez bien expliqué par un modèle inhomogène où, en plus des courants dans la direction des filaments, des courants diamagnétiques circulant perpendiculairement aux filaments peuvent passer d'un filament à l'autre. Cette idée est appuyée par une mesure de relaxation qui montre une décroissance très rapide de l'aimantation perpendiculaire. Cette forte relaxation est certainement due à la supraconductivité induite dans la matrice en CuNi. Cette hypothèse est corroborée par une faible relaxation de l'aimantation parallèle observée par K. Matsumoto et col., direction dans laquelle l'aimantation diamagnétique induite dans la matrice est négligeable.

CHAPITRE VII

EFFETS ANGULAIRES.

VII.1 - Généralités

Dès 1987 [87-89] il est apparu que les propriétés supraconductrices des composés à haute température critique sont anisotropes. Toutefois ils se répartissent en deux catégories. L' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est anisotrope avec un facteur d'anisotropie $\gamma = (\lambda_c/\lambda_{ab})^{\frac{1}{2}} = (\xi_{ab}/\xi_c)^{\frac{1}{2}} \approx 5$ [90-93]. Cette valeur est proche de celle de supraconducteurs conventionnels tel NbSe_2 ($\gamma = 3$) [94]. Ce sont des composés tridimensionnels qui peuvent être traités avec la théorie de Ginzburg-Landau anisotrope. La deuxième catégorie de matériaux regroupe essentiellement les composés $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ et $\text{Tl}_m\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{m+2n+2}$ ($n = 1$ à 3 et $m = 1$ ou 2). Ces composés très anisotropes ont une longueur de cohérence suivant \vec{c} plus courte que la distance séparant deux multi-plans CuO_2 . Ces composés se rapprochent plus des super-réseaux artificiels comme le Nb/NbTi (supraconducteur propre / supraconducteur sale) [95,96] ou le NbN/AlN (supraconducteur / isolant) [97] que des composés tridimensionnels anisotropes.

Les valeurs de γ trouvées pour $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ vont de $\gamma = 15$ [98] à $\gamma = 140$ [99]. Une telle diversité de valeurs provient de deux causes principales. D'abord l'anisotropie de ces composés, à cause même de sa très grande valeur, est très difficile à mesurer (une plus grande précision sur l'orientation de l'échantillon par rapport au champ magnétique est notamment nécessaire). Ensuite il semble que les défauts (il y a beaucoup d'échanges d'éléments sur les divers sites et des lacunes) accroissent considérablement l'anisotropie [100]. L'anisotropie est aussi très dépendante de l'épaisseur de la partie faiblement supraconductrice (BaO-TlO-TlO-BaO ou SrO-BiO-BiO-SrO) séparant deux multi-plans CuO_2 supraconducteurs.

O. Laborde et col. [101] ont étudié le champ critique H_{c2} de monocristaux de structure TI "1223" et TI "2223" qui toutes deux comportent des feuillets composés de triple-plans CuO_2 mais séparés par respectivement $15,87 \text{ \AA}$ et $17,81 \text{ \AA}$, à cause de la présence de un ou deux plans TlO . Ils ont montré que les anisotropies sont très différentes entre les deux composés. On peut déduire de leur courbe les valeurs du champ critique supérieur, à $T/T_c = 0,94$:

$$\left(\frac{H_{c2}^{(a,b)}}{H_{c2}^c} \right)_{(1223)} \approx 10 \text{ et } \left(\frac{H_{c2}^{(a,b)}}{H_{c2}^c} \right)_{(2223)} \approx 20. \quad (68)$$

Cela montre que la structure même du composé a beaucoup d'influence sur les propriétés supraconductrices.

L. Fruchter et col. [102] ont montré en 1988, par des mesures de couple, que dans YBaCuO les vortex dirigés suivant l'axe \vec{c} sont beaucoup mieux piégés que ceux orientés dans le plan de base. D. E. Farrell et col. d'abord sur YBaCuO [90] puis sur $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ [93], ont ensuite montré que les mesures de couple s'analysent très bien avec la théorie de London anisotrope [103].

Toutes ces mesures montrent l'importance de l'étude de l'anisotropie dans ces composés. La dépendance angulaire des différentes grandeurs physiques mesurables apporte notamment de précieuses informations sur l'influence de la structure cristallographique sur la supraconductivité.

I. Felner et col. [104] ont montré que la dépendance angulaire de l'aimantation rémanente de l'YBaCuO et du $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ suit une loi en $\cos\theta$, θ étant l'angle entre le champ appliqué et l'axe \vec{c} . U. Welp et col. [105] ont fait la même analyse pour le H_{c2} mesuré en aimantation. P. H. Kes et col. [106] ont expliqué cette dépendance angulaire en montrant que toutes les mesures angulaires montrent le même comportement : le système se comporte comme si seule la projection du champ appliqué suivant l'axe \vec{c} joue un rôle. La réponse à un champ H_a faisant un angle θ avec l'axe \vec{c} est la même que si le champ $H_a \cos\theta$ (projection du champ H_a suivant \vec{c}) était appliqué suivant l'axe \vec{c} , soit :

$$G(H, \theta) = G(H \cos\theta, 0) \quad (69)$$

G étant la grandeur mesurée qui peut être H_{c2} , n'importe quel point de la courbe de magnétorésistance, l'aimantation rémanente ou éventuellement une autre grandeur. $\theta = 0$ à droite de l'égalité indique que G est dans ce cas mesuré avec le champ appliqué suivant \vec{c} .

Cette loi d'échelle a été appliquée par O. Laborde et col. [107,108] pour expliquer la dépendance angulaire de H_{c2} (figure 62. Attention ils définissent θ par rapport au plan de base et non par rapport à l'axe \vec{c} , la valeur $\theta = \pi/2$ correspond donc au champ suivant \vec{c}) mais aussi l'ensemble de la courbe de magnétorésistance d'un monocristal de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$. De plus ils montrent, à partir des mesures de H_{c2} , que cette loi d'échelle n'est qu'une approximation valable tant que θ n'est pas trop proche de 90° ($\theta < 88^\circ$ pour leur cristal qui présente une anisotropie $\gamma = 36$). Par contre pour des champs ayant une orientation presque parallèle au plan (\vec{a}, \vec{b}) , $H_{c2}(\theta)$ ne suit plus la

loi en $\cos\theta$ mais sature. Cela est dû à l'anisotropie finie du système. La loi en $\cos\theta$ supposerait une anisotropie infinie. En d'autres termes cette loi revient à supposer que le système est composé d'une assemblée de blocs $\text{CuO}_2\text{-Ca-CuO}_2$ supraconducteurs et totalement découplés, le flux magnétique pouvant alors pénétrer entre ces blocs aussi facilement que dans le vide. Cette hypothèse ne peut être qu'une approximation car il existe un faible couplage entre plans.

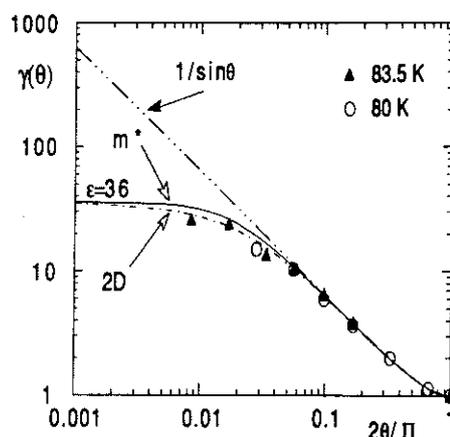


Figure 62 - Courbe tirée de la référence [107] représentant les valeurs expérimentales de $\gamma(\theta) = H_{c2}(\theta)/H_{c2}(\pi/2)$ et les courbes théoriques pour les modèles de Ginzburg-Landau anisotrope (---), de Tinkham (—) ainsi que la loi en $1/\cos\theta$ de P. H. Kes et col. Attention θ est ici défini par rapport au plan (\vec{a}, \vec{b}) .

Deux modèles décrivent la dépendance angulaire de H_{c2} . Le premier est basé sur le modèle de Ginzburg-Landau pour lequel l'anisotropie est prise en compte en introduisant le coefficient γ [109] :

$$\frac{H_{c2}(\theta)}{H_{c2}^c} = \frac{\gamma}{\sqrt{\sin^2\theta + \gamma^2\cos^2\theta}} \quad (70)$$

Ce modèle est tridimensionnel par nature et ne peut s'appliquer qu'à un composé homogène et non à un système lamellaire.

Le second modèle a été développé par M. Tinkham [110] pour décrire le cas d'une couche mince d'épaisseur inférieure à ξ :

$$\left\{ \frac{H_{c2}(\theta) \sin\theta}{H_{c2}^{(a,b)}} \right\}^2 + \left| \frac{H_{c2}(\theta) \cos\theta}{H_{c2}^c} \right| = 1 \quad (71)$$

Ce modèle est bidimensionnel.

Les mesures de O. Laborde et col. [107] (figure 62) montrent clairement l'écart à la loi en $\cos\theta$. Toutefois leurs mesures ne permettent pas de distinguer entre les deux modèles. Il faudrait pour cela pouvoir mesurer H_{c2} avec une grande précision pour plusieurs angles très bien contrôlés entre 88° et 90° . Cependant ces modèles ne sont applicables que près de H_{c2} région difficilement accessible en aimantation. Cela est d'autant plus vrai avec notre appareil dont les mesures sont bruyantes à haut champ car la bobine de mesure vibre par rapport à la bobine de champ. Nous n'avons pour l'instant pu remédier à ce défaut.

M. Tuominen et col. [111] ont fait des mesures angulaires de l'aimantation sur un monocristal de la phase $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$. En plus des mesures classiques de la composante de l'aimantation suivant la direction du champ appliqué M^{\parallel} , ils ont aussi mesuré la composante perpendiculaire M^{\perp} . Contrairement à un supraconducteur isotrope pour lequel M^{\perp} n'est due qu'aux effets du champ démagnétisant et donc devient négligeable à haut champ, ici M^{\perp} est importante même à grand champ. Sous 10 kOe, M^{\perp} devient supérieure à M^{\parallel} pour $\theta > 50^\circ$, quelle que soit la température (sauf très près de T_c où le composé devient tridimensionnel car ξ diverge [109]) avec un maximum $M^{\perp} \approx 10.M^{\parallel}$ pour $\theta = 88^\circ$ et $T = 30$ K.

Près de H_{c1} , domaine plus accessible que les champs supérieurs, il nous a semblé intéressant d'étudier l'aimantation en fonction de l'orientation malgré l'absence de prédictions théoriques sur les effets angulaires.

VII.2 - Mesures d'aimantation

VII.2.1 - Porte-échantillon orientable

Dans le but de mesurer l'aimantation de cristaux en fonction de l'angle entre le champ appliqué et l'axe \vec{c} , un porte-échantillon orientable a été réalisé. Il permet d'orienter le cristal dans deux directions perpendiculaires (voir figure 63). L'orientation se fait à l'extérieur du magnétomètre avant de commencer chaque expérience et ne peut être changée ensuite. On ne peut donc ajuster l'orientation in-situ. La précision sur l'orientation est de quelques

degrés car le diamètre intérieur du tube central du magnétomètre [9] nous a imposé de réaliser un porte-échantillon ayant un diamètre maximal de 6 mm soit des côtés de 4 mm. Cette petite taille a limité la précision. De plus le système de maintien du porte-échantillon à l'intérieur du tube central est un morceau de tissu enroulé sur lui-même et tendu par une ficelle attachée à ses deux bouts, ce qui a ajouté une désorientation supplémentaire. Toutefois, malgré cette faible précision, l'angle réel est peut-être différent de l'angle choisi mais il ne varie pas lors de la mesure d'une courbe d'aimantation, ce qui est fondamental.

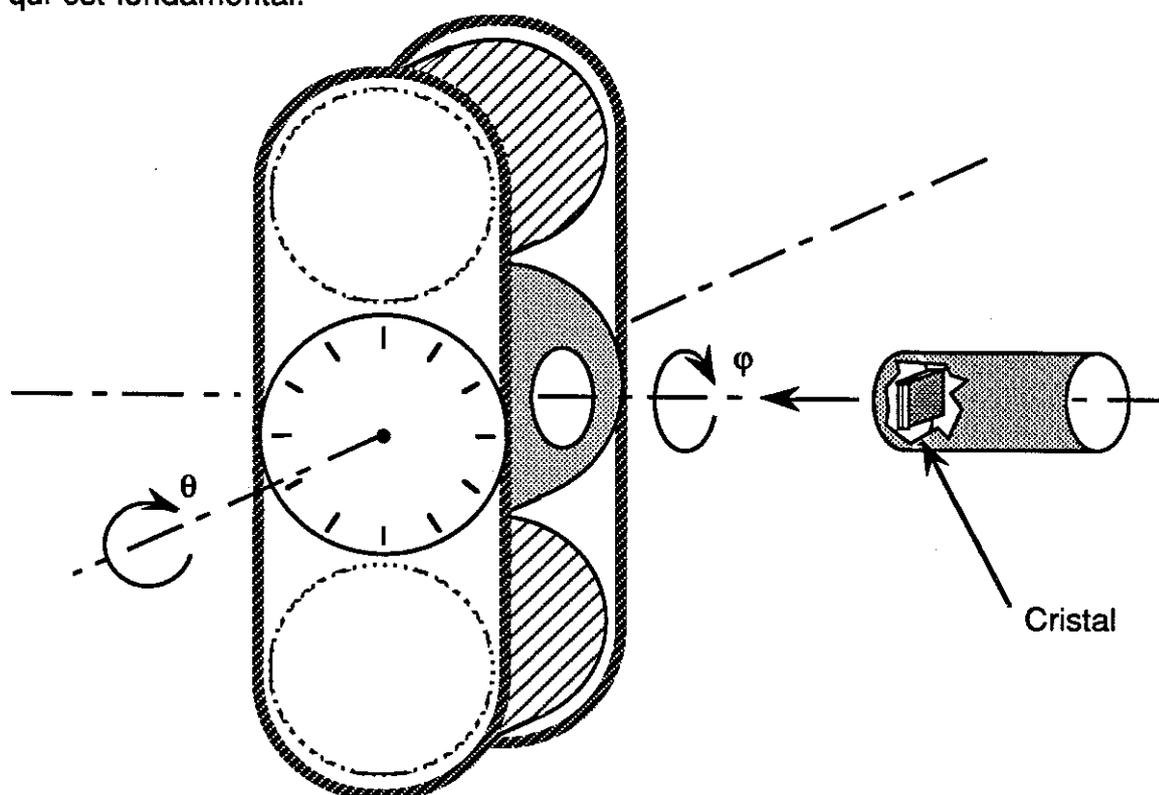


Figure 63 - Porte-échantillon orientable. L'angle ϕ permet d'orienter le cristal dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Le choix de l'angle θ permet d'orienter l'axe \vec{c} par rapport au champ appliqué.

La rotation du cylindre hachuré (angle θ) sert à orienter l'axe \vec{c} du cristal par rapport à la direction du champ appliqué prise comme référence. La rotation du tube central (angle ϕ) sert à orienter le cristal dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Le choix de l'angle θ permet de faire des mesures avec différents angles entre l'axe \vec{c} et la direction du champ appliqué. L'angle ϕ permet d'orienter préférentiellement l'axe \vec{a} ou l'axe \vec{b} parallèlement au champ appliqué de manière à mesurer une éventuelle anisotropie dans le plan de base. Toutefois, le composé étudié est de symétrie quadratique. Il est donc

isotrope dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Cela n'est pas vrai pour $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ qui est orthorhombique et semble avoir une faible anisotropie entre les axes \vec{a} et \vec{b} [97].

Ce porte-échantillon est en araldite, car ce matériau est un des moins magnétiques parmi les matériaux utilisables, on ne peut pas choisir un métal pour lequel il y aurait des problèmes de courants de Foucault induits par l'inhomogénéité du champ au cours du déplacement du porte-échantillon. De plus ces courants sont difficiles à retrancher du signal mesuré car ils dépendent de la vitesse d'extraction et du centrage exact de l'échantillon. L'araldite est faiblement diamagnétique avec une susceptibilité massique $\chi_g = -5,35 \cdot 10^{-7}$ uem/g, ce qui donne, pour un porte-échantillon de 153 mg, une susceptibilité totale $\chi_T = -8,19 \cdot 10^{-8}$ uem. A faible champ ($H \ll H_{c1}$) le moment magnétique du porte-échantillon représente 7 ‰ de celui du cristal. On peut donc raisonnablement le négliger. Par contre pour $H \gg H_{c1}$ le moment magnétique du porte-échantillon continue à croître linéairement avec le champ appliqué alors que celui du cristal devient très faible. A champ suffisamment fort, la contribution du porte-échantillon est supérieure à celle du cristal. Il est donc nécessaire de la retrancher. Pour chaque température étudiée, après avoir mesuré le moment magnétique du porte-échantillon seul, il a été retranché numériquement des mesures pour ne garder que le signal provenant du cristal supraconducteur.

VII.2.2 - Courbe d'aimantation à 40 K, $\vec{H} // \vec{c}$

Nous avons mesuré la courbe de première aimantation du cristal n°1 à une température constante de 40 K pour différents angles θ entre l'axe \vec{c} du cristal et le champ appliqué. Cette température a été choisie car elle correspond dans le cadre de notre modèle d'effet de proximité au régime où le composé est lamellaire mais avec un faible piégeage des vortex. C'est dans cette région de températures que l'on s'attend aux effets les plus importants en fonction de l'angle θ .

La courbe de première aimantation pour $\theta = 0$ est montrée figure 64 (a). L'aimantation croît linéairement jusqu'à $H_{c1} = 85 \pm 5$ Oe en champ appliqué, soit, compte tenu du coefficient de champ démagnétisant $n = 0,77$ (voir l'annexe 2), $H_{c1} = 370 \pm 20$ Oe en champ interne. Au-delà, vu le faible piégeage à cette température, l'aimantation décroît rapidement. En fait il semblerait plus correct de représenter l'aimantation en champ interne $H_i = H_a - 4\pi nM$.

