

70853
1894/DU

THESE

présentée par

XAVIER Pascal
INGENIEUR ENSIEG

**POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER - GRENOBLE I
(ARRETES MINISTERIELS DU 5 JUILLET 1984 ET
DU 30 MARS 1992)
(SPECIALITE PHYSIQUE)**

ETUDE DE LA REPONSE HYPERFREQUENCE DES VORTEX DANS DES COUCHES MINCES SUPRACONDUCTRICES A HAUTE TEMPERATURE CRITIQUE

DATE DE SOUTENANCE : le 28 février 1994

COMPOSITION DU JURY : **J. CHILO** (Président)
J. CHAUSSY
D. CRETE
A. GILABERT
A. PERRIN
J. RICHARD

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



A mon père,

"La joie du torrent n'est pas d'aboutir au lac; la joie du torrent est de rencontrer les rochers."

Albert JACQUARD, 1992

AVANT PROPOS

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à M. Pierre MONCEAU, Directeur du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures (CRTBT), pour m'avoir fait confiance en m'accueillant au sein de ce laboratoire depuis octobre 1990.

Je ne remercierai jamais assez mon Directeur de thèse, M. Jacques RICHARD, pour son soutien constant, sa gentillesse et sa patience. Il m'a communiqué son souci du travail soigneux et approfondi.

C'est un grand honneur pour moi que M. le Professeur Jean CHILO ait accepté d'être Président du Jury. Je lui en suis très reconnaissant.

Je remercie également MM. J. CHAUSSY, Directeur de Recherche au CRTBT, D. CRETE, Ingénieur de Recherche chez THOMSON CSF, A. GILABERT, Professeur à l'Université de Nice Sophia Antipolis, et A. PERRIN, Directeur de Recherche au LCSIM de Rennes, d'avoir bien voulu être membres du Jury.

Quotidiennement, c'est avec plaisir et enthousiasme que j'ai collaboré avec Olivier BUISSON et Jun CHEN. Leur vivacité d'esprit et leur dynamisme m'ont beaucoup encouragé et stimulé. Je les remercie amicalement.

Au sein du laboratoire, j'ai trouvé un environnement compétent, efficace et - qui plus est - fort sympathique. Merci à tous, P. AMIOT, F. AYELA, G. BATTUZ, J. L. BRET, T. FOURNIER, J. GENESTE, M. GIROUD, J. P. LEGGERI, P. LEJAY, J. MAZUER, B. PANNETIER, L. PERLI, H. RODENAS, A. SULPICE... et j'en oublie ! Vous m'avez beaucoup aidé et apporté.

C'est avec joie que j'ai partagé ces années avec d'autres membres du "personnel non permanent" (sic). Nos échanges ont été fructueux. Je suis en particulier reconnaissant à K. RUNGE de ses couches minces de Nb, à C. DOUDAINÉ de son intense travail pendant son stage de DEA, à C. THIRION, stagiaire de DEUG, que j'ai encadré et qui nous a fourni un très satisfaisant programme de simulation, ainsi qu'à T. RUESS. Je n'oublie pas non plus les aides ponctuelles que m'ont apportées B. et C. CHABAUD-VILLARD, F. NAD, M. POPA, R. SALMI et N. WENDLING.

Que soient aussi remerciées D. DEVILLERS, M. PASCAL, P. POIRIER et V. RICHARD pour leur dévouement et leur sens du service.

J'ai eu des discussions enrichissantes avec M. RENARD, N. SCHOPOHL, N. KOPNIN, J. SOULETIE. Je leur en sais gré.

Je ne saurais oublier les équipes avec lesquelles j'ai collaboré et qui m'ont fourni de nombreux échantillons : MM. J. C. VILLEGIER et A. JÄGER du Laboratoire d'Electronique, de Technologie et d'Instrumentation (LETI) de Grenoble; Mlle H. RAFFY du Laboratoire de Physique des Solides d'Orsay; Mlle C. DUBOURDIEU, MM. J. P. SENATEUR, O. THOMAS et E. MOSSANG du Laboratoire de Matériaux et de Génie Physique (LMGP) de Grenoble; M. A. PERRIN et Mlle C. THIVET du Laboratoire de Chimie des Solides et Inorganiques Moléculaires (LCSIM) de Rennes.

MM. M. PERNET, P. GERMI et D. CHATEIGNER du Laboratoire de Cristallographie de Grenoble ont analysé aux rayons X la structure et la texture de ces échantillons. M. J. CHILO, Mme B. CABON et M. D. LADRET du Laboratoire d'Electromagnétisme Micro-ondes et Optoélectronique (LEMO) de Grenoble ont réalisé des simulations numériques des structures étudiées. Occasionnellement, j'ai aussi travaillé avec la Société RADIAL. Je leur exprime ici toute ma reconnaissance.

Enfin, pendant ces années de recherches, j'ai aussi eu la joie de m'initier à l'enseignement supérieur en tant que moniteur puis en tant qu'Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche (en DEUG A1 de l'Université Joseph FOURIER ou à l'Institut Universitaire de Technologie 1 de Grenoble). J'espère que mon expérience de passer du secteur privé industriel à la préparation d'une thèse en Physique fondamentale montrera un peu plus qu'il n'y a pas de "voie tracée" mais qu'au contraire il faut encourager les étudiants à élargir leurs horizons. La théorie du chaos ne nous enseigne-t-elle pas qu'il existe des régularités et des cohérences même sur un chemin "a priori" turbulent ?...

NOTATIONS ET DEFINITIONS *

GRANDEURS [si il y a lieu, Unités dans le Système International]

- a, b, c : paramètres de maille élémentaire [m],
 a_1, a_2 : ondes incidentes normalisées, aux ports 1 et 2,
 $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}, \mathbf{d}$: coefficients de la matrice [A] d'un quadripôle,
 $\mathbf{A}, \mathbf{B}, \mathbf{C}, \mathbf{D}$: coefficients de la matrice [A] normalisée d'un quadripôle,
 \vec{A} : potentiel vecteur magnétique [Wb.m⁻¹],
 α : constante d'atténuation [m⁻¹], coefficient de correction de calibration [Ω],
 b : facteur [$\Omega^{-1}.m$],
 b_1, b_2 : ondes normalisées réfléchies ou transmises, aux ports 1 et 2,
 \vec{B} : induction magnétique [T],
 B_c : induction magnétique critique [T],
 B_{c1} : induction magnétique de première aimantation [T],
 B_{c2} : induction magnétique critique pour un supraconducteur de type II [T],
 $B_{//}$: induction magnétique parallèlement aux plans ab [T],
 B_{\perp} : induction magnétique perpendiculairement aux plans ab [T],
 β : constante de phase [m⁻¹], coefficient de correction de calibration,
 C : capacité linéique d'une ligne propagative [F.m⁻¹],
 C_0 : capacité de l'étalon circuit ouvert [F],
 C_1 : capacité du plot de contact en amont de l'échantillon [F],
 C_2 : capacité du plot de contact en aval de l'échantillon [F],
 d : diamètre moyen d'un grain dans une couche mince granulaire [m], exposant critique,
 ∂ : épaisseur de peau [m],
 ∂_f : profondeur de pénétration du "flux flow" [m],
 δ : angle de pertes d'un diélectrique à v et T données,
 Δ : gap ou bande interdite [J] (plus souvent indiqué en eV),
 e : épaisseur de l'échantillon [m],
 \vec{E} : champ électrique [V.m⁻¹],
 ε : facteur du "flux creep",
 ε_r : permittivité relative d'un diélectrique ou "constante diélectrique", à v et T données,
 ε_{eff} : permittivité relative effective,
 \vec{F} : force aléatoire du "flux creep" [N],
 φ : phase du coefficient de réflexion [rad],
 Φ : phase de l'impédance linéique Z [rad],
 g : coefficient de correction des effets de bord spécifique à la formule de Chang,
 G : conductance linéique d'une ligne propagative [S.m⁻¹],
 G : facteur géométrique de la méthode PEM (inverse de la largeur effective du ruban) [m⁻¹],
 γ : constante de propagation [m⁻¹], coefficient de correction de calibration [Ω],
 γ_1 : constante de propagation de la ligne d'amenée à 300 K [m⁻¹],
 γ_2 : constante de propagation de la ligne d'amenée à la température $T < 300$ K [m⁻¹],
 Γ : coefficient de réflexion,
 Γ' : coefficient de réflexion mesuré à froid avec la calibration 300 K,
 Γ_c : coefficient de réflexion "propre" d'une ligne défini à partir des impédances caractéristiques,
 Γ_r : coefficient de réflexion au niveau de la charge,
 h : épaisseur de diélectrique [m],
 \vec{H} : champ magnétique appliqué [A.m⁻¹],
 H_c : champ magnétique critique thermodynamique [A.m⁻¹],

η : viscosité [Pa.s],
 i_1 : courant réduit au port 1,
 i_2 : courant réduit au port 2,
 \bar{I} : courant appliqué [A],
 I_e : courant d'entrée [A],
 I_i : courant incident [A],
 I_r : courant réfléchi [A],
 I_s : courant de sortie [A],
 j : opérateur complexe ($j^2 = -1$),
 \bar{J} : densité de courant [$A.m^{-2}$],
 \bar{J}_n : densité de courant due aux électrons normaux [$A.m^{-2}$],
 \bar{J}_s : densité de courant due aux électrons "supraconducteurs" [$A.m^{-2}$],
 J_c : densité de courant critique [$A.m^{-2}$],
 k : contrainte maximale de rappel sur un vortex [Pa],
 K : coefficient de correction des effets de bord général,
 K_s : coefficient de correction des effets de bord s'appliquant à l'inductance cinétique,
 l : longueur de l'échantillon [m],
 l_0 : différence entre la longueur de la ligne d'amenée à 300 K et celle à T (≈ 2 mm à 77K) [m],
 l_1 : longueur de la ligne d'amenée qui se trouve à 300 K [m],
 l_2 : longueur de la ligne d'amenée qui se trouve à froid (≈ 75 cm) [m],
 ℓ : libre parcours moyen [m],
 L : inductance linéique d'une ligne propagative [$H.m^{-1}$], inductance d'un circuit oscillant [H],
 L_{cc} : inductance de l'étalon court-circuit [H],
 L_{fil} : inductance du fil de liaison [H],
 L_k : inductance cinétique [H],
 L_0 : inductance linéique en courant continu [H/m],
 L_2 : inductance de bout sur un échantillon monté en court-circuit [H],
 M : aimantation [$A.m^{-1}$],
 \mathcal{M} : inductance mutuelle [H],
 λ : profondeur de pénétration du champ magnétique [m],
 $\tilde{\lambda}$: profondeur de pénétration complexe du modèle de Coffey et Clem [m],
 λ_{eff} : profondeur de pénétration effective [m],
 λ_J : profondeur de pénétration de Josephson [m],
 λ_L : profondeur de pénétration de London [m],
 λ_{ab} : profondeur de pénétration pour des courants d'écrantage circulant dans les plans ab [m],
 λ_c : profondeur de pénétration pour des courants d'écrantage perpendiculaires aux plans ab [m],
 λ_C : profondeur de pénétration de Campbell [m],
 n : exposant des lois de puissance,
 n_n : densité d'électrons normaux,
 n_s : densité d'électrons "supraconducteurs",
 n_0 : densité d'électrons "supraconducteurs" à T = 0 K ou densité totale d'électrons libres,
 N : nombre de moyennages effectués,
 ν : fréquence [Hz] (notée f exceptionnellement),
 ν_g : fréquence correspondant au gap ($\Delta = h.\nu_g$) [Hz],
 ν_p : fréquence de piégeage du réseau de vortex [Hz],
 ν_r : fréquence de résonance (fondamentale) [Hz],
 P : préfacteur,
 Q : facteur de qualité,

$Q_{\text{accès}}$: facteur de qualité des accès défini à partir de $\alpha_{\text{accès}}$,
 Q_d : facteur de qualité des diélectriques défini à partir de α_d ,
 Q_r : facteur de qualité du rayonnement défini à partir de $\alpha_{\text{accès}}$,
 Q_{total} : facteur de qualité total d'un résonateur couplé ($Q_{\text{total}} = \beta/(2.\alpha_{\text{total}})$ à la résonance),
 Q_0 : facteur de qualité propre d'un résonateur,
 \vec{R} : vecteur de Poynting [W.m^{-2}],
 R : résistance linéique d'une ligne propagative [$\Omega.\text{m}^{-1}$],
 R_1 : résistance de contact en amont de l'échantillon [Ω],
 R_2 : résistance de contact en aval de l'échantillon [Ω],
 R_n : résistance normale à T donnée, réelle ou extrapolée [Ω],
 R_s : résistance de surface [Ω],
 ρ : résistivité électrique en courant continu [$\Omega.\text{m}$],
 ρ_{ab} : résistivité électrique suivant les plans ab [$\Omega.\text{m}$],
 ρ_c : résistivité électrique suivant l'axe c [$\Omega.\text{m}$],
 ρ_f : résistivité électrique de "flux flow" [$\Omega.\text{m}$],
 ρ_v : résistivité électrique effective du modèle de Coffey et Clem [$\Omega.\text{m}$],
 S : section de l'échantillon [m^2],
 $S_{11}, S_{12}, S_{21}, S_{22}$: coefficients de la matrice [S],
 $\bar{\sigma}$: conductivité électrique complexe [S.m^{-1}],
 σ' : paraconductivité électrique due aux fluctuations [S.m^{-1}],
 σ_1 : partie réelle de la conductivité électrique complexe [S.m^{-1}],
 σ_2 : partie imaginaire de la conductivité électrique complexe [S.m^{-1}],
 σ_n : conductivité électrique dans l'état normal [S.m^{-1}],
 t : temps, durée [s],
 t_e : épaisseur effective du ruban [m],
 t : température réduite (T/T_c),
 T : température thermodynamique absolue [K],
 T' : température séparant deux régimes de $Z(v)$ sous champ magnétique [K],
 T_c : température critique définie par le maximum de la dérivée dR/dT [K],
 T_{c2} : température critique pour laquelle B appliqué = B_{c2} [K],
 T_c^+ : température de début de transition définie par l'intersection de 2 droites extrapolées [K],
 T_c^0 : température critique définie à $R_{dc} = R_{\text{contact}}$ [K],
 T_N : température de Néel [K],
 T_g : température de transition liquide de vortex/verre de vortex [K],
 τ : temps de relaxation pendant lequel le champ électrique agit librement sur les électrons [s],
 temps de relaxation d'une fluctuation de taille ξ_g , lié à v_p [s],
 \vec{u} : vecteur déplacement des vortex,
 U : tension d'accélération d'électrons (MEB) ou d'ions (gravure ionique) [V],
 U : hauteur de la barrière de potentiel due au piégeage [J],
 v : hauteur normalisée de la barrière du potentiel périodique de piégeage,
 v_1 : tension réduite au port 1,
 v_2 : tension réduite au port 2,
 V : tension [V],
 V_e : tension d'entrée [V],
 V_i : tension incidente [V],
 V_r : tension réfléchie [V],
 V_s : tension de sortie [V],
 v_ϕ : vitesse de phase de propagation des ondes électromagnétiques [m.s^{-1}],
 $\langle \vec{v}_s \rangle$: vitesse moyenne des électrons "supraconducteurs" [m.s^{-1}],

W : largeur de ligne [m],
 W_e : largeur effective du ruban [m],
 ω : pulsation [rad.s^{-1}],
 Ω : inverse du temps τ de relaxation d'une fluctuation de taille ξ_g [Hz],
 X : réactance linéique [$\Omega.m^{-1}$], fraction d'électrons normaux dans la densité totale d'électrons libres,
 X_e : réactance d'entrée [Ω],
 X_s : réactance de surface [Ω],
 ξ : longueur de cohérence [m],
 ξ_{ab} : longueur de cohérence dans les plans ab [m],
 ξ_c : longueur de cohérence suivant l'axe c [m],
 ξ_g : longueur de corrélation du modèle de lois d'échelle [m],
 ψ : exposant (dépendance de λ avec T),
 z : cordonnée d'espace suivant le sens de propagation, exposant critique,
 Z : impédance linéique [$\Omega.m^{-1}$],
 Z_c : impédance caractéristique d'une ligne [Ω],
 Z_{contact} : impédance de contact [Ω],
 Z_e : impédance d'entrée d'une ligne [Ω],
 Z_r : impédance de charge d'une ligne [Ω],
 Z_s : impédance de surface [Ω],
 Z_{50} : impédance de l'étalon "charge adaptée" [Ω],

CONSTANTES

$c = 3.10^8 \text{ m.s}^{-1}$: vitesse de la lumière dans le vide,
 $e = 1,602.10^{-19} \text{ C}$: charge élémentaire,
 $\epsilon_0 = 1/(36.\pi.10^9) \text{ F.m}^{-1}$: permittivité du vide, dite "absolue",
 $\Phi_0 = 2,0679.10^{-15} \text{ T.m}^{-2}$ (ou Wb): quantum de flux,
 $h = 6,626196.10^{-34} \text{ J.s}$: constante de Planck,
 $\hbar = \frac{h}{2.\pi}$,
 $k_B = 1,38.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$: constante de Boltzmann,
 $m = 9,110.10^{-31} \text{ kg}$: masse de l'électron au repos,
 $\mu_0 = 4.\pi.10^{-7} \text{ H.m}^{-1}$: perméabilité du vide, dite "absolue",
 $Z_0 = 50 \Omega$: par défaut, impédance caractéristique des lignes coaxiales et des accès,

EQUIVALENCES

$0 \text{ dBm} = 1 \text{ mW}$ dans 50Ω
 $\alpha \text{ [dB/m]} = 8,686.\alpha \text{ [Np/m]}$

(* basées sur la norme NFC 03-000)

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

Allure générale de σ_1 et σ_2 en fonction de T	8
Caractéristiques cristallographiques des composés YBaCuO et BiSrCaCuO à T = 300 K	12
Structure pérovskite de YBa ₂ Cu ₃ O ₇ déficiente en oxygène	13
Diagramme de phase général des oxydes de cuivre supraconducteurs	14
Principales données physiques des composés YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} et Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O _{8+x}	16
Variation avec le taux d'oxygène de la température critique du composé YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	18
Schématisation des diverses configurations structurales des couches minces	20
Caractéristiques des diélectriques utilisés comme substrats de films minces supraconducteurs à haute température critique	25
Exemples de dispositifs utilisant des couches supraconductrices à haute T _c	27
Configuration du champ électromagnétique en mode TEM pour quelques types de lignes	29
Modèle d'une ligne de longueur l en haute fréquence	30
Variation avec la fréquence de l'impédance d'entrée d'une ligne sans pertes en court-circuit ou en circuit ouvert	32
Schéma de base d'un quadripôle	34
Schéma d'un quadripôle en termes d'ondes normalisées	36
Schéma du dispositif expérimental	40
Dessin de l'étalon circuit ouvert	45
Schémas équivalents et valeurs des paramètres des étalons	47
Parties réelle et imaginaire de l'impédance d'entrée d'une résistance de 10 Ω à T = 77K avec l'inductance du fil de liaison (en haut) et sans cette inductance (en bas)	48
Calage de la phase de S ₁₁ par mesure résonnante à T = 89 K	52
Variation du module de S ₁₁ du circuit ouvert "30fF" en fonction de la fréquence et à différentes températures (calibration à 300 K)	53
Comparaison entre les deux procédures de calibration pour une même mesure	54
Echantillons étudiés	58
Résistivité en fonction de la température de l'échantillon R1 et définitions des températures critiques	59
Résistivités et températures critiques des échantillons étudiés	59
Principales données texturales des échantillons	61
Schématisation de l'interaction du faisceau d'électrons avec la matière dans un MEB	62
Courants critiques de quelques échantillons	68
Photolithographie ultraviolet	71
Gravure	72
Appareil de gravure ionique	77

Variations dues à la gravure des caractéristiques des échantillons	77
Photographie à la binoculaire de l'échantillon R1 après gravure et nettoyage	78
Dimensions des lignes étudiées	79
Procédures d'élaboration des contacts et résistances de contact obtenues	83
Effet capacitif typique observé à 10 K sur la partie réelle et la partie imaginaire de l'impédance d'un échantillon d'YBaCuO	84
Résistances de contact des échantillons	85
Structure microruban inversée	86
Mesure de h au MEB	87
Structures des échantillons et épaisseurs h	88
Avantages et inconvénients de quelques méthodes de mesure de λ	90
Schématisme d'une ligne microruban homogène avec $W \gg h$	92
Schéma équivalent d'une ligne avec des contacts	99
Ligne microruban modèle pour le calcul de $K_s = f(\mathbf{e}/\lambda)$	100
Variation du facteur de correction K_s en fonction de \mathbf{e}/λ	101
Réactance d'entrée de l'échantillon K2 à $T = 8,75$ K	105
Variation avec la température de l'inductance totale de l'échantillon K2	105
Quelques résultats de mesures de profondeur de pénétration sur YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	106
Im(Z_e) de T4 en fonction de ν , à différentes températures	109
Variation de la réactance d'entrée de l'échantillon T4 en fonction de la température et fit avec le modèle de London-bifluide	109
Pic de résonance sur $ Z_e $ de l'échantillon R1 à $T = 80$ K	111
Valeurs de $\lambda(0)$ et de T_c déduites selon les modèles utilisés	111
Variation de la fréquence de résonance ν_r en fonction de T (échantillon R1)	112
Variation de l'inductance linéique totale de l'échantillon R1 en fonction de T	112
Variation de la résistance linéique de R1 en fonction de la fréquence à $T = 80$ K	113
Variation de la résistance linéique de R1 en fonction de ν près de T_c	114
Valeurs de $\lambda(0)$ des échantillons T1, T3 et G23 ("fit" London-bifluide)	114
Effets dus à une puissance incidente trop élevée	117
Variation en fonction de la température réduite de l'inductance interne normalisée des échantillons	120
Variation de λ avec J_c pour nos mesures et celles du LMGP-Wuppertal - Interprétation avec le modèle de Hylton	121
Corrélation entre J_c et les pourcentages de désorientations $a \perp$ et $c \perp$	122
Mesure de Im(Z_e) de R2 à $T = 100$ K et 4,2 K	125
Densité de courant dans le ruban de T1 en structure microruban inversée	126

Variation de la partie réelle de la conductivité de l'échantillon R1 en fonction de T à 1 GHz	128
Variation de la partie imaginaire de la conductivité de R1 en fonction de T à 1 GHz	128
Dépendance linéaire de σ_2/σ_n de R1 à 1 GHz et près de T_c	132
Elargissement de la transition résistive de R1 sous champ magnétique	140
Variation de R avec la fréquence de l'échantillon R1 sous 3 T	142
Variation de R avec la fréquence de l'échantillon R1 sous 7 T	142
X(v) de l'échantillon R1 sous 0,5 T	144
X(v) de l'échantillon R1 sous 3 T	144
X(v) de l'échantillon R1 sous 7 T	145
Variation incohérente du préfacteur P de la formule (VI-1) à B = 0,1 T	146
Exemple de "fits" avec les formules (VI-16) et (VI-17) à T = 82 K et B = 3 T	146
Variation de X_e en fonction du champ magnétique (échantillon T4)	147
Variation de X en fonction du champ magnétique (échantillon T4)	148
Variation de R en fonction du champ magnétique (échantillon T4)	148
Z (v) et $\Phi(v)$ d'une ligne d'YBaCuO sous B = 0,5 T \perp et à différentes T - emplacement de T_g	150
Module et phase de Z de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence et de T à B = 3 T	151
Variation de Re(Z) et Im(Z) d'un film d'YBaCuO à 375 MHz en fonction du champ magnétique	153
Re(Z) de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence à T = 76 K - B = 7 T et à T = 80 K - 3 T; "fits" avec le modèle de Coffey-Clem	154
Im(Z) de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence à T = 76 K - B = 7 T et à T = 80 K - 3 T; "fits" avec le modèle de Coffey-Clem	155
Accord qualitatif entre R(B) de T4 à 1 GHz et R(B) calculée par le modèle de Coffey-Clem	156
Accord qualitatif entre X(B) de T4 à 1 GHz et X(B) calculée par le modèle de Coffey-Clem	156
Variation de l'inductance linéique de T4 en fonction de B, à T et v fixées	157

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
1. RAPPELS GENERAUX	3
1.1. HISTORIQUE	3
1.2. MODELE DE LONDON-BIFLUIDE	4
1.3. MODELE DE GITTLEMAN ET ROSENBLUM	7
2. LES OXYDES DE CUIVRE SUPRACONDUCTEURS	11
2.1. STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE	11
2.1.1. Cas de l'YBaCuO	11
2.1.2. Cas du BiSrCaCuO	14
2.2. PROPRIETES PHYSIQUES	15
2.2.1. De l'originalité des oxydes de cuivre supraconducteurs	15
2.2.2. Propriétés de transport (en courant continu)	16
2.2.3. Tentatives d'explications théoriques	17
2.3. ELABORATION DES COUCHES MINCES	19
2.3.1. L'ablation laser	21
2.3.2. La coévaporation	22
2.3.3. Le dépôt chimique en phase vapeur	22
2.3.4. La pulvérisation	23
2.3.5. Importance du choix du substrat	23
2.4. INTERET APPLIQUE DES COUCHES MINCES	26

3. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	29
3.1. CONCEPTS USUELS DE LA THEORIE DES LIGNES EN HAUTES FREQUENCES	29
3.1.1. Définitions générales	29
3.1.2. Les diverses impédances d'une ligne et leur signification	31
3.1.3. Coefficient de réflexion	33
3.1.4. Formalisme des matrices [A] et [S]	34
3.2. METHODES DE MESURE D'IMPEDANCE EN HAUTES FREQUENCES	37
3.2.1. Méthodes résonnantes	37
3.2.2. Méthodes non résonnantes	39
3.3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL	39
3.3.1. Chaîne de mesure haute fréquence	39
3.3.2. Contrôle des autres paramètres et aspects cryogéniques	42
3.4. CALIBRATION	44
3.4.1. Calibration entre 5 MHz et 1 GHz	45
3.4.2. Calibration entre 130 MHz et 5 GHz	49
3.4.3. Evolutions futures	53
4. PREPARATION DES ECHANTILLONS	57
4.1. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS	57
4.1.1. Mesures de résistivité	57
4.1.2. Analyses aux rayons X	58
4.1.3. Analyses au MEB	61
4.1.4. Courants critiques	68
4.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS	69
4.2.1. Lithographie de la ligne	69
4.2.2. Gravure de la ligne	70
4.2.3. Nettoyage de l'échantillon et mesures des dimensions de la ligne	77

4.3. MONTAGE DES ECHANTILLONS	79
4.3.1. Collage des échantillons	79
4.3.2. Le problème des résistances de contact	80
4.3.3. Structure microruban inversée - montage du plan de masse	85
5. ETUDE DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION	89
5.1. METHODES DE MESURE DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION	89
5.1.1. Présentation générale	89
5.1.2. Résonateur planaire supraconducteur	94
5.1.3. Mesure de $Z(v)$ d'une ligne supraconductrice	98
5.2. VALIDATION DE NOTRE METHODE AVEC UNE COUCHE MINCE DE Nb	103
5.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX	106
5.3.1. Etude bibliographique	106
5.3.2. Echantillon T4	107
5.3.3. Echantillon R1	110
5.3.4. Autres échantillons	114
5.3.5. Discussion	115
5.4. MESURE ABSOLUE DE $\lambda(0)$	123
5.5. ETUDE DE LA CONDUCTIVITE	127
6. ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES VORTEX	133
6.1. RAPPELS THEORIQUES	133
6.1.1. Modèle des lois d'échelle	133
6.1.2. Théorie des effets du piégeage de vortex et du "flux creep" sur l'impédance de surface	134

6.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX	139
6.2.1. Mesures de $R(\omega)$ sous champ magnétique (B_{\perp})	140
6.2.2. Mesures de $X(\omega)$ sous champ magnétique (B_{\perp})	141
6.2.3. Mesures de $R(B)$ et $X(B)$ à fréquence fixe	146
6.3. DISCUSSION	149
6.3.1. Comparaison avec le modèle FFH	149
6.3.2. Comparaison avec le modèle de Coffey-Clem	153
6.2.3. Conclusions	157
CONCLUSION	159
ANNEXES	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

INTRODUCTION

En 1990, au début de mon travail de thèse, de nombreuses études avaient été menées sur la résistance de surface R_s de monocristaux ou de couches minces d'oxydes de cuivre supraconducteurs. La plus grande partie de ces études était réalisée à fréquence fixe (≈ 10 GHz) mais à température variable et, en général, à champ magnétique statique nul.

La littérature abondait également en mesures de $\lambda(T)$, la profondeur de pénétration du champ magnétique. Depuis, ces études se sont orientées plus spécifiquement sur la dépendance basse température de λ afin de déterminer quel est le type de supraconductivité en jeu dans ces oxydes (type s ou d).

Un autre débat, apparu dès les débuts de la supraconductivité à haute température critique et qui est toujours d'actualité, concerne l'étude du diagramme de phase $B(T)$ du réseau de vortex. Un consensus se dégage sur le fait qu'il existe une ligne d'irréversibilité, bien visible avec les mesures d'aimantation. Mais la nature des changements d'état du réseau de vortex reste sujette à discussion [1].

Pour certains, le réseau passe d'une phase liquide à une phase dite "verre de vortex" par une transition de phase à laquelle ils associent différents exposants critiques [2]. Pour d'autres, proche de la température critique, il y a un régime de "flux-flow" activé thermiquement et, à plus basse température, le piégeage devient dominant [3].

Il apparaissait clairement que, soumis à un champ électromagnétique, la réponse du réseau de vortex n'était pas classique. Pour étudier cette réponse, il fallait mesurer l'impédance complexe Z en fonction de la fréquence, de la température et du champ magnétique statique.

En 1990, et je dirais même encore aujourd'hui, aucun travail systématique d'envergure n'avait été entrepris pour étudier la réponse en fonction de ces trois variables.

Partant de ce constat, la finalité du travail de recherche exposé dans cette thèse est l'étude de la dynamique des vortex dans les supraconducteurs à haute température critique.

Très peu de temps après le début de ce travail de thèse, Olsson et al. [4] ont publié des courbes de $Z(\nu)$ d'un film d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ qu'ils interprétaient en terme de "verre de vortex". Cette étude était insuffisante pour plusieurs raisons : elle n'avait été faite que pour un seul champ de 0,5 T, la fréquence était limitée à 500 MHz seulement et, de plus, leur méthode de calibration était contestable. Récemment, les travaux de Sridhar et al. [5] et de Ong et al. [6] sont aussi venus confirmer que cette étude est d'actualité.

Logiquement, notre travail a d'abord commencé par une étude précise en champ magnétique nul.

L'impédance complexe a été étudiée entre $T = 4,2$ K et $T = 100$ K, pour des champs magnétiques compris entre 0,1 et 7 T et pour des fréquences pouvant varier de manière continue entre 5 MHz et 5 GHz. C'est une différence importante avec les techniques résonnantes qui ne sondent la réponse qu'à un nombre limité de fréquences.