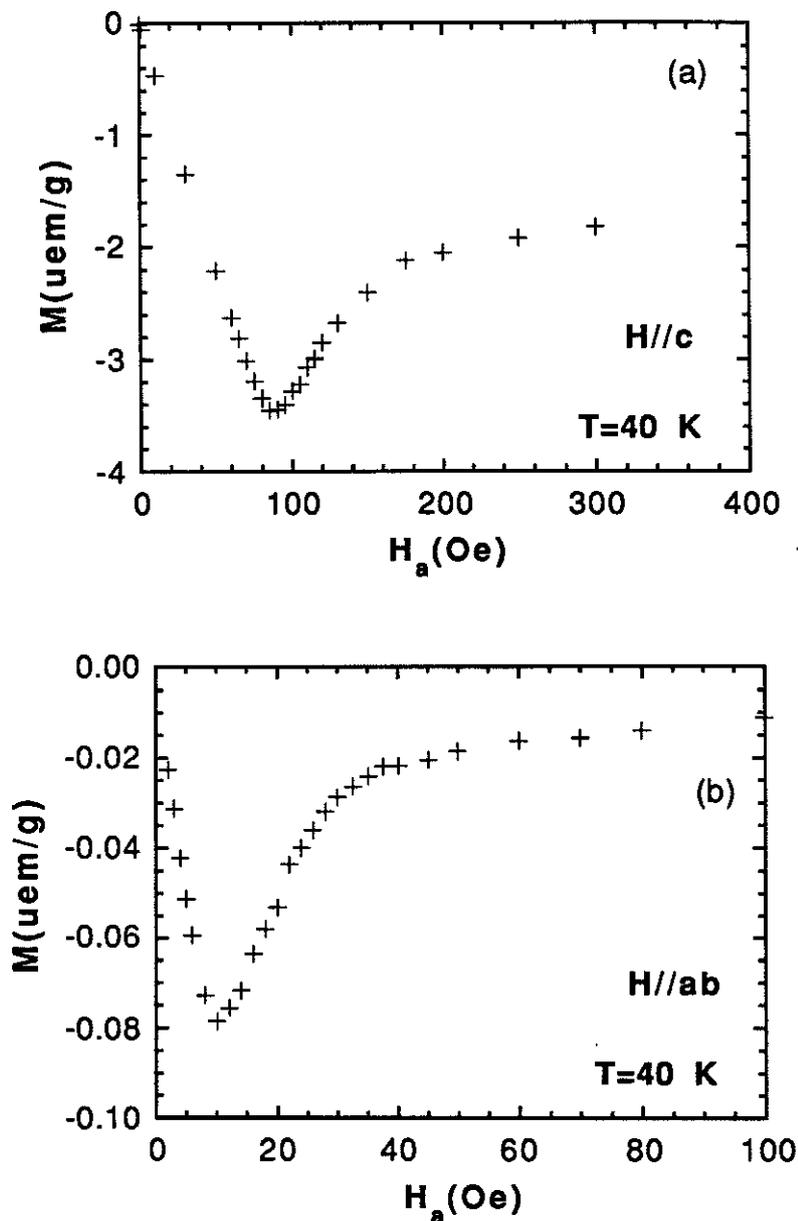


Figure 64 - Courbes de première aimantation du cristal TI n°1 à 40 K.

(a) : $H//\vec{c}$; (b) : $H//(\vec{a}, \vec{b})$

La figure 65 montre que le champ interne H_i paraît décroître légèrement après le maximum d'aimantation. Même si notre cristal était un ellipsoïde, l'aimantation ne serait uniforme que dans l'état Meissner ou au-dessus de la ligne d'irréversibilité car juste au-dessus de H_{c1} les vortex entrent sur les bords de l'échantillon et l'aimantation n'est plus uniforme. Le champ interne n'est donc pas uniforme et le champ H_i calculé n'est qu'une moyenne qui n'a pas grand sens. Toutefois, malgré cette légère erreur, la décroissance très

brutale de l'aimantation au-delà de H_{c1} montre, comme au chapitre V, l'existence d'une barrière de Bean-Livingston [17]. La valeur du champ pour lequel $|M|$ est maximale, est donc supérieure à H_{c1} .

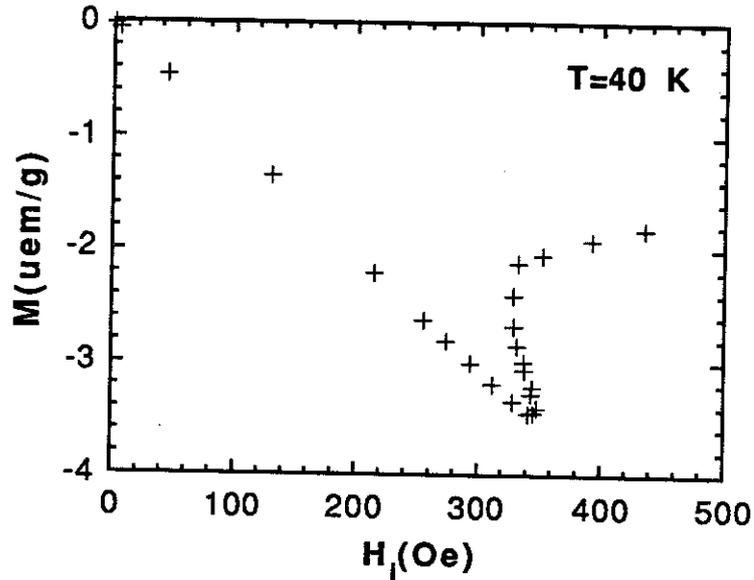


Figure 65 - Courbe de première aimantation en champ interne du cristal TI n°1 à 40 K, $H//c$.

VII.2.3 - Courbe d'aimantation à 40 K, $\vec{H} \perp \vec{c}$

La figure 64 (b) montre la courbe de première aimantation tracée à 40 K en fonction du champ orienté perpendiculairement à l'axe \vec{c} . Cette courbe a été corrigée par rapport à la courbe expérimentale qui a été réalisée avec l'échantillon légèrement désorienté ($\theta = 87,2^\circ$) et dont la partie à fort champ est dominée par l'aimantation suivant l'axe \vec{c} . Cette correction a été faite en supposant que l'aimantation suivant l'axe \vec{c} ajoute une contribution linéaire à l'aimantation totale tant que la composante du champ dans cette direction est inférieure à H_{c1}^c . Cette contribution est retranchée après avoir évalué sa pente à partir des points à haut champ. Cette hypothèse sera justifiée au paragraphe suivant.

La courbe de première aimantation en champ perpendiculaire à l'axe \vec{c} a une forme très semblable à la courbe en champ parallèle. Toutefois le maximum d'aimantation se produit pour 10 Oe soit dix fois moins que dans l'autre direction (en champ appliqué), dans cette direction $H_{c1} = 8 \pm 1$ Oe. Après correction des effet de champ démagnétisant l'anisotropie de H_{c1} est

donc apparemment $H_{c1}^c/H_{c1}^{(a,b)} = 39-55$. Dans la théorie de G.-L. anisotrope, les expressions de H_{c1} dans les deux directions sont :

$$H_{c1}^c = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda_{ab}^2} \ln\left(\frac{\lambda_{ab}}{\xi_{ab}}\right) \quad (72)$$

$$H_{c1}^{ab} = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda_{ab}\lambda_c} \ln\left(\frac{\lambda_{ab}}{\xi_c}\right) \quad (73)$$

$$\frac{H_{c1}^c}{H_{c1}^{ab}} = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}} \frac{\ln\left(\frac{\lambda_{ab}}{\xi_{ab}}\right)}{\ln\left(\frac{\lambda_{ab}}{\xi_c}\right)} = \gamma \frac{\ln(\kappa_{ab})}{\ln(\gamma\kappa_{ab})} \quad (74)$$

avec $\kappa_{ab} = \frac{\lambda_{ab}}{\xi_{ab}}$

et $\gamma = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}}$

A partir des valeurs $\lambda_{ab}(0) = 1360-1490 \text{ \AA}$ et $\xi_{ab}(0) = 46-51 \text{ \AA}$ calculées aux Chapitres II et IV nous pouvons déduire le facteur d'anisotropie $\gamma = 90-130$. Ces valeurs entrent dans la gamme des valeurs trouvées pour le composé proche $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$: $\gamma = 15-140$ [98,99]. A. Schilling et col. [18] déduisent de mesures d'absorption de micro-ondes sur le même composé la valeur $\lambda_{ab} = 2210 \text{ \AA}$. Cette valeur est certes un peu supérieure à celle trouvée ici mais les propriétés du matériau semble tellement dépendre de l'échantillon que l'écart trouvé n'est pas aberrant.

De plus pour ce composé, G.-L. ne s'applique certainement qu'à haute température. En effet, si à basse température notre modèle d'effet de proximité s'applique, le volume supraconducteur change et G.-L. ne peut plus être utilisé avec les paramètres déduits des mesures à haute température.

De λ_{ab} , ξ_{ab} et γ nous pouvons déduire les valeurs de λ et ξ suivant \vec{c} : $\lambda_c = 13-20 \text{ \mu m}$ et $\xi_c = 0,4-0,6 \text{ \AA}$. Cette dernière valeur en désaccord complet avec la valeur déduite de mesures de H_{c2} par J. H. Kang et col. [43] est assurément fausse car une longueur de cohérence ne peut être inférieure

à la taille d'un atome. Cela doit être dû au fait que, pour un composé lamellaire, la théorie G.-L. ne peut s'appliquer parallèlement aux lamelles car elle a été conçue pour un milieu homogène. Par contre orthogonalement le composé est vu comme un composé isotrope.

VII.2.4 - Courbes d'aimantation à 40 K, angles intermédiaires

Les figures 66 à 69 montrent les courbes de première aimantation (+) à 40 K pour différentes orientations : $\theta = 35^\circ, 60^\circ, 75^\circ$ et 87° . La partie à bas champ a été agrandie dans les encarts des figures 66 à 69. Ces courbes présentent une partie linéaire caractérisée par la pente χ_L (voir figure 68), suivie d'un maximum absolu de $|M| : M_{abs.}$ au champ $H_{abs.}$. Il est très visible que $M_{abs.}$ décroît alors que $H_{abs.}$ croît quant θ augmente. En fait $M_{abs.}$ est proportionnel à $\cos\theta$ et $H_{abs.}$ à $1/\cos\theta$. Cela indique que vers ce maximum, la composante du champ appliqué suivant l'axe \vec{c} $H_a \cdot \cos\theta$ génère dans cette direction, une aimantation $M^c(H_a \cdot \cos\theta)$ identique à l'aimantation créée par un champ $H_a \cdot \cos\theta$ qui serait appliqué suivant \vec{c} (voir figure 70). La décroissance de $M_{abs.}$ provient du fait que nous ne mesurons pas l'amplitude de l'aimantation M mais sa projection dans la direction du champ appliqué $M \cdot \cos\theta$. Il est donc normal, si l'amplitude de l'aimantation à $H_{abs.}$ est la même quel que soit θ , de mesurer une variation de $M_{abs.}$ en $\cos\theta$.

Les courbes faites à $\theta = 75^\circ$ (figure 68) et 87° (figure 69) présentent, à très bas champ, un maximum relatif de $|M| : M_{rel.}$ au champ $H_{rel.}$. L'amplitude de ce maximum, c'est-à-dire le supplément d'aimantation par rapport à la partie linéaire : $|M - \chi_L \cdot H_a|$ (voir l'encart de la figure 69) est proportionnel à $\sin\theta$. Les courbes mesurées à $\theta = 35^\circ$ et 60° présentent aussi, à très bas champ, un supplément d'aimantation qui varie en $\sin\theta$. Il est par contre très difficile d'observer une variation importante de $H_{rel.}$ car elle doit se produire pour des angles très faibles pour lesquels la grande aimantation suivant \vec{c} masque complètement le premier maximum.

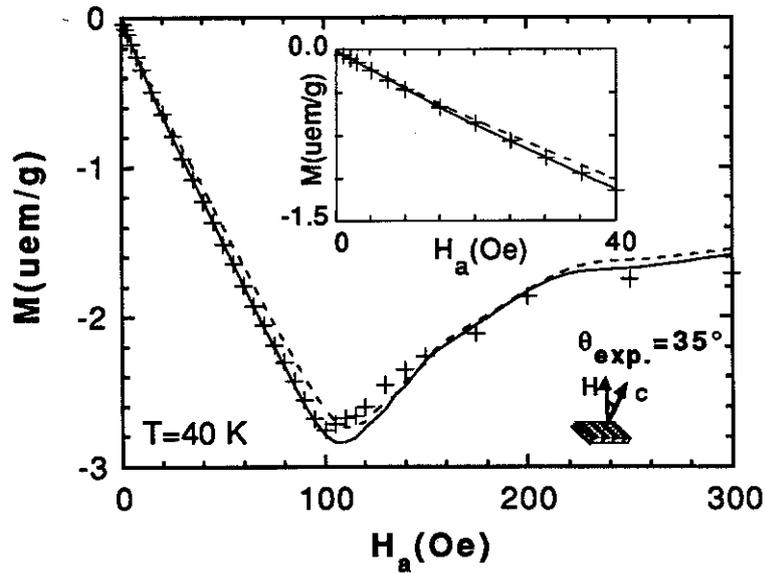


Figure 66 - Courbe de première aimantation pour $\theta = 35^\circ$ (+). Les courbes en tirets (---) et en trait continu (—) ont été calculées avec le modèle des aimantations indépendantes à partir des courbes expérimentales suivant les deux directions principales pour deux valeurs légèrement différentes de θ .

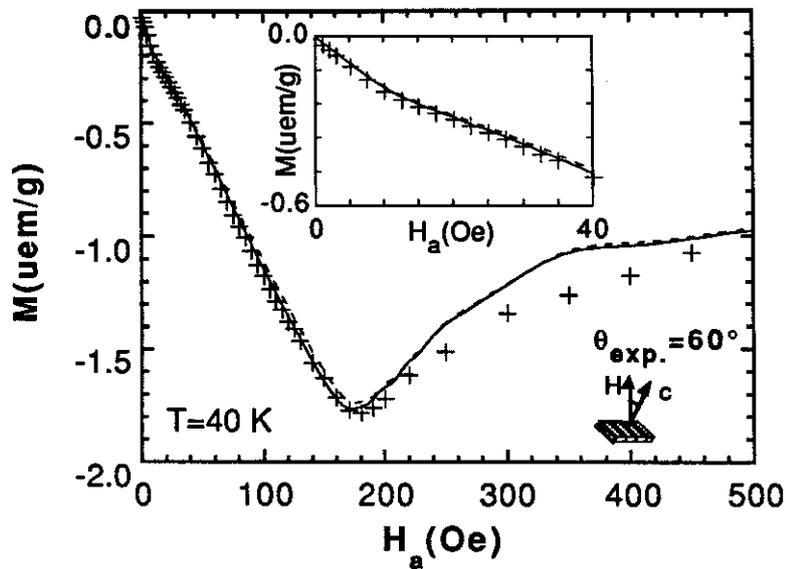


Figure 67 - Idem figure 66 mais avec $\theta = 60^\circ$.

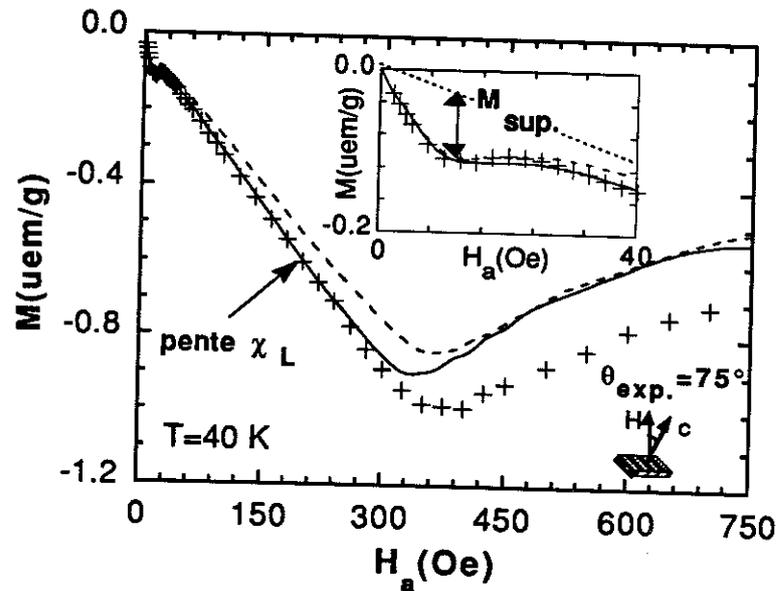


Figure 68 - Idem figure 66 mais avec $\theta = 75^\circ$. M_{sup} représente l'aimantation supplémentaire par rapport à la partie linéaire précédant le maximum de $|M|$.

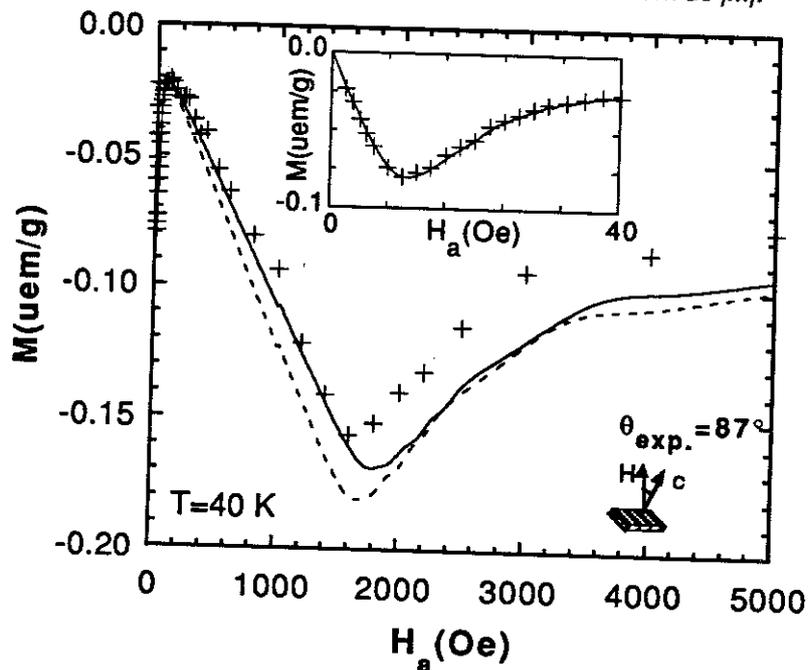


Figure 69 - Idem figure 66 mais avec $\theta = 87^\circ$.

Ces observations suggèrent que, dans la gamme de champs étudiés, chaque direction principale du cristal voit, indépendamment des autres, la projection du champ appliqué dans sa propre direction $\text{proj}(H_a)$. L'aimantation totale est la somme des aimantations suivant les directions principales qui se comportent comme des aimantations indépendantes.

Pour un angle θ et un champ appliqué H_a , l'aimantation totale suit alors la loi [113,114] :

$$\vec{M}(H_a, \theta) = \vec{M}^c(H_a \cos \theta) + \vec{M}^{(a,b)}(H_a \sin \theta) \quad (75)$$

\vec{M}^c est l'aimantation mesurée suivant l'axe \vec{c} , et \vec{M}^{ab} l'aimantation mesurée dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Comme nous mesurons la projection de l'aimantation dans la direction du champ appliqué, l'aimantation mesurée est :

$$M_{\text{mesurée}}(H_a, \theta) = M^c(H_a \cos \theta) \cos \theta + M^{(a,b)}(H_a \sin \theta) \sin \theta. \quad (76)$$

Ce modèle est illustré figure 70. Le champ appliqué H_a se décompose en \vec{H}_a^c suivant l'axe \vec{c} et $\vec{H}_a^{(a,b)}$ dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Chaque composante de \vec{H}_a agit indépendamment sur le cristal qui crée deux aimantations : \vec{M}^c et $\vec{M}^{(a,b)}$. L'aimantation mesurée $M_{\text{mesurée}}$ est la projection dans la direction de mesure, c'est-à-dire suivant le champ appliqué, de l'aimantation totale \vec{M} . Dans le cas représenté sur la figure 70, $4\pi M^c > H_a^c$ car il existe dans cette direction un coefficient de champ démagnétisant $n = 0,77$ qui implique, dans l'état Meissner, que le champ interne H_i^c est $4,3 (= 1/(1-n))$ fois supérieur au champ appliqué H_a^c . Par contre, dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) , le coefficient de champ démagnétisant est faible ($n \approx 0,1$) et $H_a^{(a,b)} > H_{c1}^{(a,b)}$. $4\pi M^{(a,b)}$ est donc inférieur à $H_i^{(a,b)}$.

Nous avons vérifié la validité de ce modèle en calculant, à partir des aimantations expérimentales suivant les deux directions principales, l'aimantation pour les différents angles avec la formule 76. Les résultats sont portés sur les figures 66 à 69. La courbe en trait continu (—) est celle qui donne le meilleur résultat, θ étant un paramètre ajusté pour corriger au mieux l'erreur commise sur cet angle. La différence entre la valeur expérimentale et ajustée, de θ , reste toujours inférieure à l'erreur expérimentale ($< 3^\circ$). La courbe en tirets (---) a été calculée pour un angle légèrement différent de manière à montrer la sensibilité du calcul à une légère erreur sur θ .

La figure 71 donne une représentation schématique de la réponse du cristal à un champ extérieur H_a pour une orientation intermédiaire. A gauche H_a est faible ($H_a \sin \theta < H_{c1}^{(a,b)}$) et le cristal est dans l'état Meissner : $B = 0$, ce qui correspond sur les figures 66 à 69 à la partie avant le premier maximum d'aimantation M^m où M est linéaire avec le champ appliqué. Le changement

de susceptibilité $\Delta M/\Delta H_a$ en fonction de θ provient du coefficient de champ démagnétisant $n(\theta)$ qui varie de 0,77 à 0,1 quand θ varie de 0 à 90°.

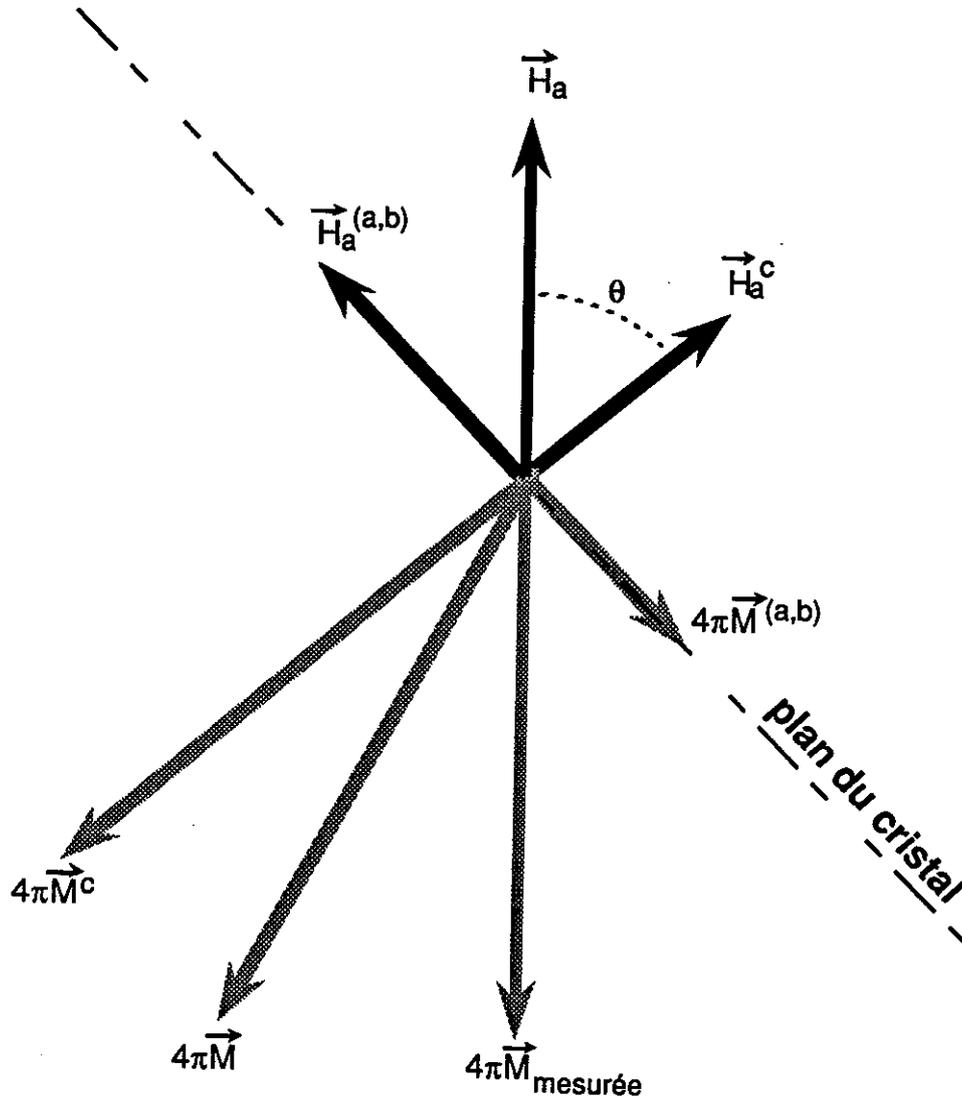


Figure 70 - Dessin représentant, selon le modèle des aimantations indépendantes, les décompositions du champ et de l'aimantation suivant les deux directions principales.

Au centre de la figure 71, H_a est moyen ($H_a \sin\theta \gg H_{c1}^{(a,b)}$ et $H_a \cos\theta \ll H_{c1}^c$). Le flux magnétique commence à pénétrer entre les plans CuO_2 ($B^{(a,b)} \ll H_a \sin\theta$) alors que les supercourants dans les plans continuent à écranter parfaitement le champ suivant l'axe \vec{c} ($B^c = 0$). On trouve ce comportement dans les courbes d'aimantation au voisinage du premier maximum d'aimantation. Pour un champ $H_a \gg HM$, le champ du premier maximum, les courbes d'aimantation redeviennent linéaires avec H_a . Cela provient du fait que l'aimantation générée dans le plan de base devient

complètement négligeable par rapport à celle suivant \vec{c} . On retrouve alors le modèle de P. H. Kes et col. [106] qui ne prend en compte que la projection du champ suivant \vec{c} .

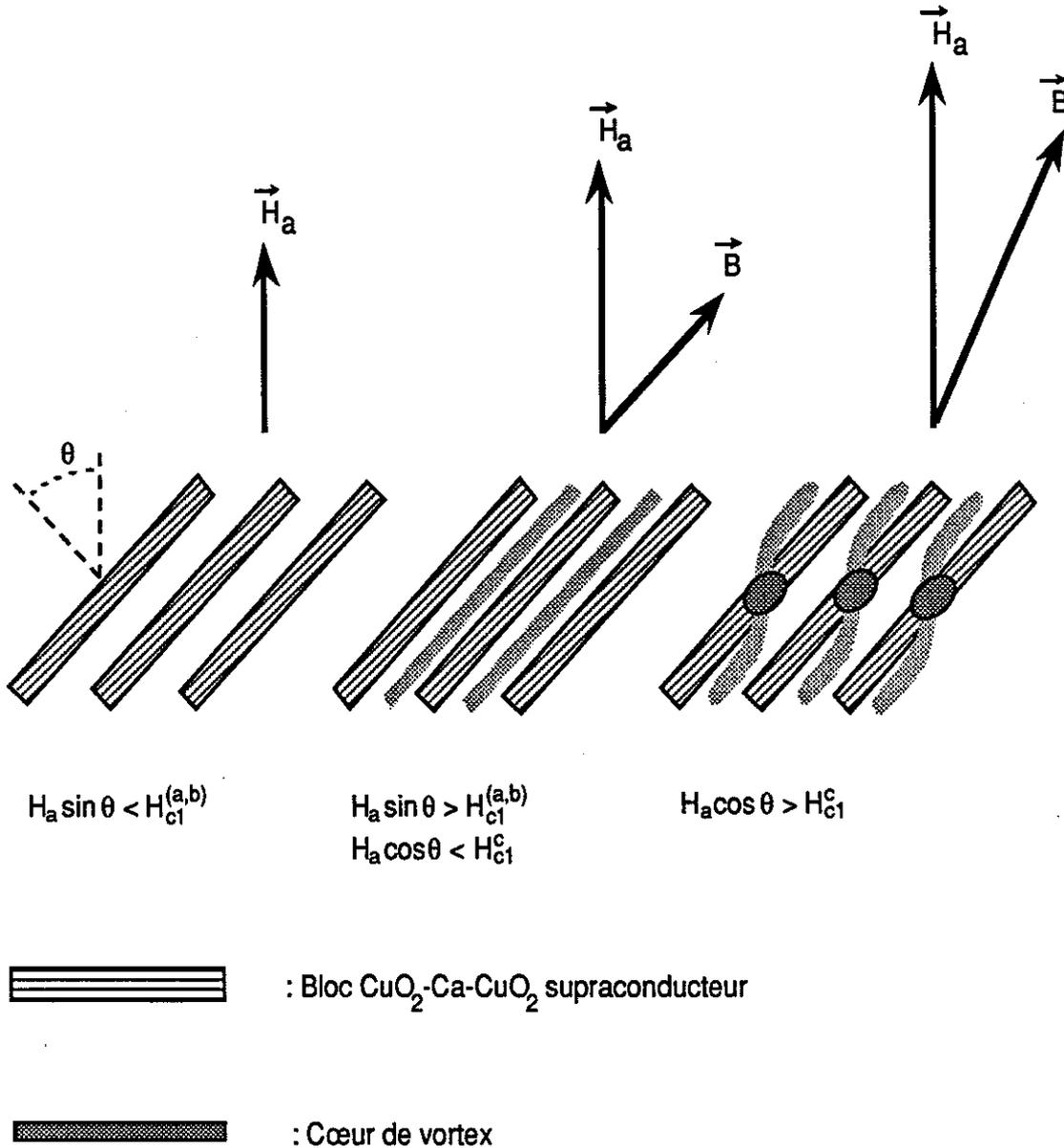


Figure 71 - Figure représentant le comportement des vortex en fonction de l'amplitude du champ appliqué.

Au-delà du deuxième régime linéaire, la composante de H_a suivant \vec{c} a dépassé H_{c1}^c . Des vortex commencent donc à rentrer perpendiculairement aux plans CuO_2 . Ce régime correspond au deuxième maximum d'aimantation (et au-delà). Les plans CuO_2 étant presque complètement découplés, les vortex rentrent sous forme de "crêpes" (leur cœur est une sorte de crêpe de

côtés ξ_c, ξ_{ab} et ξ_{ab} au centre d'une nappe de courant) reliées par des vortex de Josephson (sans cœur) entre les plans comme l'ont suggéré G. Deutscher et A. Kapitulnik. [41] ainsi que P. H. Kes [62]. Le faible couplage entre "crêpes" fait que chacune d'elle est pratiquement indépendante des autres. L'induction moyenne est alors dans une direction intermédiaire entre celle des plans CuO_2 et celle du champ appliqué. Ce régime est présenté à droite dans la figure 71.

Il est important de signaler que les H_{c1} présentés dans cette figure sont exprimés en champ appliqué c'est-à-dire qu'ils ne sont pas corrigés du coefficient de champ démagnétisant n . Toutefois, dans ce modèle des aimantations indépendantes, n est supposé être le même pour chaque composante de l'aimantation que dans le cas où le champ est appliqué successivement suivant chacune des directions principales. Il n'est alors pas nécessaire de tenir compte des différents n du cristal lors du calcul de l'aimantation dans la direction θ .

A plus basse température les "crêpes" de vortex pourraient se coupler par effet de proximité, si les blocs TlO-BaO-BaO-TlO sont métalliques, comme nous le proposons au chapitre III pour expliquer la ligne d'irréversibilité des composés à base de bismuth et de thallium [20,27].

D. Feinberg et col. ont proposé un modèle [115] où les vortex ne sont pas des "crêpes" mais serpentent d'un plan à l'autre. Cependant ce modèle suppose que le supraconducteur est tridimensionnel, alors qu'ici il s'agirait plutôt de feuillets supraconducteurs séparés par des feuillets normaux dans lesquels la supraconductivité est induite par effet de proximité. Leur modèle semble donc plus adapté aux composés moins anisotropes comme $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ [90,93] ou $(\text{La,Sr})_2\text{CuO}_4$ [116]

A. I. Buzdin et A. Y. Simonov [117] ont calculé l'aimantation d'un supraconducteur uniaxial pour un champ appliqué faisant un angle avec l'axe \vec{c} . Ils prévoient l'existence de deux maxima dans la courbe d'aimantation, même pour le composé YBaCuO qui est pourtant relativement peu anisotrope. Leurs prédictions sont en très bon accord qualitatif avec nos mesures. Les écarts quantitatifs peuvent être dus à la persistance d'une faible irréversibilité dans notre cristal.

Nous pouvons noter que l'accord entre les courbes expérimentales et calculées est excellent jusqu'au deuxième maximum d'aimantation. Pour chaque angle il y a notamment concordance entre la pente à bas champ, la position du premier maximum $H_{rel.}$ et son amplitude $M_{rel.}$, la deuxième partie linéaire et la position du deuxième maximum $H_{abs.}$. Les seuls écarts

importants se situent au-delà de $H_{abs.}$, c'est à dire dans la région où le flux pénètre suivant les deux directions simultanément. Toutefois le modèle des aimantations indépendantes suppose que la pénétration du flux est indépendante dans chaque direction ce qui est certainement faux dans ce cas. Il semble plus raisonnable d'imaginer un seul type de vortex orientés dans une direction proche de celle de l'induction \vec{B} .

Un modèle identique à celui présenté ici, a été proposé par M. Ousséna dans sa thèse [114] pour expliquer la dépendance angulaire des courbes d'aimantation de YBaCuO. Ce modèle a ensuite été repris par S. Senoussi et col. [118]. Toutefois M. Ousséna explique que la bosse observée au voisinage de $H = 0$ (c'est-à-dire sous 1 ou 2 kOe à 4,2 K) n'est pas correctement décrite par ce modèle. Cette première bosse semble absente pour les faibles angles et croître avec θ . Cela suggère qu'il a peut-être fait une erreur d'interprétation. En effet, vu que son cristal n'est pas mieux orienté que le nôtre, la courbe mesurée dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) est en fait certainement mesurée dans une direction légèrement différente. Dans ce cas, le maximum d'aimantation ne serait pas dû au plan (\vec{a}, \vec{b}) , comme il l'a supposé, mais à l'axe \vec{c} . Ce serait la première bosse inexplicée qui correspondrait au maximum d'aimantation suivant (\vec{a}, \vec{b}) . Cette explication est semblable à celle que nous avons donné pour nos propres courbes. Cependant il est difficile d'être certain de cette interprétation car l'YBaCuO est beaucoup moins anisotrope que le $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ et les figures présentées par M. Ousséna ne sont pas suffisantes pour nous permettre de conclure avec une certitude absolue. Cependant la prédiction théorique par A. I. Buzdin et A. Y. Simonov [117] de la présence de deux maxima dans l'amplitude de l'aimantation pour l'YBaCuO conforte notre interprétation.

Le modèle des aimantations indépendantes explique les expériences de Y. Iye et col. [119,120] qui montrent que les magnétorésistances de couches minces d'YBaCuO et de $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ ne dépendent pas de l'angle entre le champ appliqué H_a et le courant de mesure mais uniquement de l'angle entre H_a et l'axe \vec{c} . Ce résultat peut se comprendre en considérant que la composante du flux suivant \vec{c} est seule à produire une magnétorésistance car la composante suivant le plan (\vec{a}, \vec{b}) est intrinsèquement piégée par la structure lamellaire du composé. La composante qui dissipe est donc, dans ce cas, toujours perpendiculaire au courant. Y. Iye montre également que même lorsque le champ est appliqué strictement dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) la magnétorésistance du $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ ne dépend pas de l'angle entre le courant et le champ. Ce fait surprenant est

expliqué qualitativement par un modèle qui suppose que des segments de ligne de vortex sautent à l'inter-plan suivant par activation thermique en créant des paires de brins suivant l'axe \vec{c} . La force de Lorentz agit alors sur les paires de brins créés suivant \vec{c} , en allongeant le segment qui a sauté si le champ et le courant sont perpendiculaires (figure 72 (a)) ou en le faisant tourner s'ils sont parallèles (figure 72 (b)).

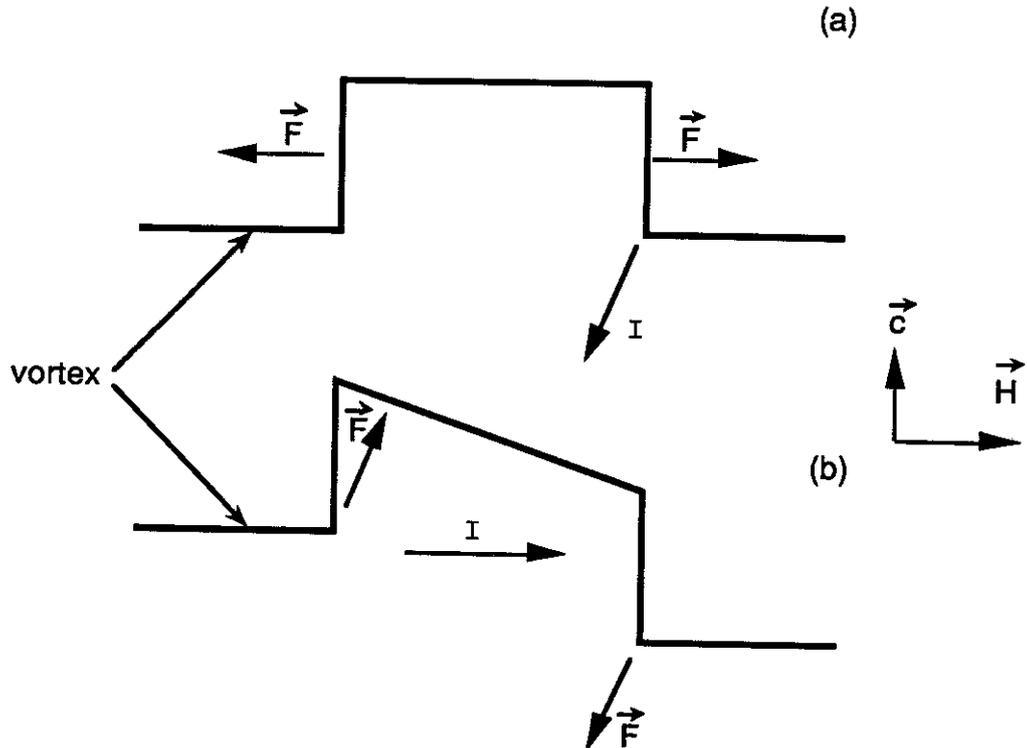


Figure 72- Dessin schématisant la force s'exerçant sur des vortex activés thermiquement et interagissant avec un courant, d'après [119].

VII.2.5 - Courbes d'aimantation à 77 K

Pour vérifier la validité du modèle des aimantations indépendantes à une autre température que 40 K, des mesures ont été faites à 77 K. Ces mesures sont, comme à 40 K, des courbes de première aimantation. Bien que la bobine ait été désaimantée en étant chauffée au dessus de sa température critique, l'échantillon est néanmoins refroidit sous le champ terrestre H_{ter} qui vaut de l'ordre de 0,5 Oe et n'est pas bien homogène (car il comprend, outre le champ effectivement terrestre, le champ produit par l'environnement ferreux : ascenseur, béton armé...etc...). Alors qu'à 40 K H_{ter} « H_{c1} et peut donc être négligé, à 77 K il en est tout autrement quand le champ est appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) car $H_{c1}^{(a,b)} \approx 1 \text{ Oe} \approx H_{ter}$.

La figure 73 montre le cycle d'aimantation avec le champ appliqué suivant l'axe \vec{c} . La courbe présente un maximum d'amplitude vers 15 Oe (courbe du bas) avec un $H_{c1} = 10$ Oe. Par contre, quand le champ est approximativement dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) (figure 74) il est presque impossible de distinguer une bosse dans l'aimantation vers H_{c1} . Dès une dizaine d'Oersteds, l'aimantation mesurée devient complètement dominée par la contribution de l'aimantation suivant l'axe \vec{c} . On distingue toutefois une bosse dans la courbe avec un maximum d'amplitude vers 2 Oe (courbe du bas). Il m'a donc été impossible, comme à 40 K, en évaluant la pente linéaire à haut champ où l'aimantation suivant (\vec{a}, \vec{b}) est négligeable, de calculer à bas champ la contribution due au seul plan (\vec{a}, \vec{b}) .