D'un point de vue de physique fondamentale, cette étude est très intéressante sur des monocristaux mais elle est excessivement difficile d'un point de vue technologique. Nous nous sommes donc limités aux couches minces qui sont une source potentielle pour les applications industrielles, notamment en électronique rapide, et ceci à très court terme.

Dans le chapitre 1, après un bref rappel historique de la supraconductivité, nous présentons deux approches théoriques classiques de la réponse électromagnétique des supraconducteurs : le modèle de London-bifluide (en champ nul) et le modèle de Gittleman et Rosenblum (sous champ). Ces modèles ont l'avantage d'être simples et aisément utilisables. Ils offrent une compréhension rapide des phénomènes dans la limite de cas classiques.

Le chapitre 2 est une brève présentation des oxydes de cuivre supraconducteurs, de leurs propriétés, des méthodes d'élaboration des couches minces et des applications envisageables.

Nous présentons notre technique de mesure dans le chapitre 3. Les mesures en hyperfréquence, comme les mesures cryogéniques, font appel à des techniques spécifiques et à un savoir-faire particulier. Le mélange des deux complique singulièrement les problèmes. La calibration à basse température nécessaire pour mesurer l'impédance complexe avec précision est par exemple une tâche très ardue.

Le chapitre 4 traite de la caractérisation et de la préparation des échantillons que nous avons étudiés. Le problème important de la gravure sans dégradation des échantillons y est traité. Notre technique a comme inconvénient de nécessiter des contacts sur le film mince à mesurer. Nous verrons comment nous avons abordé ce problème.

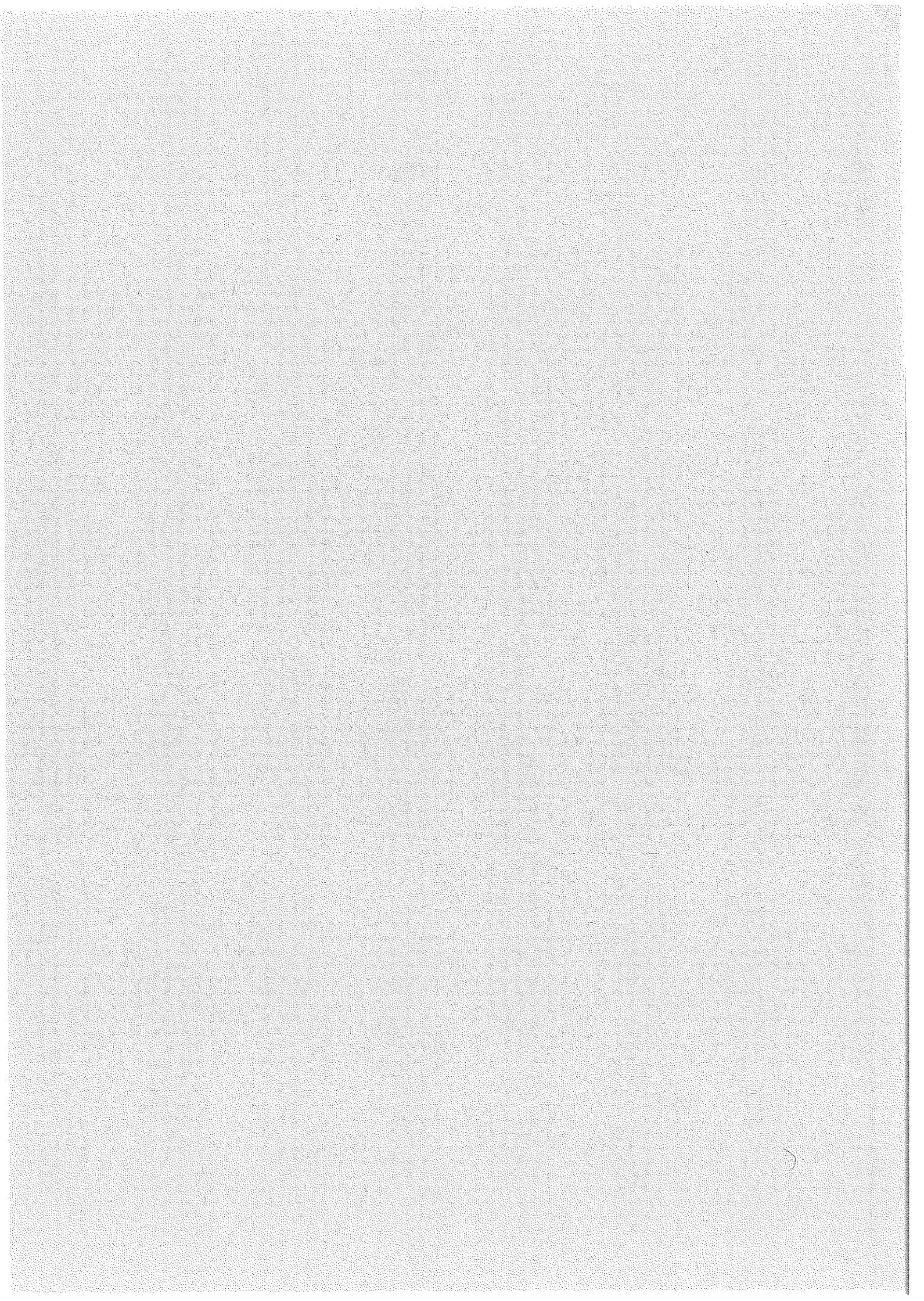
Le chapitre 5 concerne l'étude de l'impédance complexe à champ nul. Notre but n'était pas de mesurer la résistance de surface pour faire une étude comparative sérieuse avec les mesures effectuées en cavités résonnantes. Nous n'avions pas la prétention non plus de mesurer la dépendance de λ à basse température, mais plutôt proche de (ou dans) la transition.

Nous présentons dans ce chapitre des résultats importants sur les facteurs correctifs à prendre en compte pour calculer λ analytiquement, que nous avons obtenus grâce à des simulations numériques réalisées par le Laboratoire d'Electromagnétisme Micro-ondes et Optoélectronique de Grenoble. Nous présentons également une nouvelle méthode de mesure de la valeur absolue de la profondeur de pénétration à 4,2 K.

Par delà ces résultats, l'étude sans champ nous a permis de tester et de valider notre méthode sur une couche mince de Nb [7] ou par comparaison avec des mesures reconnues du groupe de Wuppertal [8].

Enfin, le chapitre 6 traite des résultats sous champ magnétique. Des courbes de Z en fonction de la fréquence et de la température sous un champ fixe sont présentées. De manière complémentaire, des mesures de Z à champ variable sont également présentées. L'ensemble de ces résultats est discuté et comparé avec les prédictions théoriques du modèle de lois d'échelle FFH et avec les formules plus phénoménologiques du modèle de Coffey et Clem.

Si le but initial est atteint, les résultats exposés dans le chapitre 6 ne représentent en fait qu'une partie préliminaire du diagramme de la variation de Z en fonction du champ, de la fréquence et de la température que nous voulons obtenir.



CHAPITRE PREMIER : RAPPELS GÉNÉRAUX

1.1. HISTORIQUE :

En 1908, le Néerlandais Heike Kamerlingh Onnes réalisa la première liquéfaction de l'hélium dans son laboratoire de Leiden. Cela rendait technologiquement possible l'étude de la physique des matériaux quelques degrés seulement au-dessus du zéro absolu. Trois ans plus tard, il observa ainsi une disparition brutale de résistivité du mercure au-dessous d'une certaine température critique T_c ° [9]. La supraconductivité était découverte. En 1913, H. K. Onnes reçut d'ailleurs le prix Nobel de Physique pour ce travail et pour ses nombreuses contributions dans le domaine des basses températures.

Aussi spectaculaire que soit cette chute de résistivité, nous ne saurions confondre un supraconducteur et un conducteur parfait. En effet, en 1933, W. Meissner et R. Ochsenfeld mirent en évidence la deuxième propriété fondamentale de la supraconductivité: le diamagnétisme parfait, indépendant de l'histoire du matériau [10].

Les basses températures n'étant disponibles que dans un nombre restreint de laboratoires et faute d'approche théorique satisfaisante, les progrès dans la compréhension du phénomène furent lents et les températures de transition ne s'élevaient pas beaucoup. En 1935, les frères F. et H. London apportèrent une description phénoménologique de ces deux propriétés électrodynamiques de base [11], description avantageusement complétée par le modèle à deux fluides de 1934 dû à C. J. Gorter et H. B. G. Casimir.

Faisant preuve d'une remarquable intuition physique, les soviétiques V. L. Ginzburg et L. D. Landau proposèrent en 1950 une théorie phénoménologique empruntant pour beaucoup aux concepts des transitions du second ordre [12].

Il fallut attendre 1957 pour voir l'avènement de la théorie microscopique de J. Bardeen, L. N. Cooper et J. R. Schrieffer (BCS) [13]. Celle-ci élucidait l'origine de la supraconductivité en tant qu'interaction attractive électron-phonon-électron et leur valut le prix Nobel en 1972.

Elle fut suivie d'une quantité considérable de travaux, fondamentaux ou appliqués. Le physicien anglais B. D. Josephson prédit en 1962 la possibilité d'un effet de type tunnel entre deux supraconducteurs, manifestation macroscopique de la nature quantique de la supraconductivité [14]. Il en fut lui aussi récompensé par le prix Nobel en 1973.

Les larges applications industrielles tout d'abord espérées, notamment en électrotechnique et en électronique rapide, butaient sur un handicap économique de taille. En effet, malgré de nombreuses recherches, les températures critiques ne dépassaient guère 22,3 K [15], ce qui rendait inévitable l'emploi de l'hélium liquide comme procédé onéreux de réfrigération.

Intrigués par les propriétés d'un oxyde cristallin de type pérovskite synthétisé et réalisé à Caen par C. Michel et B. Raveau [16] et connaissant certaines idées théoriques qui avaient permis de trouver des oxydes métalliques supraconducteurs [17-18], J. G. Bednorz et K. A. Müller réussirent à prouver en 1986 que le composé $(La_{1-x}Ba_x)_2CuO_4$ était supraconducteur à 35 K [19]. Cette découverte, qui lançait un défi théorique pour diverses raisons, leur a valu le prix Nobel dès l'année suivante !

Depuis, d'autres supraconducteurs de ce type ont été synthétisés et ils forment ce qu'on appelle actuellement la famille des "supraconducteurs à haute température critique". Citons d'abord les composés $YBa_2Cu_3O_7$ et $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ de températures critiques égales à 93 K et 90 K [20-21]. Ces températures, supérieures à celle de liquéfaction de l'azote liquide, renforçaient l'intérêt économique de nombreuses applications. C'était un second défi, d'ordre technique, que de rendre possible leur réalisation.

L'engagement massif de la communauté scientifique a permis des progrès substantiels dans l'élaboration et la compréhension de ces supraconducteurs. Très récemment [22-23], un nouveau grand pas semble avoir ainsi été franchi avec la découverte à 250 K de phénomènes supraconducteurs dans des phases d'oxydes de cuivre à base de bismuth ou de mercure! Il est amusant de constater ce rôle historique du mercure comme origine et comme aboutissement actuel des recherches en supraconductivité.

1.2. MODELE DE LONDON-BIFLUIDE :

Nous supposons dans cette section que le matériau étudié est homogène et isotrope. De plus, nous nous plaçons à des champs magnétiques faibles de façon à ce que l'effet Meissner existe et à des fréquences électromagnétiques bien inférieures à la fréquence ν_g qui correspond au gap.

L'hypothèse bifluide stipule qu'il existe deux types de porteurs de charge dans un matériau supraconducteur : les électrons "supraconducteurs" (états de basse énergie) et ceux normaux, excités thermiquement.

De la sorte, si n_0 est la densité totale d'électrons libres, la concentration en électrons "supraconducteurs" est :

$$n_s = n_0 \cdot (1-X), 0 \leq X \leq 1 \quad (\text{I-1})$$

Les propriétés thermodynamiques classiques des supraconducteurs (telle que la variation de la chaleur spécifique avec T) conduisent à choisir habituellement :

$$X = (T/T_c)^4 \quad (\text{I-2})$$

D'autre part, l'hypothèse des frères London a été de considérer que les électrons "supraconducteurs" ne subissent aucune diffusion (pas de force de frottement). La relation fondamentale de la dynamique s'écrit donc :

$$m \cdot \frac{d\langle \vec{v}_s \rangle}{dt} = -e \cdot \vec{E} \quad (\text{I-3})$$

Ainsi, si nous supposons que n_s est constante dans l'espace :

$$\vec{J}_s = -n_s \cdot e \cdot \langle \vec{v}_s \rangle \Rightarrow \boxed{\frac{d\vec{J}_s}{dt} = \frac{n_s \cdot e^2}{m} \cdot \vec{E}}, \text{ première équation de London.} \quad (\text{I-4})$$

A partir des équations de Maxwell, nous déduisons :

$$\vec{J}_s = -\left(\frac{n_s \cdot e^2}{m}\right) \cdot \vec{A} \Rightarrow \boxed{\Delta \vec{B} = \frac{\mu_0 \cdot n_s \cdot e^2}{m} \cdot \vec{B}}, \text{ deuxième équation de London.} \quad (\text{I-5})$$

Ces deux relations peuvent s'écrire en fonction d'un paramètre phénoménologique λ_L qui est défini par :

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 \cdot n_s \cdot e^2}} \quad (\text{I-6})$$

La relation (I-2) permet de connaître la variation de λ_L avec la température :

$$\boxed{\lambda_L(T) = \lambda_L(0) \cdot [1 - (T/T_c)^4]^{-1/2}} \quad (\text{I-7})$$

En général, λ_L est proche de λ , la profondeur de pénétration, mais nous verrons à la fin de cette section les restrictions à cette affirmation.

La profondeur de pénétration λ trouve son origine dans le diamagnétisme puisque c'est la distance d'écrantage d'un champ magnétique par des courants superficiels générés dans le supraconducteur. Sa variation avec le champ magnétique, tant que celui-ci reste inférieur au champ critique, est relativement faible (seulement 2% près de T_c , d'après [24]). En utilisant les relations de causalité de Kramers-Kronig [25], il est aussi possible de déterminer sa variation avec la fréquence. La correction à apporter entre le régime continu et l'alternatif peut être faible mais non négligeable, surtout près du Gap.

Nous pouvons discuter des informations physiques contenues dans les deux équations de London. La première montre clairement qu'en régime sinusoïdal de pulsation ω apparaît un champ $E(\omega)$. A cause de l'inertie des électrons supraconducteurs, ce champ n'est pas totalement écranté et les électrons normaux qui ont été excités thermiquement au-dessus de la bande interdite peuvent alors absorber de l'énergie. Ceci se traduit donc par la présence d'une résistance non nulle. De plus, dans ce cas, l'équation (I-4) montre que le courant supraconducteur est en retard de $\pi/2$ par rapport au champ électrique. Cela caractérise une inductance dite "cinétique" L_k . L'expression de L_k , lorsque la densité de courant est uniforme, est :

$$L_k = \frac{\mu_0 \cdot \lambda_L^2 \cdot l}{S}, \text{ où } l \text{ est la longueur de l'échantillon et } S \text{ sa section. (I-8)}$$

La deuxième équation de London traduit l'effet Meissner.

Intéressons nous maintenant à la conductivité. La densité de courant s'écrit comme la somme des contributions des différents porteurs :

$$\vec{J} = \vec{J}_n + \vec{J}_s \quad (\text{I-9})$$

En négligeant les effets de relaxation des électrons normaux (modèle de Drüde), nous obtenons:

$$\vec{J} = \left(\sigma_n - j \frac{1}{\omega \cdot \mu_0 \cdot \lambda_L^2} \right) \cdot \vec{E} = \vec{\sigma} \cdot \vec{E} \quad (\text{I-10})$$

C'est une relation similaire à la loi d'Ohm où $\bar{\sigma}$ est complexe. La partie réelle reflète la dissipation due à l'accélération des électrons normaux par le champ électrique. La partie imaginaire est directement reliée à l'inductance cinétique. Il est d'usage d'écrire ici :

$$\bar{\sigma}(T, \omega) = \sigma_1(T, \omega) - j \cdot \sigma_2(T, \omega)$$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{l} \sigma_1(T, \omega) = \sigma_n(T_c) \cdot (T/T_c)^4 = \frac{n_0 \cdot e^2 \cdot \tau}{m} \cdot (T/T_c)^4 \\ \sigma_2(T, \omega) = \frac{1}{\omega \cdot \mu_0 \cdot \lambda_L^2(0)} \cdot [1 - (T/T_c)^4] \end{array} \right. \quad (I-11)$$

L'allure générale de σ_1 et σ_2 en fonction de T est indiquée figure I-a.

Ayant un caractère local, le modèle de London-bifluide ne prend pas en compte les fluctuations éventuelles du paramètre d'ordre qui prennent naissance lorsque T est très proche de T_c (fluctuations thermiques) ou lorsque le matériau est "propre" (c'est-à-dire pur). De plus, il ne permet pas d'aborder correctement les problèmes des matériaux anisotropes du fait de l'hypothèse implicite sur $\Delta(T)$.

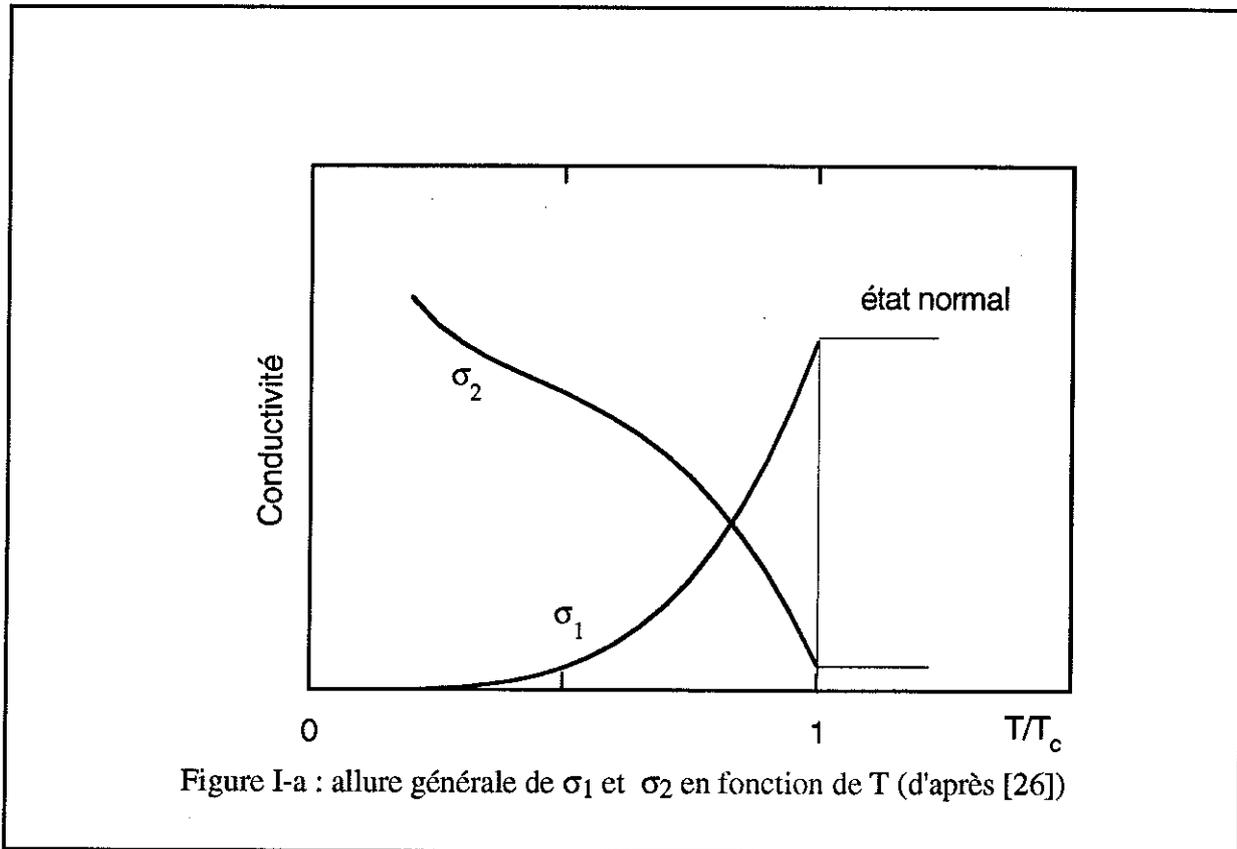
1.3. MODELE DE GITTLEMAN ET ROSENBLUM :

Un échantillon de matériau supraconducteur de type II, soumis à une induction comprise entre B_{c1} et B_{c2} , se trouve dans l'état mixte. Cet état est caractérisé par la présence d'un réseau de régions normales dans une matrice supraconductrice.

Ces régions normales, de diamètre égal à la longueur de cohérence ξ , sont des vortex. Chacun d'eux est porteur d'un quantum de flux ϕ_0 .

Si, de plus, nous faisons circuler dans l'échantillon un courant perpendiculaire à \vec{B} , la force de Lorentz agit sur les vortex. Phénoménologiquement, en l'absence de piégeage (dû par exemple aux impuretés), les vortex se déplacent alors et seule la viscosité η freine leur mouvement. Il apparaît donc une résistance, dite de "flux-flow".

La plupart des matériaux présentent cependant des défauts. Les défauts qui ont des dimensions de l'ordre de λ ou ξ ancrent le réseau de vortex, c'est-à-dire qu'ils présentent localement des barrières de potentiel qui bloquent les vortex.



Lorsque le courant appliqué est alternatif, J. I. Gittleman et B. Rosenblum [27] ont montré en 1968 que, même dans des matériaux où le piégeage est très important, il existe une fréquence critique au-dessus de laquelle les vortex se déplacent librement.

En effet, considérons le cas d'un réseau rigide de vortex placé dans un potentiel de piégeage périodique. Sous l'action de la force de Lorentz due au courant alternatif, celui-ci oscille. Si nous négligeons le terme inertiel lié à la masse du vortex, lorsque le courant appliqué est très inférieur au courant critique et jusqu'aux fréquences micro-ondes, l'équation du mouvement pour un vortex peut s'écrire :

$$\eta \cdot \dot{x} + k \cdot x = \Phi_0 \cdot J_0 \cdot e^{j \cdot \omega \cdot t} \quad (\text{I-12})$$

$$\text{avec } \eta = \frac{\Phi_0 \cdot B_{c2}}{\rho_n} \quad (\text{I-13}) \quad \text{et} \quad k = 2 \cdot \pi \cdot J_c \cdot \sqrt{\Phi_0 \cdot B} \quad (\text{I-14})$$

$$\text{Cette équation a pour solution } x = x_0 \cdot e^{j \cdot \omega \cdot t} \quad \text{avec } x_0 = \frac{\Phi_0 \cdot J_0}{j \cdot \omega \cdot \eta + k} \quad (\text{I-15})$$

Ecrivons la contribution de ce mouvement à la conductivité électrique et à l'impédance :

$$\bar{\sigma} = \frac{J_0}{B \cdot \dot{x}_0} \Rightarrow Z = \frac{1}{S \cdot \bar{\sigma}} = \frac{1}{S} \cdot \frac{B \cdot \dot{x}_0}{J_0} = \frac{1}{S} \cdot \frac{B}{J_0} \cdot \frac{d}{dt} \left[\frac{\Phi_0 \cdot J_0 \cdot (k - j \cdot \omega \cdot \eta)}{\omega^2 \cdot \eta^2 + k^2} \right] \quad (\text{I-16})$$

En utilisant la relation (I-13), nous obtenons :

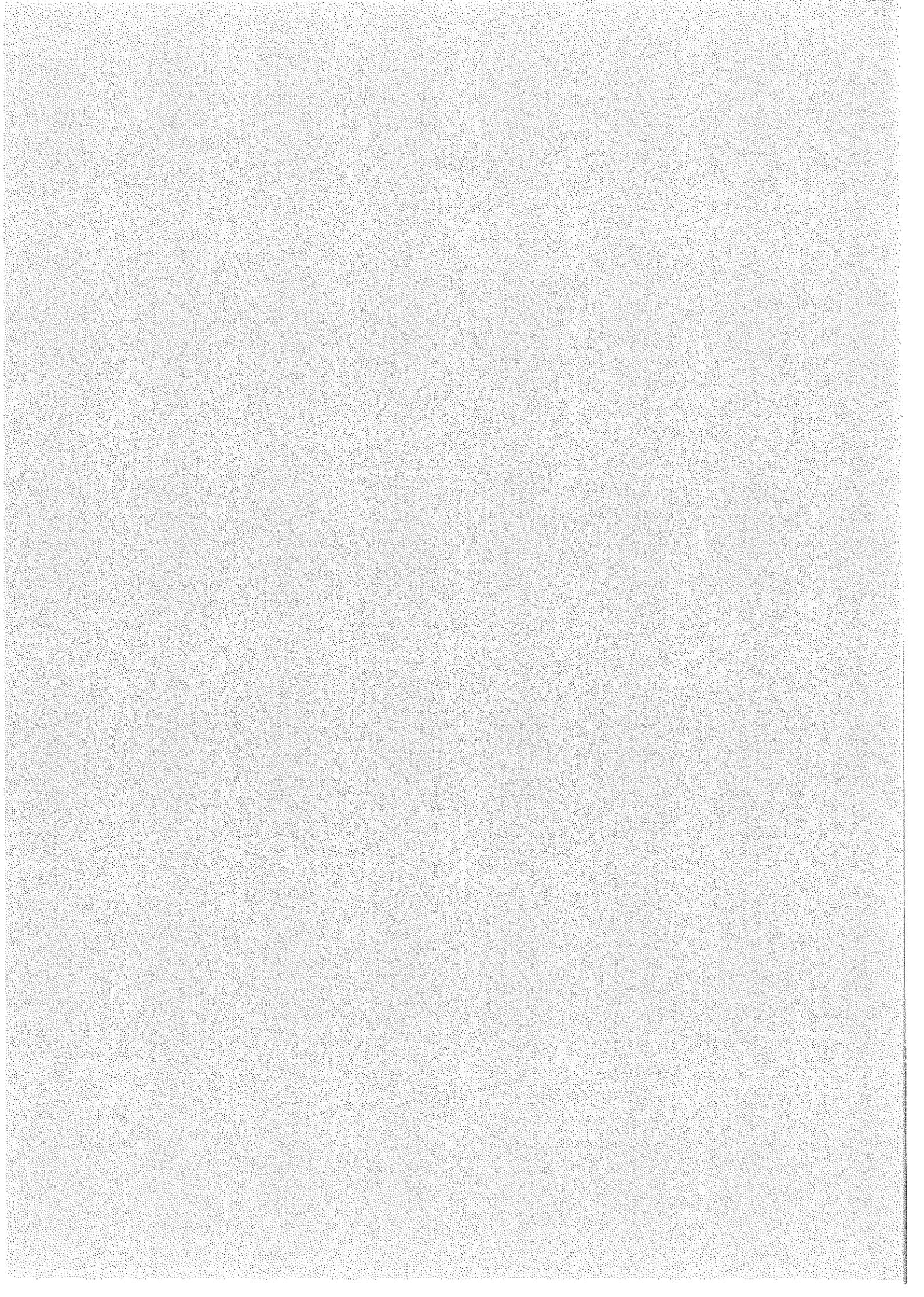
$$Z = R_n \cdot \frac{B}{B_{c2}} \cdot \left[\frac{\omega}{\omega^2 + \omega_p^2} \right] \cdot (\omega + j \cdot \omega_p) \quad (\text{I-17})$$

$\nu_p = \frac{\omega_p}{2 \cdot \pi} = \frac{k}{2 \cdot \pi \cdot \eta} = \frac{\rho_n \cdot J_c}{B_{c2}} \cdot \sqrt{\frac{B}{\Phi_0}}$ est une fréquence critique dite "fréquence de piégeage" (ou de dépiégeage, selon les auteurs).

L'équation (I-17) montre en effet que si $\omega \ll \omega_p$, alors Z est une inductance et il n'y a pas de terme dissipatif. Le piégeage est prépondérant. Remarquons que, à température fixe, cette inductance est proportionnelle à \sqrt{B} / J_c .

Si $\omega \gg \omega_p$, alors Z est une résistance. Il y a dissipation et tout se passe comme si nous étions dans le cas idéal du "flux-flow".

Pour les supraconducteurs classiques, ν_p est très variable mais reste inférieure aux micro-ondes. Retenons un ordre de grandeur de 10 MHz [28].



CHAPITRE DEUX : LES OXYDES DE CUIVRE SUPRACONDUCTEURS

2.1. STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE :

Dans l'historique du premier chapitre, nous avons brièvement rappelé l'avènement de ces nouveaux supraconducteurs dits "à haute température critique". La structure générale de ces matériaux, à caractère bidimensionnel, peut être décrite comme une superposition de n feuillets de composition MO de type "chlorure de sodium" et de m feuillets $M'CuO_3$ de type pérovskite (n et m sont des entiers, M et M' des métaux). C'est l'accord entre ces deux types de structures qui permet la réalisation d'intercroissances multiples.

La structure pérovskite de base est un empilement de polyèdres centrés au sommet d'un cube. Le site central, appelé cage pérovskite, est occupé par un cation métallique.

La nature des atomes présents et la variation de la stœchiométrie en oxygène tendent à modifier la valence (ou état d'oxydation) du cuivre. On parle alors de valence mixte ou fractionnaire [29]. Ce concept n'a de sens que parce que les électrons sont enlevés de la bande de conduction.

Une vue plus globale fait immédiatement ressortir la présence constante de plans d'oxyde de cuivre, séparés par des sortes de réservoirs de charges positives ou négatives. Cette configuration paraît essentielle à la naissance de la supraconductivité.

Lors de la croissance cristalline de ces cuprates, de nombreux défauts peuvent apparaître : joints de grains, fautes d'empilement, macles. D'autre part, il est difficile d'obtenir expérimentalement un remplissage complet en oxygène et, d'une manière générale, la couche $M'CuO_3$ est déficitaire en oxygène. La notation usuelle est $M'CuO_{3-x}$.

2.1.1. Cas de l' $YBaCuO$:

La famille $YBaCuO$ comporte plusieurs supraconducteurs à haute température critique, mais l' $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (dit "123" ou "YBCO") est de loin le plus connu. C'est même d'ailleurs le composé le plus universellement étudié parmi tous les nouveaux oxydes supraconducteurs (figure II-a). Il correspond au cas où n est nul et où m est infini dans la structure générale indiquée précédemment.