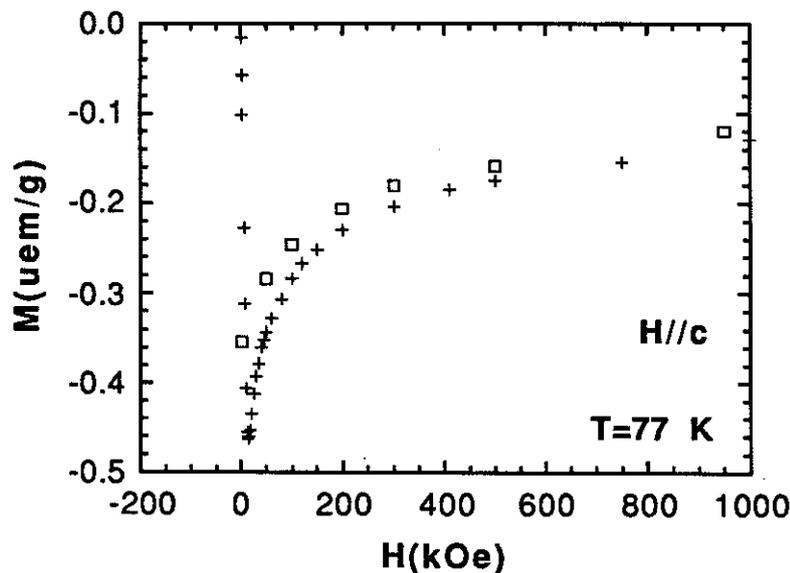


Figure 73 - Cycle d'aimantation à 77 K. (+) : champ croissant; (□) : champ décroissant.
 $H_{c1} = 46$ Oe.

Ne pouvant accéder à l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) , seule la contribution suivant l'axe \vec{c} a été retenue dans le modèle des aimantations indépendantes :

$$M_{\text{mes.}}(H_a) \approx M^c(H_a \cos \theta) \cos \theta \quad (77)$$

La comparaison entre l'aimantation calculée et l'aimantation expérimentale pour différentes orientations n'est, dans ce cas, valable qu'à grand champ car à bas champ l'aimantation dans le plan ne peut plus être négligée.

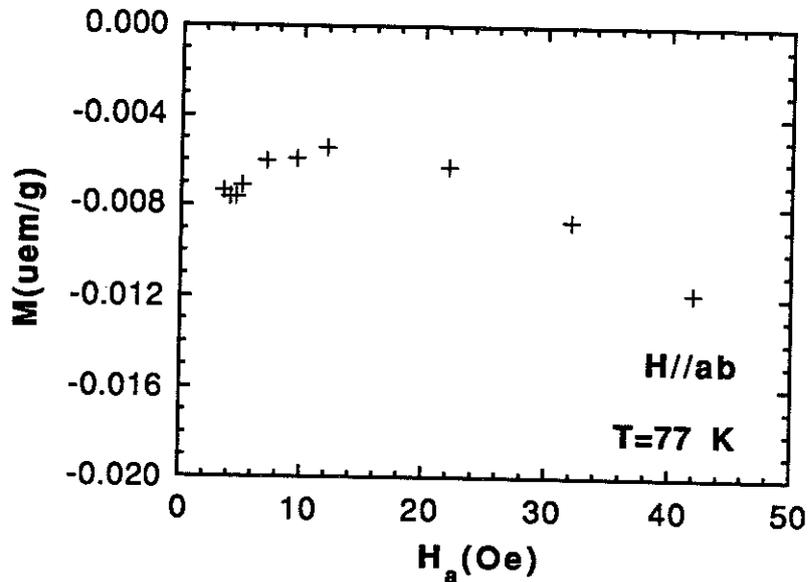


Figure 74 - L'amplitude de la première aimantation à 77 K en champ presque parallèle au plan (\vec{a}, \vec{b}) présente deux maxima à environ 2 Oe et à 150 Oe (voir figure 77).

Les figures 75, 76 et 77 montrent les courbes expérimentales et calculées pour $\theta = 60^\circ$, 80° et 85° . L'accord est bon, sauf à haut champ (au-dessus du deuxième maximum de $|M|$), si les angles réels sont en fait $\theta = 60^\circ$, $77,3^\circ$ et $85,4^\circ$ respectivement, ce qui est tout à fait plausible compte tenu de l'incertitude sur θ .

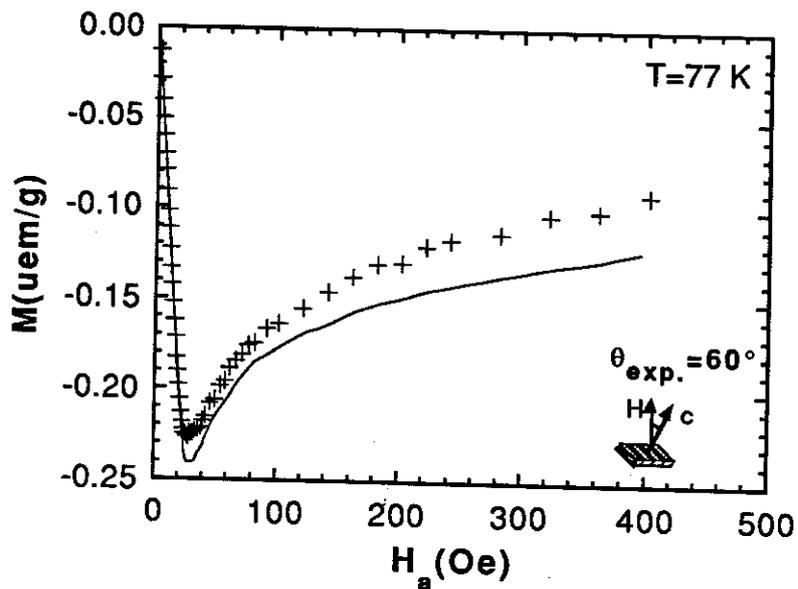


Figure 75 - Courbes de première aimantation à 77 K expérimentale (+) et calculée (—) pour $\theta = 60^\circ$.

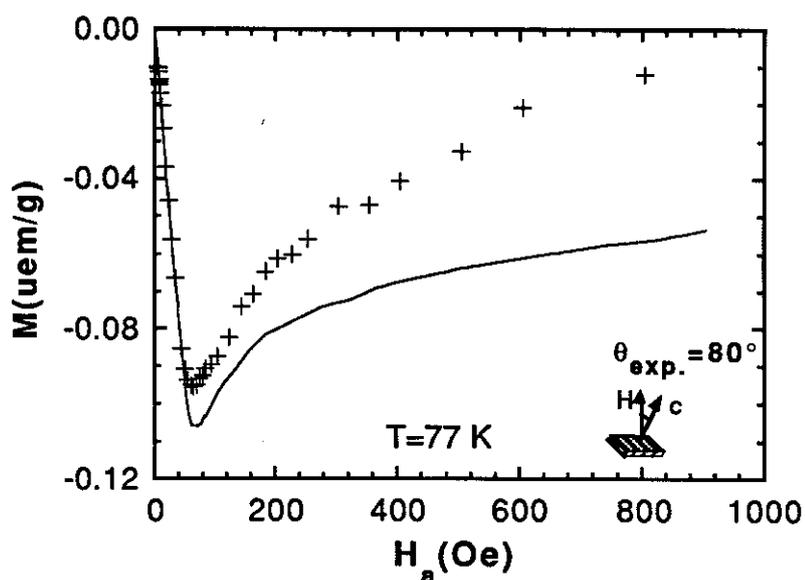


Figure 76 - Idem figure 75, mais pour $\theta_{exp.} = 80^\circ$ et $\theta_{calc.} = 77,3^\circ$.

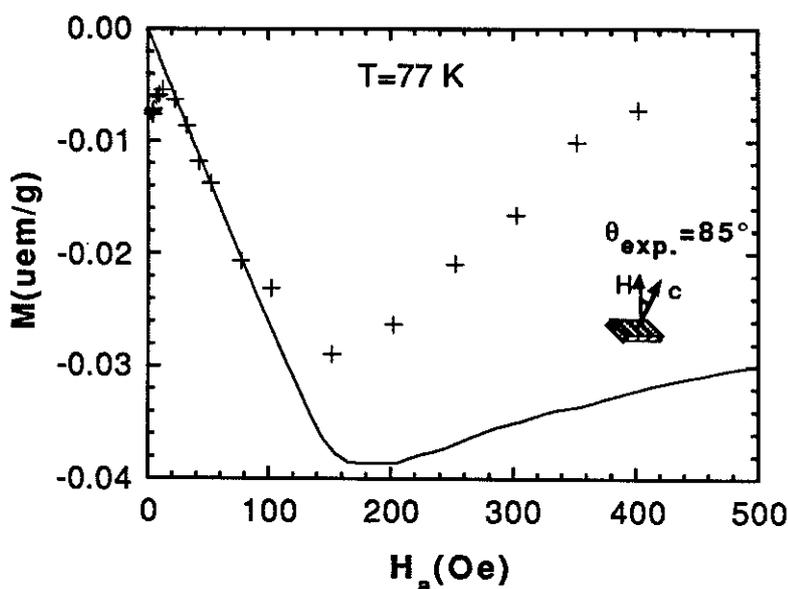


Figure 77 - Idem figure 75, mais pour $\theta_{exp.} = 85^\circ$ et $\theta_{calc.} = 85,4^\circ$.

VII.2.6 - Cristal TI n°2

Pour être totalement certain que l'existence de deux maxima dans la courbe d'aimantation n'est pas due à la présence de deux cristaux dans l'échantillon nous avons fait le même type de mesure sur le cristal n°2 de même structure c'est-à-dire $Tl_2Ba_2CaCu_2O_{8+\delta}$.

Comme le montre la figure 78, la courbe d'aimantation en champ presque parallèle au plan (\vec{a}, \vec{b}) ($\theta = 80^\circ$) présente aussi deux maxima pour

$H_a = 25$ Oe et $H_a = 1000$ Oe. A fort champ (100 Oe $< H_a < 700$ Oe), les pentes des courbes d'aimantation pour $\theta = 80^\circ$ et $\theta = 0^\circ$ sont bien reliées par la relation :

$$\Delta M/\Delta H(H,\theta) = [\Delta M/\Delta H(H \cos \theta)]^c \cos \theta \quad (78)$$

ce qui correspond au modèle des aimantations indépendantes en ne tenant compte que de la composante suivant l'axe \vec{c} . Ce cristal a pourtant des caractéristiques différentes du cristal n°1 avec une température critique $T_c = 101$ K au lieu de 91 K et des H_{c1} différents. Le maximum d'aimantation pour $H = 1$ kOe s'analyse aussi très bien de la même manière :

$$\arccos\left(\frac{1000}{170}\right) = 80,2^\circ \approx 80^\circ. \quad (79)$$

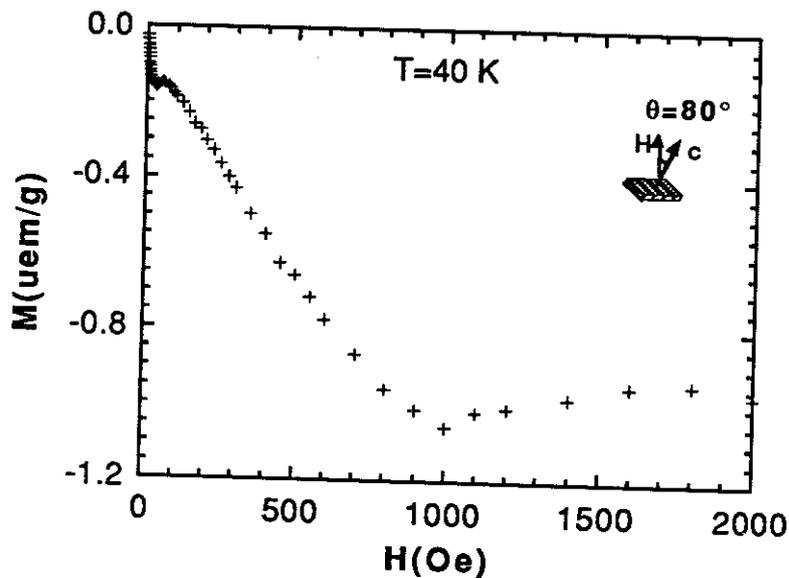


Figure 78 - Courbe de première aimantation à 40 K du cristal TI n°2.

Une analyse tenant compte des deux contributions n'a pu être faite car ce cristal était trop petit pour que l'on puisse mesurer correctement l'aimantation due au plan (\vec{a}, \vec{b}) . Cependant la présence de deux maxima et le bon accord entre les aimantations mesurée et calculée montre bien que la décomposition de l'aimantation en deux composantes indépendantes est bien une propriété générale des cristaux de cette phase et certainement de toutes les structures suffisamment anisotropes, notamment les composés au bismuth et au thallium à 2 ou 3 plans CuO_2 .

Une étude complète du cristal TI n°2 sera bientôt entreprise avec le SQUID.

VII.2.7 - Courbes d'aimantation à 4 K pour différentes orientations

Des cycles d'aimantation ont été tracés figure 79, pour le cristal TI n°1, à 4 K pour différents angles θ entre le champ appliqué et l'axe \vec{c} du cristal. Pour les angles importants, l'amplitude de la première aimantation $|M|$ présente, comme à 40 K, deux maxima relatifs.

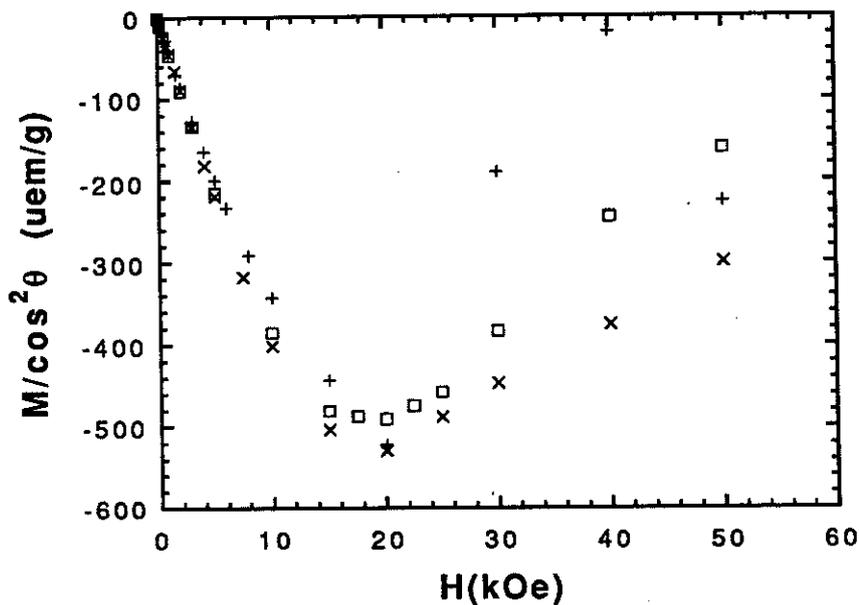


Figure 79 - Courbes d'aimantation normalisées par $\cos^2\theta$, à 4 K, pour différentes orientation du champ appliqué par rapport à l'axe \vec{c} du cristal.

+ : $\theta = 0^\circ$; x : $\theta = 60^\circ$; □ : $\theta = 83,9^\circ$.

Remarque : lors de la mesure de l'aimantation suivant l'axe \vec{c} (+), il y a eu des saut de flux au-delà de 20 kOe, ce qui explique la grande dispersion des points à 30 kOe et 40 kOe.

La partie à haut champ, c'est-à-dire autour du deuxième maximum de $|M|$ se superpose relativement bien pour les différents angles dans la représentation suivante : $M/\cos^2\theta$ en fonction de H . Cette loi d'échelle est très différente de celle qui a été trouvée à 40 K où les courbes se superposent à haut champ lorsqu'on représente $M/\cos\theta$ en fonction de $H \cdot \cos\theta$. Il ressort de cette comparaison des comportements angulaires de M à 4 K et à 40 K que la pente de la partie linéaire précédant le maximum absolu de $|M|$ a la même

dépendance angulaire aux deux températures considérées : elle varie en $\cos^2\theta$. Cela suggère qu'à ces deux températures, le flux commence à entrer entre les multi-plans CuO_2 , avant de les traverser. La présence du premier pic d'aimantation au-delà duquel une entrée importante de flux se produit est totalement cohérente avec cette idée.

Par contre à 4 K le champ correspondant au maximum de $|M|$ H_{max} ne dépend pas de l'angle θ alors qu'à 40 K il varie en $1/\cos\theta$ conformément au modèle des aimantations indépendantes. Cette différence pourrait provenir du fait qu'à 40 K, le supraconducteur étant dans un état assez réversible, H_{max} et H_{c1} sont peu différents et très corrélés. Par contre à 4 K le maximum de $|M|$ se produit à un champ H_{max} très supérieur à H_{c1} (au moins 10 fois) et sans corrélation directe avec H_{c1} car H_{max} dépend dans ce cas beaucoup plus du piégeage des vortex que des propriétés d'équilibre de l'aimantation. Il est donc possible que H_{c1}^{apparent} ait la même dépendance angulaire à 4 K qu'à 40 K : $H_{c1}^{\text{apparent}} \propto 1/\cos\theta$ mais avec un piégeage ne dépendant pas, ou très peu, de l'angle. Cette dernière hypothèse est plus compréhensible si l'on se rappelle que, dans le cadre du modèle d'effet de proximité, nous attendons à basse température un couplage important entre les multi-plans CuO_2 lorsque la longueur de cohérence de la partie normale devient égale à la distance entre multi-plans, rendant ainsi le système tridimensionnel.

Cette hypothèse semble être la seule capable d'expliquer la dépendance en $\cos^2\theta$ de χ_L , ainsi que la valeur du champ du maximum de $|M|$ indépendante de l'angle θ .

VII.2.8 - Cycles d'aimantation en champ faible à 4 K, $\vec{H} // (\vec{a}, \vec{b})$

La figure 80 montre un cycle d'aimantation réalisé en champ faible entre - 220 Oe et + 220 Oe à 4 K avec le champ appliqué parallèlement au plan (\vec{a}, \vec{b}) . Les cinq courbes présentées ont été réalisées dans l'ordre suivant : 0 Oe $\xrightarrow{1}$ + 220 Oe $\xrightarrow{2}$ 0 Oe $\xrightarrow{3}$ + 220 Oe $\xrightarrow{4}$ - 220 Oe $\xrightarrow{5}$ + 220 Oe.

Comme il a été expliqué plus haut l'inclinaison générale du cycle provient d'une désorientation du cristal qui fait que l'aimantation suivant l'axe \vec{c} tend à dominer l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) dès que le champ est suffisamment fort. La figure 81 présente les mêmes courbes que la figure 80 mais redressées en retranchant à l'aimantation mesurée, la composante suivant l'axe \vec{c} due à la désorientation de $7,8^\circ$.

Compte tenu de cela on voit très bien figure 81 que lorsque l'amplitude du champ décroît, l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) reste approximativement nulle quelle que soit la valeur du champ. L'induction B est donc toujours égale à la composante du champ interne dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) lorsqu'on diminue l'amplitude du champ. Lorsque le champ passe la valeur zéro, l'aimantation croit alors subitement avec une pente Meissner quel que soit le sens de variation du champ (courbes 3 et 4). Il y a donc une cassure dans la courbe d'aimantation au champ nul. Cependant le premier demi-cycle d'aimantation, après refroidissement en champ nul (1 \rightarrow 2) a une amplitude maximale $\Delta M = 0,128$ uem/g alors que les demi-cycle suivants (3 \rightarrow 4 et 4 \rightarrow 5) ont une amplitude maximale $\Delta M = 0,0753 \pm 0,0004$ uem/g soit 41 % de moins. Les demi cycle (3 \rightarrow 4 et 4 \rightarrow 5) ne sont donc pas décrits à partir d'un état identique à celui qu'avait l'échantillon après refroidissement en champ nul.

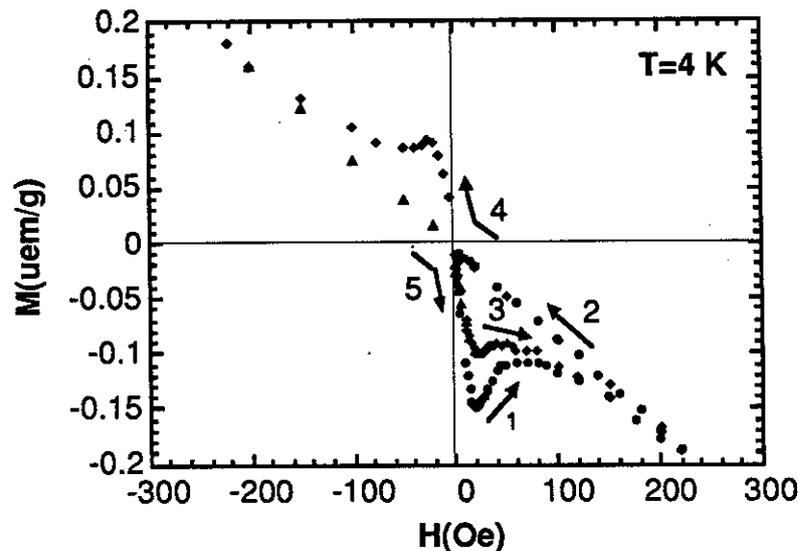


Figure 80 - Cycle d'aimantation à 4 K en champ faible appliqué parallèlement au plan (\vec{a}, \vec{b}) du cristal TI n°1. Les différentes courbes ont été réalisées dans l'ordre suivant :
 $0 \text{ Oe} \xrightarrow{1} +220 \text{ Oe} \xrightarrow{2} 0 \text{ Oe} \xrightarrow{3} +220 \text{ Oe} \xrightarrow{4} -220 \text{ Oe} \xrightarrow{5} +220 \text{ Oe}$

Ce type de courbe d'aimantation très asymétrique avec $M \approx 0$ lorsque l'amplitude du champ décroît puis à nouveau une pente Meissner après que le champ soit passé par zéro peut être interprété par un effet de surface de type Bean-Livingston [17]. Comme il a déjà été expliqué au chapitre II, deux forces antagonistes agissent sur un vortex à la surface d'un échantillon très plat : le gradient d'induction sur la longueur de pénétration λ tend à attirer le

vortex vers l'intérieur de l'échantillon alors que l'effet image tend au contraire à l'empêcher d'entrer. Ces forces sont proportionnelles à $-e^{-2x/\lambda}$ et à $e^{-x/\lambda}$ respectivement, x étant la distance séparant le vortex de la surface. La barrière énergétique qui résulte de ces deux effets a la forme présentée figure 82 [121].

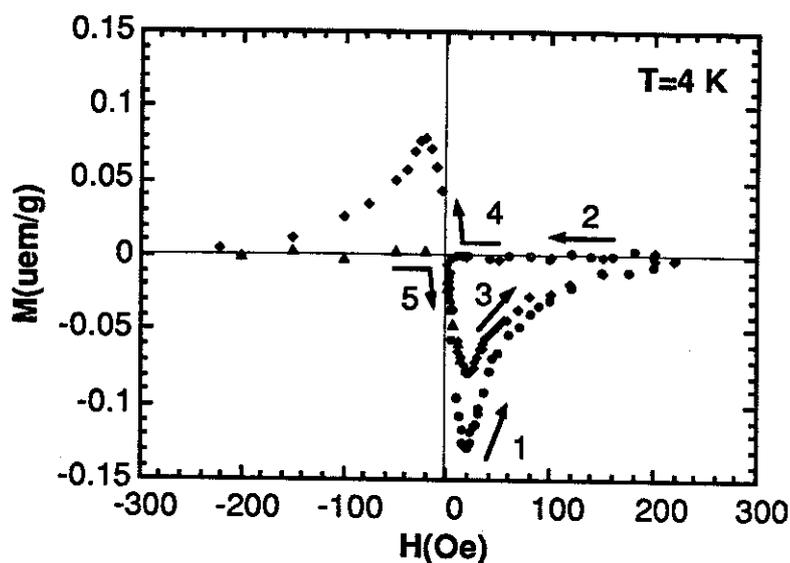


Figure 81 - Courbes de la figure 80 redressées en retranchant, à l'aimantation mesurée, la composante suivant l'axe \vec{c} due à la désorientation de $7,8^\circ$.

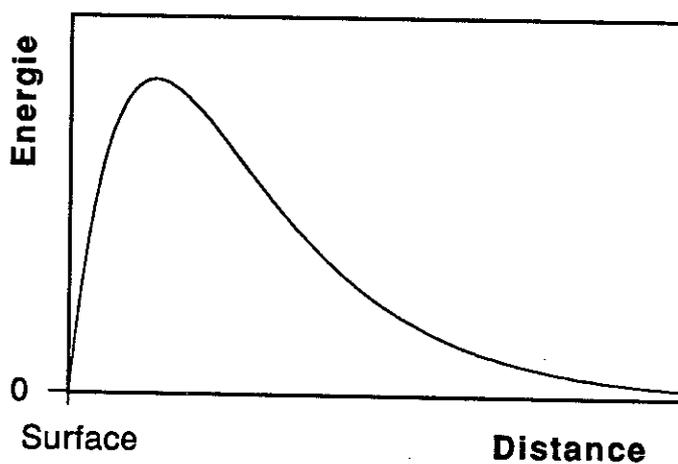


Figure 82 - Energie d'un vortex en fonction de la distance à la surface d'après [121].

Il y a donc une barrière à l'entrée et à la sortie des vortex. Lorsqu'on change le sens de variation du champ à ± 220 Oe, l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) , déjà très faible chute à zéro avec une pente Meissner (à peine détectable sur la figure 81). L'aimantation ayant atteint une valeur approximativement nulle, il n'y a plus de gradient d'induction à la surface de l'échantillon. La barrière empêchant les vortex de sortir disparaît donc. En fait l'aimantation ne doit pas être strictement nulle mais très faible quand l'amplitude du champ décroît, de sorte que la force due au faible gradient d'induction à la surface et celle qui tend à amener l'aimantation à sa valeur d'équilibre se compensent exactement. Lorsque le champ dépasse la valeur zéro, il réapparaît une barrière à l'entrée de vortex. C'est effectivement ce que l'on observe expérimentalement courbes 3 (changement du sens de variation du champ après être passé par $H = 0$) et courbe 4 (variation monotone de H).

Des courbes très similaires à celles de la figure 81 ont récemment été observées par M. Konczykowski [122] sur des monocristaux d'YBaCuO non maclés et de BiSrCaCuO avec un champ de quelques Oersteds appliqué parallèlement à l'axe \vec{c} et à une température très proche de T_c . L'auteur interprète ces courbes de la même manière que ce qui a été présenté ci-dessus.

Néanmoins les demi-cycles (2 \rightarrow 3) et (3 \rightarrow 4) ont une amplitude très inférieure au demi-cycle (1 \rightarrow 2) réalisé après avoir refroidi le cristal en champ nul. Cela ne peut se comprendre si, lorsque le champ décroît à zéro, l'aimantation est strictement nulle, car l'échantillon devrait dans ce cas se retrouver dans le même état qu'après avoir été refroidi en champ nul. Cependant l'aimantation à champ nul n'est certainement pas strictement nulle, et la présence d'un faible nombre de vortex au sein de l'échantillon suffit à affaiblir l'effet de la barrière de surface à l'entrée des vortex.

Cet effet d'affaiblissement de la barrière de surface pourrait être renforcé par la présence de vortex de sens opposé ou anti-vortex, entrés lors de la décroissance du champ. L'aimantation nulle peut alors cacher la présence de vortex et d'anti-vortex en nombre identique. Dans ce cas chaque vortex ou anti-vortex tend à affaiblir la barrière à l'entrée des vortex, lorsque l'amplitude du champ croît après être passée par zéro. Il y a donc un affaiblissement plus important de la barrière de surface que s'il n'y avait que des vortex, à aimantation identique.

M. Tinkham avait remarqué dès 1966 [123] que le modèle de C. P. Bean [63] prévoit l'existence simultanée de vortex et d'anti-vortex lorsque le champ décroît et passe par zéro. Il peut donc y avoir annihilation de couples

vortex/anti-vortex à la frontière entre les deux types de vortex. Récemment la nucléation de domaines de vortex et de domaines d'anti-vortex et leur annihilation à la frontière des domaines ont été observées par effet Faraday à haute résolution par T. Schuster et col. [124] sur YBaCuO et BiSrCaCuO mais suivant l'axe \vec{c} et non dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . L'hypothèse de la présence simultanée de vortex et d'anti-vortex est donc tout à fait plausible.

VII.3 - Mesures de transmissivité

Un dispositif permettant de mesurer l'écrantage (ou la transmission) par une plaque supraconductrice d'un champ alternatif, auquel est éventuellement superposé un champ statique, a été réalisé par J. Gilchrist [10]. Ce dispositif simple nous semblait adéquat pour mesurer la réponse du cristal TI n°1 en fonction de l'orientation du champ statique. Nous avons donc fait des mesures de transmissivité sur ce cristal.

Toutes les mesures présentées ont été réalisées sur le cristal TI n°1 avec le champ alternatif parallèle à l'axe \vec{c} du cristal et le champ statique faisant un angle θ avec cet axe.

VII.3.1 - Champ parallèle à \vec{c}

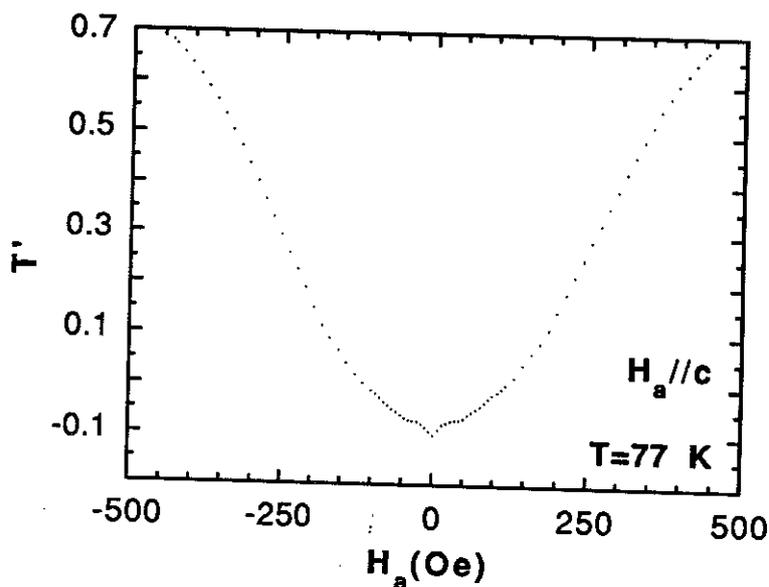


Figure 83 - Courbe de transmissivité T du cristal TI n°1 en fonction du champ statique H_a appliqué suivant \vec{c} .

La figure 83 montre la transmission à travers le cristal pour un champ statique H_a variant de - 440 Oe à + 440 Oe. Au champ maximal, le signal transmis en phase avec l'excitation atteint la valeur $T' = 0,8$, ce qui est proche de la saturation $T' = 1$ à l'état normal. Cette courbe présente deux régimes : entre 0 et 40 Oe où T' varie rapidement et qui est légèrement hystérétique comme on le verra plus loin et au-delà de 50 Oe où la courbe semble plus proche du modèle de Bean et n'est pas hystérétique.

VII.3.1.1 - Régime granulaire

J. Gilchrist a montré [10] que l'hystérésis de la transmissivité d'une céramique d'YBaCuO pouvait être interprétée comme le reflet de sa structure granulaire : les grains fortement supraconducteurs sont couplés par des jonctions Josephson où le paramètre d'ordre est faible (liaison faible). A bas champ, le courant d'écrantage circule dans toute la céramique qui se comporte comme un matériau homogène. Quand on accroît le champ, au-delà de quelques dizaines d'Oersteds (le champ de première pénétration de la céramique) les grains commencent à se découpler pour devenir complètement isolés électriquement. Les courants écrantent alors chaque grain séparément mais le flux peut passer entre les grains. La céramique n'écrante donc presque plus le champ extérieur même s'il est inférieur au H_{c1} d'un monocristal d'YBaCuO.

La courbe $T'(H_a)$, en faibles champs appliqués, a une forme qualitativement très semblable à celle de la céramique d'YBaCuO (figure 84 (a)). Bien que l'échantillon soit monocristallin, il peut présenter des variations locales de composition, notamment en thallium car cette phase tend à en être déficitaire ($Tl_{1,7}$ au lieu de Tl_2). De plus les lacunes ne sont certainement pas réparties de façon homogène. Le paramètre d'ordre d'un supraconducteur dont la longueur de cohérence ξ est de l'ordre du paramètre de maille ou inférieure doit certainement dépendre de telles variations de composition. Il est donc probable que la courbe $T'(H)$ à bas champ soit due à la présence dans l'échantillon de plusieurs zones liées par des jonctions Josephson. Le champ découple ces zones et accroît rapidement T' . Cette hypothèse explique aussi la présence d'hystérésis à bas champ (domaine de champ où les liaisons se rompent) et non à haut champ où chaque zone est isolée électriquement. Toutefois, ces zones doivent être en petit nombre et de grande taille car la courbe $T'(H)$ rejoint le régime où chaque zone semble isolée pour $T' = 5\%$ environ, ce qui ne peut être dû à un grand nombre de

"grains" (T' serait dans ce cas beaucoup plus grand dans le régime des grains isolés).

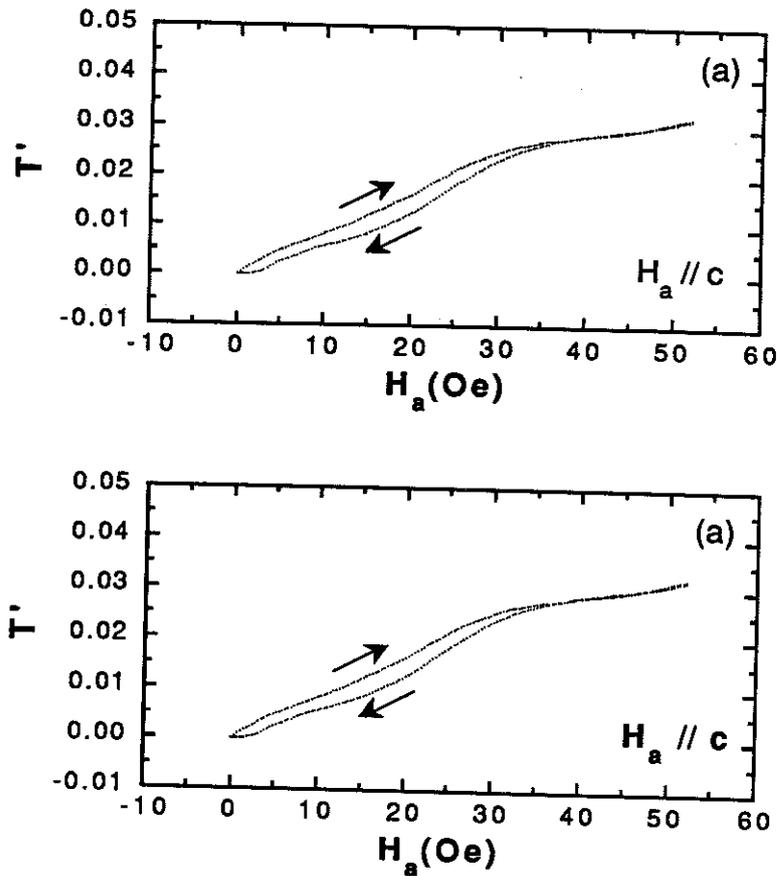


Figure 84 - Parties bas champ des cycles $T'(H_a)$ pour H_a appliqué suivant \vec{c} (a) et dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) (b).

VII.3.1.2 - Etat critique

Il est tout d'abord utile de définir le paramètre sans dimension $j = 10J_c d / (4\pi H_{ac})$, J_c étant la densité de courant critique, d l'épaisseur de l'échantillon et H_{ac} l'amplitude du champ alternatif. j varie de 0 dans l'état normal à 1 ou plus quand il y a écrantage total. Plutôt que de représenter la mesure $\mathcal{C}(H) = T'(H) + iT''(H)$ sous forme de deux courbes signal transmis en phase $T'(H)$ et en quadrature $T''(H)$, il peut être plus judicieux de représenter la mesure sous forme d'une courbe unique T'/T'' paramétrée par j . Cette courbe paramétrée ne dépend que de J_c (la seule variable, dans ce type de mesure, dont dépend j) et non de la dépendance de J_c en fonction de H . Ce type de courbes ne dépend pas de la grandeur physique (H ou T) qu'on a choisi de faire varier.

Pour une plaque infinie dans l'état critique de Bean [63,64] la réponse à un champ alternatif n'est pas linéaire (c'est-à-dire proportionnelle à l'excitation) mais quasi-statique (c'est-à-dire qu'à tout instant le profil d'induction à l'intérieur de l'échantillon est en équilibre) car, à tout instant, la densité de courant est en tout point égale à $\pm J_c$. La pénétration partielle du champ à l'intérieur de la plaque est représentée sur la figure 85 due à J. Gilchrist [10]. A gauche est représenté un demi cycle du champ d'excitation $H = H_1 \cos \omega t$. Au centre on voit le profil d'induction à l'intérieur de la plaque pour différentes valeurs du champ H . A droite est représenté le champ qui traverse la plaque ainsi que $dH/dt \propto e$ et la tension mesurée.

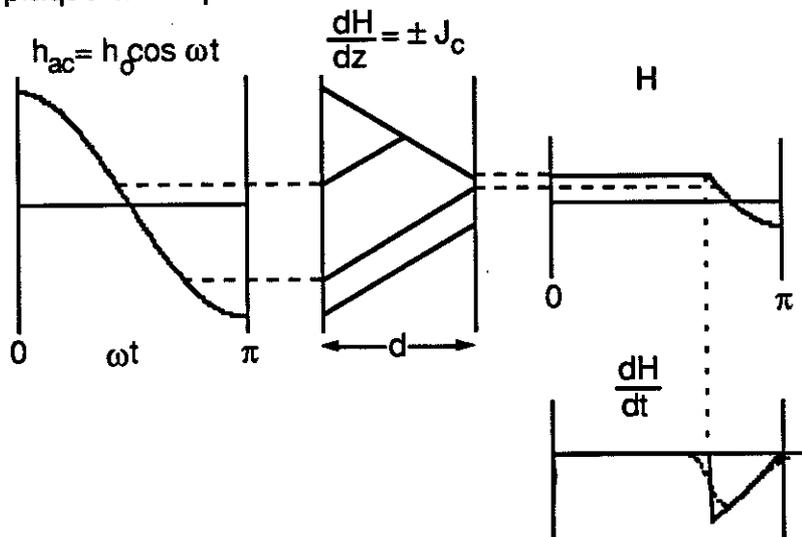


Figure 85 - Figure due à J. Gilchrist [10] représentant la pénétration partielle d'un champ magnétique sinusoïdal à travers une plaque supraconductrice obéissant au modèle de l'état critique de Bean, durant un demi cycle. Le dH/dt mesuré sur un oscilloscope ressemble à la courbe en pointillé qui est une approximation de la courbe théorique discontinue.