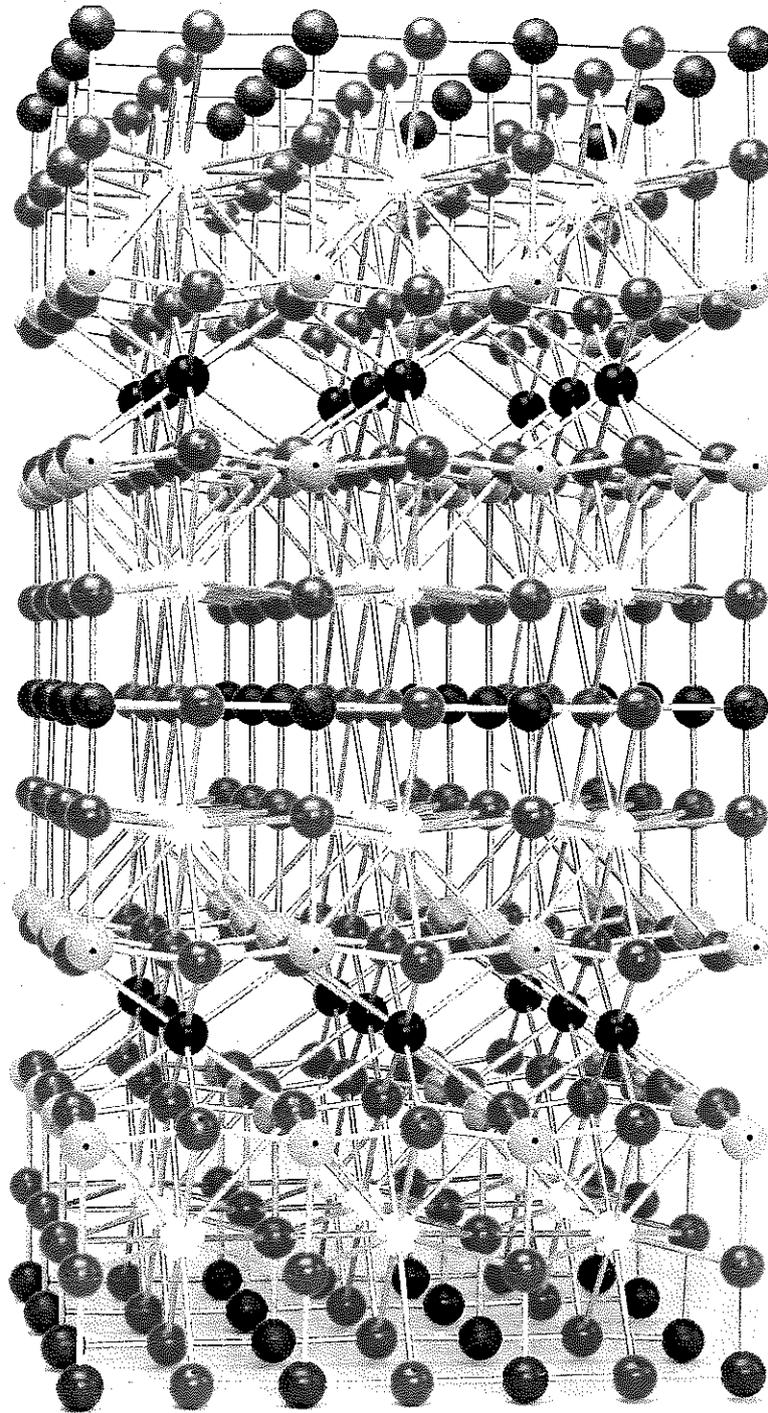
La cage pérovskite est occupée ici par un atome de baryum. De $x = 0$ à $x \approx 0,55$, le composé est supraconducteur avec une structure ordonnée orthorhombique et des paramètres de maille a et b presque égaux, alors que c est plus grand. Au-dessus de $x \approx 0,55$ et jusqu'à $x = 1$, le composé est semiconducteur antiferromagnétique avec une structure tétragonale (tableau A). Un unique atome d'oxygène en moins suffit ainsi à localiser les électrons.

Nous pouvons remarquer que la phase antiferromagnétique est antinomique à celle supraconductrice (figure II-b). Beaucoup sont ceux qui suggèrent donc que les mécanismes du magnétisme et de la supraconductivité à haute température critique sont intimement liés. Cela reste un sujet de controverse puisque le $\text{Ba}_x\text{K}_{1-x}\text{BiO}_3$ [30], découvert en 1988 et qui est supraconducteur à 33 K, ne comporte pas d'ions magnétiques.

Enfin, du fait de la symétrie orthorhombique du composé supraconducteur, il existe une contrainte structurale qui se relaxe par l'intermédiaire de domaines dans lesquels les axes a et b sont inversés. Les plans délimitant ces domaines sont appelés des plans de macles.

composé	a	b	c
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	3,82	3,88	11,66
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$	3,87	3,87	11,74
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	5,40	5,41	30,90
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$	5,41	5,41	37,13
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$	5,36	5,37	24,62

Tableau A : caractéristiques cristallographiques des composés YBaCuO et BiSrCaCuO à $T = 300$ K (d'après [31],[32] et [33]); a , b et c sont en Å et ont été arrondis au centième



Oxygène : rouge,
Cuivre : gris,
Baryum : blanc,
Yttrium : noir.

Figure II-a : structure pérovskite de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ déficiente en oxygène
(réalisée par la société SASM pour le Laboratoire des Solides Irradiés,
CEA de Saclay, Ecole Polytechnique de Palaiseau)

2.1.2. Cas du BiSrCaCuO :

Cette famille de supraconducteurs à haute température critique a démontré que les chaînes CuO, présentes dans l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ n'étaient pas nécessaires à la supraconductivité.

La formule générale est $(\text{BiO})_m\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{(2n+2)+x}$ où $m = 2$ et $n = 1, 2$ ou 3 (phases dites "2201", "2212" et "2223"). Les paramètres de la maille élémentaire sont indiqués dans le tableau A. En toute rigueur, celle-ci est orthorhombique mais certains auteurs [34] parlent de "pseudo-tétraogonalité" car a et b sont très proches.

De même que précédemment, la phase varie en fonction du remplissage en oxygène. C'est particulièrement spectaculaire pour le 2201 qui peut passer d'une phase supraconductrice à une phase métallique ou même semiconductrice [35].

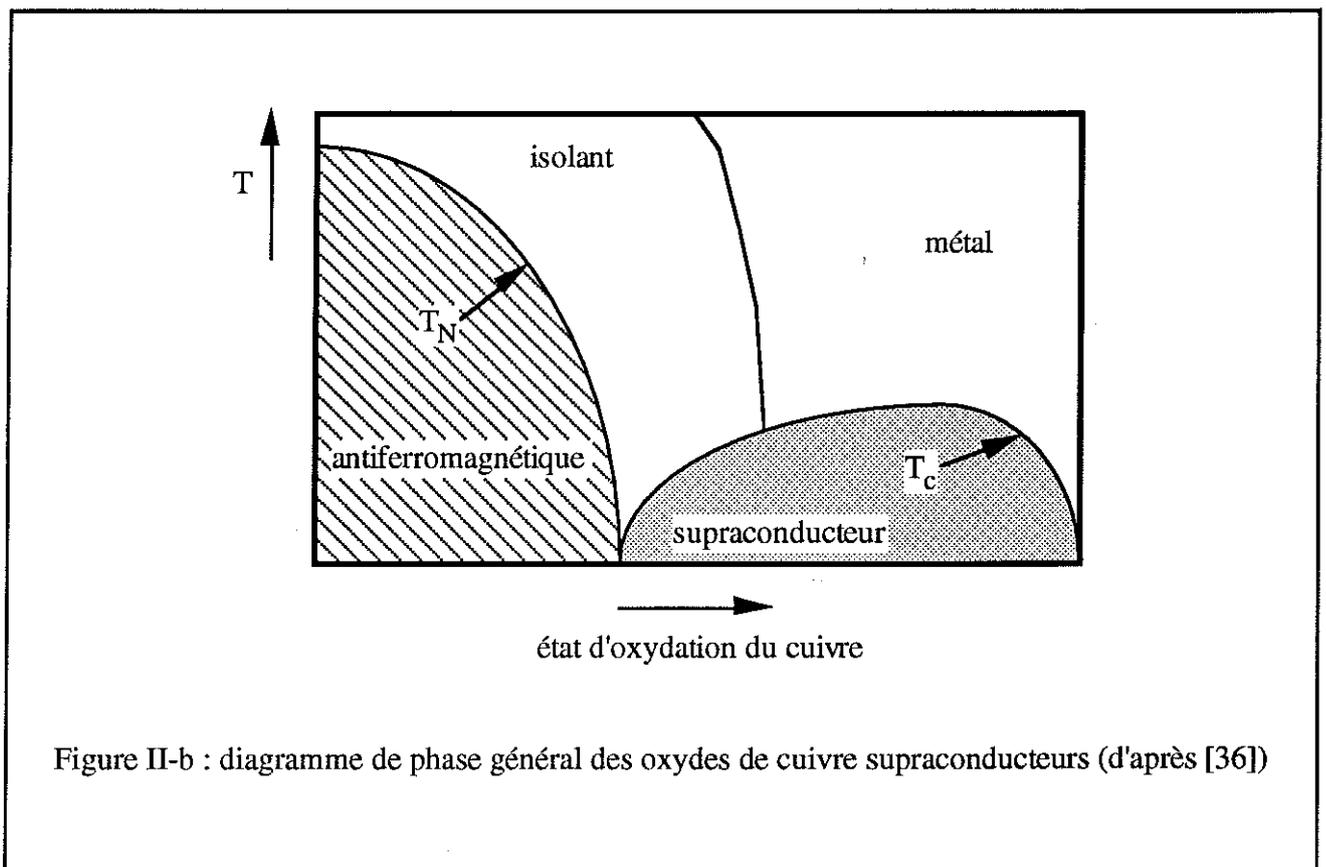


Figure II-b : diagramme de phase général des oxydes de cuivre supraconducteurs (d'après [36])

2.2. PROPRIETES PHYSIQUES :

Nous ne citerons ici que les propriétés physiques qui sont bien établies.

Tout d'abord, il est clair que ces composés sont supraconducteurs puisqu'ils présentent, de manière reproductible, une chute de résistivité électrique à T_c et des effets diamagnétiques.

Dès 1988, des expériences d'effet Josephson alternatif ont également démontré avec une bonne précision que les porteurs étaient des paires d'électrons ou de trous.

De même, des mesures de chaleur spécifique [37] ont bien montré un saut caractéristique à T_c (adouci, il est vrai, à cause des fluctuations thermiques).

2.2.1. De l'originalité des oxydes de cuivre supraconducteurs :

Le paragraphe précédent a mis en lumière le fait que ces matériaux sont anisotropes. Nous parlerons donc des grandeurs suivant leur orientation par rapport aux plans CuO_2 , c'est-à-dire les plans ab (voir "Notations et Définitions").

Par ailleurs, il a été mis en évidence [38] l'une des originalités de ces oxydes : la valeur extrêmement faible de la longueur de cohérence ξ (voir tableau B). D'après [39], cela est directement relié au fait que T_c est élevée. Cette propriété a aussi des conséquences fondamentales que nous allons détailler :

- une sensibilité accrue aux perturbations de faibles étendues spatiales (impuretés chimiques, défauts de structure ou joints de grains) se traduisant par une destruction locale de la supraconductivité,
- une plus grande importance des effets de fluctuations thermiques car le volume de cohérence ($\xi_{ab}^2 \cdot \xi_c$) est petit,
- un comportement supraconducteur de type II, étant données les valeurs de profondeur de pénétration qui ont été mesurées (voir le tableau B et le développement au chapitre 5),

- une induction B_{c2} élevée et, corrélativement, une induction B_{c1} très faible. Les valeurs de B_{c2} indiquées dans le tableau B sont soumises à controverse du fait que ce ne sont pas des mesures directes parce que c'est impossible technologiquement (valeurs extrapolées).

Les valeurs de $2\Delta(0)$ n'ont pas été reportées dans le tableau B car ce point reste encore à éclaircir. Nous l'avons déjà dit, les mesures de chaleur spécifique, qui sont très difficiles du fait de la prépondérance du terme dû aux phonons, semblent confirmer l'existence du gap. Des mesures de photoémission donnent $8.k_B.T_c$ pour l' $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ et le $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$ [40]. Mais, en toute rigueur, il faut tenir compte du fait qu'il y a deux valeurs à cause de l'anisotropie. Pour l' $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, les mesures de conductance d'une jonction tunnel donnent $3,5.k_B.T_c$ parallèlement aux plans ab et $8.k_B.T_c$ suivant l'axe c [41]. Mais ces valeurs sont très sensibles à l'état de surface du matériau.

Grandeurs	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	$Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$
T_c [K]	92	90
$\xi_{ab}(0)$ [Å]	15	15
$\xi_c(0)$ [Å]	3	1
$\lambda_{ab}(0)$ [Å]	1400	2600
$\lambda_c(0)$ [Å]	6000	10000
$B_{c2//}(0)$ [T]	40	32
$B_{c2\perp}(0)$ [T]	125	260
$B_{c1//}(0)$ [T]	0,1-0,2	-
$B_{c1\perp}(0)$ [T]	0,01-0,1	0,0015
$\rho_{ab}(300K)$ [$\mu\Omega.cm$]	300	300
$\rho_c(300K)$ [$\mu\Omega.cm$]	3000	3.10^6
$d\rho_{ab}/dT$ [$\mu\Omega.cm/K$]	1	1

Tableau B : principales données physiques des composés $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ et $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$ (d'après [42- 46])

2.2.2. Propriétés de transport (en courant continu) :

Dès les travaux de C. Michel et al. [16], il était possible de constater un comportement métallique de la résistivité électrique dans l'état normal. Mais il peut être qualifié de "non conventionnel" si nous nous référons à la phase 2201 du BiSrCaCuO. En effet, contrairement à un métal pour lequel il existe un terme en T^5 à basse température, la résistivité du $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_{6+x}$ reste linéaire en température jusqu'à 10 K [35].

Ce comportement est commun aux deux orientations comme l'a montré M. Charalambous [47] avec des monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Pour des monocristaux, le rapport ρ_c sur ρ_{ab} peut atteindre 10 (voir tableau B).

En terme de densité de courant critique, de nombreuses équipes de recherche ont atteint 10^7 A/cm^2 à $T = 4,2 \text{ K}$ avec des couches minces d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (critère de champ électrique seuil : 1 à $10 \mu\text{V/cm}$). Ces valeurs élevées s'expliquent par le grand nombre de défauts d'empilement ou de stœchiométrie dans ces échantillons. Par contre, dans les céramiques polycristallines, J_c est plutôt de l'ordre de 1000 A/cm^2 à $T = 4,2 \text{ K}$. Dans le cas de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, des progrès importants ont été réalisés avec les matériaux texturés sous champ magnétique pour lesquels J_c peut atteindre aujourd'hui $2 \cdot 10^4 \text{ A/cm}^2$ à $T = 77 \text{ K}$ sous un champ magnétique parallèle de 20 T [48].

Ces grandeurs subissent des variations si la teneur en oxygène du composé est modifiée. Cela a bien été observé sur la température critique (figure II-c). Néanmoins, à cause des phénomènes de percolation, la densité de courant critique et la résistivité peuvent être notablement affectées alors que T_c reste constante.

Notons enfin que les composés de formule $\text{M}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ où M est une terre rare (sauf Ce, Pr et Tb) ont des propriétés analogues [49-51].

2.2.3. Tentatives d'explications théoriques :

Avec raison, nous pouvons nous poser la question de savoir si la théorie BCS est applicable dans le cas des nouveaux oxydes de cuivre supraconducteurs.

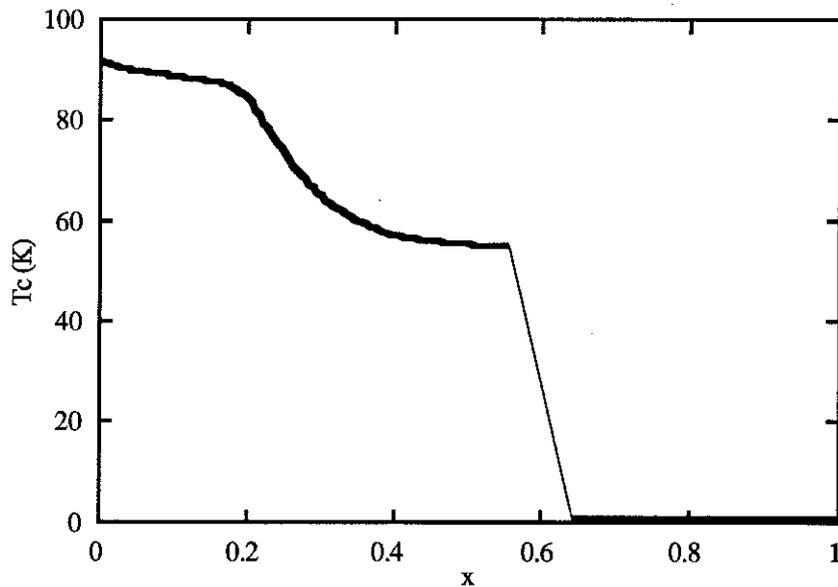


Figure II-c : variation avec le taux d'oxygène de la température de transition du composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (d'après [31])

En effet, du fait de la petitesse de la longueur de cohérence, tout calcul de champ moyen devient hasardeux.

De plus, la théorie BCS, basée sur celle du liquide de Fermi, n'explique pas de si hautes températures critiques, ni certaines courbes obtenues ($\rho(T)$ linéaire, $\bar{\sigma}(\omega)$).

Différentes approches ont tenté d'expliquer les propriétés des oxydes de cuivre supraconducteurs. La nature du couplage électron-phonon (fort ou faible) est le sujet d'âpres discussions. Nous ne rentrerons pas dans les détails de ces théories car ce n'est pas l'objet ici. Retenons simplement trois approches :

- celle dite des "bipolarons" qui introduit un boson intermédiaire dans l'interaction électron-phonon (répulsion entre deux bipolarons, attraction entre deux polarons) [52].

- celle qui place l'origine de cette supraconductivité dans des effets magnétiques (corrélations entre électrons) [53].
- celle enfin qui introduit une singularité de van Hove dans la densité d'états [54-55] de façon à expliquer les températures critiques observées.

2.3. ELABORATION DES COUCHES MINCES :

Nous pouvons arbitrairement parler de couche mince supraconductrice lorsque son épaisseur e est du même ordre de grandeur que la profondeur de pénétration λ .

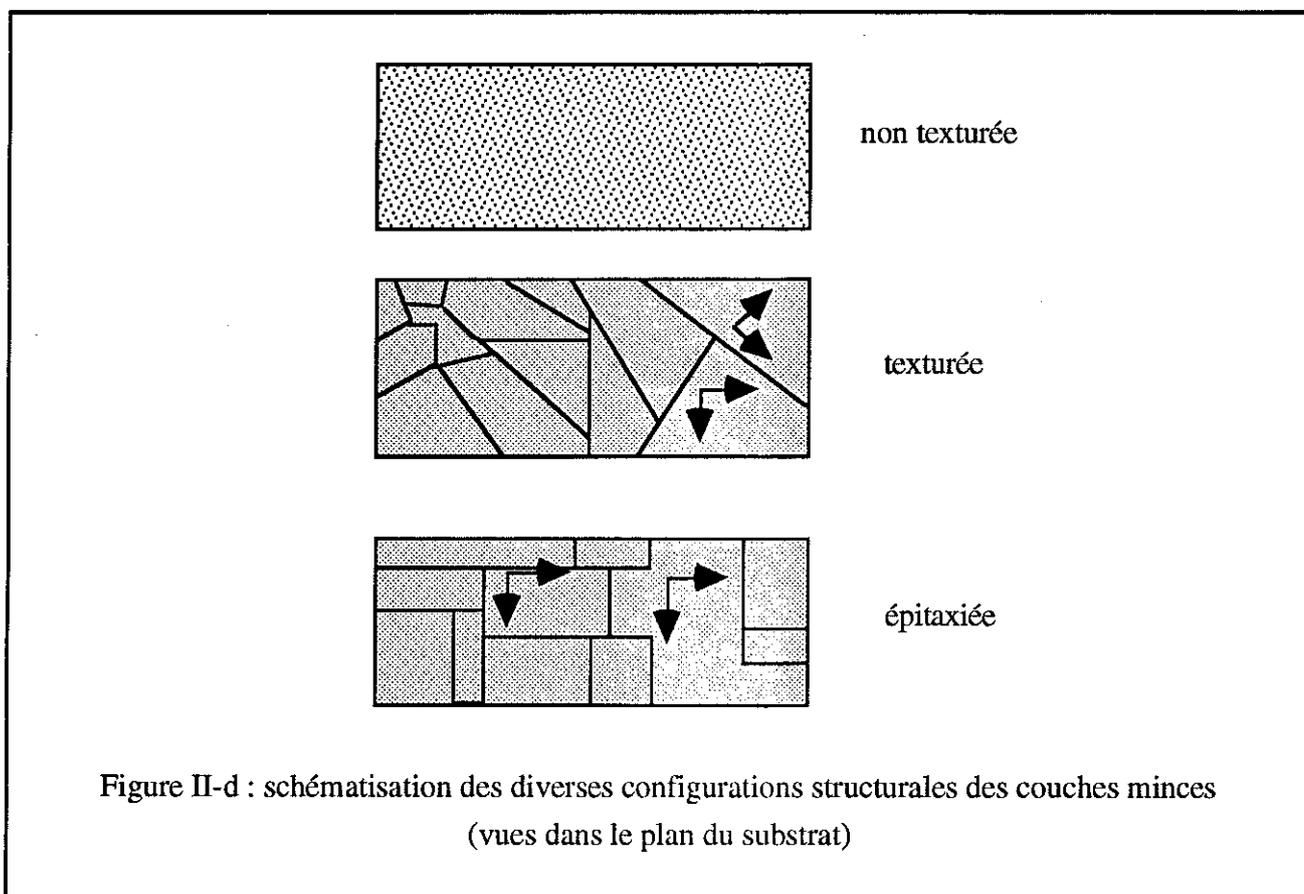
D'après [56], nous pouvons distinguer trois états possibles pour une couche mince sur son substrat, par ordre croissant de qualité : un état amorphe, un état cristallisé et un cristallisé orienté.

L'état cristallisé se caractérise par un arrangement aléatoire des cristallites. L'état cristallisé orienté comporte deux cas de figures extrêmes :

- un des axes cristallographiques est perpendiculaire au plan du substrat alors que l'orientation des autres axes est aléatoire : la couche mince est texturée. Les spécialistes de cristallographie parlent alors de "texture de fibre".
- les cristallites sont orientées et suivent l'orientation dans le plan imposée par les axes cristallins du substrat monocristallin : la couche mince est épitaxiée. Plus généralement et sans que cela n'ait de grande signification, ces couches minces sont parfois qualifiées de couches "quasi-monocristallines".

Entre ces deux extrêmes, les spécialistes de cristallographie parlent de "texture tridimensionnelle". Ces divers états sont schématisés dans la figure II-d.

La majeure partie des couches minces supraconductrices à haute température critique qui ont été fabriquées depuis 1987 ont leurs axes c perpendiculaires au plan du substrat. Initialement, tous les procédés de fabrication utilisaient une technique de cristallisation dite "ex situ" par recuit à environ 900 °C sous oxygène d'une couche mince amorphe préalablement déposée. Cette technique est maintenant pratiquement abandonnée car elle présente un certain nombre d'inconvénients.



En effet, bien que texturées, les couches minces fabriquées de la sorte étaient très granulaires, donc avaient des densités de courant critique insuffisantes. Leur rugosité était marquée et, de plus, il ne pouvait être envisagé d'empilements multicouches, ni de couches très minces, à cause des interactions chimiques lors du recuit.

Aujourd'hui, la cristallisation pendant le dépôt semble maîtrisée, notamment grâce à l'emploi de porte-substrats chauffants (typiquement 700 °C - 800 °C sous oxygène). Cette technique, communément appelée "in situ", a permis la fabrication de couches épitaxiées, ayant un bon état de surface et des densités de courant critique maximales. Des expériences sur des bicristaux ou des films minces polycristallins [57-58] ont en effet suggéré que les couches épitaxiées avaient des jonctions de joints de grains qui perturbaient moins J_c .

Actuellement, il existe principalement quatre procédés concurrentiels et compétitifs de fabrication de couches minces supraconductrices à haute température critique : l'ablation laser, la coévaporation, le dépôt chimique en phase vapeur et la pulvérisation. Ils ont tous permis l'obtention de couches minces texturées -à la limite de l'épitaxie- avec des températures T_c de l'ordre de 90-92 K, des densités de courant critique J_c comprises entre 10^6 et 10^7 A/cm² à 4,2 K et des résistivités de l'ordre de 300 $\mu\Omega$.cm à 300 K.

C'est dire que la qualité des couches minces supraconductrices à haute température critique est maintenant correcte. Il est donc raisonnable d'envisager des études de physique fondamentale avec ces échantillons, bien que nous puissions nous attendre à des propriétés ayant un comportement moins intrinsèque que dans des monocristaux. Par contre, d'une façon générale, il reste encore quelques améliorations à apporter pour envisager de réelles applications, nous le verrons au paragraphe suivant.

2.3.1. L'ablation laser :

Elle consiste en la vaporisation, par un faisceau laser pulsé de forte puissance, des particules d'une cible sur un substrat [42, 59].

Il faut d'abord disposer d'une cible présynthétisée. De plus, pour réaliser des croissances cristallines "in situ", il faut opérer dans une enceinte, sous pression réduite d'oxygène et avec un porte-substrat chauffant.

Les avantages de ce procédé sont nombreux :

- souplesse de réglage des paramètres de dépôt indépendamment les uns des autres,
- bonne reproductibilité,
- contrôle de l'épaisseur pendant le processus,
- temps de dépôt courts (typiquement 10' pour 1000 Å),
- petites cibles.
- déposition congruente,

Son inconvénient est que l'optimisation des paramètres de dépôt est difficile pour obtenir des T_c supérieurs à 89 K et pour diminuer le nombre de gouttelettes (grosses particules condensées). Les films élaborés de la sorte sont en général moins bien oxygénés que ceux élaborés par pulvérisation.

2.3.2. La coévaporation :

Elle consiste en l'évaporation thermique simultanée des différents composants du matériau désiré [60]. Ces composants sont placés dans des creusets sous le substrat.

Fondamentalement, c'est une technique d'ultra-vide qui a été adaptée astucieusement en travaillant sous pression partielle d'oxygène à proximité du substrat (coévaporation réactive). Des croissances cristallines "in situ" ont été réalisées pour des températures de porte-substrat plus basses qu'avec les autres méthodes.

Les avantages de ce procédé sont :

- faible rugosité des couches obtenues,
- interdiffusion film-substrat réduite,
- bonne reproductibilité,
- contrôle plus facile de la stœchiométrie.

Par contre, les surfaces de dépôt envisageables restent petites (quelques mm^2) et les vitesses de dépôt sont de l'ordre de 1 \AA/s , ce qui permet d'obtenir des couches de 60 à 1000 \AA maximum.

Notons par ailleurs une autre technique d'évaporation : l'épitaxie par jet moléculaire [61] ("Molecular Beam Epitaxy (MBE)" en anglais). Elle permet une croissance contrôlée couche par couche, mais elle est très difficile à mettre en oeuvre et est très onéreuse.

2.3.3. Le dépôt chimique en phase vapeur :

Parmi les quatre procédés présentés ici, c'est le seul qui soit chimique [62]. En anglais, il s'agit de la technique "Organo-Metallic Chemical Vapor Deposition" (OMCVD ou MOCVD).

De manière simplifiée, à partir de précurseurs organiques, il est établi dans un réacteur un flux gazeux vers un substrat chauffé.

Les avantages sont :

- grandes surfaces de dépôt envisageables (jusqu'à 10 cm de diamètre),
- surfaces de dépôt pas forcément planes,
- souplesse de l'installation,
- contrôle de la stœchiométrie plus facile,
- vitesse de dépôt relativement élevée (quelques 1000 Å par heure).

Par contre, il est difficile avec ce procédé de réaliser des couches d'épaisseur inférieure à 1000 Å environ. De plus, le choix et la maîtrise des précurseurs sont délicats.

2.3.4. La pulvérisation :

Ce procédé permet le dépôt des atomes d'une cible sur un substrat grâce à l'action d'un bombardement ionique créé par un plasma luminescent [63-65].

Habituellement, dans une enceinte à vide, de l'oxygène est maintenu à pression réduite (10^{-1} à 10^2 Pa) et est ionisé entre deux électrodes parallèles sous une tension de quelques kV. La cible est la cathode, le substrat l'anode.

Dès le début, il apparut que les couches minces obtenues n'étaient pas stœchiométriques, alors que la cible l'était. Les ions oxygène avaient en effet la fâcheuse tendance à repulvériser les atomes venant d'être déposés. Ceci a donné naissance aux deux techniques utilisées actuellement : celle dite de "off axis sputtering" qui place le substrat hors du plasma et celle dite de "cathode creuse" pour laquelle il y a plusieurs cibles montées sur un cylindre.

En conséquence, les vitesses de dépôt sont relativement faibles (quelques 100 Å par heure!). Cet inconvénient devient un avantage pour la fabrication de couches ultra-minces, voire de "monocouches" (ce sont en fait des îlots suffisamment nombreux et proches pour qu'il y ait percolation).

Enfin, autre avantage, les surfaces de dépôt maximales envisageables sont assez grandes (environ 5 cm de diamètre).

2.3.5. Importance du choix du substrat :

Les qualités cristallines d'une couche mince supraconductrice dépendent étroitement de l'adaptation des paramètres de la maille élémentaire et du coefficient d'expansion thermique entre film et substrat (de 14 à 16 ppm/K pour l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ à 300 K).

D'autre part, comme nous l'avons déjà mentionné, il faut éviter des réactions chimiques à l'interface substrat-film.

De plus, pour les applications hautes fréquences, les diélectriques doivent de préférence posséder les caractéristiques suivantes :

- constante diélectrique faible, uniforme, isotrope, stable en température et en fréquence,
- faible angle de perte,
- rugosité minimale,
- bonne conductivité thermique,
- compatibilité de l'expansion thermique avec les constituants extérieurs (boîtier),
- grande résistance chimique,
- et, bien sûr, prix pas trop élevé...

Un certain nombre de diélectriques ont été expérimentés pour l'élaboration de couches minces supraconductrices à haute température critique [66-70]. Ils ne répondent pas tous de manière optimale aux différentes contraintes que nous venons d'exposer. Selon les applications, ceux qui réalisent le meilleur compromis sont le MgO, le LaAlO_3 et le SrTiO_3 (voir le tableau C). Ces derniers sont des substrats monocristallins polis, dont la rugosité est très faible ($< 100\text{\AA}$ environ).

Nous avons principalement étudié des films minces déposés sur MgO. Comme il est indiqué dans le tableau C, ce substrat a l'avantage d'être moins cher que le LaAlO_3 ou le SrTiO_3 . Pour les applications hyperfréquences en mode TEM, la valeur de sa constante diélectrique peut permettre de rejeter assez haut les fréquences de coupure des modes indésirables d'ordre supérieur. Il n'est, de plus, que faiblement anisotrope. Par contre, il présente l'inconvénient d'être hydrophile : sa surface est rapidement altérée par l'eau, son angle de pertes également. La stabilité dans le temps de cette dernière grandeur n'est donc pas bonne. Nous avons donc toujours stocké nos substrats dans un dessiccateur et nous les avons manipulés avec des gants.

L'orientation [100] des substrats de MgO commercialisés est garantie à $\pm 1^\circ$. Certains auteurs ont tenté d'améliorer cette orientation et l'état de surface avec des recuits [71-72].

Parfois, des inconvénients, cités dans le tableau C, se révèlent être des avantages. Par exemple, le fait que le MgO se clive facilement et suivant les axes cristallographiques permet de le couper aisément. Certains auteurs ont aussi mis à profit le ϵ_r du SrTiO₃ pour réaliser des lignes à retard originales.

diélectrique	MgO [100]	LaAlO ₃ [100]	SrTiO ₃ [100]
type à 300 K	monocristal type NaCl cubique	monocristal pérovskite rhomboédrique	monocristal pérovskite cubique
ϵ_r à 77 K et 1 GHz	9,65	25	≈ 2000
tg δ à 77 K et 10 GHz	$4 \cdot 10^{-7}$ à $5 \cdot 10^{-4}$	10^{-4}	10^{-2}
paramètre de maille à 300 K	4,212 Å	3,792 Å	3,905 Å
dilatation thermique à 300 K	8 à 13,8 ppm/K	10 ppm/K	9,4 à 11,1 ppm/K
avantages	prix, ϵ_r	adaptation de la maille, stable, tg δ	adaptation de la maille
inconvénients	hydrophile, fragile, tg δ instable	prix, difficile à couper, macles	ϵ_r et tg δ , prix

Tableau C : caractéristiques des diélectriques utilisés comme substrats de films minces supraconducteurs à haute température critique (d'après [66-70])

2.4. INTERET APPLIQUE DES COUCHES MINCES :

Le fait - non négligeable - que ces nouveaux supraconducteurs fonctionnent dans l'azote liquide n'est pas le seul à susciter l'intérêt pour d'éventuelles applications dans le domaine des courants faibles.

En effet, outre les densités de courant critique élevées et les pertes plus faibles, l'ordre de grandeur du gap indiqué au § 2.2. donne une estimation de la fréquence correspondante à environ 10 THz. C'est dix fois plus que pour les supraconducteurs classiques et cela permet d'envisager des applications en microélectronique rapide refroidie puisque, la bande passante des dispositifs supraconducteurs envisageables étant accrue, les temps de commutation peuvent être plus courts.

Le tableau D donne un aperçu des nombreuses études qui ont été menées sur de tels dispositifs. Dans le domaine des communications spatiales, des systèmes complets ont été réalisés, notamment aux Etats-Unis et en Europe [73-75]. De même, dans les laboratoires de recherche, des dispositifs tels que des bolomètres pour la radioastronomie sont d'ores et déjà utilisés.

Les couches minces actuelles répondent relativement bien aux exigences technologiques de tous ces dispositifs qui sont :

- une bonne adhésion au substrat,
- une bonne compatibilité chimique et cristallographique avec le substrat,
- un état de surface correct,
- de bonnes qualités cristallines (texturation),
- une homogénéité de l'épaisseur et des propriétés supraconductrices sur la surface,
- de forts courants critiques (ce qui exclut les désorientations).

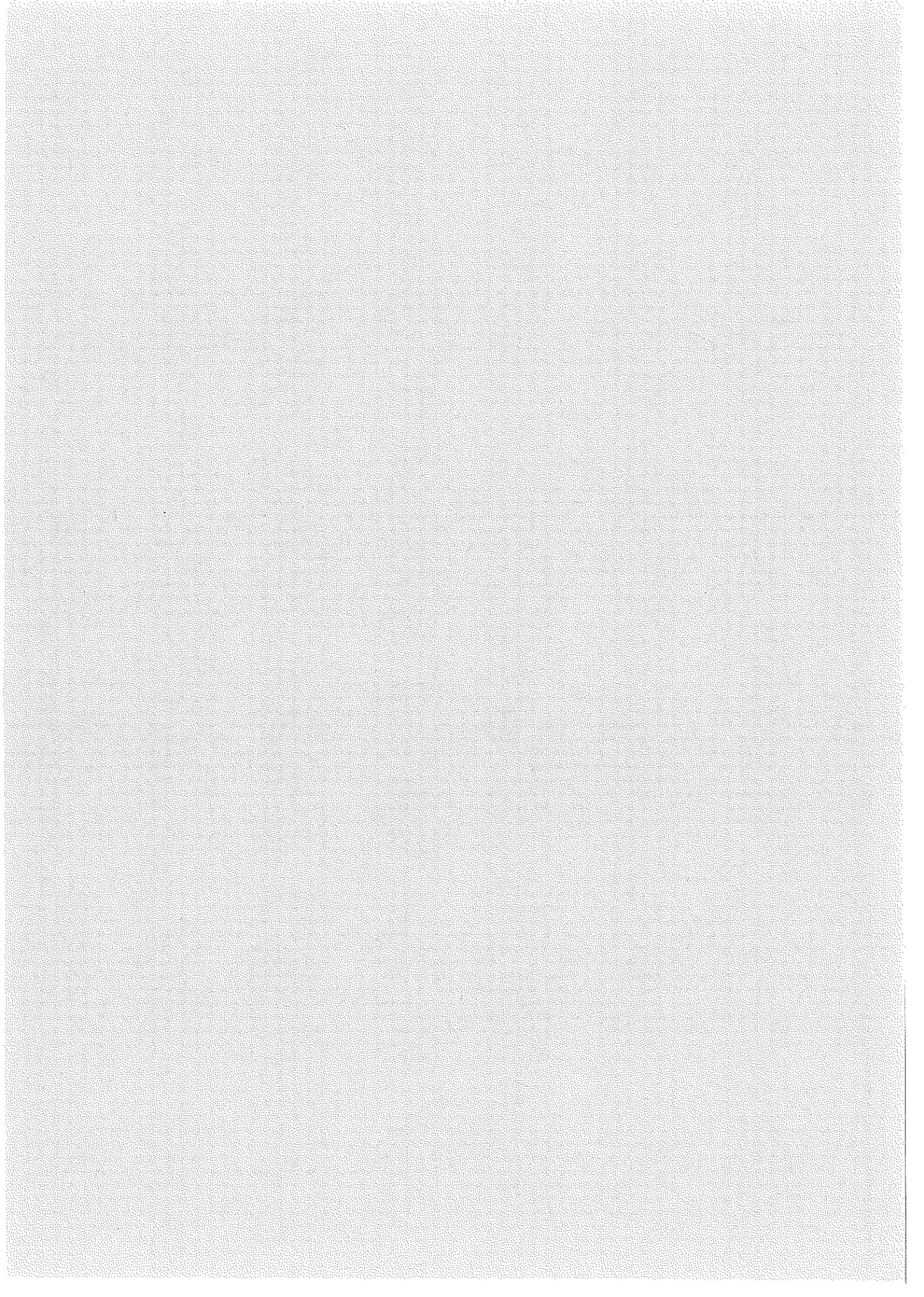
Néanmoins, pour envisager sérieusement de réelles et larges applications, il faut que la solution supraconductrice soit rentable économiquement. Cela ne sera possible que si :

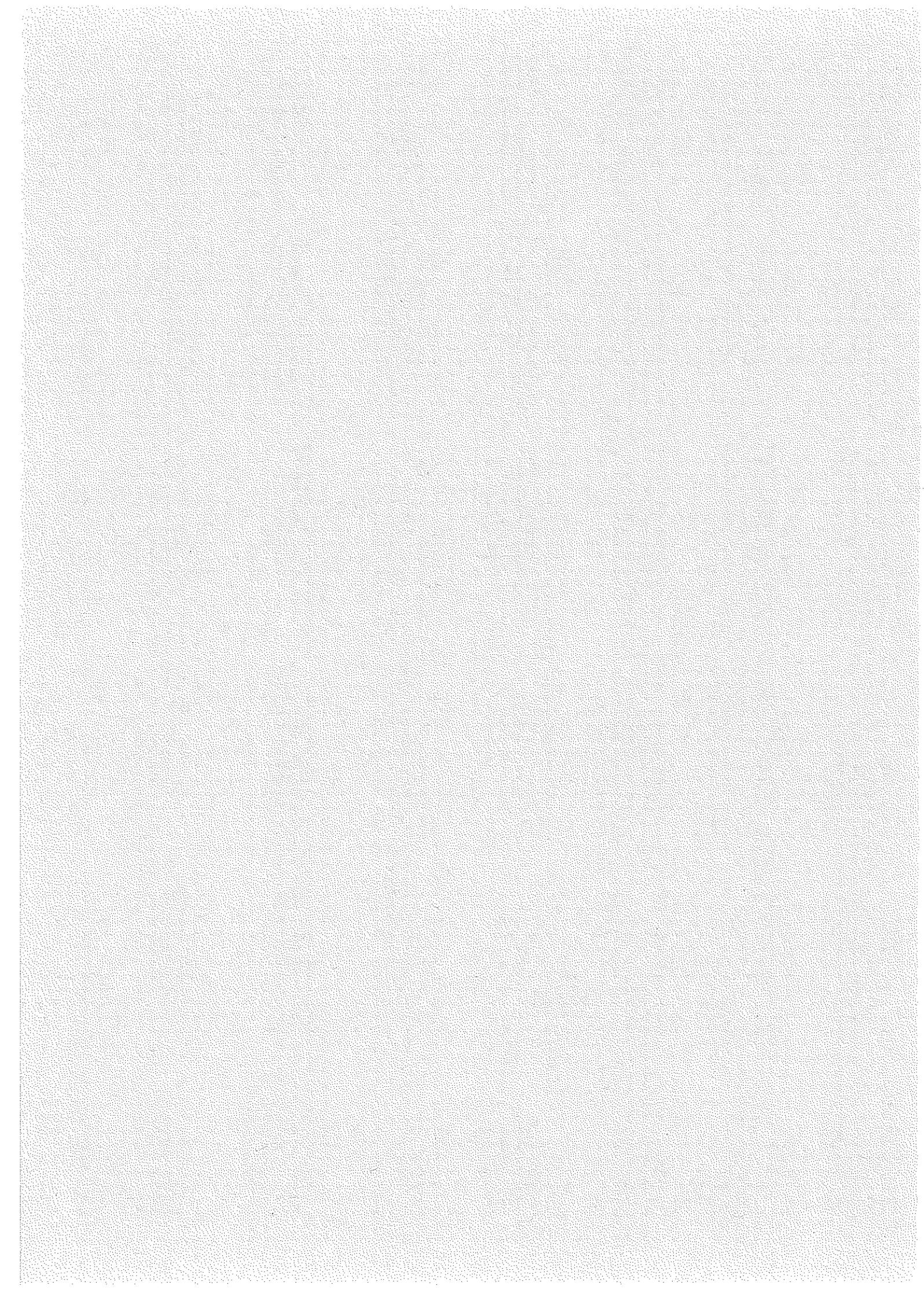
- les surfaces de dépôt réalisables augmentent,
- la stabilité des couches minces dans le temps s'améliore,
- les pertes alternatives diminuent (la question est de savoir s'il y a une limite intrinsèque à ces pertes).

Domaine	Type de dispositif	Utilisation	Références
Composants passifs	- Résonateurs	- Stabilisation d'oscillateurs à bas bruit pour systèmes radar, références de fréquences...	[76-80]
	- Lignes à retard	- Traitement du signal	[81-83]
	- Filtres, mélangeurs	- Satellites	[84-88]
	- Antennes	- Réseaux de distribution des signaux	[89]
	- A dispersion contrôlée	- Traitement du signal (radars à compression d'impulsions)	[90]
Composants actifs	- Transistors à effet de champ ou à flux de vortex	- Amplificateurs, convertisseurs d'impédance, déphaseurs...	[91-93]
	- Jonctions Josephson	- Analyse de spectre, SQUID	[94]
Capteurs	- SQUIDS	- Magnétométrie	[95]
	- Photodétecteurs	-	[96]
	- Bolomètres	- Astronomie	[97-99]
Composants logiques	- Convertisseurs A-N	- Satellites	[100]
	- Triggers	- Mémoires	[101]

Tableau D : exemples de dispositifs utilisant des couches supraconductrices à haute T_c

Mais, par-dessus tout, bien peu d'applications seront viables s'il n'existe pas les technologies de microfabrication adéquates. A ce sujet, beaucoup de progrès restent à faire. Cela concerne principalement la gravure et la réalisation de bons contacts électriques. Nous verrons par la suite que ces problèmes ont motivé certains choix de notre étude et quelles réponses nous proposons.





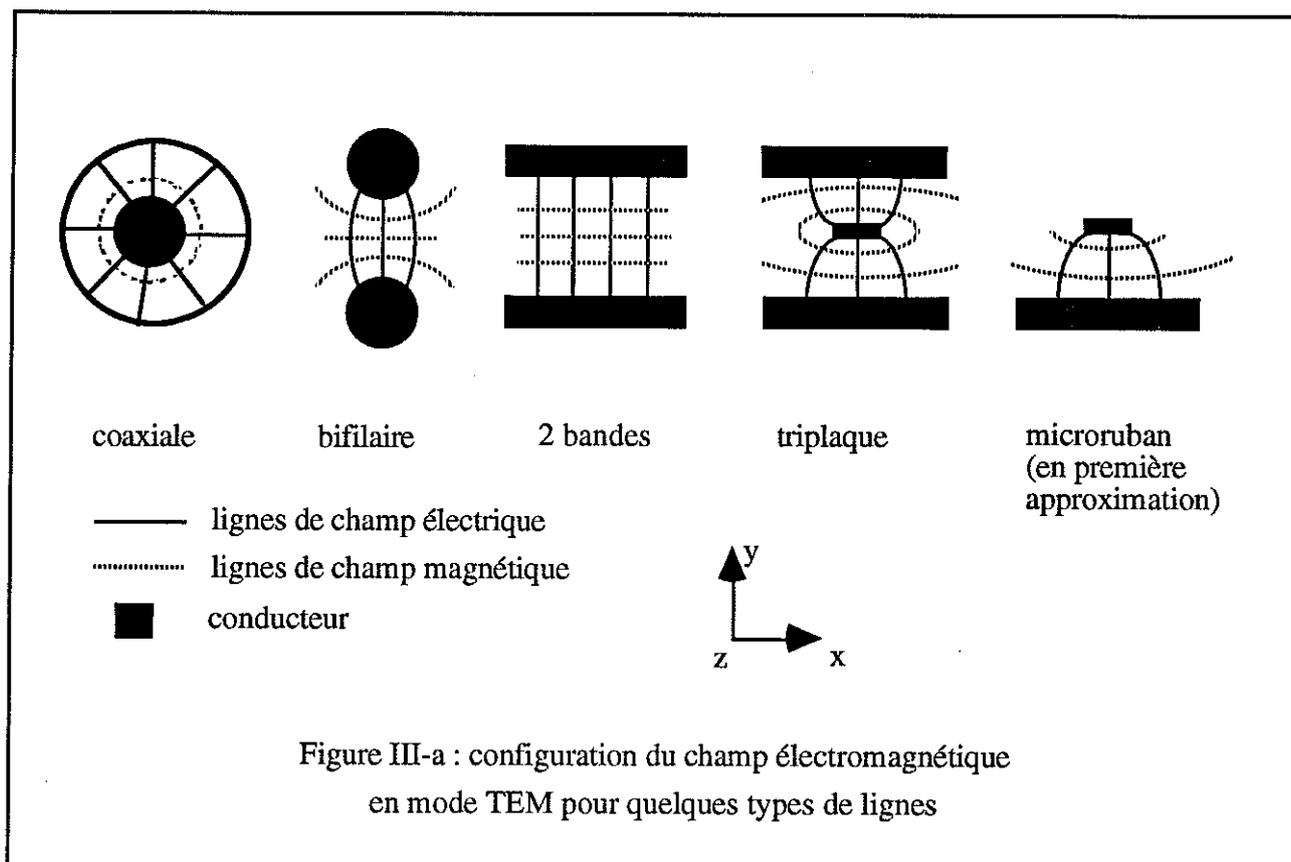
CHAPITRE TROIS : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

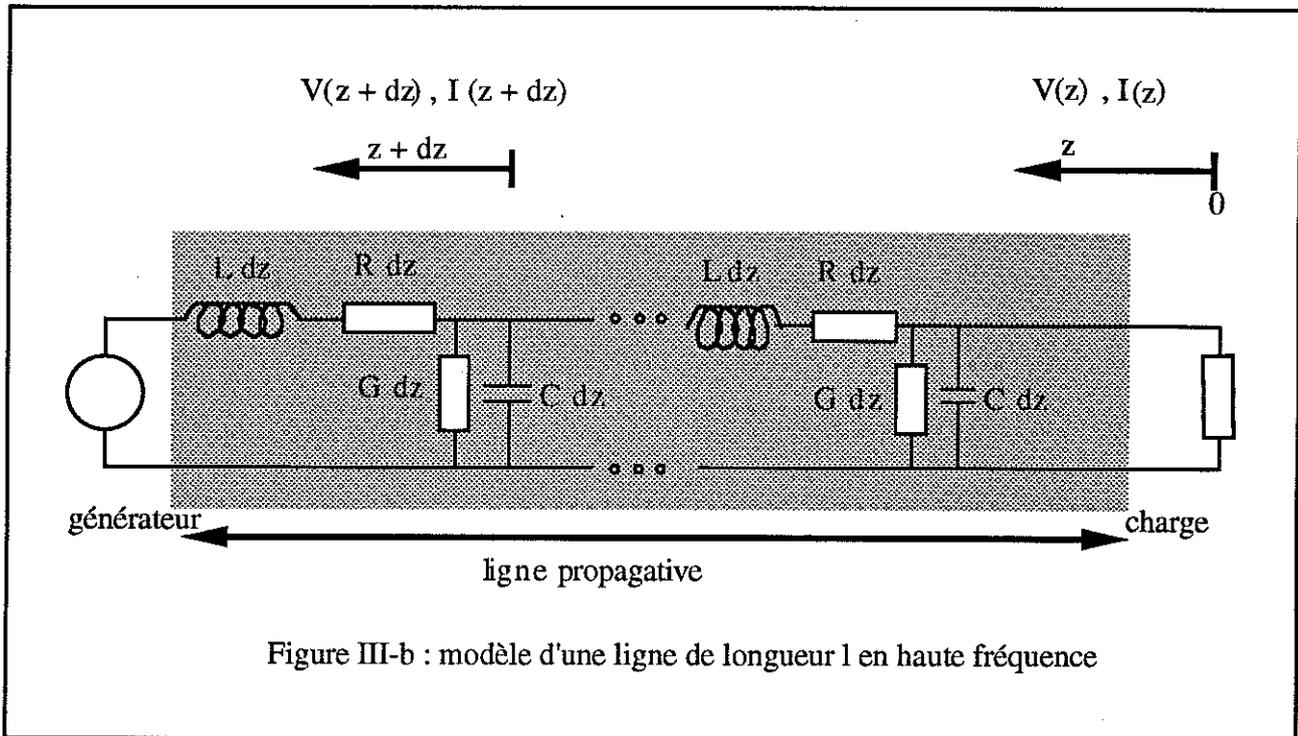
3.1. CONCEPTS USUELS DE LA THEORIE DES LIGNES EN HAUTES FREQUENCES :

3.1.1. Définitions générales (d'après [102-103]) :

La ligne électrique, objet de la vie courante, peut constituer un système physique assez complexe lorsque sa longueur devient comparable à la longueur d'onde, à cause des phénomènes de propagation.

Ainsi, la description de la propagation du champ électromagnétique le long d'une ligne amène à définir différents modes. Pour le mode dit "TEM" ("Transversial Electric and Magnetic field" : voir figure III-a), les notions de tension et de courant gardent un sens et nous pouvons utiliser le modèle indiqué figure III-b.





Les paramètres R , L , C et G sont les "constantes linéiques" de la ligne. R et L représentent la résistance et l'inductance d'un mètre de ligne, C et G la capacité et la conductance entre les conducteurs d'un mètre de ligne. C et G ne sont donc reliés qu'aux diélectriques de la ligne.

De ce modèle, nous pouvons déduire les équations bien connues "du télégraphiste" qui mènent en régime sinusoïdal aux équations de propagation suivantes :

$$\frac{\partial^2 V}{\partial z^2} = \gamma^2 \cdot V \quad (\text{III-1})$$

et

$$\frac{\partial^2 I}{\partial z^2} = \gamma^2 \cdot I \quad (\text{III-2})$$

avec γ telle que :

$$\gamma = \sqrt{(R + j.L.\omega).(G + j.C.\omega)} = \alpha + j.\beta \quad (\text{III-3})$$

γ est la constante de propagation. Sa partie réelle est la constante d'atténuation exprimée en Nepers par mètre (ou en dB/m). Sa partie imaginaire est une constante de phase exprimée en radian par mètre.

Les équations (III-1) et (III-2) admettent des solutions de la forme :

$$V(z) = V_i \cdot e^{(-\gamma \cdot z)} + V_r \cdot e^{(\gamma \cdot z)} \quad (\text{III-4})$$

$$I(z) = I_i \cdot e^{(-\gamma \cdot z)} + I_r \cdot e^{(\gamma \cdot z)} \quad (\text{III-5})$$

Par conséquent, la tension et le courant sur la ligne résultent de la superposition de deux ondes se propageant en sens contraire. Leur périodicité dans l'espace est égale à $2 \cdot \pi / \beta$. Celle dans le temps est égale à $2 \cdot \pi / \omega$. Leur vitesse de déplacement, dite "vitesse de phase", est :

$$v_{\Phi} = \omega / \beta \quad (\text{III-6})$$

3.1.2. Les diverses impédances d'une ligne et leur signification :

Les constantes d'intégration V_i , I_i , V_r et I_r sont liées entre elles par :

$$\frac{V_i}{I_i} = -\frac{V_r}{I_r} = \sqrt{\frac{R + j \cdot L \cdot \omega}{G + j \cdot C \cdot \omega}} = Z_c \quad (\text{III-7})$$

Cette quantité est homogène à une impédance. C'est l'impédance caractéristique de la ligne.

La relation (III-7) peut s'écrire $Z_c = \sqrt{\frac{Z}{Y}}$ où Z est l'impédance linéique due à la contribution des conducteurs et Y l'admittance linéique due à celle des diélectriques.

Connaissant Z_r , l'impédance de charge, nous pouvons aussi déduire des équations (III-4) et (III-5) l'impédance à un endroit quelconque z de la ligne :

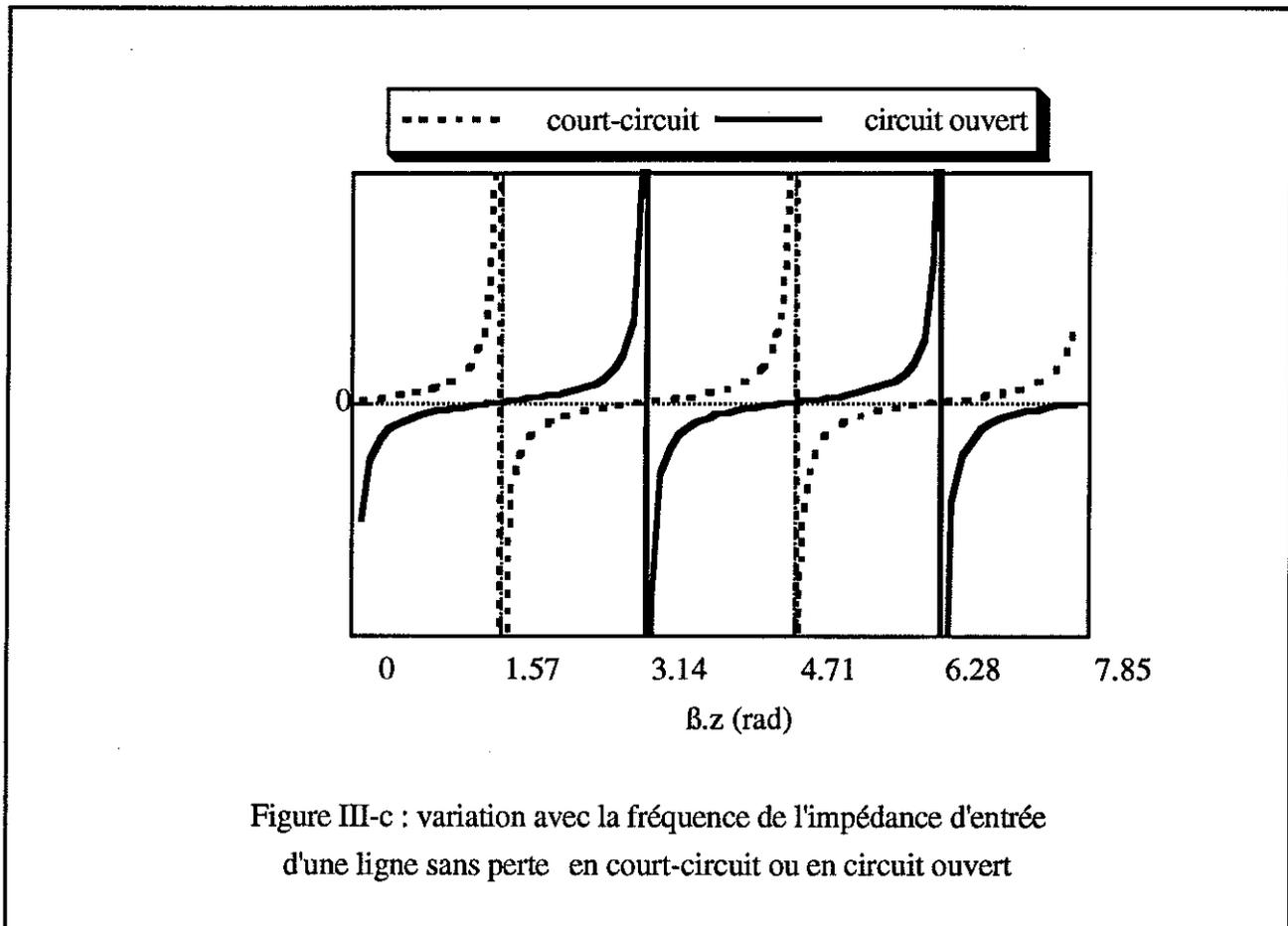
$$Z_e(z) = Z_c \cdot \frac{Z_r + Z_c \cdot \text{th}(\gamma \cdot z)}{Z_c + Z_r \cdot \text{th}(\gamma \cdot z)} \quad (\text{III-8})$$

$Z_e(z)$ est l'impédance d'entrée du tronçon de ligne de longueur z suivi de la charge Z_r .

Dans le cas des lignes sans perte ($\alpha = 0$), la fonction th est remplacée par la fonction trigonométrique correspondante et la constante de propagation γ par sa partie imaginaire $j \cdot \beta$.

La vitesse de phase est alors égale à $1/\sqrt{L.C}$.

A titre d'exemple, nous donnons figure III-c la variation de l'impédance d'entrée en fonction de la fréquence d'une ligne sans perte en court-circuit et en circuit ouvert.



En effet, avec $Z_r = 0$, (III-8) devient :

$$Z_e(z) = j.Z_c.\tan(\beta.z) \quad (\text{III-9})$$

Pour $0 < \beta.z < (2.n+1).\pi/2$ (c'est-à-dire $0 < l < (2.n+1).\lambda/4$) la ligne en court-circuit est donc équivalente à une inductance et pour $\beta.z = (2.n+1).\pi/2$ l'impédance d'entrée est infinie (comme un circuit résonnant parallèle à la résonance).

Pour $(2.n+1).\pi/2 < \beta.z < n.\pi$ cette ligne se comporte comme une capacité, et pour $\beta.z = \pi$ ($l = n.\lambda/2$) l'impédance d'entrée est nulle (comme un circuit résonnant série à la résonance).

La ligne en circuit ouvert donne un comportement de Z_e en $\cotg(\beta.z)$, dual du cas précédent.

Enfin, l'impédance de surface Z_s est souvent utilisée pour la caractérisation haute fréquence de matériaux car c'est une grandeur à laquelle l'expérimentateur a accès par les méthodes de mesures en cavités résonnantes [104]. Elle est définie par la relation :

$$\boxed{Z_s = \frac{E_t}{H_t}} \quad (\text{III-10})$$

E_t et H_t sont les composantes du champ électromagnétique tangentiels à la surface du matériau conducteur.

Pour donner un sens physique à l'impédance caractéristique, il faut concevoir qu'elle représenterait l'impédance d'entrée de la ligne si la longueur de celle-ci était infinie. Elle est caractéristique au sens ordinaire du mot, car elle dépend de la géométrie de la section, des conducteurs et des diélectriques de la ligne, par l'intermédiaire de R, L, C et G.

3.1.3. Coefficient de réflexion :

L'une des grandeurs que nous utiliserons le plus souvent, le coefficient de réflexion, est définie de la façon suivante :

$$\Gamma(z) = \frac{V_r \cdot e^{(-\gamma.z)}}{V_i \cdot e^{(\gamma.z)}} = \frac{V_r}{V_i} \cdot e^{(-2.\gamma.z)} \quad (\text{III-11})$$

Γ est donc le rapport de l'amplitude de l'onde réfléchie à l'amplitude de l'onde incidente. Ceci peut également être écrit comme :

$$\boxed{\Gamma(z) = \frac{Z_r - Z_c}{Z_r + Z_c} \cdot e^{(-2.\gamma.z)}} \quad (\text{III-12})$$

A l'endroit du récepteur (c'est-à-dire en $z = 0$), nous obtenons :

$$\Gamma_r = \frac{Z_r - Z_c}{Z_r + Z_c} \quad (\text{III-13})$$

Nous avons donc la possibilité de calculer directement l'impédance de la charge Z_r à partir de la mesure de ce coefficient de réflexion Γ_r . C'est la base de la méthode de réflectométrie.

Nous obtenons $\Gamma_r = 0$ dans le cas où il n'y a pas d'ondes réfléchies. C'est un régime d'ondes progressives où toute la puissance transportée est sous forme de puissance active et où la puissance est maximale en sortie. Cela signifie donc $Z_r = Z_c$.

Par contre $|\Gamma_r| = 1$ se produit lorsque $Z_r = 0$, $Z_r \rightarrow \infty$ ou $|Z_r - Z_c| = |Z_r + Z_c|$. Il s'établit dans chacun de ces cas un régime d'ondes stationnaires pures. En d'autres mots, il n'y a pas de puissance active transmise.