Dans le cas d'une détection synchrone à large bande (l'appareil multiplie le signal détecté par un créneau puis l'intègre; tous les harmoniques impaires sont donc conservés, mais atténués par un facteur 1, 3, 5...pour les harmonique 1, 3, 5...) la solution est triviale :

$$\begin{array}{lll}
 T' = 1 - j, \quad T'' = j & \text{pour} & j < \frac{1}{2} \\
 T' = T'' = 1 - j & \text{pour} & \frac{1}{2} < j < 1 \\
 T' = T'' = 0 & \text{pour} & j > 1
 \end{array}$$

ce qui donne une forme triangulaire à la courbe T'/T'' . Par contre si l'appareil filtre les hautes fréquences, la courbe sera plus arrondie. Par exemple la contribution du premier harmonique est :

$$T'(1) = \frac{1}{2\pi} (2\pi - 2\nu + \sin 2\nu) \quad (80)$$

$$T''(1) = \frac{1}{2\pi} (1 - \cos 2\nu) \quad (81)$$

avec $\cos \nu = 1 - 2j$, ce qui donne une courbe en forme de cycloïde.

Notre détection synchrone étant à large bande, nous attendions une forme proche du triangle. Pour le cristal étudié, la courbe expérimentale (figure 86) pour H_a variant entre 50 Oe environ et 440 Oe est parfaitement parabolique dans le diagramme T'/T'' (entre 40 et 50 Oe il existe une région intermédiaire entre le régime granulaire et celui-ci) :

$$T'' = T''_0 - a(T' - T'_0)^2 \quad (82)$$

avec $T''_0 = 0,4637$ $T'_0 = 0,5711$ et $a = 1,347$.

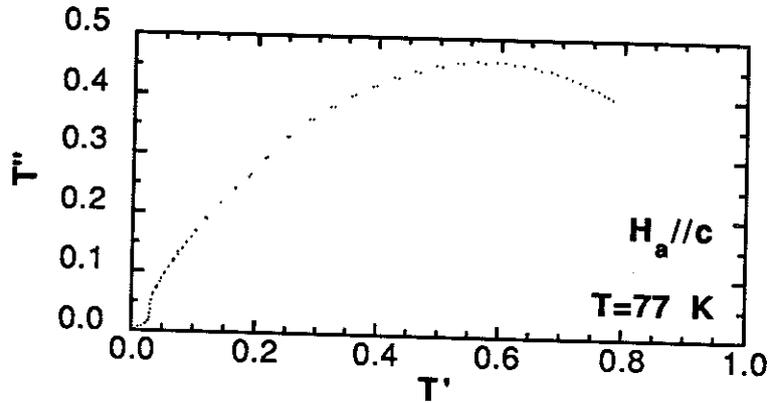


Figure 86 - Diagramme Phase/Quadrature (T'/T'') de la mesure de transmissivité à 77 K en champ statique appliqué parallèlement à l'axe \vec{c} .

Cette forme est surprenante et aucune justification n'a pu être trouvée. L'extrapolation de cette parabole pour $T'' = 0$ donne $T' = -0,016$ pour les grands j (faibles champs appliqués), ce qui est très bon car on s'attend à trouver $T' = T'' = 0$ lorsque $j \geq 1$. Par contre pour les petits j , $T'' = 0$ correspond à $T' = 1,16$ valeur relativement différente de la valeur à l'état normal : $T' = 1$ et $T'' = 0$ dans l'état normal pour lequel $j = 0$. Il est donc normal de s'attendre à ce que cette loi ne soit plus suivie pour des champs

appliqués supérieurs à une certaine valeur que notre montage ne pouvait atteindre, pour rejoindre la valeur à l'état normal. Toutefois la valeur du maximum de la quadrature $T''_{\max} = 0,46$ est proche de la valeur 0,5 escomptée pour le modèle de Bean. Ce modèle, s'il est applicable, prévoit que T'' est maximale pour $j = 10J_c d / (4\pi h_{ac}) = 0,5$. Ce qui conduit, pour $d = 200 \mu\text{m}$ et $h_{ac} = 0,8 \text{ Oe}$, à la valeur de la densité de courant dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) $J_c = 25 \text{ A/cm}^2$. Cette valeur diffère notablement de celle déduite du cycle d'hystérésis $J_c = 30\Delta M(H)/d$, $\Delta M(H)$ étant évidemment mesurée sous le champ statique H_a pour lequel T'' atteint son maximum ($H_a = 200 \text{ Oe}$) soit $J_c^{\text{hyst.}} = 200 \text{ A/cm}^2$.

Une courbe $\mathcal{C}(T)$ sous un champ H_a constant aurait permis en passant de l'état normal à l'état Meissner de faire varier j de 0 à 1 et donc de décrire toute la courbe T'/T'' . Le fait que l'on ne connaisse pas la température n'a pas d'importance dans ce type de diagramme car le seul paramètre pertinent est j .

VII.3.2 - Champ continu parallèle au plan (\vec{a}, \vec{b})

A cause de la très grande anisotropie de ce composé, T' est très sensible, à haut champ continu H_a , à une légère désorientation de H_a lors des mesures dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) . Il était donc nécessaire, pour que la contribution du champ suivant l'axe \vec{c} ne domine pas complètement le signal mesuré, d'orienter au mieux le cristal. Pour cela le champ statique maximal de 440 Oe a été appliqué. L'angle a ensuite été ajusté en cours d'expérience de manière à avoir le minimum de transmission du champ alternatif. Cette position correspond au champ statique exactement dans le plan. Sous un champ statique de 440 Oe, la sensibilité de la mesure est telle qu'une rotation de quelques dixième de degrés autour du plan (\vec{a}, \vec{b}) est parfaitement détectable, l'erreur sur θ doit donc être, dans ce cas, inférieure à $0,5^\circ$.

La courbe de transmissivité en faible champ appliqué dans le plan est montrée figure 84 (b). Cette courbe ressemble qualitativement à la courbe dans l'autre direction. On peut donc supposer que l'hystérésis est aussi due à des jonctions Josephson situées dans les régions les moins supraconductrices de l'échantillon et couplant les zones les plus supraconductrices. Toutefois, dans cette configuration, les jonctions qui sont perpendiculaires au champ statique H_a et parallèles au champ alternatif (par exemple celles qui sont dans le plan (\vec{a}, \vec{c}) avec le champ statique appliqué suivant \vec{b}) ne sont pas pénétrées par H_a et restent supraconductrices, alors qu'avec H_a suivant \vec{c} ces jonctions auraient été pénétrées. L'échantillon se

divise donc en un nombre plus restreint de zones dans la configuration envisagée ici. Cette explication semble cependant insuffisante pour expliquer l'énorme différence de transmissivité entre les deux directions principales : sous 440 Oe appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) la transmissivité est très faible $T' < 0,4 \%$, alors que quand 30 Oe seulement sont appliqués suivant \vec{c} , $T' \approx 3 \%$.

VII.3.3 - Champ continu faisant un angle θ avec l'axe \vec{c}

Des mesures avec différentes valeurs de l'angle entre le champ statique appliqué H_a et l'axe \vec{c} du cristal ont été réalisées, tous les autres paramètres étant inchangés. La figure 87 rassemble les mesures de T' pour les différents angles soit $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 40^\circ, 50^\circ, 60^\circ, 65^\circ, 70^\circ, 75^\circ, 80^\circ, 85^\circ$ et 90° , respectivement de haut en bas. La figure 88 montre la quadrature T'' pour $\theta = 0^\circ, 30^\circ$ et 60° . Les autres courbes n'ont pas été portées dans un but de clarté. Ces différentes courbes peuvent être parfaitement superposées en appliquant la simple loi d'échelle proposée par P. H. Kes et col. [1061], comme le montrent les figures 89 et 90, considérant que seule la composante du champ statique dans la direction de l'axe \vec{c} $H_a \cos \theta$ intervient dans le processus d'accroissement de la transmissivité lorsque le champ croît. Cette idée revient à supposer la supraconductivité cantonnée aux plans CuO_2 complètement découplés. Le flux pénètre alors entre les plans aussi librement que dans le vide. Par contre les plans supraconducteurs écrantent un petit champ alternatif h_{ac} aussi bien que s'il n'y avait pas de flux dans la partie BaO-TlO-TlO-BaO non supraconductrice ($H_{dc}^{(a,b)} = 0$).

Les courbes de T'' pour $\theta = 30^\circ$ et 60° montrent une sorte de palier pour $T'' \approx 0,1$. De plus ces deux courbes sont bien superposables quand on applique la loi d'échelle $H = H_a \cos \theta$, contrairement à la courbe avec $\theta = 0^\circ$ qui ne présente pas ce palier, mais a une forme plus simple. Cette différence de comportements entre la courbe en champ appliqué parallèle à l'axe \vec{c} et les autres courbes pourrait provenir de la composante du champ parallèle aux plans qui n'est nulle que quand le champ est strictement parallèle à l'axe \vec{c} . En fait, il doit exister un petit domaine d'angles vers $\theta = 0^\circ$ pour lequel les vortex sont droits et parallèles au champ. Pour des angles plus importants, les vortex basculent entre les plans et deviennent les "crêpes" de vortex faiblement liées entre elles comme l'a proposé P. H. Kes et col. [106]. Le passage de la courbe "normale" à la courbe où T'' présente un plateau doit correspondre à l'angle de basculement des vortex.

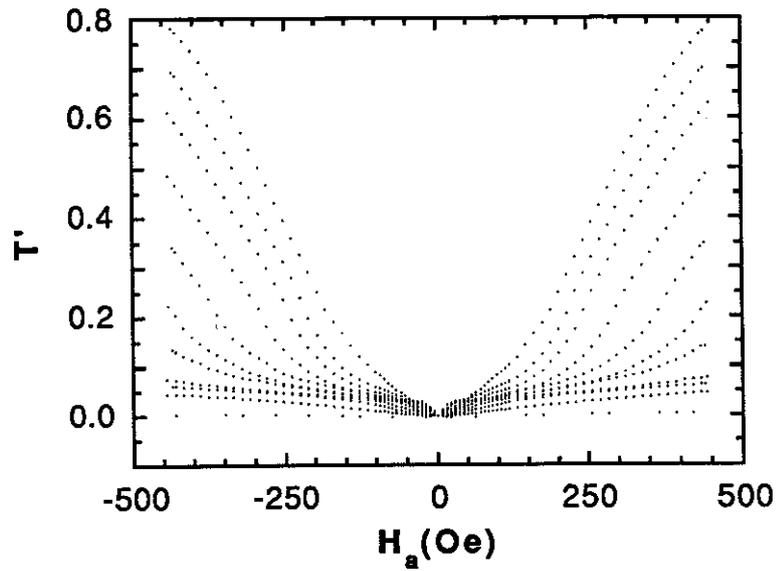


Figure 87 - Phase (T') en fonction du champ appliqué pour différents angles θ entre H_a et l'axe \vec{c} du cristal.

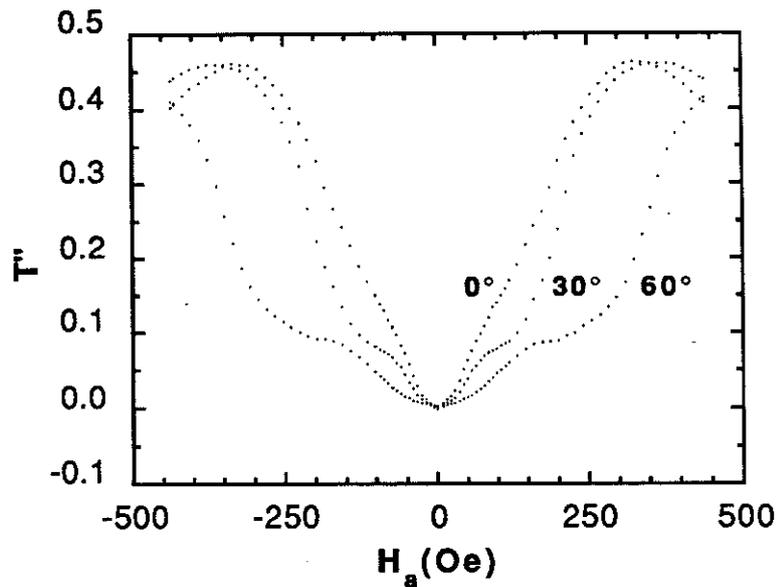


Figure 88 - Quadrature (T'') en fonction du champ appliqué pour différents angles θ entre H_a et l'axe \vec{c} du cristal.

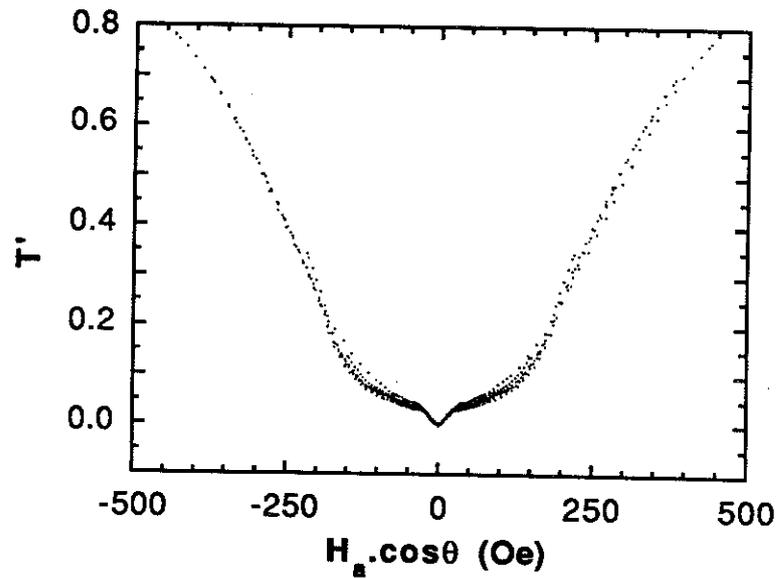


Figure 89 - Phase (T') en fonction de la composante du champ appliqué suivant l'axe \vec{c} $H_a \cos\theta$, pour différentes valeurs de θ .

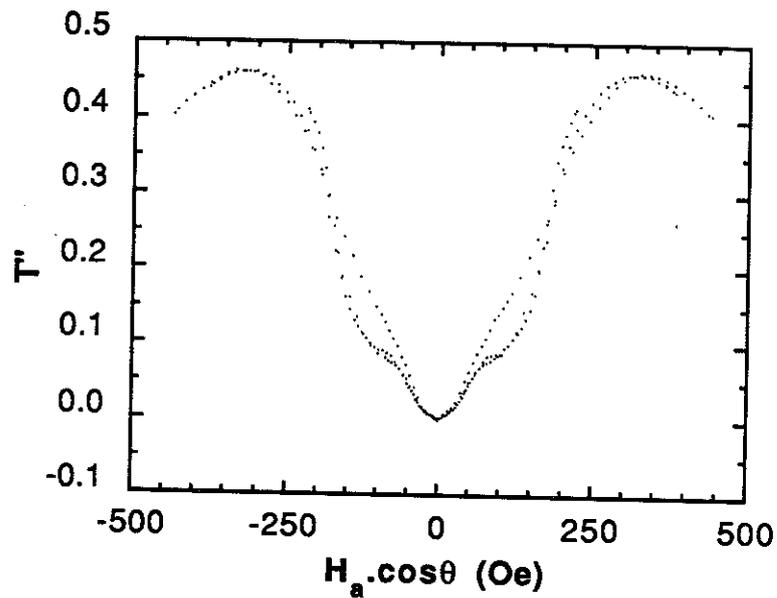


Figure 90 - Quadrature (T'') en fonction de la composante du champ appliqué suivant l'axe \vec{c} $H_a \cos\theta$, pour différentes valeurs de θ .

VII.4 - Conclusion sur l'effet d'angle

Nous avons mis en évidence, sur des monocristaux de TI "2212", la présence de deux maxima dans l'amplitude de la première aimantation pour une orientation du champ appliqué proche du plan (\vec{a}, \vec{b}) , et ce à toutes les températures. Ce comportement est fondamentalement différent de ce que prévoit la théorie G.-L. anisotrope pour laquelle le maximum unique de $|M|$ doit se déplacer quand on change l'orientation du champ. De plus le déplacement observé pour le maximum principal est de sens opposé aux prédictions de la théorie G.-L. anisotrope. Nos résultats s'interprètent par un modèle qui suppose que dans la gamme de champ étudiée, c'est-à-dire près de H_{c1} , l'aimantation se décompose en deux composantes indépendantes suivant l'axe \vec{c} et dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) , chacune de ces composantes étant due à la projection du champ appliqué dans sa propre direction. Lorsque l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) devient négligeable par rapport à celle suivant l'axe \vec{c} soit pour un champ supérieur à quelques centaines d'Oersteds à 4 K ou quelques dizaines d'Oersteds à 40 K, notre modèle se ramène à la loi d'échelle $M = f(H_a \cos\theta)$ proposée par P. H. Kes et col. [106]. Ces résultats sont plus en accord avec ceux attendus pour un multi-couche qu'avec le comportement d'un supraconducteur homogène anisotrope. Une étude plus complète, avec le SQUID récemment acquis par le laboratoire, mériterait d'être entreprise pour savoir si ce modèle est applicable en champ intermédiaire ($H_{c1} \ll H \ll H_{c2}$).

Le modèle proposé explique très bien les courbes réalisées à 40 K et 77 K mais que partiellement celles réalisées à 4 K, le désaccord est interprété comme étant dû au fait que le piégeage est important suivant l'axe \vec{c} à cette température; le maximum principal est alors relié au piégeage et non plus au champ intrinsèque H_{c1} .

Des cycles en champ faible avec le champ appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) montrent un effet de barrière de surface de type Bean-Livingston très marqué. Ces cycles sont très asymétriques, l'aimantation est nulle lorsque l'amplitude du champ décroît, puis brusquement elle croît avec une pente Meissner quand le champ a dépassé la valeur zéro. Ce comportement est bien expliqué par le modèle de Bean-Livingston [17]. Toutefois, la différence entre le premier demi-cycle d'aimantation (effectué après refroidissement en champ nul), et les suivants ne peut être expliquée qu'en admettant la présence de couples vortex/anti-vortex formés lors du premier demi-cycle, et qui

contribuent à affaiblir la hauteur de la barrière de Bean-Livingston vue lors des cycles suivants.

Des mesures de transmission d'un champ alternatif à travers un cristal de TI "2212" ont été effectuées à 77 K en superposant, au champ alternatif appliqué suivant l'axe \vec{c} du cristal, un champ statique dont la direction peut être changée. Ces mesures confirment la loi d'échelle de P. H. Kes et col. Lorsqu'un champ statique de 440 Oe est appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) , les multi-plans CuO_2 écrantent aussi bien un champ alternatif suivant \vec{c} que s'il n'y avait pas de champ statique, bien que, sous 440 Oe, l'aimantation soit quasiment nulle quelle que soit la direction. Une question importante se pose : quel champ faut-il appliquer parallèlement au plans pour détruire la supraconductivité dans les multi-plans CuO_2 et non pas uniquement entre ces multi-plans ? Des mesures de susceptibilité alternatives à fort champ statique vont bientôt être entreprises et permettront peut-être d'y répondre.