3.1.4. Formalisme des matrices [A] et [S] :

La matrice [A] d'un quadripôle (figure III-d) est définie par la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} V_e \\ I_e \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{a} & \mathbf{b} \\ \mathbf{c} & \mathbf{d} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} V_s \\ I_s \end{pmatrix} \quad (\text{III-14})$$

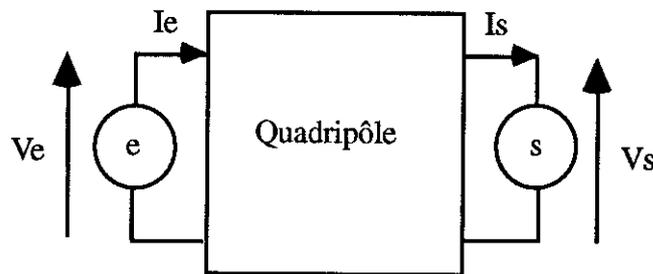


Figure III-d : schéma de base d'un quadripôle

Or, en exprimant la tension et le courant en bout d'une ligne, nous obtenons après simplification :

$$\begin{cases} V(z) = V(1) \cdot \text{ch}(\gamma \cdot (1-z)) + Z_c \cdot I(1) \cdot \text{sh}(\gamma \cdot (1-z)) \\ I(z) = \frac{V(1)}{Z_c} \cdot \text{sh}(\gamma \cdot (1-z)) + I(1) \cdot \text{ch}(\gamma \cdot (1-z)) \end{cases} \quad (\text{III-15})$$

En prenant $z = 0$, il en résulte l'expression de la tension et du courant d'entrée en fonction de la tension et du courant de sortie. La matrice définitive est celle du quadripôle ligne de longueur l et d'impédance caractéristique Z_c :

$$\begin{pmatrix} V(0) \\ I(0) \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \text{ch}(\gamma \cdot l) & Z_c \cdot \text{sh}(\gamma \cdot l) \\ \frac{\text{sh}(\gamma \cdot l)}{Z_c} & \text{ch}(\gamma \cdot l) \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} V(1) \\ I(1) \end{pmatrix} \quad (\text{III-16})$$

Les matrices $[A]$ correspondant à d'autres types de quadripôles (impédances localisées) sont indiquées en annexe.

La signification physique de ces matrices $[A]$ est immédiate et elles présentent l'avantage d'être multipliables une à une dans le cas de cascades de quadripôles. Néanmoins, en hautes fréquences, à cause des phénomènes propagatifs, il est impossible de mesurer directement des tensions et des courants.

Heureusement, il existe le théorème de Poynting qui stipule que l'énergie dissipée dans un multiporte est égale à l'intégrale de surface du vecteur de Poynting $\vec{R} = \vec{E} \wedge \vec{H}$ sur une surface qui l'entoure complètement.

Or nous avons vu (figure III-a) que les lignes de champ électromagnétique étaient canalisées. Le calcul du flux du vecteur \vec{R} devient donc simple.

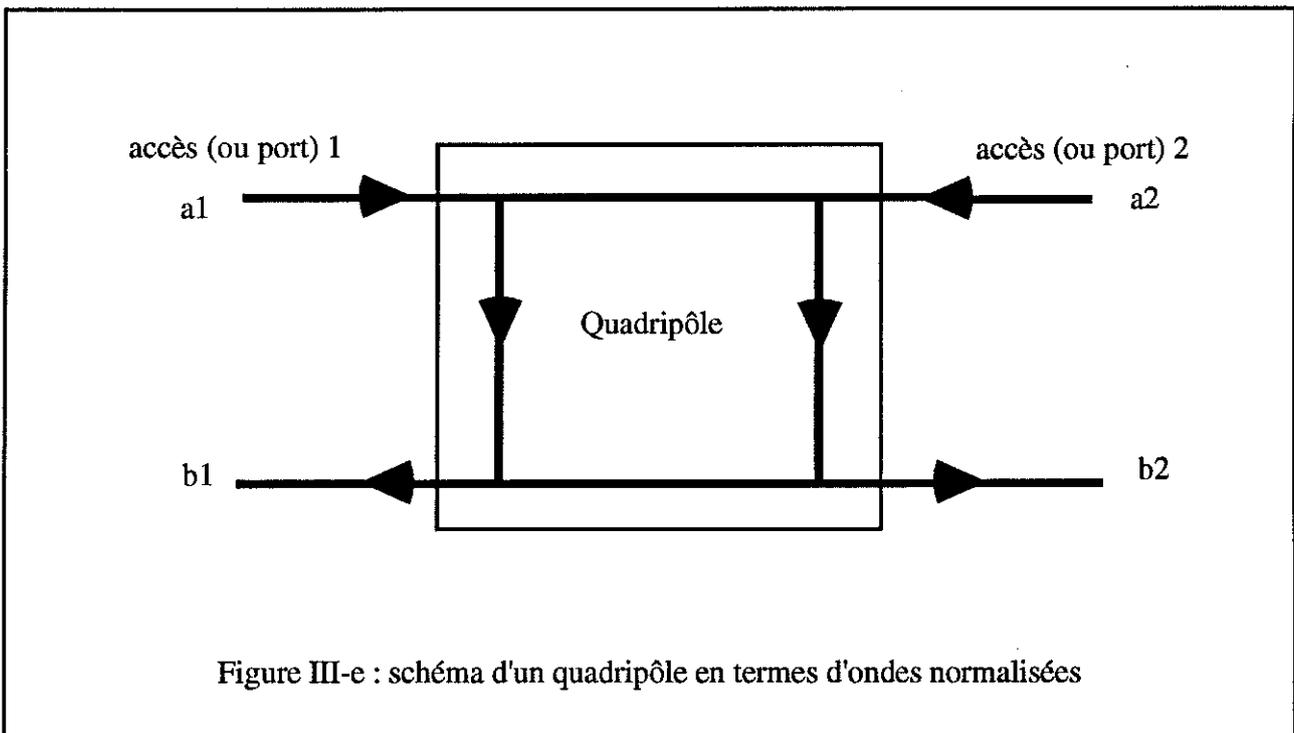
Cela permet de préciser le concept d'onde normalisée dont le carré du module est égal au flux du vecteur \vec{R} dans la ligne considérée et, par conséquent, à l'énergie transmise.

Reprenons le schéma de base du quadripôle indiqué figure III-d. Avec le formalisme des ondes normalisées, il est équivalent au schéma de la figure III-e, les ondes a_1 , b_1 , a_2 et b_2 étant reliées aux tensions et courants par les relations :

$$\begin{cases} a_1 = \frac{v_1 + i_1}{2} \\ b_1 = \frac{v_1 - i_1}{2} \\ a_2 = \frac{v_2 + i_2}{2} \\ b_2 = \frac{v_2 - i_2}{2} \end{cases} \quad (\text{III-17})$$

Les v_1 , v_2 , i_1 et i_2 sont des grandeurs complexes réduites par rapport aux impédances caractéristiques en amont et en aval des accès du quadripôle, Z_{c1} et Z_{c2} :

$$v_1 = \frac{V_e}{\sqrt{Z_{c1}}} \quad v_2 = \frac{V_s}{\sqrt{Z_{c2}}} \quad i_1 = I_e \cdot \sqrt{Z_{c1}} \quad i_2 = -I_s \cdot \sqrt{Z_{c2}} \quad (\text{III-18})$$



C'est la matrice $[S]$, dite d'onde ou de "diffusion" (traduction de la terminologie américaine "scattering matrix"), qui relie les différentes ondes entre elles :

$$\begin{cases} b_1 = a_1 \cdot S_{11} + a_2 \cdot S_{12} \\ b_2 = a_1 \cdot S_{21} + a_2 \cdot S_{22} \end{cases} \quad \text{soit} \quad \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = [S] \cdot \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad [S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \quad (\text{III-19})$$

De manière à comprendre le sens physique de cette matrice, considérons les deux états de base où $a_2 = 0$ et $a_1 = 0$.

Dans le premier cas, $S_{11} = b_1/a_1$ n'est autre que le coefficient de réflexion Γ défini au § 3.1.3. et $S_{21} = b_2/a_1$ est le coefficient de transmission de l'accès 1 vers l'accès 2.

Le second cas est identique au précédent, les indices 1 et 2 étant permutés.

L'inconvénient de ce type de matrice est que si nous avons plusieurs quadripôles en série, la matrice globale ne correspond pas au produit des différentes matrices.

Les relations de passage entre les matrices [A] et [S] sont données en annexe.

3.2. METHODES DE MESURE D'IMPEDANCE EN HAUTES FREQUENCES :

L'analyse dans le domaine fréquentiel est bien adaptée à la caractérisation fine des matériaux [68]. En effet, l'analyse dans le domaine temporel, bien que très didactique (visualisation des phénomènes et localisation des défauts), n'offre actuellement pas les mêmes précisions.

Si nous nous fixons comme contrainte de mesurer l'impédance linéique Z d'un échantillon supraconducteur à haute température critique, nous avons le choix entre trois types de méthodes : celles résonnantes, celles non résonnantes et celle calorimétrique.

Nous pouvons déjà éliminer la méthode calorimétrique qui ne donne accès qu'à la résistance de surface du matériau. Elle consiste en la mesure de l'échauffement d'un échantillon sous l'action d'un champ électromagnétique de haute fréquence. Sa résolution est néanmoins excellente (jusqu'à $10 \mu\Omega$) [105].

A ce jour, les études les plus nombreuses ont été effectuées avec des méthodes résonnantes.

3.2.1. Méthodes résonnantes :

En fonction des dimensions du système fini considéré (cavité, ligne), de la constante diélectrique effective et de la pénétration du champ dans les conducteurs, il existe des fréquences pour lesquelles l'énergie réfléchi est minimale : ce sont les fréquences de résonance. Elles se traduisent par des pics dans la fonction $\Gamma(\nu)$. La position de ces pics nous renseigne sur la réactance de surface. L'acuité des pics, c'est-à-dire le facteur de qualité Q , est reliée aux pertes donc à la résistance de surface.

Des cavités résonnantes réalisées totalement en supraconducteur à haute température critique ont été réalisées [106-107]. Les impédances mesurées de cette façon sont très sensibles à l'état de surface du matériau. Or, pour l'instant, les qualités cristallines des supraconducteurs à haute température critique à l'état massif et pour des volumes de quelques cm^3 ne sont pas suffisantes.

Pour palier cet inconvénient, tout en gardant la très bonne résolution de la méthode précédente (environ $5 \mu\Omega$), certaines équipes ont réalisé des cavités en supraconducteurs classiques dans lesquelles un morceau supraconducteur à haute température critique agissait comme perturbation [108-109]. Une difficulté subsiste néanmoins : il n'est pas possible avec cette méthode d'envisager une mesure absolue à basse température de la contribution supraconductrice (inductance cinétique) à la réactance de surface totale. Seule sa dépendance en température peut être étudiée.

Une méthode analogue consiste à placer un échantillon supraconducteur à haute température critique à la surface d'un résonateur diélectrique [110].

Les résonateurs planaires, enfin, sont des lignes propagatives telles que celles indiquées figure III-a, qui doivent être désadaptées par rapport à leurs accès afin de pouvoir se comporter comme des cavités. A partir de la mesure de S_{21} ou de S_{11} , nous avons accès aux pics de résonances, donc aux paramètres R et L (C et G étant connus par ailleurs). Nous détaillerons l'application de cette méthode dans le chapitre 5.

Toutes ces méthodes présentent l'inconvénient de n'obtenir Z qu'en certains points de fréquence. C'est l'intérêt des méthodes non résonnantes de pouvoir mesurer Z sur une grande plage de fréquence et donc, d'un point de vue de physique fondamentale, de pouvoir détecter plus facilement d'éventuels effets "non linéaires" en fonction de la fréquence.

3.2.2. Méthodes non résonnantes :

Dans le § 3.1.3., nous avons cité une méthode de réflectométrie qui consiste à mesurer, à fréquence ν donnée, le coefficient de réflexion Γ de l'échantillon et d'en déduire l'impédance d'entrée Z_e (relation (III-13)). Or la relation (III-8) nous indique que Z peut se déduire de Z_e .

De même, en utilisant les relations de passage entre matrices $[S]$ et $[A]$, la mesure du coefficient de transmission S_{21} donne accès à Z .

Ces méthodes ont été utilisées pour des études de la dynamique des vortex, nous le verrons dans le chapitre 6. Par rapport aux méthodes résonnantes, pour lesquelles le facteur de qualité chute brutalement dès l'apparition de pertes notables, elles offrent l'avantage non négligeable de pouvoir mesurer la réactance de surface assez haut dans la transition résistive du supraconducteur.

Leur problème principal est d'offrir une moins bonne résolution ($10 \text{ m}\Omega$ dans le meilleur des cas) et d'être très sensibles à la qualité de la calibration.

3.3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL :

Pour avoir accès à l'impédance linéique Z des échantillons supraconducteurs que nous voulions étudier, nous avons donc choisi d'utiliser la méthode de réflectométrie.

Le dispositif expérimental est schématisé figure III-f. Deux grandes fonctions sont symbolisées :

- celle de la mesure haute fréquence proprement dite,
- et celle du contrôle de l'environnement de l'échantillon (température, champ magnétique).

3.3.1. Chaîne de mesure haute fréquence :

Nous disposons de deux bancs de mesure permettant de couvrir une gamme de fréquence allant de 5 MHz à 20 GHz, c'est-à-dire du domaine des radiofréquences à celui des micro-ondes (hyperfréquences).

Le premier, fabriqué par la Société ROHDE & SCHWARZ, est composé d'un synthétiseur haute fréquence (référence SMX) et d'un analyseur vectoriel séparé (référence ZPV-E3). Entre ces deux appareils, nous disposons un répartiteur et un pont directionnel (référence ZRB) qui séparent l'onde incidente de l'onde réfléchie. Nous mesurons le rapport de ces deux ondes, qui est proportionnel au Γ total. Ses caractéristiques principales sont [111] :

- gamme de fréquence de 5 MHz à 1 GHz,
- résolution de 100 Hz,
- gamme de puissance de -137 dBm à +13 dBm par pas de 0,1 dBm.

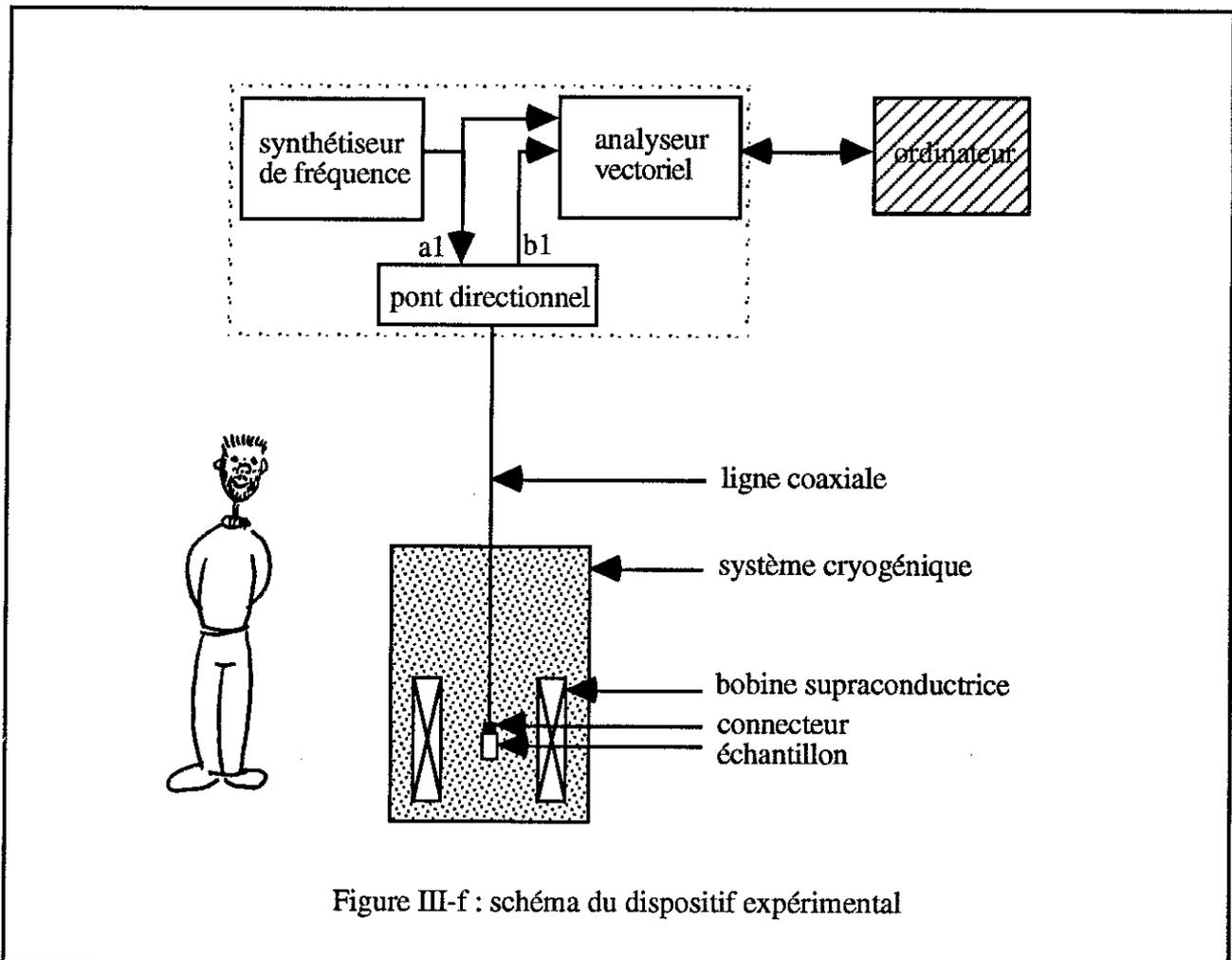


Figure III-f : schéma du dispositif expérimental

Le second est un analyseur de réseau fabriqué par la Société HEWLETT PACKARD (référence 8720B) intégrant une source synthétisée, l'analyseur vectoriel et les coupleurs qui séparent les ondes incidentes, réfléchies et transmises. Il est aussi doté d'un microprocesseur et d'un écran. Ses caractéristiques principales sont [112] :

- gamme de fréquence de 130 MHz à 20 GHz,
- résolution de 100 kHz,
- gamme de puissance de -65 dBm à -10 dBm par pas de 5 dBm.

Ces deux systèmes dialoguent avec un ordinateur par l'intermédiaire de liaisons IEEE (pilotage, périphériques et acquisition). Il ne faut pas chercher à comparer de manière absolue leurs performances, car ils ne travaillent pas dans la même gamme de fréquence. Par contre, il faut bien saisir ce qui les différencie d'un analyseur de spectre classique.

Les analyseurs de spectre peuvent mesurer la distribution d'énergie en fonction de la fréquence dans un signal de forme quelconque provenant d'un dispositif linéaire ou non.

Les analyseurs de réseau mesurent la réponse harmonique de quadripôles linéaires, c'est-à-dire dont les signaux de sortie et d'entrée sont sinusoïdaux et de même fréquence. En d'autres termes, ils permettent de savoir à une fréquence donnée comment se répartit l'énergie dans un quadripôle.

Pour les raisons invoquées au § 3.1.4., les synthétiseurs sont des générateurs de puissance. Celle-ci est fixée par l'expérimentateur à une valeur donnée en dBm pour une impédance d'entrée de 50 Ω (voir "notations et définitions"). Pour être en régime linéaire, nous n'avons travaillé qu'à des puissances inférieures à -47 dBm (voir chapitre 5).

En général, Z_e n'est pas égale à 50 Ω . Pour en tenir compte, une régulation de la puissance est effectuée par un contrôleur automatique de gain via une contre réaction au niveau des coupleurs.

Afin de réduire le bruit de la mesure, nous avons utilisé dans les deux cas la fonction de moyennage. Il faut savoir en effet que l'erreur relative sur Γ est inversement proportionnelle à la racine carrée du nombre de moyennage. Un compromis entre l'erreur résiduelle et le temps total de mesure nous a amené à choisir de moyennier 50 mesures dans le premier cas, entre 4 et 25 mesures dans le second.

De même, le choix du nombre de points procède d'un compromis : nous l'avons fixé à 64 dans le premier cas, à 1601 au maximum dans le second (imposé par l'appareil).

Les sources synthétisées délivrent des signaux sinusoïdaux et sont commandées par pas pour réaliser le balayage en fréquence ("sweep" en anglais) demandé par l'utilisateur. Le choix d'une petite vitesse de balayage augmente encore la précision.

En définitive, dans ces conditions, le temps total de mesure est de l'ordre de 10 minutes.

Afin de permettre son refroidissement dans un cryostat, l'échantillon est placé au bout d'une ligne coaxiale MICROCOAX (référence UT85-SS) d'impédance caractéristique $Z_c = Z_0 = 50 \pm 1,5 \Omega$ et de longueur 1,2 m. Une embase SMA RADIALL (référence R 125 620 000) assure la transition entre la géométrie coaxiale et celle, planaire, de l'échantillon.

Notons ici que la reproductibilité des résultats en hyperfréquences est un problème délicat. Une poussière de 100 μm coincée entre deux connecteurs peut ainsi être la source d'un écart sur la phase de S21 d'environ 0,5°!

Des précautions sont nécessaires que nous pouvons résumer ainsi :

- tester chaque élément de la chaîne en module et phase et nettoyer toutes les connexions avec un gaz pur avant chaque campagne de mesures,
- garder toujours les mêmes conditions de mesure (éléments, positions, serrages); l'emploi de clés dynamométriques est donc nécessaire; attacher les câbles est conseillé,
- éviter les torsions de câble et les rayons de courbure trop petits,
- limiter les longueurs des câbles et les cycles thermiques trop fréquents ou trop rapides,
- préférer des câbles semi-rigides.

3.3.2. Contrôle des autres paramètres et aspects cryogéniques :

Pour mesurer les températures, nous avons utilisé des thermomètres à résistance (de platine entre 300 K et 30 K, de germanium entre 30 K et 4 K). La mesure de cette résistance s'effectue par une mesure courant-tension en 4 fils avec une incertitude relative de 0,06 %. Ces thermomètres sont reliés à un connecteur JAEGER douze broches avec quatre fils de constantan tressés. Ils sont pressés par des vis sur le bloc de cuivre qui constitue le porte-échantillon.

La régulation de la température s'effectue grâce à un pont capacitif. Il consiste à fixer une puissance de chauffage en fonction du rapport d'une capacité céramique (27 nF à 300 K) placée près de l'échantillon sur une capacité de référence de 4 nF plongée dans l'azote liquide. La puissance de chauffage transite dans une résistance placée près de l'échantillon. L'équilibre thermique est réalisé grâce à une fuite thermique en laiton, dont le diamètre est choisi en fonction de la gamme de température envisagée.

L'intérêt d'une telle régulation est de s'affranchir des effets de magnétorésistance très importants pour les thermomètres résistifs usuels. L'inconvénient de cette technique réside dans le fait que les capacités utilisées sont des systèmes du type "verres de spins" pour lesquels la réponse à un échelon dépend de l'amplitude de celui-ci et dont la stabilité n'est jamais parfaite (dérive). Pour se fixer les idées, retenons qu'entre 10 K et 110 K, après un échelon correspondant à 1 K, la température de consigne est atteinte à 10 mK près en 20 minutes. Nous restons dans cette plage de stabilité de température pendant une heure environ.

Les caractéristiques des deux lignes coaxiales disponibles sont :

- écran en inox de diamètre 2,2 mm,
- âme en inox recouverte d'une fine épaisseur de cuivre et d'argent, de diamètre 0,51 mm,
- diélectrique téflon.

L'utilisation de l'inox permet de limiter l'apport de chaleur sur l'échantillon. Par contre, cela augmente considérablement les pertes électriques des lignes coaxiales ($\approx 1,6$ dB/m à 77 K et 2 GHz, contre $\approx 0,4$ dB/m avec du cuivre).

Le système cryogénique est classique et se compose :

- des deux enveloppes en inox entourant les lignes coaxiales, le tout constituant la canne de mesure,
- d'un cryostat azote liquide/hélium liquide,
- des pompes à palettes et à diffusion nécessaires pour les vides d'isolement.

Hors chauffage, l'apport de chaleur sur l'échantillon est limité à environ 8 mW [113]. Celui-ci baigne dans de l'hélium gazeux (quelques pressions atmosphériques à 300 K).

La bobine supraconductrice en NbTi est capable de fournir un champ magnétique statique de 0,1 à 7 T selon l'axe de la ligne, homogène sur ± 5 cm. Pour faire varier l'orientation de ce champ, nous faisons varier l'angle que fait l'échantillon avec lui. Des angles de 0° , 45° et 90° sont actuellement possibles, à $\pm 3^\circ$.

3.4. CALIBRATION :

Il nous est impossible de mesurer directement le coefficient de réflexion de l'échantillon, mais seulement un coefficient Γ total faisant aussi intervenir les appareils, la ligne coaxiale d'amenée, les différents connecteurs et le porte-échantillon.

C'est le rôle de la calibration de supprimer ces réflexions parasites et de permettre la mesure du coefficient de réflexion de l'échantillon seul.

Toutes les méthodes de calibration existantes visent donc à corriger des termes d'erreurs systématiques déterminés par la mesure de différents étalons connus. La méthode la plus utilisée est celle dite "OSL" (de l'anglais "Open-Short-Load") : elle consiste en la mesure de la réponse en fréquence d'un circuit ouvert, d'un court-circuit et d'une charge adaptée de 50Ω . Ces étalons sont mesurés successivement, après avoir été positionnés à la place de l'échantillon à étudier.

Ceci étant fait, une étape de calcul permet alors de définir un "plan de calibration" ou plan de référence électrique. Dans ce plan se trouve l'origine des phases : c'est donc à cet endroit de la ligne que seront calculés l'impédance d'entrée et le coefficient de réflexion.

Dans notre cas, la réalisation de cette correction est très difficile car s'y rajoute des problèmes cryogéniques. En effet, les étalons fournis par les constructeurs ne doivent pas être utilisés à des températures inférieures à -50°C . Nous avons donc deux attitudes possibles :

- soit construire et caractériser des étalons capables d'être utilisés jusqu'à 4,2 K,
- soit prendre en compte la modification avec la température d'une calibration effectuée à l'ambiante avec les étalons standards.

3.4.1. Calibration entre 5 MHz et 1GHz :

Dans cette gamme de fréquences, nous avons choisi de réaliser et de caractériser des étalons OSL adaptés aux basses températures.

Chacun des trois étalons est constitué par une embase SMA suivie d'une charge. Compte tenu du fait que chaque échantillon mesuré à la même embase en amont, ceci signifie que le plan de calibration se trouve directement au niveau de l'échantillon.

La figure III-g montre comment ont été conçus ces étalons. Ils se composent tous de l'embase déjà mentionnée, d'un plan de masse épais en cuivre, d'un fil d'or de diamètre 20 μm et de longueur 1 mm pour connecter l'arrivée coaxiale à la charge et pour absorber les contraintes thermiques, d'un substrat de MgO sur lequel repose :

- soit un dépôt d'or en circuit ouvert,
- soit une couche de peinture d'argent en court-circuit,
- soit une résistance microonde de 50 Ω nominal soudée à l'indium.

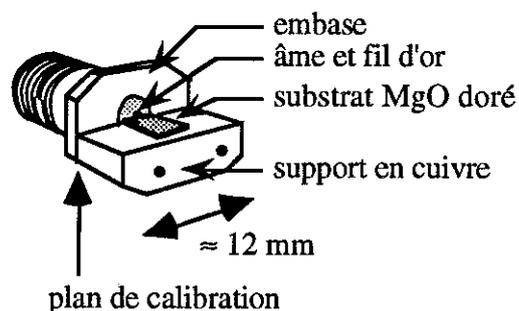


Figure III-g : dessin de l'étalon circuit ouvert

Nous avons légèrement modifié le calcul classique de la calibration OSL, de façon à ce que Z_0 n'intervienne pas. Par là même, nous n'avons pas besoin de connaître la variation de Z_0 avec la température.

Si V_B et V_A sont les tensions directement aux bornes des accès A et B de l'analyseur ZPV-E3, nous montrons en annexe qu'après calibration toute impédance d'entrée peut être exprimée en fonction du rapport V_B/V_A proportionnel au Γ mesuré :

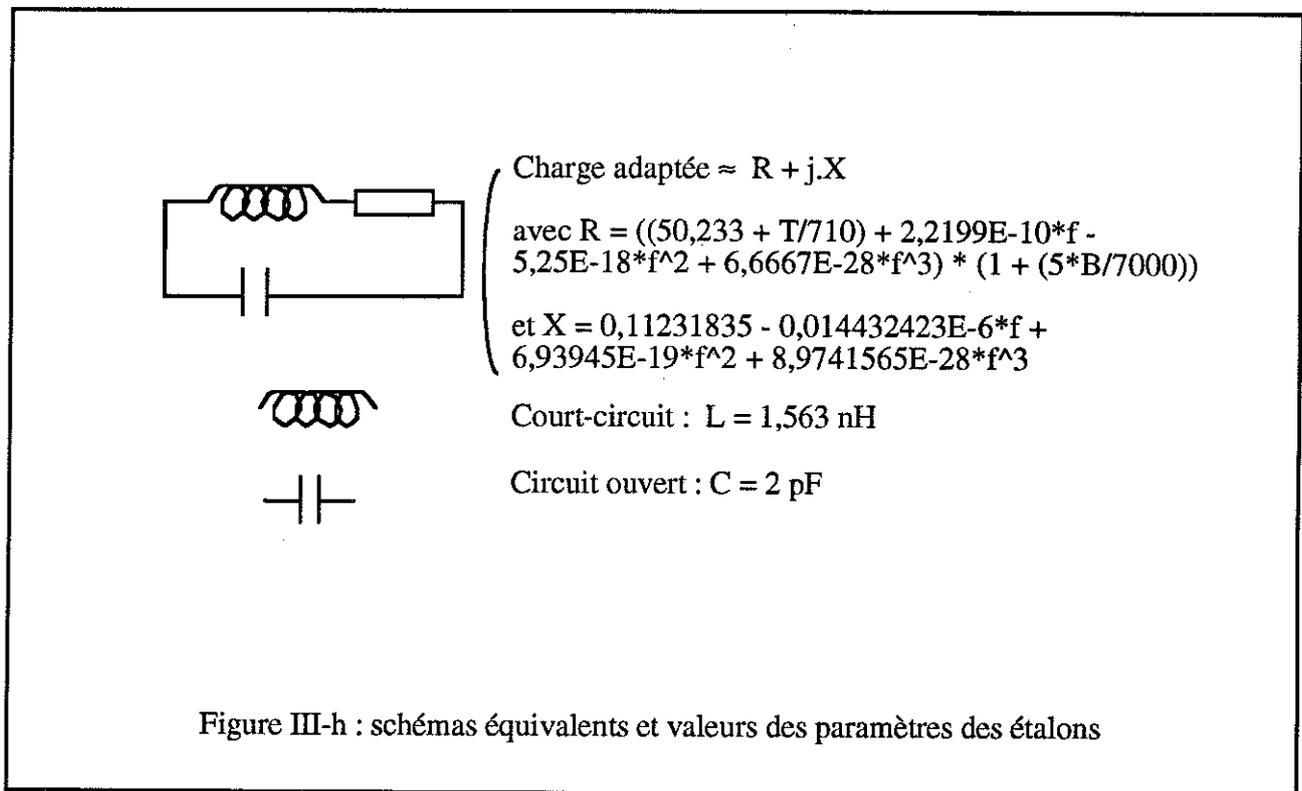
$$Z_e = \frac{\gamma - \alpha \cdot \frac{V_B}{V_A}}{\beta \cdot \frac{V_B}{V_A} - 1} \quad (\text{III-20})$$

α , β et γ sont des coefficients complexes déterminés par des mesures de Γ pour les trois étalons.