CONCLUSION

Le but de ce travail était l'étude du diagramme de phase magnétique champ/température et de l'anisotropie des composés supraconducteurs $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ et $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$.

Dans le diagramme de phase magnétique, nous avons étudié le champ de première pénétration H_p , le champ qui sépare les régimes réversible et irréversible en fonction de la température (ou du champ) c'est-à-dire la ligne d'irréversibilité $H^*(T)$ (ou $T^*(H)$), ainsi que le comportement dans les régimes réversible et irréversible.

Pour le cristal TI n°1, la dépendance thermique de H_p suivant l'axe \vec{c} a montré que pour les températures supérieures à 60 K, ce champ correspond bien à la **valeur thermodynamique H_{c1}** . Nous avons pu en déduire la profondeur de pénétration dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) :

$$\lambda_{ab} = 1360 \pm 20 \text{ \AA}.$$

Par contre à plus basse température H_p correspond à un champ de barrière de surface.

La ligne d'irréversibilité suivant l'axe \vec{c} peut être séparée en trois zones de températures.

- Près de T_c ($T < 60$ K pour le cristal TI n°1) elle suit la loi commune à tous les supraconducteurs à haute température critique $H^* \propto (1 - T/T_c)^{3/2}$, certainement due au traînage du flux activé thermiquement dans un matériau où l'influence de la structure en couche s'efface devant la divergence des longueurs de cohérence près de T_c .
- Aux températures intermédiaires ($20 \text{ K} < T < 60 \text{ K}$ pour le cristal TI n°1) H^* décroît en exponentielle de la température, ce qui nous a conduit à proposer un modèle selon lequel le matériau serait composé d'une succession de multi-plans CuO_2 supraconducteurs séparés par des blocs $BaO-TlO-TlO-BaO$ ou $SrO-BiO-BiO-SrO$ normaux où la supraconductivité serait induite par **effet de proximité**. L'application de ce modèle conduit à une vitesse de Fermi et à une longueur de cohérence de la partie normale tout à fait raisonnables. Dans cette région de températures, la longueur de cohérence suivant l'axe \vec{c} devient plus petite que l'épaisseur normale. Pour la première fois nous avons corrélié la ligne d'irréversibilité au champ de première pénétration lorsqu'il correspond à un champ de barrière ($T < 60$ K). Ces grandeurs doivent donc être reliées à des paramètres **intrinsèques**. La ligne d'irréversibilité doit être une ligne frontière entre un régime où les

multi-plans CuO_2 sont couplés et un régime où ils sont découplés. Elle pourrait être une ligne de transition du second ordre comme semblent le montrer certains de nos résultats.

- A basse température H^* décroît plus rapidement qu'une exponentielle et semble diverger en dessous de 16 K environ ce qui pourrait être le signe d'une transition vers un état où les blocs supraconducteurs sont fortement couplés et où on retrouve des propriétés de supraconducteurs anisotropes mais homogènes.

L'étude de l'aimantation dans la partie réversible pour les deux échantillons (pour le cristal TI n°1, le champ étant appliqué suivant l'axe \vec{c}) conduit à un bon accord avec la théorie de G.-L. Pour le cristal TI n°1 nous avons pu en déduire les valeurs :

$$\begin{aligned}\xi_{ab} &= 40 \pm 4 \text{ \AA} \\ \lambda_{ab} &= 1470-1490 \text{ \AA}\end{aligned}$$

Cette dernière valeur est en bon accord avec celle trouvée à partir de H_{c1} . Nous pouvons donc conclure à la valeur :

$$\lambda_{ab} = 1400 \pm 100 \text{ \AA}.$$

L'échantillon Bi "2223" étant une céramique non orientée, les valeurs déduites ne sont que des moyennes entre les différentes directions. La valeur moyenne étant dominée par λ_{ab} .

Dans l'état irréversible, la relaxation de l'aimantation donne des résultats contradictoires entre les deux échantillons. La céramique Bi "2223" suit très bien les lois classiques du traînage magnétique (flux-creep) alors que le cristal TI n°1 semble vérifier le modèle de verre de vortex proposé par M. P. A. Fisher [46]. Cette différence de comportement pourrait être due aux fait qu'il existe deux domaines de comportements suivant la température et le champ appliqué; les deux échantillons n'ayant pas été mesurés dans le même domaine.

Le modèle développé pour expliquer la ligne d'irréversibilité nous a conduit à étudier un matériau composite : le NbTi multifilamentaire. Nous avons d'abord montré que l'effet de proximité peut, dans ce composite, être étendu à tout le volume des faisceaux de filaments. Cet effet de proximité conduit au passage d'un courant supraconducteur à travers le métal normal. La ligne d'irréversibilité de ces brins suit également la loi $H^* \propto (1 - T/T_c)^{3/2}$

près de T_c . Les mesures de transport donnent une densité de courant critique importante bien au-delà de la ligne d'irréversibilité. Ce résultat très important est expliqué par la diminution de la taille des zones supraconductrices élémentaires lorsque le champ croît. Ces zones passent de la taille des faisceaux de filaments en champ nul à celle du filament unique sous quelques 10 kOe, soit une réduction de taille d'un facteur supérieur à 60 et par conséquent une réduction proportionnelle de l'irréversibilité de l'aimantation. Celle-ci n'est donc plus mesurable, bien que non nulle, lorsque le champ est suffisamment fort. Ce résultat conduit à l'hypothèse que les supraconducteurs à haute température critique seraient peut-être capables de transporter de fortes densité de courant au-delà de H^* si on savait injecter correctement le courant dans les plans CuO_2 et à condition qu'ils soient continus d'un bord à l'autre de l'échantillon. Ceci suppose que le piégeage des réseaux de ligne de flux dans chaque multi-plan supraconducteur soit possible au-delà de H^* , c'est-à-dire qu'il n'y ait pas de fusion du réseau de vortex à cette température.

Ce travail a été complété par une étude de la dépendance angulaire de l'aimantation et de l'écrantage d'un champ magnétique alternatif d'un cristal de Tl^{2212} .

Les mesures d'aimantation avec le champ appliqué dans différentes directions par rapport à l'axe \vec{c} du cristal Tl n°1 ont montré, à 40 K et à 77 K, un comportement incompatible avec la théorie classique de G.-L., avec notamment l'existence de deux maxima relatif de $|M|$ lorsque le champ est appliqué dans une direction proche du plan (\vec{a}, \vec{b}) . Ces courbes sont parfaitement décrites jusqu'au deuxième maximum de $|M|$ en faisant l'hypothèse que les projections du champ appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) et suivant l'axe \vec{c} agissent **indépendamment** sur ces deux directions, et induisent deux aimantations indépendantes. La première "bosse" d'aimantation serait alors due à l'aimantation dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) et la deuxième, à l'aimantation suivant l'axe \vec{c} . Ce modèle implique que, tant que la composante du champ dans la direction de l'axe \vec{c} est inférieure au H_{c1} dans cette direction, les vortex sont strictement parallèles au plan de base, et sont certainement localisés entre les feuillets de plans CuO_2 . Il existe donc, à champ constant, un angle critique au-delà duquel les vortex basculent dans le plan de base. Ce comportement correspond plus à celui d'un multi-couche où le paramètre d'ordre est fortement modulé, qu'à celui d'un supraconducteur homogène anisotrope.

A 4 K, le modèle présenté ci-dessus n'est suivi que partiellement, ce qui est interprété comme étant dû au fort piégeage existant à cette température.

Des cycles en faible champ appliqué dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) ont révélé une barrière de Bean-Livingston très efficace.

Les mesures d'écrantage en fonction de l'angle entre le champ statique et l'axe \vec{c} du cristal TI n°1 (confondu avec la direction du champ alternatif) effectués en collaboration avec J. Gilchrist [10], ont confirmé le modèle des aimantations indépendantes, qui ici se ramène à la loi d'échelle proposée par P. H. Kes et col. [106] car l'influence de la composante du champ dans le plan (\vec{a}, \vec{b}) est trop faible pour pouvoir être mesurée dans le champ maximal dont nous disposions.

ANNEXE I

Conversion unités C.G.S.-u.e.m. ↔ SI

Les relations de base en magnétisme sont les suivantes :

- en unités C.G.S.-u.e.m. :

$$\vec{B} = \vec{H}_i + 4\pi\vec{M} = \vec{H}_a + 4\pi(1-n)\vec{M}$$

$$\vec{M} = \chi\vec{H}_i$$

- en unités S.I. :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H}_i + \vec{M}) = \mu_0(\vec{H}_a + (1-n)\vec{M})$$

$$\vec{M} = \chi\vec{H}_i$$

Le tableau suivant donne les facteurs par lesquels il faut multiplier les grandeurs exprimées en unités C.G.S.-u.e.m. pour avoir leur valeur en unités S.I.

Grandeur	Symbole	Unité S.I.	Unité C.G.S.-u.e.m.	Valeur C.G.S.→S.I.
Induction magnétique	B	T	G	$\times 10^{-4}$
Champ magnétique	H	A.m ⁻¹	Oe	$\times 10^3/4\pi$
Aimantation	$\mu_0 H$	T	Oe	$\times 10^{-4}$
	M	A.m ⁻¹	uem/cm ³	$\times 10^3$
Susceptibilité	$\mu_0 M$	T	uem/cm ³	$\times 4\pi 10^{-4}$
	χ	-	"uem/cm ³ "	$\times 4\pi$
Susceptibilité massique	χ_m	m ³ .kg ⁻¹	"uem/g"	$\times 4\pi 10^{-3}$
Moment magnétique	M	A.m ²	uem	$\times 10^{-3}$
Coefficient de chaleur spécifique électronique	γ	J.m ⁻³ .K ⁻²	erg.cm ⁻³ .K ⁻²	$\times 10^{-1}$

Le tableau ci-dessous donne les valeurs de quelques constantes physiques dans les deux systèmes d'unités.

Constante	Symbole	Valeur en S.I.	Valeur en C.G.S.-u.e.m.
Constante de Boltzmann	k_B	$1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$	$1,38 \cdot 10^{-16} \text{ erg.K}^{-1}$
Constante de Planck	h	$6,6262 \cdot 10^{-34} \text{ J.s}$	$6,6262 \cdot 10^{-27} \text{ erg.s}$
Charge de l'électron	e	$1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$	$4,803 \cdot 10^{-10} \text{ ues}$
Vitesse de la lumière	c	$2,998 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$	$2,998 \cdot 10^{10} \text{ cm.s}^{-1}$
Quantum de flux	ϕ_0	$2,068 \cdot 10^{-15} \text{ T.m}^{-2}$	$2,068 \cdot 10^{-7} \text{ G.cm}^{-2}$

ANNEXE II

Coefficient de champ démagnétisant d'un ellipsoïde

L. V. Osborn [125] donne les expressions des coefficients de champ démagnétisant dans le cas d'un ellipsoïde quelconque :

$$n_x = \frac{\cos\varphi \cos\theta}{\sin^3\theta \sin^2\alpha} (F(k,\theta) - E(k,\theta))$$

$$n_y = \frac{\cos\varphi \cos\theta}{\sin^3\theta \sin^2\alpha \cos^2\alpha} \left(E(k,\theta) - \cos^2\alpha F(k,\theta) - \frac{\sin^2\alpha \sin\theta \cos\theta}{\cos\varphi} \right)$$

$$n_z = \frac{\cos\varphi \cos\theta}{\sin^3\theta \cos^2\alpha} \left(\frac{\sin\theta \cos\varphi}{\cos\theta} - E(k,\theta) \right)$$

avec :

$$\cos\theta = \frac{c}{a} \quad 0 \leq \theta \leq \frac{\pi}{2}$$

$$\cos\varphi = \frac{b}{a} \quad 0 \leq \varphi \leq \frac{\pi}{2}$$

$$\sin\alpha = \left(\frac{1 - (b/a)^2}{1 - (c/a)^2} \right)^{\frac{1}{2}} = \frac{\sin\varphi}{\sin\theta} = k$$

$F(k,\theta)$ et $E(k,\theta)$ étant les intégrales elliptiques de première et deuxième espèce, et a, b, c les axes principaux de l'ellipsoïde choisis de sorte que $a > b > c$. n_x, n_y et n_z sont les coefficients de champ démagnétisant suivant a, b et c respectivement.

Dans le cas du cristal n°1, si on l'approxime par un ellipsoïde dont les trois axes ont pour longueur 1,5 mm, 1 mm et 0,2 mm, c'est-à-dire les dimensions maximales du cristal, le coefficient suivant \vec{c} est :

$$n_c = 0,78$$

Le coefficient de champ démagnétisant peut aussi être déduit expérimentalement de la pente de la courbe de première aimantation (effet Meissner) dans l'hypothèse où le cristal est entièrement supraconducteur et dont la densité est égale à la densité théorique $d_{th.} = 7,68 \text{ g/cm}^3$. Dans ce cas n_c est donné par l'expression :

$$\frac{\Delta M}{\Delta H_a} = - \frac{1}{4\pi(1-n)}$$

M est ici exprimé en uem/cm³. La valeur trouvée pour n_c est :

$$n_c = 0,77$$

valeur qui diffère que très peu de celle trouvée dans l'approximation ellipsoïdale. Il est donc raisonnable de penser que le cristal est totalement supraconducteur. La valeur retenue dans le reste de ce mémoire est la valeur "expérimentale" $n = 0,77$.

Toutefois, pour un supraconducteur, il n'est correct d'utiliser le coefficient de champ démagnétisant que dans l'état Meissner ou près de H_{c2} (au-dessus de la ligne d'irréversibilité pour les supraconducteurs à haute température critique) car juste au-dessus de H_{c1} les vortex commencent à entrer par les bords de l'échantillon et l'aimantation n'est plus uniforme [126].

ANNEXE III

Coefficient de champ démagnétisant d'une assemblée de brins

Pour calculer simplement le coefficient de champ démagnétisant n d'une assemblée de brin NbTi/CuNi, quelques simplifications sont nécessaires. D'abord l'échantillon est considéré comme une assemblée infinie de brins infiniment longs. Ensuite on suppose que la perméabilité relative $\mu_r = 0$ à l'intérieur des brins (effet Meissner) et $\mu_r = 1$ à l'extérieur (vide). Le calcul du champ créé sur un brin 0 par l'ensemble des brins prend en compte la contribution du brin 0 connue ($n = 1/2$ dans le cas d'un brin infini seul) et celle des autres brins qui, par simplicité, est calculé au centre du brin 0 en supposant que la différence entre le champ au centre et à la surface est faible. Vu les autres approximations du problème cette dernière hypothèse est tout à fait raisonnable. La valeur de n calculée est suffisamment juste pour nos calculs.

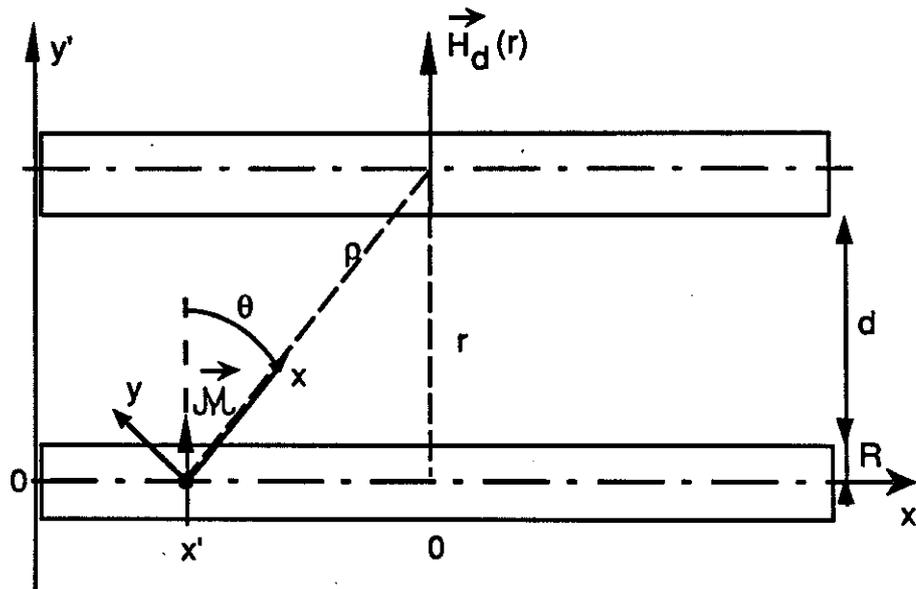


Figure 91 - Dessin montrant le champ créé sur un brin par des moments \mathcal{M} répartis uniformément sur chacun des brins

Le champ dipolaire créé par un moment magnétique est donné par l'expression :

$$\begin{cases} H_x = M \frac{2\cos\theta}{\rho^3} \\ H_y = - M \frac{\cos\theta}{\rho^3} \end{cases}$$

dans le système (x', y') : $\vec{\rho}' = \begin{pmatrix} \rho \sin\theta \\ \rho \cos\theta \end{pmatrix}$

$$\begin{cases} H_{x'} = H_x \sin\theta - H_y \cos\theta \\ H_{y'} = H_x \cos\theta + H_y \sin\theta \end{cases}$$

$$\begin{cases} H_{x'} = \frac{\mathcal{M}}{\rho^3} (2\sin\theta \cos\theta + \sin\theta \cos\theta) \\ H_{y'} = \frac{\mathcal{M}}{\rho^3} (2\cos^2\theta - \sin^2\theta) \end{cases}$$

Pour des raisons de symétrie la composante suivant x' du champ dipolaire est nulle. Le champ dipolaire à la distance r de l'axe du brin est donc :

$$H_d(r) = \lim_{L \rightarrow \infty} \frac{\mathcal{M}}{L} \int_{-L/2}^{L/2} \frac{3\cos^2\theta - 1}{\rho^3} dx'$$

$$\text{or } \mathcal{M} = \pi MR^2 L$$

M étant l'aimantation du brin et L sa longueur.

$$H_d(r) = \pi MR^2 \int_{-L/2}^{L/2} \frac{3\cos^2\theta - 1}{\rho^3} dx'$$

$$\text{or } \begin{cases} r = \rho \cos\theta \\ x' = r \operatorname{tg}\theta \end{cases} \quad dx' = r \frac{d\theta}{\cos^2\theta}$$

d'où :

$$H_d(r) = \pi M \left(\frac{R}{r}\right)^2 \int_{-\pi/2}^{\pi/2} (3\cos^3\theta - \cos\theta) d\theta$$