En théorie, l'impédance d'entrée du circuit ouvert devrait être infinie, celle du court-circuit nulle et celle de la charge adaptée de 50Ω . En pratique, aux fréquences considérées, le circuit ouvert est équivalent à une capacité, le court-circuit à une inductance, et la charge adaptée à une impédance de module proche de 50Ω et de phase quasiment nulle.

Nous avons mesuré avec l'analyseur HP 8720B l'impédance d'entrée de chacun de ces étalons à température ambiante et dans la gamme 130 MHz - 1 GHz. Pour ce faire, une calibration OSL a été effectuée avec un coffret de calibration de précision fourni par le constructeur (référence HP 85052 D), le calcul de correction étant automatique et intégré à l'appareil. Nous avons obtenu 2 pF pour la capacité du circuit ouvert et 1,563 nH pour l'inductance du court-circuit (dépendance linéaire avec la fréquence de l'admittance ou de l'impédance d'entrée). Le calcul, basé sur des formules analytiques classiques [102], donne 2 pF et 1,56 nH. L'accord est très bon.

Pour la charge adaptée, nous avons ajusté un polynôme d'ordre 3 à la courbe expérimentale obtenue, en partie réelle et en partie imaginaire. Un calcul approché donne la même allure à $\pm 1 \Omega$ en module et $\pm 1^\circ$ en phase près. Ce calcul se sert du schéma équivalent réaliste d'une capacité en parallèle avec une inductance et une résistance de valeur égale à celle de la charge en courant continu (figure III-h).



Nous avons effectué une calibration à différentes températures (4,2 K, 10 K, 30 K, 50 K, 60 K, 70 K, 80 K et 90 K) et pour différents champs (0 T, 0,5 T, 3 T et 7 T). Nous avons tenu compte de la variation des caractéristiques des étalons avec la température et le champ magnétique à partir des données dont nous disposons sur :

- la constante diélectrique du MgO (voir nos mesures en annexe),
- la résistance en courant continu de la charge (+ 0,4 Ω entre 300 K et 4,2 K, + 0,5 ‰ entre 0 et 7 T),
- les contractions thermiques des différents matériaux.

De plus, nous avons supposé que les variations relatives en fréquence de la partie réelle de la charge adaptée ne changeaient pas.

La différence qui existe entre deux calibrations à une même température, entre 0 T et 7 T, est très faible (< 1 ‰ sur Γ). Par contre, elle n'est pas négligeable entre 4,2 K et 80 K à champ magnétique constant (< 2 ‰ sur Γ).

Afin de tester la précision de notre calibration, nous avons mesuré à $T = 300\text{ K}$ et 77 K l'impédance d'entrée d'une résistance de $10\ \Omega$ montée en court circuit sur le même type de porte échantillon que les étalons. Cette résistance est prévue pour avoir une impédance complexe stable en fréquence jusqu'à 10 GHz . Les résultats à 77 K sont indiqués figure III-h.

Par souci de clarté, nous avons décomposé ici la correction en deux parties. L'inductance du fil de liaison est calculée par une formule analytique classique. Nous pouvons constater que la partie réelle obtenue est plate et de valeur moyenne égale à celle en courant continu ($9,5\ \Omega$). La partie imaginaire obtenue est bien de valeur moyenne nulle.

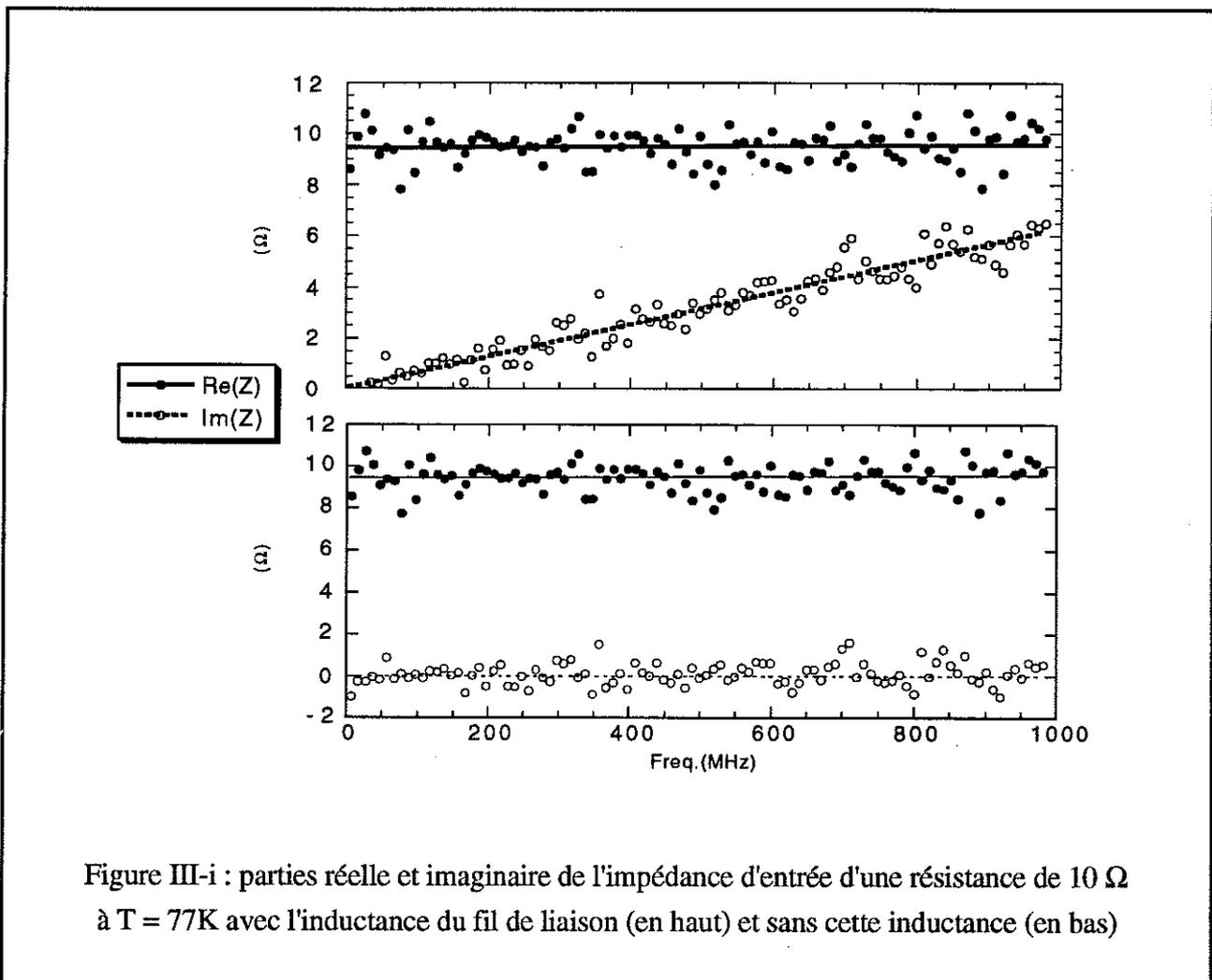


Figure III-i : parties réelle et imaginaire de l'impédance d'entrée d'une résistance de $10\ \Omega$ à $T = 77\text{K}$ avec l'inductance du fil de liaison (en haut) et sans cette inductance (en bas)

Il apparaît sur les courbes de la figure III-i un bruit qui provient des diverses incertitudes de la chaîne de mesure hyperfréquence. Il y a d'abord l'incertitude du pont directionnel qui est une fonction du coefficient de réflexion mesuré et de la directivité du pont. Il y a ensuite l'incertitude sur le module et la phase du coefficient de réflexion due à l'analyseur vectoriel. D'après notre estimation, ceci se traduit par une fluctuation totale maximale d'environ $0,5 \Omega$ pour une puissance incidente de -7 dBm. L'incertitude sur la valeur exacte des paramètres des étalons se traduit par une erreur sur la valeur absolue de l'impédance d'entrée. Les calculs détaillés sont donnés en annexe. Ils font apparaître que l'incertitude totale sur l'impédance d'entrée est minimale lorsque celle-ci est proche de 50Ω . Ce fait est caractéristique de la méthode réflectométrique. Dans tous les cas, cette incertitude totale ne dépasse pas 2Ω .

3.4.2. Calibration entre 130 MHz et 5 GHz :

Dans cette gamme de fréquences, nous avons choisi de modifier avec la température une calibration OSL standard faite à 300 K. Ce choix s'explique par le fait que la conception d'étalons adaptés aux basses températures et aux fréquences supérieures à 1 GHz est d'une grande complexité technique. En effet, la longueur d'onde devenant plus courte, certains éléments parasites deviennent non négligeables. L'emploi d'un fil d'or, par exemple, est une source de problèmes insolubles au-dessus de 12 GHz car il est alors équivalent à un filtre passe-bas peu reproductible et difficilement caractérisable [114].

Nous ne pouvons donc pas prétendre faire une véritable calibration car cette démarche suppose un certain nombre d'approximations que nous allons expliciter. Tout au plus parlerons-nous de "pseudo-calibration". C'est un problème commun aux mesures hyperfréquences à froid [115].

La calibration standard a été réalisée avec le coffret HP 85052 D dont nous avons déjà parlé. Les étalons de ce coffret sont de géométrie coaxiale et leurs connecteurs sont du type APC 3.5. Les caractéristiques de ces étalons utiles à la calibration se trouvent en mémoire dans l'analyseur de réseau HP 8720B. Le calcul de correction intégré à l'appareil définit un plan de calibration qui se trouve à l'interface entre le connecteur du câble d'amenée et le connecteur APC 3.5.

Si nous voulons éviter de prendre en compte l'embase en amont des échantillons à mesurer, il nous faut décaler le plan de calibration. Cette embase est en fait un morceau de ligne coaxiale de longueur l , d'impédance caractéristique proche de 50Ω et de pertes négligeables.

Dans ce cas, nous pouvons écrire :

$$\Gamma = \Gamma_{\text{mesuré}} \cdot \exp(-j \cdot 2 \cdot \beta \cdot l) \quad (\text{III-21})$$

La valeur cruciale pour ce déphasage est le produit $\beta \cdot l$ donc, d'après (III-6), le produit $\sqrt{\epsilon_r} \cdot l$.

L'analyseur de réseau HP 8720 B offre ainsi la possibilité de décaler le plan de calibration. Il suffit d'introduire les deux paramètres ϵ_r et l .

Selon la documentation de l'embase, $l = 7,6$ mm et $\epsilon_r = 2$.

Ce décalage du plan de calibration suppose que le morceau de ligne coaxiale est sans perte et d'impédance caractéristique rigoureusement égale à 50Ω . Il suppose de plus qu'il n'y a pas de réflexions parasites à la transition entre le câble coaxial et l'embase, c'est-à-dire au niveau de l'ancien plan de calibration. Au-dessus de 6 GHz, ces hypothèses contraignantes entraînent des erreurs systématiques trop importantes pour que cette méthode soit valable.

Lorsque la température diminue, la résistance de la ligne d'amenée (terme principal des pertes) diminue également. De plus, il y a des contractions thermiques qui sont sources de déphasages. La constante diélectrique de l'isolant du câble varie elle aussi. Sur la gamme de fréquence considérée, nous avons vérifié [116] que cette dernière grandeur augmentait de 1 % entre 300 K et 77 K.

Par conséquent, la calibration effectuée à température ambiante n'est plus utilisable, à moins de tenir compte de toutes ces variations dans le calcul de correction. C'est ce que nous avons fait en procédant en deux étapes : un décalage supplémentaire du plan de calibration pour annuler les déphasages et une normalisation pour tenir compte de la baisse de la résistance du câble quand la température diminue.

Nous justifions en annexe la validité de cette procédure jusqu'à 5 GHz. Si Γ est le coefficient de réflexion qui serait mesuré en bout de ligne avec une calibration parfaite, nous mesurons en fait Γ' tel qu'au 1er ordre :

$$\Gamma' = \Gamma \cdot e^{-2 \cdot l \cdot 2 \cdot (\gamma_2 - \gamma_1) + 2 \cdot \gamma_1 \cdot l_0} \quad (\text{III-22})$$

Les grandeurs qui apparaissent dans cette équation sont définies dans "Notations et définitions" au début de ce mémoire. Le premier terme, en $\gamma_2 - \gamma_1$, donne un déphasage correspondant à la variation de la constante diélectrique de la ligne entre 300 K et T. En terme de perte, il rend compte de la diminution des pertes à basse température. Le terme en $\gamma_1 \cdot l_0$ rend compte directement de la diminution de la longueur de la ligne, la calibration étant faite à 300 K avec une longueur totale $l = l_1 + l_2 + l_0$.

Cette approximation ne considère pas la modification due à la température du connecteur en bout de ligne (voir en annexe).

Nous verrons par la suite que nous disposons de lignes supraconductrices qui présentent un pic de résonance sur $|Z_e|$ ou $\text{Re}(Z_e)$, à des fréquences inférieures à 1 GHz. Nous avons utilisé ces lignes pour effectuer la correction du déphasage.

Par déplacement du plan de calibration, nous pouvons en effet faire coïncider la fréquence de résonance mesurée par l'analyseur de réseau HP 8720 B avec celle mesurée par l'analyseur RHODE & SCHWARZ, en utilisant notre calibration basse température décrite précédemment. A 89 K, le décalage nécessaire était de 12,6 mm avec $\epsilon_r = 2$ (figure III-j). A 10 K, il était de 13,6 mm. Ces valeurs sont en accord avec l'estimation théorique donnée en annexe. L'incertitude sur la position du pic est de l'ordre de 30 MHz à cause du nombre limité de points utilisés entre 5 MHz et 1 GHz.

Compte tenu de la formule (III-21), la longueur fictive l dont nous déplaçons le plan de référence est indépendante de la fréquence.

Le terme correctif qui nous permet de retrouver Γ à partir de Γ' dépend de α_2 et α_1 qui, eux-mêmes, dépendent de la fréquence. Par comparaison avec la calibration basse température nous ne pourrions pas effectuer la normalisation au-delà de 1 GHz. Nous avons alors utilisé une normalisation par rapport à un circuit ouvert très précisément mesuré à 300 K, tel que le module de son coefficient de réflexion soit égal à 1 à 1,5 % près jusqu'à 5 GHz (figure III-k). Dans ce cas, la normalisation peut être effectuée à chaque fréquence.

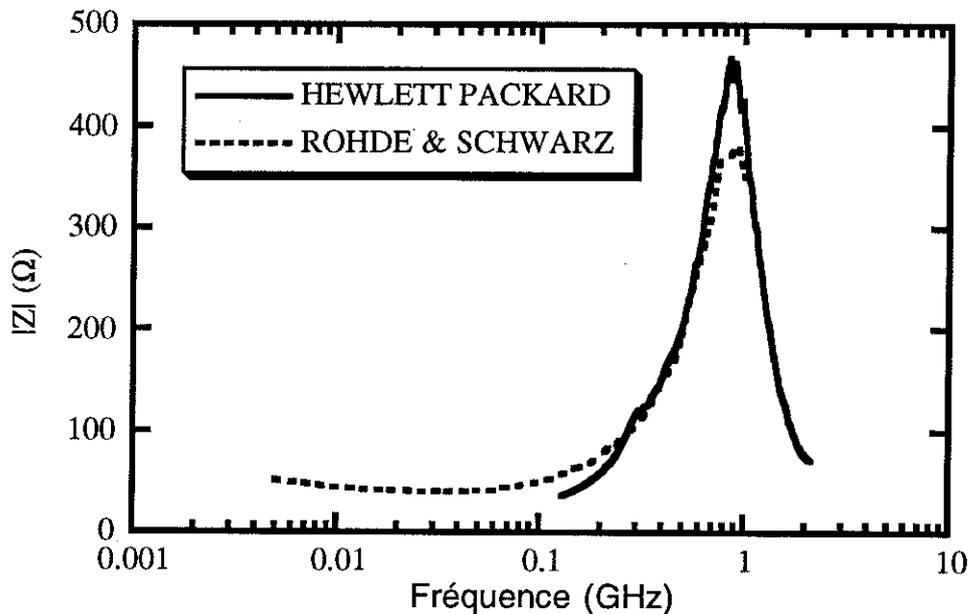


Figure III-j : calage de la phase de S11 par mesure résonnante à $T = 89$ K

Ce circuit ouvert est réalisé avec une embase SMA seule, dont l'embout terminal servant à la connexion est coupé. Le calcul de sa capacité donne 28,87 fF et est donné en annexe. La mesure de son impédance d'entrée à température ambiante avec un décalage de 7,6 mm et un ϵ_r de 2 donne 30 fF jusqu'à 10 GHz, en bon accord avec la valeur calculée.

Nous supposons que cette capacité varie peu avec la température (les contractions thermiques induisent en fait une variation inférieure au %). Cette hypothèse est justifiée par le fait que c'est une capacité de bout, c'est-à-dire que les lignes de champ électrique se trouvent principalement dans l'hélium gazeux. Par là même, le coefficient de réflexion de ce circuit ouvert ne varie pas non plus avec la température. En utilisant simplement la calibration à 300 K, l'augmentation de $|S_{11}|$ observée lorsque la température diminue (figure III-k) met bien en évidence l'effet attendu lorsqu'il n'y a pas de correction de la diminution des pertes de la ligne d'amenée.

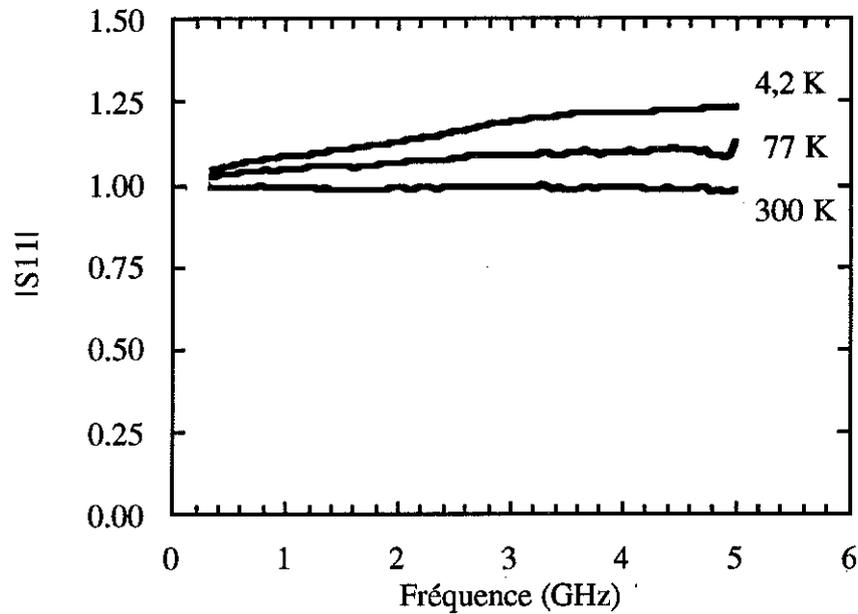


Figure III-k : variation du module de S11 du circuit ouvert "30fF" en fonction de la fréquence et à différentes températures (calibration à 300 K)

Tout ce processus de calibration étant réalisé, nous sommes capables de mesurer l'impédance d'entrée $Z_e(v)$ d'un échantillon résonnant ou non jusqu'à 5 GHz. Dans la figure III-l, nous comparons les mesures effectuées par l'analyseur RHODE & SCHWARZ avec la calibration basse température et les mesures effectuées sur le même échantillon par l'analyseur HP 8720 B avec la calibration valable jusqu'à 5 GHz. L'accord entre les deux mesures est excellent.

Tous les calculs détaillés concernant cette pseudo-calibration se trouvent en annexe.

3.4.3. Evolutions futures :

Nous prévoyons de réaliser et de caractériser un coffret de calibration utilisable aux basses températures jusqu'à des fréquences de l'ordre de 12 GHz.

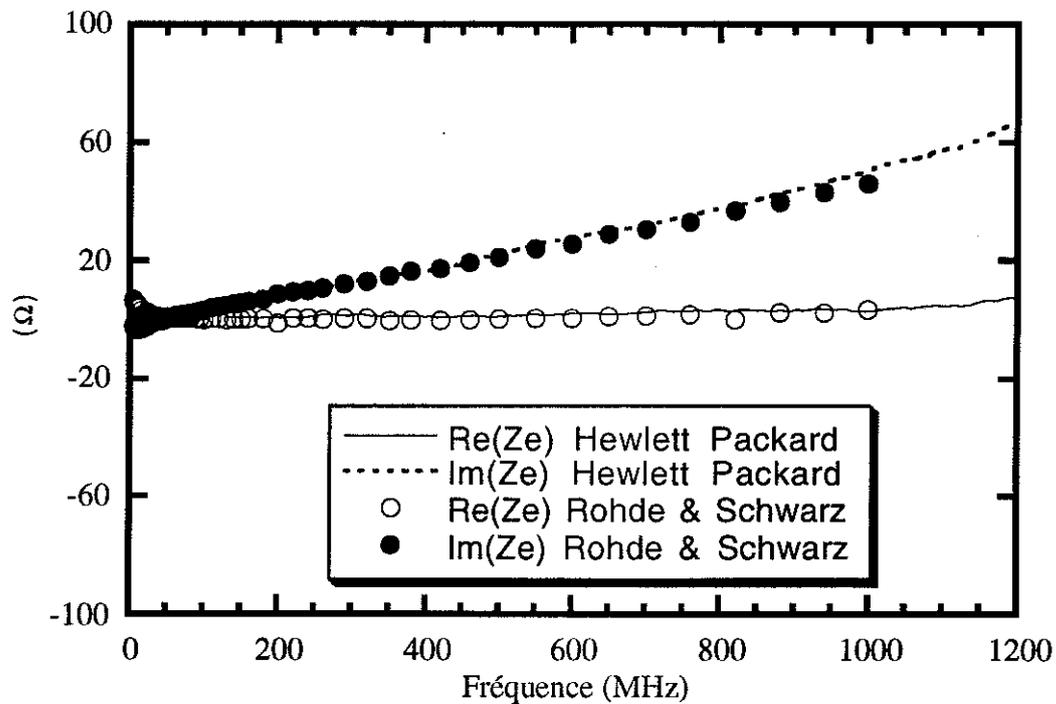


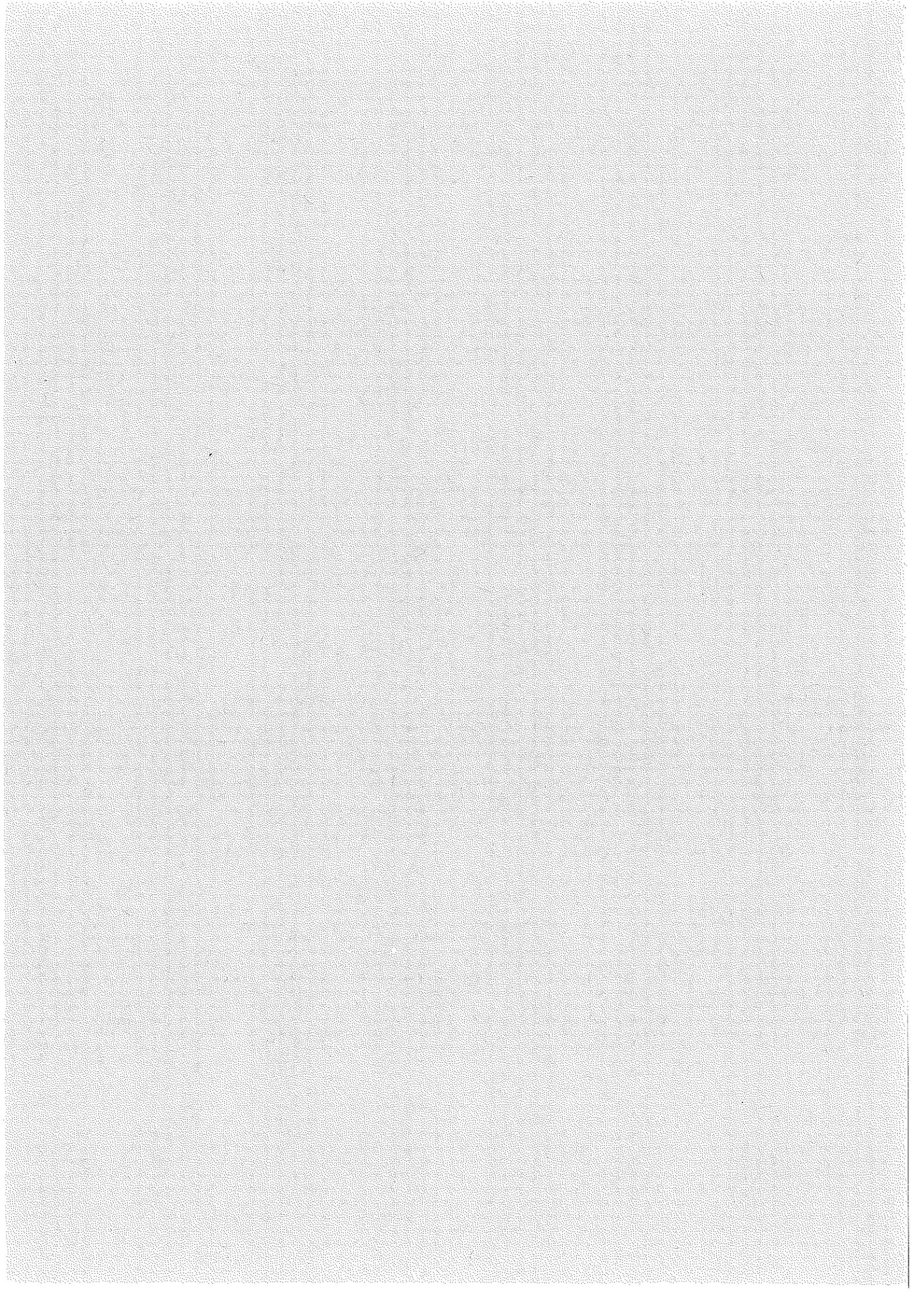
Figure III-1 : comparaison entre les deux procédures de calibration pour une même mesure (échantillon supraconducteur, $T = 80 \text{ K}$)

Nous pensons que c'est possible à condition de renoncer à la calibration OSL. En effet, l'étalon le plus difficile à construire et le plus susceptible d'évoluer en température est la charge adaptée. Nous allons donc essayer deux procédures de calibration différentes : l'OST et la TRL. Elles ont en commun de nécessiter deux lignes d'amenée.

L'OST (T comme "Thru" en anglais) est une calibration OSL pour laquelle l'étape de la charge adaptée est remplacée par celle d'une jonction directe entre les deux accès de l'analyseur de réseau. Du point de vue formel, les calculs sont identiques car l'impédance d'entrée reste égale à 50Ω . Du point de vue pratique, l'étalon Thru est beaucoup plus simple à réaliser et est stable en température. Nous utiliserons des connecteurs SMA 2.9, plus stables en température. Les étalons court-circuit et circuit ouvert s'inspireront fortement de ceux du coffret HP 85052 D.

La TRL ("Thru-Reflect-Line" en anglais) est une procédure de calibration spécifiquement conçue pour la mesure d'échantillons ou de dispositifs planaires [114]. Les étalons doivent être de la même technologie que le dispositif à étudier (microruban, triplaque, substrat, etc.). Sans rentrer dans les détails, retenons que l'étalon "Reflect" est équivalent à une ligne en circuit ouvert sur chacune des deux lignes d'amenée. Avec l'étalon "Thru", ils définissent l'emplacement des plans de calibration sur chaque port. L'étalon "Line" permet de définir la gamme de fréquence dans laquelle le coffret est utilisable.

Ce type de calibration TRL n'était pas possible avec l'analyseur de réseau HP8720B dont je disposais au début de mon travail de thèse. Récemment, une option spéciale a été réalisée par HEWLETT PACKARD qui permet d'implanter le difficile calcul de la correction TRL sur l'analyseur. Nous avons acheté cette option et nous pouvons donc envisager d'utiliser la TRL à basse température.



CHAPITRE QUATRE : PREPARATION DES ECHANTILLONS

4.1. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS :

Dans la mesure du possible, nous avons fait une caractérisation systématique des échantillons dont nous disposions. Cette caractérisation servait d'abord à connaître leur qualité originelle puisque les mesures en hyperfréquence sont sensibles, par exemple, à la granularité. Elle s'avéra par la suite fort utile pour l'interprétation des résultats expérimentaux.

Elle se compose de :

- la mesure de la résistivité en courant continu en fonction de la température,
- l'analyse texturale aux rayons X,
- l'analyse morphologique au Microscope Electronique à Balayage (MEB).

Accessoirement, certains échantillons ont été caractérisés également par des mesures de courant critique.

Nous présentons dans cette thèse les résultats obtenus sur neuf échantillons différents. Le tableau E donne la fiche signalétique de chacun d'eux.

4.1.1. Mesures de résistivité :

Nous avons utilisé un montage expérimental de mesure rapide de la résistivité en fonction de la température disponible au laboratoire. La mesure se fait en courant alternatif basse fréquence et en quatre fils. Sa résolution est de 1 m Ω . Lorsque la surface de l'échantillon était supérieure au cm², nous avons utilisé la méthode de Van der Pauw [117-118].

Ces mesures nous ont permis de déterminer les températures critiques des échantillons et leurs résistivités dans l'état normal (voir "Notations et définitions" et la figure IV-a).

Les résultats sont indiqués dans le tableau F. Ils appellent quelques commentaires.

Tous ces échantillons ont des températures critiques proches sauf T3 qui présente un petit pied résistif. R1 et T4, bien qu'assez résistifs dans l'état normal, ont de très bonnes températures de transition.

Réf.	Matériaux	Méthode	Lieu, date et réf. d'origine
R1	HoBaCuO 123 / MgO	Ablation	Rennes 03/93 (L320Ho)
R2	YBaCuO 123 / MgO	Ablation	Rennes 06/93 (L407Y)
T1	YBaCuO 123 / MgO	MOCVD	LMGP 02/92 (MC214)
T3	YBaCuO 123 / LaAlO ₃	MOCVD	LMGP 06/92 (MC354)
T4	YBaCuO 123 / MgO	MOCVD	LMGP 06/93 (M084)
G23	YBaCuO 123 / MgO	Pulvé.	LETI 09/91 (T035)
C2	YBaCuO 123 / LaAlO ₃	Pulvé.	Conductus 03/93
M10	BiSrCaCuO 2212 / MgO	Pulvé.	Orsay 10/91 (735/280/50)
K2	Nb / Saphir	Evap.	CRTBT 02/93 (KAT87)

Tableau E : échantillons étudiés

4.1.2. Analyses aux rayons X :

Les techniques citées ici sont très bien décrites dans la thèse de E. Mossang [62]. Nous ne les détaillerons donc pas.

Les spectres classiques $\theta/2\theta$ nous ont souvent été fournis avec les échantillons comme preuves de la phase cristalline indiquée.