Une assemblée infinie de brins infiniment longs séparés par une distance d produit un champ démagnétisant :

$$H_D = H_d^0 + 2 \sum_{i=1}^{\infty} H_d(r_i)$$

H_d^0 est le champ créé par le brin 0 sur lui même. $H_d(r_i)$ est le champ créé par le $i^{\text{ème}}$ brin. Le facteur 2 provient du fait qu'il y a autant de brins au dessus qu'au dessous du brin 0,

or $H_D = -4\pi nM$

donc
$$n = \frac{1}{2} - \left(\frac{R}{2R+d}\right)^2 \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{i^2}$$

soit

$$n = \frac{1}{2} - \frac{1,645}{\left(2 + \frac{d}{R}\right)^2}$$

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J. G. Bednorz and K. A. Müller, *Z. Phys. B* **64** (1986), 189
- [2] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. T. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang, C. W. Chu, *Phys. Rev. Lett.* **58** (1987), 908
- [3] C. Michel, M. Hervieu, R. Borel, A. Grandin, F. Deslande, J. Provost, B. Raveau, *Z. Phys. B* **68** (1987), 421
- [4] H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fokutomi, T. Asano, *Jpn. J. Appl. Phys., Lett.* **27** (1988), 209
- [5] R. M. Hazen, L. W. Finger, R. J. Angel, C. T. Prewitt, N. L. Ross, C. G. Hadidiacos, P. J. Heaney, D. R. Veblen, Z. Z. Sheng, A. El Ali, A. M. Hermann, *Phys. Rev. Lett.* **60** (1988), 1657
- [6] W. R. Mc Kinnon, P. Barboux, D. M. Hxang, B. G. Bagley, L. H. Green, G. Hull, Y. Le Page, N. Stoffel and M. Giroud, *Phys. Rev B* **38** (1988), 8885
- [7] J. C. Frison, Thèse de Docteur de l'Université de Bordeaux I, décembre 1990
- [8] K. A. Müller, M. Takashige and J. G. Bednorz, *Phys. Rev. Lett.* **58** (1987), 1143
- [9] A. Sulpice, Thèse de Docteur Ingénieur, Université de Grenoble I, 1984
- [10] J. Gilchrist and M. Konczykowski, *Physica C* **168** (1990), 123
- [11] P. de Rango, Thèse de Docteur de l'Université Joseph Fourier - Grenoble I, janvier 1992
- [12] M. Takano, J. Takada, K. Oda, H. Kitaguchi, Y. Miura, Y. Ikeda, Y. Tomii and H. Mazaki *Jpn. J. Appl. Phys. 2, Lett.* **27** (1988), 1041
- [13] A. Lacaze et Y. Laumond *J. Phys. III* **1** (1991), 261
- [14] P. Estop, A. Février, J. P. Tavernier, *Appl. Supercond. Conf. Snowmass Colorado 24-28 sept. 1990*
- [15] A. A. Abrikosov, *Soviet Physic JETP* **5** (1957), 1174
- [16] A. L. Fetter and P. C. Hohenberg, "Superconductivity" Eds R. J. Parks (Marcel Dekker Inc. New-York) vol. 2, p 817
- [17] C. P. Bean and J. D. Livingston, *Phys. Rev. Lett.* **12** (1964), 14
- [18] A. Schilling, F. Hulliger and H. R. Ott, *Z. Phys. B* **82** (1991), 9
- [19] D. R. Harshmann, L. F. Schneemeyer, J. V. Wasczak, G. Aeppli, R. J. Cava, B. Batlogg, L. W. Rupp, E. J. Ansaldo and D. L. Williams, *Phys. Rev. B* **39** (1989), 851

- [20] P. de Rango, B. Giordanengo, R. Tournier, A. Sulpice, J. Chaussy, G. Deutscher, J. L. Genicon, P. Lejay, R. Retoux and B. Raveau *J. Phys. France* **50** (1989), 2857
- [21] M. Tinkham, "Introduction to Superconductivity", Mc Gray Hill (1975) - 14a p.128; 14b p. 144
- [22] H. Adrian, W. Assmus, A. Höhr, J. Kowalewski, H. Spille and F. Steglich, *Physica C* **162-164** (1989), 329
- [23] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, J. Z. Liu, *Physica C* **162-164** (1989), 735
- [24] A. Umezawa, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, U. Welp, W. K. Kwok, J. Z. Liu, *Physica C* **162-164** (1989), 733
- [25] J. P. Ströbel, A. Thomä, B. Hensel, H. Adrian and G. Saemann-Ischenko, *Physica C* **153-155** (1988), 1537
- [26] T. Koyama, N. Takazawa and M. Tashiki, *Physica C* **168** (1990), 69
- [27] B. Giordanengo, J. L. Genicon, A. Sulpice, J. Chaussy, R. Tournier, J. C. Frison, J. P. Chaminade, *Physica B* **165&166** (1990), 1147
- [28] M. Charalambous, P. Lejay and J. Chaussy, à paraître dans *Physica C*
- [29] G. Deutscher and P. G. de Gennes in "Superconductivity" vol. 2 ed. by R. D. Parks (Marcel Dekker, New York, 1969) p. 1005
- [30] D. Davidovic and L. Dobrosavljevic-Grujic, *Phys. Rev. B* **43** (1991), 2809
- [31] Y. Yeshurun, I. Felner and H. Sompolinsky, *Phys. Rev. B* **36** (1987), 840
- [32] Y. Yeshurun and A. P. Malozemoff, *Phys. Rev. Lett.* **60** (1988), 2202
- [33] P. L. Gammel, F. Scheemeyer, J. V. Wasczak and D. J. Bishop, *Phys. Rev. Lett.* **61** (1988), 1666
- [34] R. Job and M. Rosenberg, *Physica C* **172** (1991), 391
- [35] Y. Yamada, S. Murase, K. Yamamoto and Y. Kamisada, *Cryogenics* **30** (1990), 581
- [36] Y. Wolfus, Y. Yeshurun and I. Felner, *Phys. Rev. B* **39** (1989), 11690
- [37] C. C. Almasan, C. L. Seaman, Y. Dalichaouch and M. B. Maple, *Physica C* **174** (1991), 93
- [38] G. H. Hwang, T. H. Her, C. Y. Lin and H. C. Ku, *Physica B* **165&166** (1990), 1155
- [39] C. Rossel, E. Sandvold, M. Sergent, R. Chevrel and M. Potel, *Physica C* **165** (1990), 233
- [40] P. Jonnard, B. Giordanengo, A. Sulpice, R. Tournier, P. Estop and A. Février, sortie prochaine dans *Physica C*

-
- [41] G. Deutscher and A. Kapitulnik, *Physica A* **168** (1990), 338
- [42] H. Mukaida, K. Kawagushi, M. Nakao, H. Kumakura, D. R. Dietderich and K. Togano, *Phys. Rev. B* **42** (1990), 2659
- [43] J. H. Kang, K. E. Gray, R. T. Kampwirth and D. W. Day, *Appl. Phys. Lett.* **53** (1988), 2560
- [44] L. Civale, A. D. Marwick, M. W. Mac Eifresh, T. K. Worthington, A. P. Malozemoff, F. H. Holtzberg, J. R. Thompson and M. A. Kirk, *Phys. Rev. Lett.* **65** (1990), 1164
- [45] M. Konczykowski, F. Rullier-Albenque, E. R. Yacoby, A. Shaulov, Y. Yeshurun and P. Lejay, à publier.
- [46] M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989), 1415
- [47] D. S. Fisher, M. P. A. Fisher and D. A. Huse, *Phys. Rev. B* **43** (1991), 130
- [48] M. Tachiki and S. Takahashi, *Solid State Comm.* **70** (1989), 291
- [49] J. R. Thompson, D. K. Chrisren, H. A. Deeds, Y. C. Kim, J. Brynstad, S. T. Sekula and J. Budai, *Phys. Rev. B* **41** (1990), 7293
- [50] C. Rossel and P. Chaudhari, *Physica C* **153-156** (1988), 306
- [51] M. Tuominen, A. M. Goldmann and M. L. Mecartney, *Phys. Rev. B* **37** (1988), 548
- [52] P. W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.* **9** (1962), 309
- [53] C. W. Hagen, R. Griessen and E. Salomons, *Physica C* **157** (1989), 199
- [54] M. Mittag, R. Job and M. Rosenberg, *Physica C* **174** (1991), 101
- [55] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta and M. P. A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989), 1511
- [56] P. L. Gammel, L. F. Schneemeyer and D. J. Bishop, *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991), 953
- [57] V. N. Kopylov, A. E. Koshelev, I. F. Schegolev and T. G. Togonidze, *Physica C* **170** (1990), 291
- [58] M. Däumling, J. M. Seuntjens and D. C. Larbalestier, *Nature* **346** (1990), 332
- [59] N. Chikumoto, M. Konczykowski, N. Motohira, K. Kishio and K. Kitazawa, présenté à "Internat. Conf. on Materials and Mecchanisms of Superconductivity", Kanazawa, Japon, 22-26 Jul. 1991
- [60] A. I. Buzdin and A. Y. Simonov, *JETP Lett.* **51** (1990), 191
- [61] V. G. Kogan, *Phys. Rev. B* **42** (1990), 2631
- [62] P. H. Kes, *Nature* **350** (1991), 192
- [63] C. P. Bean, *Phys. Rev. Lett.* **8** (1962), 250

-
- [64] C. P. Bean *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964), 31
- [65] D. J. Frankel, *J. Appl. Phys.* **50** (1979), 5402
- [66] M. Däumling and D. C. Larbalestier, *Phys. Rev. B* **40** (1989), 9350
- [67] E. W. Collings, A. J. Markworth and K. R. Marken *IEEE trans. on magn.* **25** (1989), 2491
- [68] A. K. Gosh and W. Sampson *IEEE trans. on magn.* **24** (1988), 1145
- [69] I. Hlasnik, S. Takacs, V. P. Burjak, M. Marjoros, J. Krajcik, L. Krempasky, M. Polak, M. Jergel, T. A. Korneeva, O. N. Mironova and I. Ivan *Cryogenics* **25** (1985), 558
- [70] J. R. Cave, A. Février, H. G. Ky, and Y. Laumond, *IEEE Trans. Magn.* **23** (1987), 1732
- [71] K. Ohmatsu, M. Nagata, M. Kaxashina, H. Tateishi and T. Onishi, *IEEE Trans. Magn.* **25** (1989), 2491
- [72] K. Matsumoto, S. Akita, Y. Tanaka and O. Tsukamoto *Appl. Phys. Lett.* **57** (1990), 816
- [73] M. Suenaga, A. K. Ghosh, Y. Youwen and D. O. Welch *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991), 1777
- [74] A. Houghton, R. A. Pelcovits and A. Sudbø, *Phys. Rev. B* **40** (1989), 6763
- [75] L. Civale, T. K. Worthington, and A. Gupta, *Phys. Rev. B* **43** (1991), 5425
- [76] J. Kober, A. Gupta, P. Esquinazi, H. F. Braun and E. H. Brandt, *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991), 2507
- [77] J. R. Cave, P. R. Crichlow, P. Lambert and B. Champagne *Appl. Superconduc. Conf. Snowmass Colorado 24-28 sept. 1990*
- [78] E. M. Gyorgy, R. B. van Dover, K. A. Jackson, L. F. Scheemeyer and J. V. Waszczak *Appl. Phys. Lett.* **55** (1988), 283
- [79] A. Février et col. communication privée
- [80] N. Harada, T. Mawatari, O. Miura, Y. Tanaka and K. Yamafuji *Cryogenics* **31** (1991), 183
- [81] W. J. Carr *J. Appl. Phys.* **54** (1983), 6549
- [82] P. W. Anderson and Y. B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964), 39
- [83] K. Matsumoto, Y. Tanaka and M. Ikeda *Appl. Superconduc. Conf. Snowmass Colorado 24-28 sept. 1990*
- [84] K. Matsumoto, A. Takagi, Y. Tanaka and M. Ikeda *Appl. Superconduc. Conf. Snowmass Colorado 24-28 sept. 1990*
- [85] A. Sulpice, communication privée
- [86] S. Takacs, *Czech. J. Phys. B* **36** (1986), 524

-
- [87] Y. Iye, T. Tamagai, H. Takeya and H. Takei, *Physica B* **148** (1987), 224
- [88] Y. Hidaka, M. Oda, M. Susuki, A. Katsui, T. Murakami, N. Kobayashi and Y. Muto, *Physica B* **148** (1987), 329
- [89] W. J. Gallagher, T. K. Worthington, T. R. Dinger and R. L. Sandstrom, *Physica B* **148** (1987), 228
- [90] D. E. Farrell, C. M. Williams, S. A. Wolf, N. P. Bansal and V. G. Kogan, *Phys. Rev. Lett.* **61** (1988), 2805
- [91] G. J. Dolan, F. Holtzberg, C. Field and T. Dinger, *Phys. Rev. Lett.* **32** (1989), 2184
- [92] U. Welp, W. K. Kwork, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort and J. Z. Liu, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989), 1908
- [93] D. E. Farrell, S. Bonham, J. Foster, Y. C. Chang, P. Z. Jiang, K. G. Vandervoort, D. J. Lam and V. G. Kogan, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989), 782
- [94] D. E. Prober, R. E. Schwall and M. R. Beasley, *Phys. Rev. B* **38** (1988), 7049
- [95] M. G. Karkut, V. Matijasevic, L. Antognazza, J.-M. Triscone, N. Missert, M. R. Beasley and Ø Fischer *Physica C* **153-55** (1988), 473
- [96] L. Antognazza, M. G. Karkut, J.-M. Triscone, V. Matijasevic, N. Missert, M. R. Beasley and Ø Fischer *Physica C* **162-164** (1989), 411
- [97] J. M. Murduck, D. W. Capone, I. K. Schuller, S. Foner and J. B. Ketterson, *Appl. Phys. Lett.* **52** (1988), 504
- [98] R. B. Van Dover, L. F. Schneemeyer, E. M. Gyorgy and J. V. Wasczak, *Phys. Rev. B* **39** (1989), 4800
- [99] J. H. Kang, R. T. Kampwirth and K. E. Gray, *Appl. Phys. Lett.* **52** (1988), 2080
- [100] J. L. Tholence, M. Saint-Paul, O. Laborde, P. Monceau, M. Guillot, H. Noël, J. C. Levet, M. Potel, J. Padiou and P. Gougeon, "Studies of High Temperature Superconductors" VI (Nova Science Publishers Inc., New-York, Ed. A. V. Narlikar) 1990, p. 37
- [101] O. Laborde, P. Monceau, M. Potel, J. Padiou, P. Gougeon, J. C. Levet and H. Noël, *Physica C* **162-164** (1989), 1619
- [102] L. Fruchter, M. Oussena, C. Giovanella and A. I. Campbell, *Supercond. Sci. Technol.* **1** (1988), 75
- [103] V. G. Kogan, *Phys. Rev. B* **38** (1988), 7049
- [104] I. Felner, U. Yaron, Y. Yeshurun, V. G. Chandrashekar and F. Holtzberg, *Phys. Rev. B* **40** (1989), 5239

- [105] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort and J. Z. Liu, *Phys. Rev. B* **40** (1989), 5263
- [106] P. H. Kes, J. Aarts, V. M. Vinokur and C. J. van der Beek, *Phys. Rev. Lett.* **64** (1990), 1063
- [107] O. Laborde, P. Monceau, H. Raffy and S. Labdi, XII Winter Meeting on Low Temperature Physics, Mexico, jan. 1991.
- [108] H. Raffy, S. Labdi, O. Laborde and P. Monceau *Phys. Rev. Lett.* **66** (1991), 2515
- [109] W. E. Lawrence and S. Doniach, Proc. 12th. Int. Conf. on Low Temperature Physics, ed. E. Kanda (academic, 1971) p. 361
- [110] M. Tinkham, *Phys. Lett.* **9** (1964), 217
- [111] M. Tuominen, A. M. Goldman, Y. Z. Chang and P. Z. Jiang, *Phys. Rev. B* **42** (1990), 412
- [112] W. Banhofer, W. Biberacher, B. Gegenheimer, W. Joss, R. K. Kremer, H. Mattausch, A. Müller and A. Simon, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989), 2520
- [113] B. Giordanengo, A. Sulpice, R. Tournier, J. C. Frison, J. P. Chaminade, M. Pouchard and J. Etourneau, Proc. Int. Crystallographic Congress (Bordeaux, 20-29 juillet 1990)
- [114] M. Oussena, Thèse de Docteur de l'Université de Paris-Sud, juin 1989
- [115] D. Feinberg and C. Villard, *Phys. Rev. Lett.* **65** (1990), 919
- [116] K. Kitazawa, S. Kambe, M. Naito, I. Tanaka and H. Kojima, *Jpn J. Appl. Phys.* **28** (1989), L555
- [117] A. I. Buzdin and A. Y. Simonov, *Physica C* **175** (1991), 143
- [118] S. Senoussi and C. Aguillon, *Europhys. Lett.* **12** (1990), 273
- [119] Y. Iye, "Strong Correlation and Superconductivity", eds. H. Fukuyama, S. Maekawa and A. P. Malozemoff (Springer, Heidelberg 1989) p. 213
- [120] Y. Iye, S. Nakamura, T. Tamegai, T. Terashima, K. Yamamoto and Y. Bando, *Physica C* **166** (1990), 62
- [121] A. M. Campbell and J. E. Evetts, *Advances in Physics* **21** (1972), 199
- [122] M. Konczykowski, à paraître dans "Studies of High Temperature Superconductors" V (Nova Science Publishers Inc., New-York, Ed. A. V. Narlikar) *Ginzburg, Nova Science Publisher*
- [123] M. Tinkham, ed., *Introduction to superconductivity* (Mc Graw Hill, New York, 1966)
- [124] T. Schuster, M. R. Koblischka, N. Moser and H. Kronmüller, *Physica C* **179** (1991), 269
- [125] V. N. Osborn, *Phys. Rev.* **67** (1945), 351
- [126] M. N. Kunchur and S. J. Poon, *Phys. Rev. B* **43** (1991), 2916

- [127] A. A. Abrikosov, *Physica C* **182** (1991), 191
- [128] A. A. Abrikosov and R. A. Klemm, sous presse
- [129] L. Krusin-Elbaum, L. Civale, F. Holtzberg, A. P. Malozemoff and C. Feild,
Phys. Rev. Lett. **67** (1991), 3156

RESUME

Ce travail est consacré à l'étude du diagramme de phase magnétique des composés supraconducteurs très anisotropes et en particulier les composés $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (Bi "2223") et $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ (Tl "2212").

Le champ de première pénétration du Tl "2212" qui, au-delà de 60 K, coïncide avec H_{c1} est, à plus basses températures, fortement accru par une barrière de surface de Bean-Livingston (B.-L.).

Le champ d'irréversibilité H^* décroît en exponentielle de la température. Ce résultat est interprété comme étant le reflet d'un effet de proximité intrinsèque au matériau. Pour la première fois, nous avons corrélié la ligne d'irréversibilité au champ de première pénétration, démontrant le caractère intrinsèque de ces grandeurs. La ligne d'irréversibilité doit être une ligne frontière entre un régime où les multi-plans CuO_2 sont couplés et un régime où ils sont découplés, et pourrait être une ligne de transition de phase du second ordre comme semblent le montrer certains de nos résultats.

Dans la région réversible, l'aimantation suit bien la théorie de Ginzburg-Landau (G.-L.). On peut en déduire les paramètres $\lambda_{ab} \approx 1400 \text{ \AA}$ et $\xi_{ab} \approx 40 \text{ \AA}$. Le comportement dans la région irréversible confirme l'hypothèse d'une barrière de B.-L.

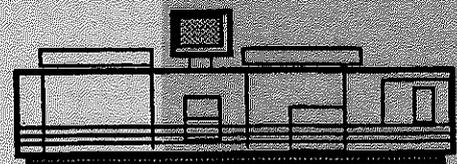
Une étude d'un composite multifilamentaire NbTi ayant un effet de proximité important a montré certaines analogies avec les supraconducteurs à haute température critique.

Ce travail est complété par l'étude, sur un cristal de Tl "2212", de la dépendance angulaire de l'aimantation et de l'écrantage d'un champ magnétique alternatif. L'aimantation peut se décomposer en deux composantes indépendantes suivant les directions principales du cristal. Pour les mesures d'écrantage, seule la composante du champ suivant l'axe \vec{c} compte et le modèle proposé se ramène à une simple loi d'échelle en fonction de l'angle entre le champ appliqué et l'axe \vec{c} du cristal.

MOTS CLES : supraconductivité - aimantation - ligne d'irréversibilité - effet de proximité - multifilamentaires - anisotropie



Grenoble, février 1992.



Impression et finition réalisées sur Rank Xerox 5090,
au Service Reprographie du CNRS.