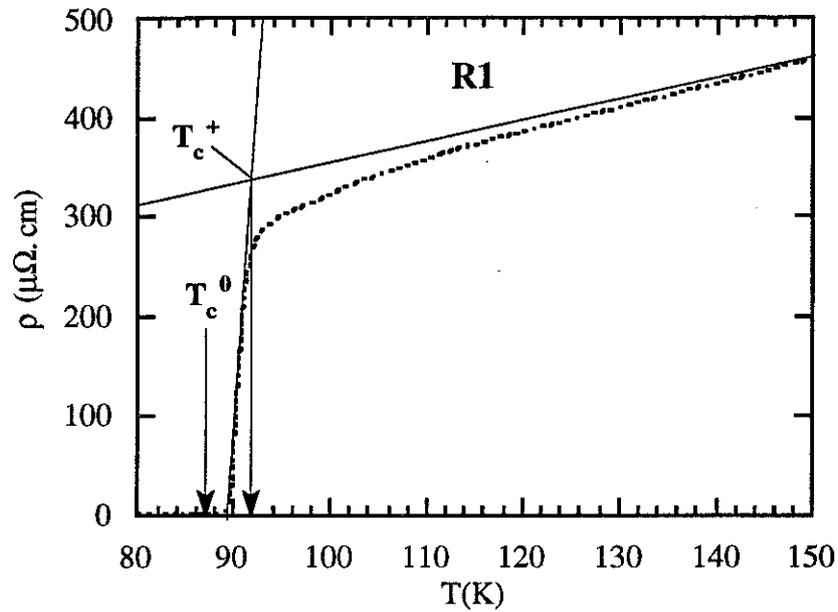


Figure IV-a : résistivité en fonction de la température de l'échantillon R1 et définition des températures critiques

Référence échantillon	ρ à 300K [$\mu\Omega \cdot \text{cm}$]	ρ à 100K [$\mu\Omega \cdot \text{cm}$]	$T_c^0/T_c/T_c^+$ et ΔT_c [K]
R1	740	320	87/90,4/92 et 3
R2	825	360	86/88,2/90 et 2,25
T1	300	110	86,7/88/90 et 2
T3	600	240	84/87/90 et 2,5
T4	549	178	88,2/89,4/90,7 et 0,4
G23	420	180	86/88/90 et 3
M10	475	165	78/85/92 et 7
K2	16,3	4,88	9,13 et 10^{-3}

Tableau F : résistivités et températures critiques des échantillons étudiés

En fait, la diffraction des rayons X nous a principalement permis de déterminer les orientations préférentielles des couches minces à notre disposition. Nous avons aussi utilisé cette technique pour avoir une indication relative de la bonne oxygénation des échantillons grâce à la mesure du paramètre de maille c (raies 001 des spectres $\theta/2\theta$).

Au laboratoire de Cristallographie du CNRS Grenoble, D. Chateigner, P. Germi et M. Pernet [119] ont réalisé un gros travail de caractérisation aux rayons X de nos échantillons. Nos échantillons ont été analysés à l'aide des techniques dites de "rocking-curves" et de "figures de pôles".

Les "rocking-curves" (aussi appelées " ω -scans") permettent de connaître la distribution angulaire moyenne des cristallites dans un échantillon et leur alignement par rapport à la normale à la surface du substrat. C'est donc la possibilité de vérifier l'orientation majoritaire $c \perp$.

La figure de pôles est la représentation stéréographique de la répartition des normales à un ensemble de plans réticulaires $\{hkl\}$. Elle permet une analyse de texture par la connaissance de la distribution de l'orientation des cristallites. Pour chacun de nos échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, nous avons étudié les figures de pôles $\{102\}$ et $\{103\}$ car, ensemble, elles permettent de détecter la présence éventuelle de cristallites orientées à 45° dans le plan du film mince (dénomination " $c \perp 45$ ") et d'une texture dont les cristallites présentent des paramètres a perpendiculaires à la couche (dénomination " $a \perp$ ").

Le tableau G donne pour chaque échantillon :

- la proportion de $c \perp 45$ et de $a \perp$,
- la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de "rocking-curves",
- la valeur du paramètre c .

Nous constatons que les échantillons R1, T1 et T3 sont très bien orientés et que C2 présente de très bonnes caractéristiques structurales. De plus, d'après les valeurs des paramètres c , tous les échantillons sont proches de la stœchiométrie O_7 .

A titre d'exemple, nous présentons en annexe le spectre $\theta/2\theta$ de l'échantillon T4 et les figures de pôles des échantillons R1, T4 et C2.

réf.	c \perp 45	a \perp	FWHM	c
R1	1 à 2 %	0 %	0,26°	11,709 Å
R2	-	-	0,70°	11,697 Å
T1	< 1 %	< 1 %	0,35°	11,680 Å
T3	0 %	< 1 %	0,35°	11,680 Å
T4	4,42 %	0,13 %	0,55°	11,690 Å
G23	< 1 %	< 0,1 %	1,5°	11,701 Å
C2	0 %	< 0,1 %	< 0,4°	11,669 Å

Tableau G : principales données texturales des échantillons

En ce qui concerne M10, à partir des figures de pôles {117} (équivalentes à {103} YBaCuO), nous avons déterminé que cette couche était texturée dans le plan mais que les axes c se trouvaient dans un cône de $\pm 11^\circ$ et qu'il y avait quatre systèmes principaux de désorientations dans le plan. Il faut savoir que le BiSrCaCuO est un matériau difficile à déposer en couches minces car c'est un système à plusieurs phases, d'où un choix délicat des paramètres de dépôt (température, pression d'oxygène).

Le but principal de cette caractérisation aux rayons X était de trouver d'éventuelles corrélations entre nos mesures hyperfréquences et les études structurales. Nous verrons dans le chapitre suivant les conclusions actuelles à ce sujet.

4.1.3. Analyses au MEB :

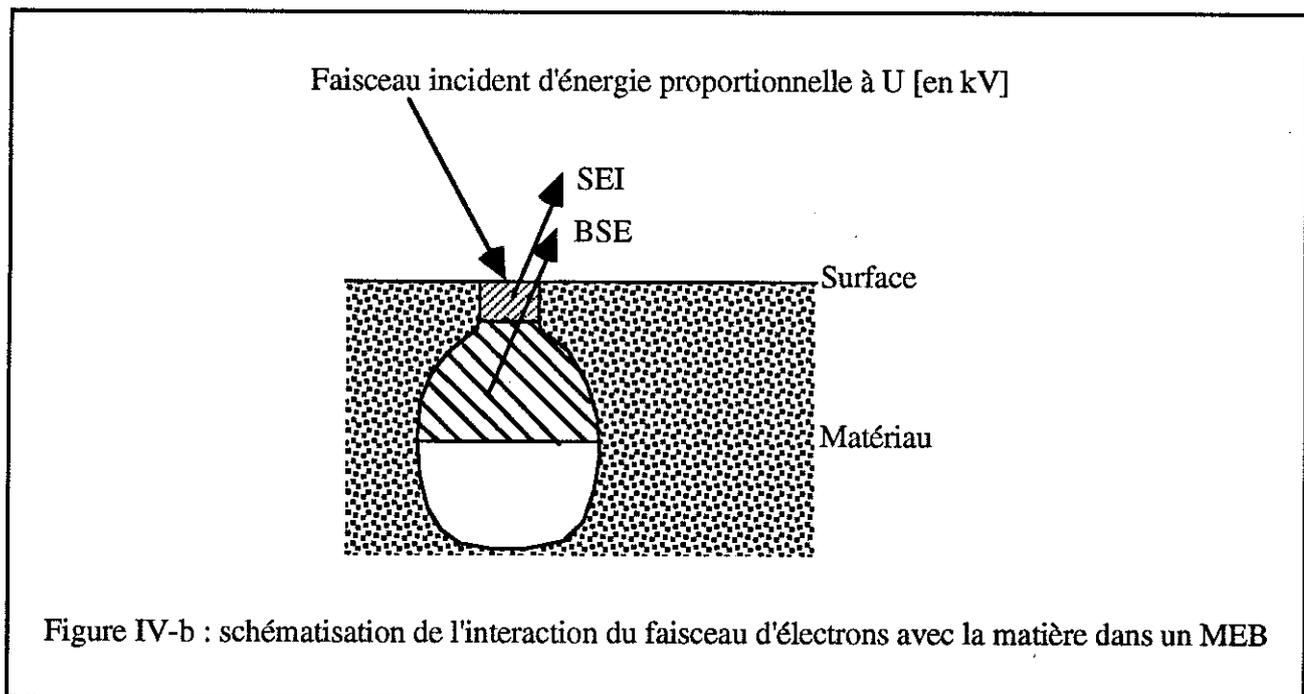
Nous avons accès à deux Microscopes Electroniques à Balayage. L'un d'eux se trouve au laboratoire de Cristallographie du CNRS Grenoble. Il a été fabriqué par la société JEOL et il présente l'avantage de permettre l'analyse chimique quantitative. L'autre, fabriqué par la société CAMBRIDGE, est localisé au CRTBT et sert principalement à la lithographie électronique. La finesse de son faisceau lui procure une très bonne résolution pour l'image ($\approx 30 \text{ \AA}$).

Un échantillon peut être analysé de deux façons différentes suivant le type d'électrons utilisé.

En effet, le faisceau d'électrons incident, lors de son interaction avec le matériau, donne naissance à deux types d'électrons. Les premiers, baptisés "électrons secondaires" (SEI sur les photographies), sont ceux qui sont éjectés en surface par un processus Coulombien. Ils sont de faible énergie. L'épaisseur visualisée avec ces électrons est typiquement de l'ordre de 50 Å. C'est avec ce type d'électrons que la résolution est maximale et que s'effectue une analyse morphologique.

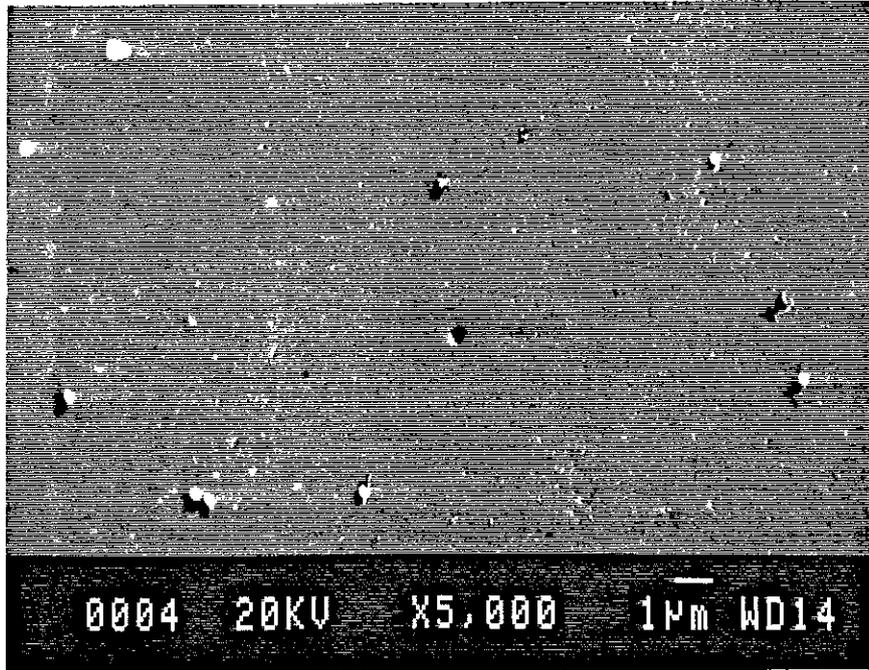
Les seconds, baptisés "électrons rétrodiffusés" (BSE sur les photographies), sont ceux de plus grande énergie qui ressortent du matériau après un processus complexe de chocs élastiques. Ils permettent la visualisation d'une épaisseur typique de 10 µm et l'analyse de la composition chimique du matériau.

La figure IV-b permet de comprendre par le dessin ces définitions.

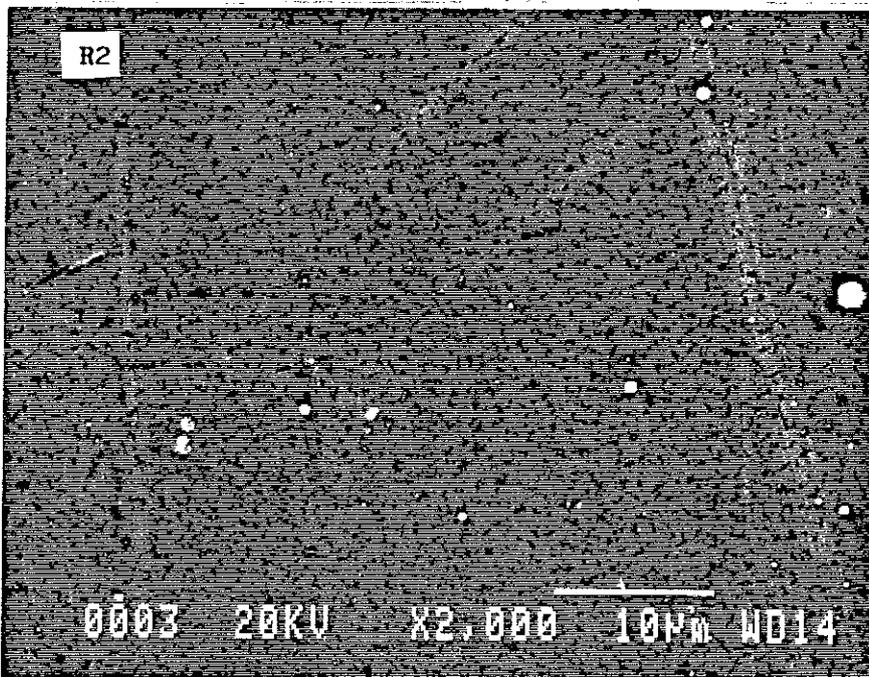


Les pages qui suivent montrent donc des photographies prises au MEB des échantillons étudiés, en SEI et en BSE. Les commentaires sont indiqués en légendes.

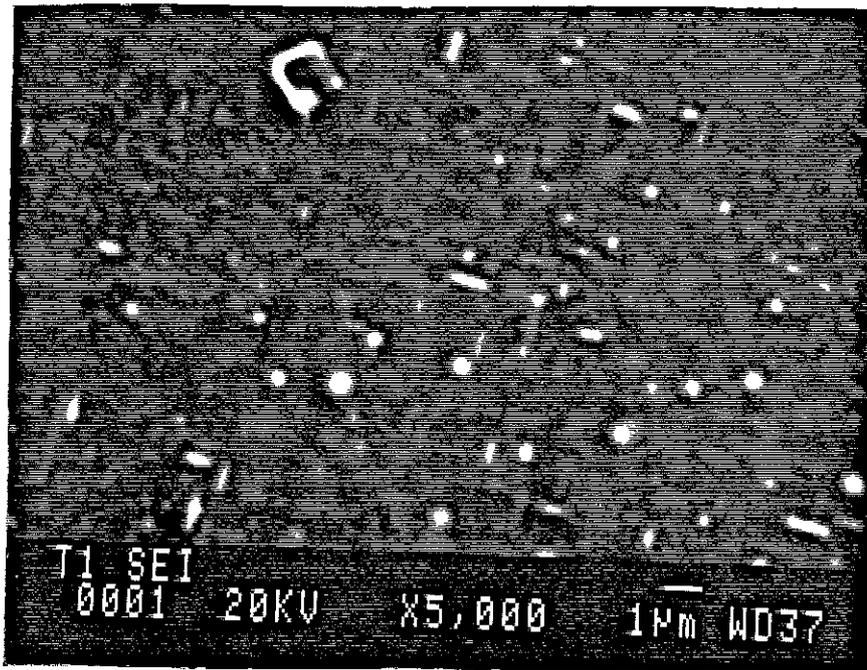
Ils font apparaître qu'une couche mince peut être très homogène et peu rugueuse mais avoir de mauvaises caractéristiques structurales, et inversement.



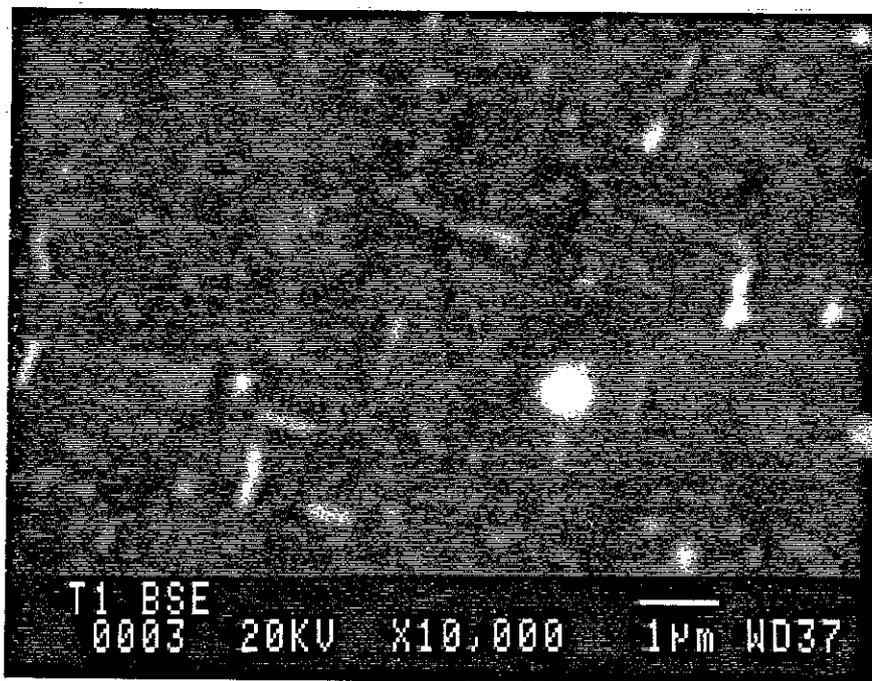
Photographie SEI de R1 : aspect très homogène, quelques trous et gouttelettes de diamètre $\approx 0,5 \mu\text{m}$



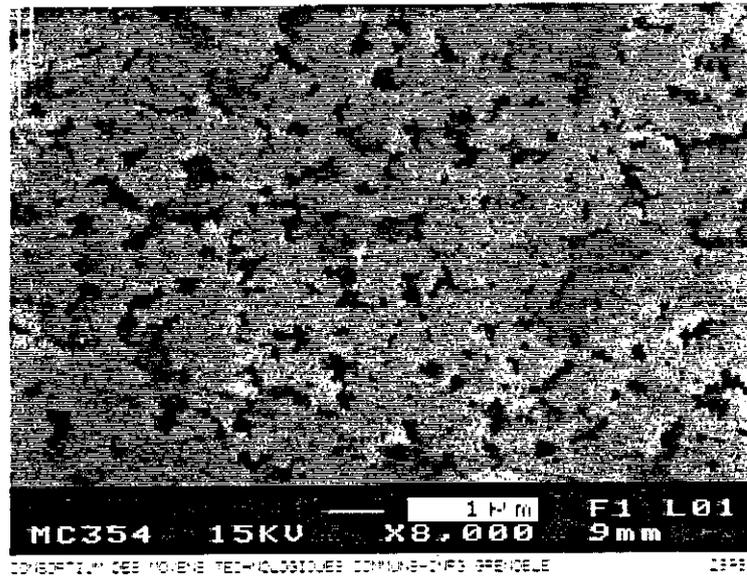
Photographie SEI de R2 : des gouttelettes, beaucoup de trous et de différences d'épaisseur, quelques traces (aspect initial du substrat?)



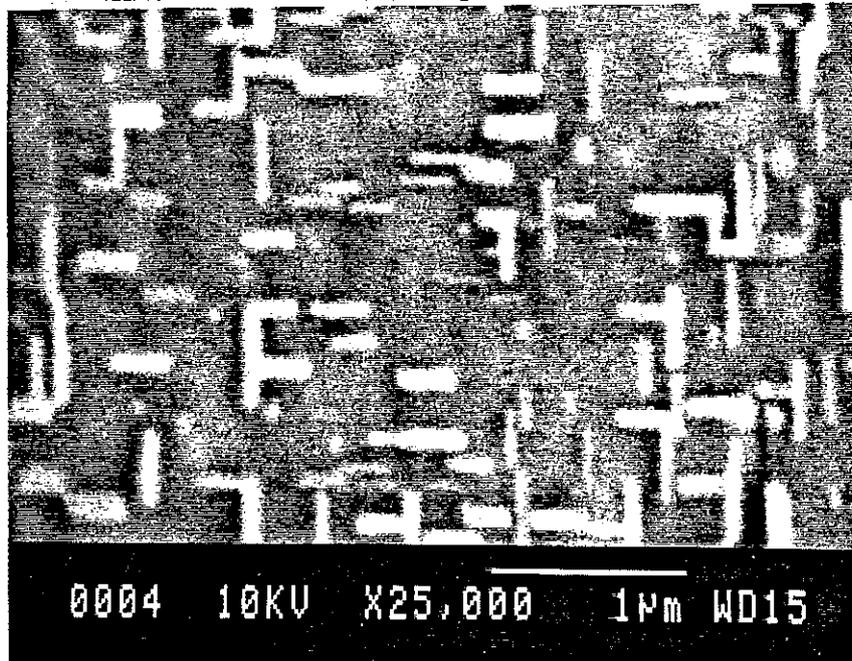
Photographie SEI de T1 : des inclusions (taches blanches) et des cristallites a \perp (barreaux)



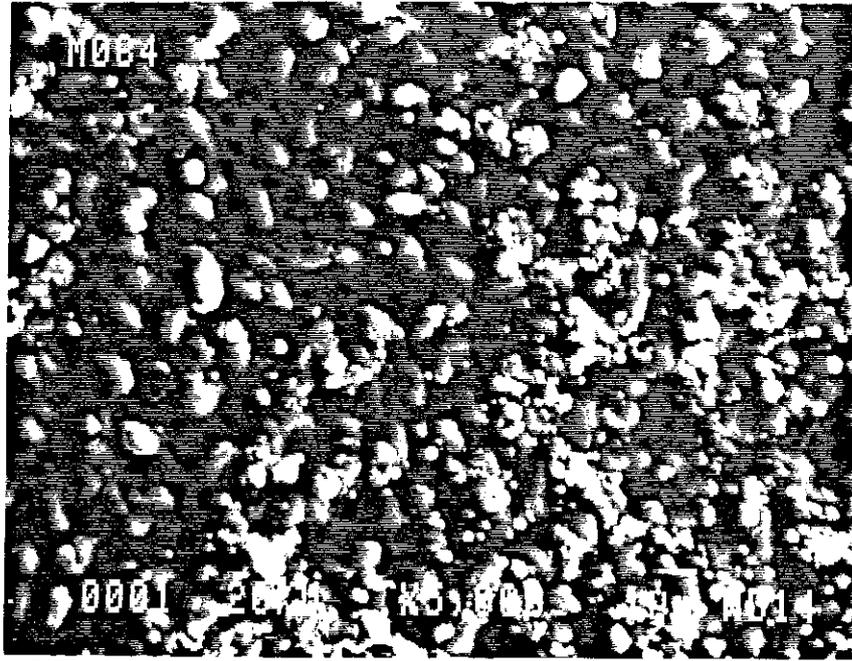
Photographie BSE de T1 : ces inclusions de CuO (de diamètre $\approx 1 \mu\text{m}$) traversent toute la couche



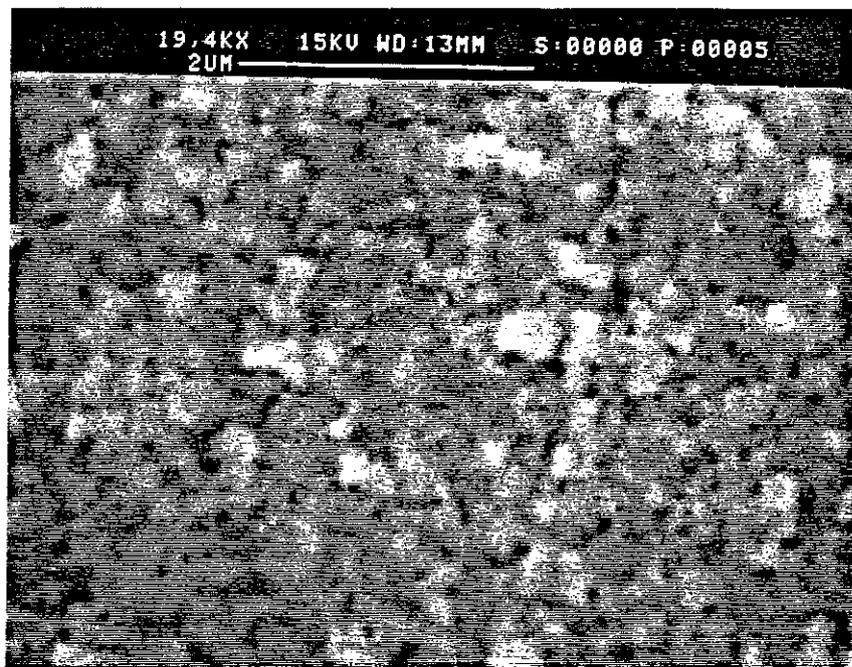
Photographie SEI de T3 : aspect rugueux et trous mais peu d'inclusions



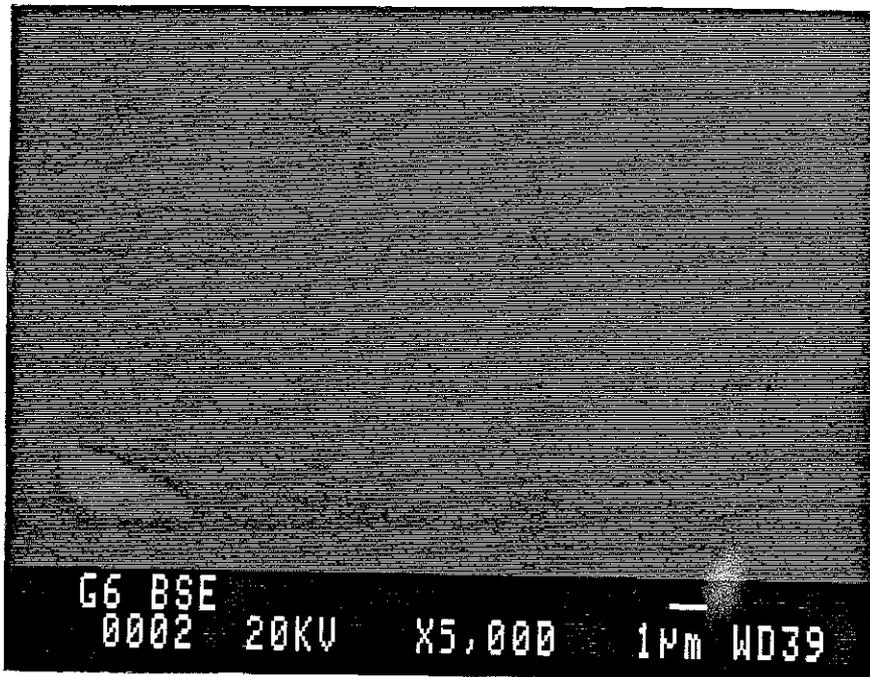
Autre photographie SEI de T3 : par endroits, présence de cristallites orientées a \perp de $\approx 1000 \text{ \AA}$



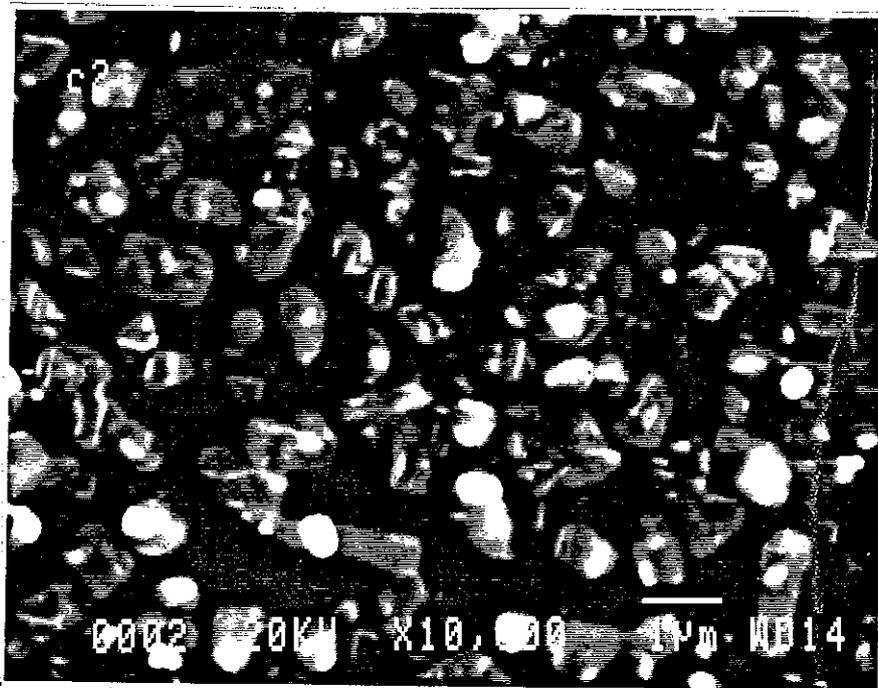
Photographie SEI de T4 : beaucoup d'inclusions, des différences d'épaisseur importantes



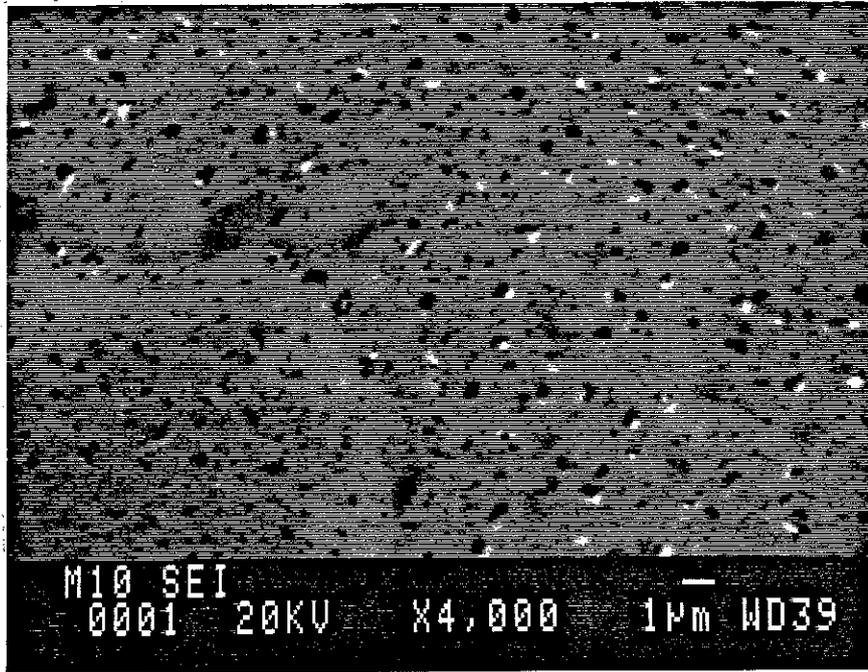
Photographie SEI à fort grossissement de G23 : cristallites orientées $c \perp$ de $\approx 2500 \text{ \AA} \times 2500 \text{ \AA}$



Photographie BSE de G23 : très homogène (tache due à une poussière)



Photographie SEI de C2 : très rugueux, des plots d'YBaCuO de taille = 1 µm



Photographie SEI de M10 : des trous et des gradients de composition, assez rugueux

4.1.4. Courants critiques :

Nous donnons dans le tableau H les valeurs des courants critiques de certains échantillons qui nous ont été communiquées et les méthodes utilisées pour les mesurer.

Référence	J_c (77 K) [A/cm ²]	Méthode de mesure
R2	$< 10^6$	Inductive
T1	$1,4 \cdot 10^6$	Transport
T3	$5 \cdot 10^5$	Inductive *
T4	$8,14 \cdot 10^5$	Inductive *
C2	$\geq 10^6$	Inductive

Tableau H : courants critiques de quelques échantillons (* : mesure calibrée en transport).

4.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS :

La préparation des échantillons recouvre plusieurs étapes qui sont :

- la lithographie du motif de ligne à reproduire,
- la gravure de la ligne,
- le nettoyage de l'échantillon,
- et la mesure des dimensions finales de la ligne (épaisseur, longueur et largeur).

4.2.1. Lithographie de la ligne :

Nous avons utilisé une méthode de photolithographie UV car elle permet d'atteindre des dimensions de lignes micrométriques.

En effet, comme nous le verrons dans le prochain chapitre, nous avons intérêt à réduire la largeur des lignes tout en gardant leur longueur de l'ordre du millimètre ou du centimètre.

Cette méthode est détaillée dans la figure IV-c.

Notons que le masque servant à la définition du motif est réalisé par la même méthode sur une plaquette de verre chromé, à partir d'une photographie à l'échelle 1 d'un dessin sur transparent à l'échelle 10. Ce dessin est lui-même réalisé sur phototraceur HEWLETT PACKARD à partir d'un dessin effectué sur station de travail APOLLO DOMAIN avec le logiciel "PICED".

Toute cette étape se fait en salle propre (hottes aspirantes) pour minimiser les risques de poussières.

Pour les raisons invoquées dans le paragraphe 4.2.2., nous avons été conduits à utiliser le plus souvent une résine HOECHST AZ4620 (ou AZ4562) avec les conditions suivantes :

- vitesse de rotation de la tournette : 5000 tours/minute,
- temps de rotation : 30" => épaisseur de 5 μm ,
- premier recuit de la résine ("soft bake") : 90 °C (ou 95 °C) pendant 2' sur une plaque chauffante,
- insolation UV à 5,6 mW/cm² : 16" (ou 10"),
- développement dans du développeur MICROPOSIT pur pendant 1',

- rinçage dans de l'eau distillée pendant 1',
- séchage à l'azote,
- vérification au microscope optique de l'absence de rayures, trous, cloques, etc.
- deuxième recuit ("hard bake") : 120 °C pendant 5' sur plaque chauffante.

Comme il est indiqué dans la publication du paragraphe suivant, nous n'avons pas constaté de détérioration des couches minces à notre disposition après cette étape malgré les recuits et les immersions dans l'eau. Par "détérioration", nous entendons une modification notable des températures de transition et de la résistivité (plus de 0,5 K sur T_c et plus de 10 % sur ρ).

4.2.2. Gravure de la ligne :

Ce travail a fait l'objet de la publication ci-jointe. Nous ne détaillerons donc que quelques aspects complémentaires.

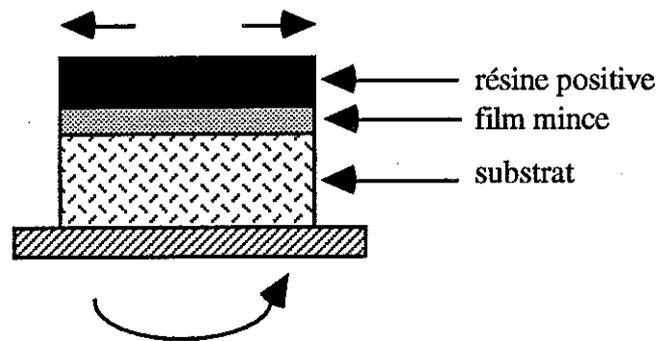
La gravure est une étape essentielle pour la réalisation des lignes supraconductrices puisqu'elle doit permettre la reproduction du motif dessiné par la résine sans altération de la qualité du supraconducteur (figure IV-d).

L'efficacité d'une gravure se détermine donc à la dégradation des performances de la couche gravée vis-à-vis de la couche avant gravure.

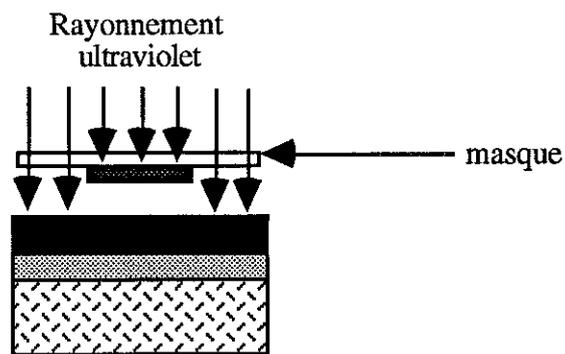
Il existe deux types de gravure : la gravure humide (ou chimique) et la gravure sèche.

La gravure est dite humide lorsque le circuit est gravé par immersion dans une solution chimique. Les paramètres d'une gravure humide sont essentiellement le temps, la température de gravure et les produits utilisés pour la réaliser. Ces produits doivent être neutres vis-à-vis du supraconducteur.

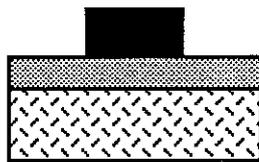
Dans le cas des supraconducteurs à haute température critique, cette dernière condition est très difficile à réaliser. De plus, la gravure chimique est isotrope donc les bords sous la résine sont attaqués, ce qui diminue la résolution (figure IV-d). Celle-ci dépend de l'épaisseur du film et de la finesse de la résine.



Etallement de la résine sur une tournette



Recuit de la résine puis insolation aux UV

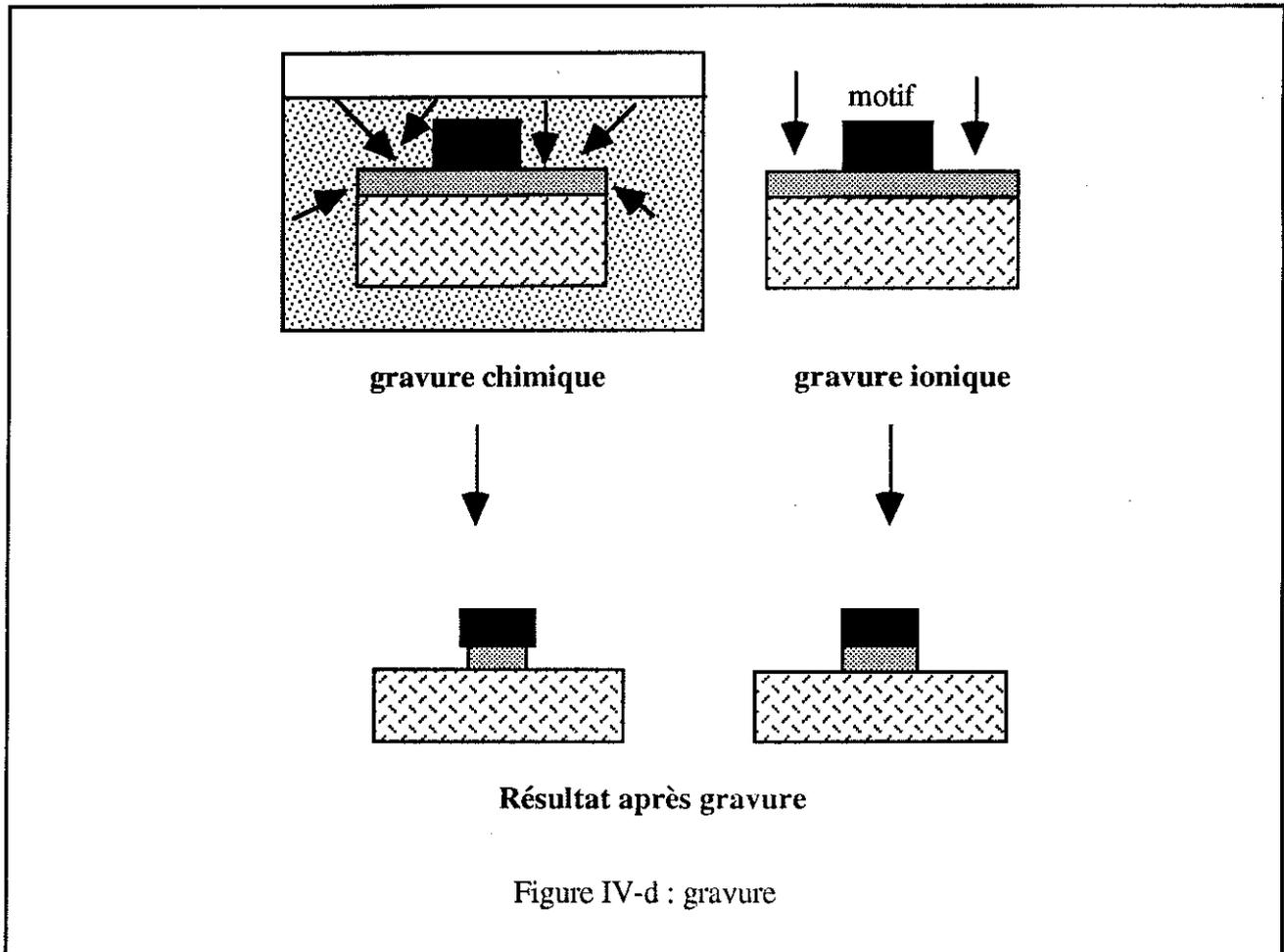


Résultat après insolation et développement

Figure IV-c : photolithographie ultraviolette

Le principe de la gravure sèche est d'expulser de manière physique les parties du film extérieures au motif à graver. L'impact d'un faisceau laser peut être utilisé, mais la résolution est limitée par les problèmes de chauffage [120].

Nous avons utilisé l'énergie d'un plasma d'ions. L'appareil de gravure ionique est schématisé dans la figure IV-e.



Les paramètres de la gravure sont ici le temps d'exposition, la tension accélératrice des ions, la nature des ions, la nature du refroidissement utilisé et la pression de travail.

L'un des avantages de la gravure ionique est qu'elle est anisotrope, ce qui la rend utilisable jusqu'à des largeurs de lignes typiques de $1\ \mu\text{m}$. L'installation est relativement bon marché et très souple.

Mais, avec des ions Ar^+ et un refroidissement à l'eau, ce type de gravure avait pour inconvénient de dégrader la résistivité et les températures de transition des couches minces supraconductrices. Nous pensons que cela s'explique par des effets de chauffage (la couche perd de l'oxygène) et par la dégradation des résines. Nous avons donc proposé deux solutions :

- la gravure avec des ions Ar^+ , un refroidissement à l'azote liquide et une résine fine,
- la gravure avec des ions Xe^+ , un refroidissement à l'eau et une résine épaisse.

Le refroidissement à l'azote liquide supprime tous les effets de chauffage et durcit la résine. C'est une méthode utilisée actuellement par d'autres équipes [121].

L'utilisation du xenon se justifie par le fait que son rayon atomique est nettement plus grand que celui de l'Argon. Ainsi, nous pensons que l'énergie cédée au réseau atomique du matériau par l'impact des ions Xe^+ est plus faible : les chocs sont plus élastiques. Cela se traduit d'ailleurs par une vitesse de gravure, à paramètres identiques, de 100 à 150 Å/s pour le Xe contre 300 à 450 Å/s pour l'Ar. A notre connaissance, nous sommes les seuls à utiliser cette méthode pour graver des couches minces.

Pour éviter les problèmes de chauffage, la gravure peut aussi être entrecoupée de périodes de repos, soit en annulant la tension accélératrice (au prix d'une usure plus rapide de la source à ions), soit en plaçant un cache amovible entre le filament et l'échantillon (au prix d'une pulvérisation indirecte du matériau du cache sur l'échantillon).

Une autre méthode de gravure sèche est la gravure par faisceau d'ions réactifs (RIE). F. R. Ladan du Laboratoire de Microstructures et Microélectronique de Bagnex nous a ainsi gravé l'échantillon K2. Sur des couches supraconductrices à haute température critique, cette méthode a fait ses preuves [122] mais elle reste d'un coût élevé.

Nous donnons dans le tableau I les variations relatives dues à la gravure de la résistivité et de températures critiques de nos échantillons. Tous ont été gravés avec un angle entre les ions et la normale à l'échantillon de 0° , sauf T1 pour lequel cet angle était de $37,5^\circ$. A paramètres identiques, cela a pour effet de simplement augmenter la vitesse de gravure de 60 % environ. Curieusement, l'échantillon T4 a présenté une augmentation de résistivité alors qu'il a été gravé au xenon. En accord avec C. Dubourdieu du LMGP, nous pensons que cela est probablement dû aux inhomogénéités de cet échantillon (grande densité de précipités de CuO vue au MEB).

Nonperturbative ion etching of YBaCuO thin films

P. Xavier, T. Fournier, J. Chaussy, and J. Richard

Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, Centre National de la Recherche Scientifique,
BP166 38042 Grenoble Cedex, France

M. Charalambous

IBM Research Division, T. J. Watson Research Center, Yorktown Heights, New York 10598

(Received 6 July 1993; accepted for publication 2 October 1993)

Conventional Ar ion etching deteriorates the features of YBaCuO superconducting thin films, because of heating and ion damage. We demonstrate here the interest of two other approaches: Ar ion etching with liquid nitrogen cooling and Xe ion etching.

The use of ion etching for the microfabrication of high T_c superconducting devices is of great interest. Its main advantage compared to wet or laser etching is the possibility for low pattern size.¹⁻³

Conventional ion etching consists of using Ar gas at a pressure close to 3×10^{-4} mbar. Usual ion sources (of the Kauffman type) accelerate the ion beam with a voltage of 500 V, and the sample holder is usually cooled by water. This technique, applied in YBaCuO thin films, results in a degradation of the features of the films, as reported previously by Copetti *et al.*⁴ An efficient but complex solution was proposed by the same group to avoid degradation, by use of the lift-off technique. However, a more accessible solution would be of greater practical interest. In this communication, we report on a systematic investigation of the reasons of the degradation, and show that two simple solutions exist based on the use of liquid nitrogen and of Xe gas.

We processed YBaCuO thin films on MgO, coming from different batches, using a commercial Veeco source (Ref. SI 3), Ar gas and water cooling. For simplicity, the angle Δ between the normal to the film and the ion beam was zero. Repetitive strong degradation of the normal resistivity ρ_n at 300 K was observed, as well as degradation of T_c (sample 1 of Table I, inset of Fig. 1). As ρ_n is correlated to the magnetic penetration depth λ ,⁵ it is essential to prevent this increase in order to obtain low surface resistance for microwave applications.

The reasons for the degradation are multiple and might be intercorrelated. They might include the photolithographic process itself, heating of the sample during ion

milling, or ion damage through the resist. First we ruled out the photolithography step by measuring the resistivity of several samples before and after this step. The data obtained differed only by some percent. All resistivity measurements were made by the classical four probes method.

Second, we investigated the effects of heating, by annealing the films at 160 °C simulating the conditions of the ion milling ($P=3 \times 10^{-4}$ mbar, Ar gas, heating time 3 min). It will be noted that the resist patterns keep their dimension after ion milling, indicating that the temperature of the resist didn't exceed the above value. Both T_c and ρ_n are degraded (-5 K for T_c , $+6\%$ for ρ_n). Thus heating is a restricting factor for ion milling, since it causes the loss of oxygen.

Third, we investigated the state of the resist after ion milling. As shown at the scanning electron microscope (SEM) micrograph of Fig. 2, some holes appear when the resist becomes thinner than $1 \mu\text{m}$. This could result in ion damage of the film underneath. Use of thicker resists should eliminate this problem.

Using a CMS (chloromethylated polystyrene) resist, Tsuge *et al.*⁶ were able to obtain YBaCuO lines as narrow as $1.3 \mu\text{m}$ without significant degradation of T_c . They did not say anything about the resistivity or the type of cooling, but it illustrates the non-negligible role of the resist in the achievable results. We were able to significantly decrease the damage of the films by using a thicker resist (sample 2 of Table I). In this case, T_c remains the same and ρ_n increases by only 8%. However, this result is not satisfactory for this very important reason: edge effects are predominant below a line width of $10 \mu\text{m}$, where the line

TABLE I. Film parameters for different etching conditions; film thicknesses are between 1000 and 3000 Å.

Film resist	μm	Fabrication	Etching	Cooling	W (μm)	T_c before (K)	T_c after (K)	$\Delta\rho$ (%)
1	1.7	sputtering	Ar 500 V 03'	water	45	85	80	150
2	5	sputtering	Ar 500 V 05'	water	45	85	85	8
3	5	sputtering	Ar 500 V 05'	water	10	85	semiconductor	...
4	1.5	sputtering	Ar 500 V 02'	liquid nitrogen	10	87	87	...
5	5	sputtering	Ar 500 V 02'	liquid nitrogen	200	87	87	0
6	5	sputtering	Ar 300 V 40'	water	25	86	86	48
7	5	sputtering	Xe 500 V 40'	water	10	80	80	...
8	5	sputtering	Xe 500 V 22'	water	150	86	86	1
9	5	MOCVD	Ar 300 V 10'	water	30	86.7	86.7	42

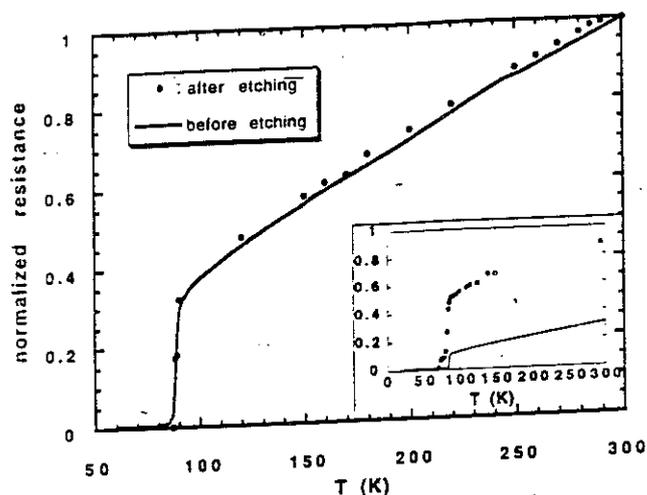


FIG. 1. YBaCuO sputtered on MgO-film width = 10 μm -resist thickness = 1.5 μm -etching parameters: Ar, 500 eV-cooling: liquid nitrogen (inset: YBaCuO sputtered on MgO-film width = 45 μm -resist thickness = 1.7 μm -etching parameters: Ar, 500 eV-cooling: water-same ordinate label and legend).

becomes semiconducting (sample 3 of Table I). There is probably a lateral ion implantation which causes a strong local heating. We reduced the ion energy from 500 to 300 eV in order to decrease the heating. As a result, T_c is not altered but it is not sufficient to avoid the increase of ρ_n (samples 6 and 9 of Table I). Thus a more radical solution is needed. Our first solution to this problem was to replace water cooling by liquid nitrogen cooling. This combines two advantages: any heating problem is eliminated, and also the holes in the resist disappear. We designed a sample holder for this purpose which is in good thermal contact with the sample by mean of soft indium. To avoid thermal stresses, we cool down slowly and use only thin resist ($\approx 1.5 \mu\text{m}$), since thicker resist will crack. As shown in Table I for samples 4 and 5, the results are very satisfactory: not only is there no degradation of ρ_n and T_c for the

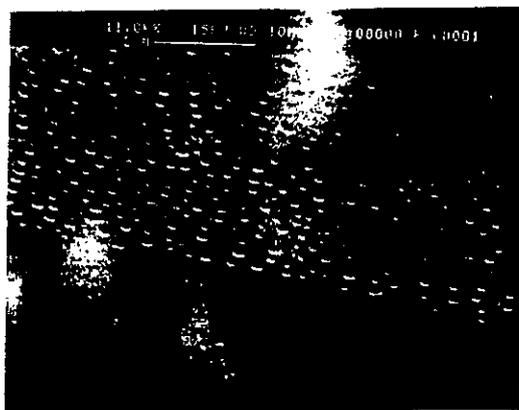


FIG. 2. SEM micrograph of the resist after etching (Ar 500 eV, water cooled). The portion not damaged was mechanically protected.

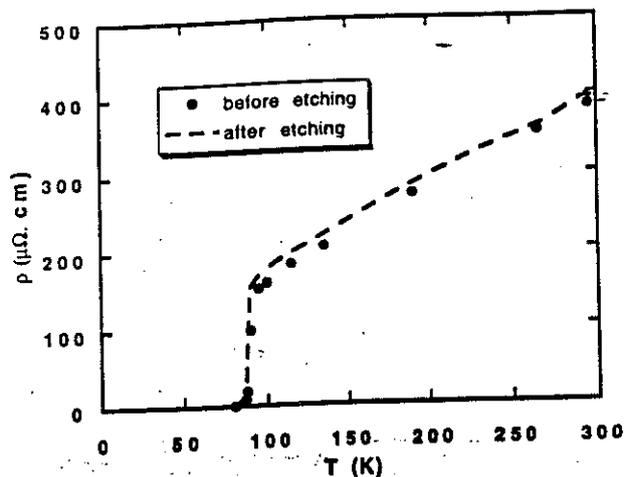


FIG. 3. YBaCuO sputtered on MgO-film width = 150 μm -resist thickness = 5 μm -etching parameters: Xe, 500 eV-cooling: water.

wide line, but also the 10 μm line (Fig. 1) remains superconducting and its T_c was unchanged (our resistivity data for the 10 μm lines are not precise, due to the non-negligible size of the 4 silver paint contacts compared to the line width).

Our second solution consisted of replacing the Ar with Xe, while maintaining water cooling. This has the advantage of no need for modifying the cooling system. Xe is very useful for ion milling, because its big atomic radius prevents it from penetrating into the film. Hebard *et al.*⁷ were the first to use this gas in order to thin and polish YBaCuO films. Charalambous⁸ used the same technique to prepare surfaces on YBaCuO monocrystals in order to obtain very good contact resistances. We also tested this method of polishing to regenerate the surface of oxide and old thin films. By using Xe instead of Ar as the milling gas, we obtained very low damage of the wide line as shown in Fig. 3 (sample 8 of Table I). Moreover, the 10 μm line remained with the same T_c (sample 7 of Table I).

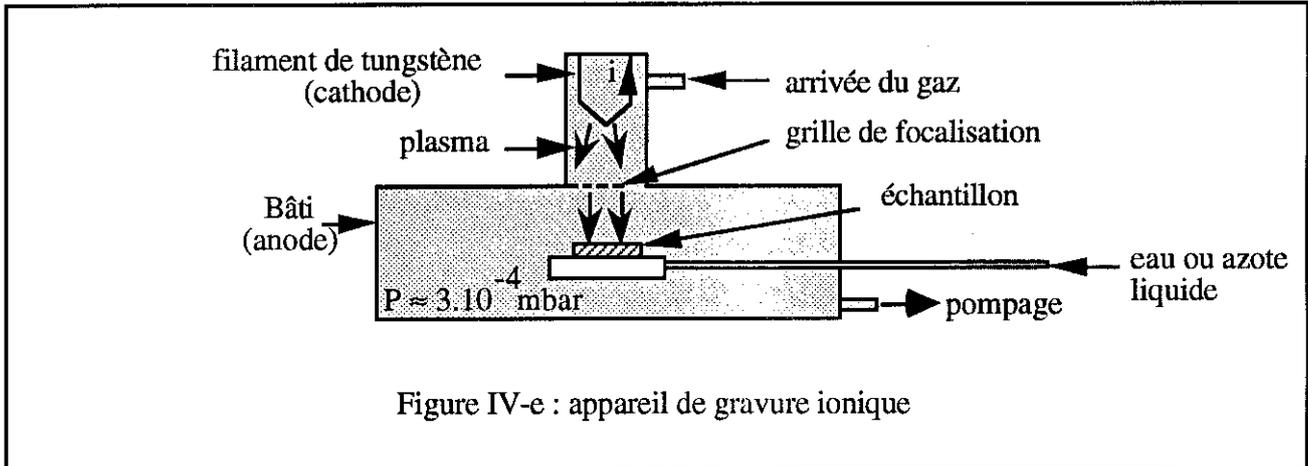
We also made two 36- μm -wide lines on the same sample to directly compare our new solution with the conventional one. A line was etched using the conventional method, the other one (not yet etched) mechanically protected at the same time. After that, we protected the first line in the same manner and etched the second one using Xe ions. Amazingly, there has been a degradation in the two lines which again suggests a sufficient heat diffusion through the film and the substrate.

In conclusion, we have found two methods of ion etching (Ar with liquid nitrogen cooling, Xe with water cooling) to avoid damage of the characteristics of YBaCuO thin films, probably due to heating effects and ion penetration in the thin resist or at the edges. No complicated lithographic processing is required and ion etching is usable down to the narrow lines.

We gratefully acknowledge A. Jäger and J. C. Villegier (LETI-CEA Grenoble, France) for providing sputtered thin films and E. Mossang, O. Thomas, J. P. Senatour

(LMGP-INP, Grenoble, France) for providing metalorganic chemical vapor deposition thin films.

- ¹Y. Yoshizako, M. Tonouchi, and T. Kobayashi, *Jpn. J. Appl. Phys.* **26**, L1533 (1987).
- ²M. Tonouchi, Y. Sakaguchi, and T. Kobayashi, *Jpn. J. Appl. Phys.* **27**, L98 (1988).
- ³A. Inam, X. D. Wu, T. Venkatesan, S. B. Ogale, C. C. Chang, and D. Dijkkamp, *Appl. Phys. Lett.* **51**, 1112 (1987).
- ⁴C. A. Copetti, U. Gassig, W. Zander, J. Schubert, and Ch. Buchal, *Appl. Phys. Lett.* **61**, 3041 (1992); M. Reuter, M. Siegel, K. Herrmann, J. Schubert, W. Zander, and A. I. Braginski, *ibid.* **62**, 2280 (1993).
- ⁵T. Kisu, T. Iinuma, K. Enpuku, K. Yoshida, and M. Takeo, *Jpn. J. Appl. Phys.* **31**, L1027 (1992).
- ⁶H. Tsuge, S. Matsui, N. Matsukura, Y. Kojima, and Y. Wada, *Jpn. J. Appl. Phys.* **27**, L2237 (1988).
- ⁷A. F. Hebard, R. M. Fleming, K. T. Short, A. E. White, C. E. Rice, A. F. Levi, and R. H. Eick, *Appl. Phys. Lett.* **55**, 1915 (1989).
- ⁸M. Charalambous, Ph.D. thesis, Grenoble, 1992, M. Charalambous, J. Chaussy, and P. Lejay, *Appl. Phys. Lett.* **60**, 1759 (1992).



Réf.	Conditions	temps	$\delta\rho$	δT_c
R1	Xe 500 V + eau	12'	-	0 %
R2	Xe 500 V + eau	7'	-	0 %
T1	Ar 300 V + eau	10'	42 %	0 %
T3	Xe 500 V + eau	12'	0 %	0 %
T4	Xe 500 V + eau	18'	40 %	0 %
G23	Ar 300 V + eau	40'	48 %	0 %

Tableau I : variations dues à la gravure des caractéristiques des échantillons

4.2.3. Nettoyage de l'échantillon et mesures des dimensions de la ligne :

L'échantillon étant gravé, il faut enlever la résine. Cette opération n'est pas aussi simple qu'il y paraît car la nature de la résine s'est légèrement modifiée pendant la gravure (exposition aux ions, chauffage). Celle-ci adhère alors très bien à l'échantillon et une immersion rapide dans l'acétone ne suffit généralement pas à la décoller.

Nous avons cherché à résoudre ce problème sans avoir à utiliser de moyens chimiques ou mécaniques trop agressifs pour l'échantillon. Notre solution optimale comporte :

- une immersion dans l'acétone pendant 50",
- 10" supplémentaires dans le même bain d'acétone agité par ultrasons,
- 10" dans un bain d'alcool,
- séchage à l'azote.

Si l'échantillon n'est pas plongé dans de l'alcool avant séchage, il peut apparaître des traces d'eau piégée en surface. La figure IV-f montre l'échantillon R1 tel qu'il était après cette étape. Le motif a ici la forme d'une "grecque".

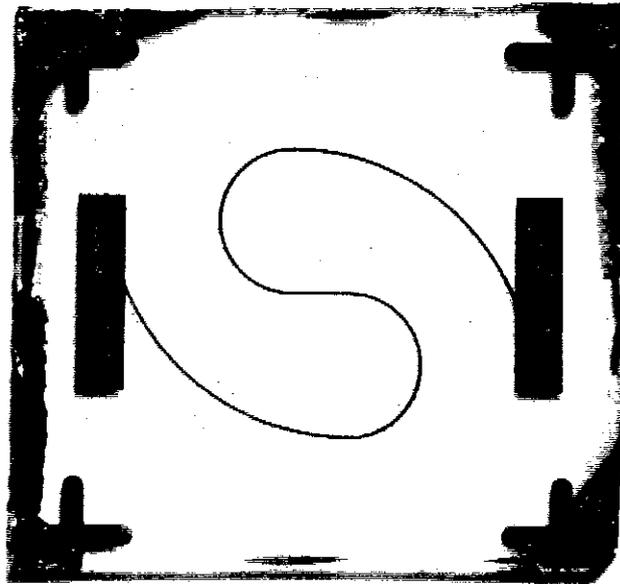


Figure IV-f : photographie à la binoculaire de l'échantillon R1 après gravure et nettoyage
(les plots de contact ont ensuite été réduits en dimension)

Ceci étant fait, il ne reste plus alors qu'à mesurer précisément la largeur et la longueur de la ligne au microscope optique ou à la binoculaire. Nous mesurons aussi son épaisseur au mesureur de profil de films minces "alphastep" de TENCOR Instruments.

Le tableau J indique la largeur W , la longueur l et l'épaisseur e des lignes que nous avons étudiées, avec les incertitudes correspondantes s'il y a lieu.

Réf.	W [μm]	l [mm]	e [\AA]
R1	$43 \pm 1,6$	10,4	1300 ± 50
R2	$33,4 \pm 0,4$	9,34	800 ± 100
T1	30	0,2	1200 ± 50
T3	45 ± 1	8,25	1300 ± 50
T4	$68,5 \pm 0,4$	3,3	2450 ± 30
G23	24 ± 1	1,7	2400 ± 50
C2	32 ± 2	4	4000 ± 200
M10	101 ± 1	2,26	1250 ± 50
K2	$7,5 \pm 0,5$	12	1300 ± 50 (passivation 50 \AA de Si)

Tableau J : dimensions des lignes étudiées

4.3. MONTAGE DES ECHANTILLONS :

Dans ce paragraphe, nous allons expliquer comment ont été montés les échantillons sur leurs porte-échantillons et nous justifierons les choix techniques que nous avons faits.

4.3.1. Collage des échantillons :

Nous avons vu dans le chapitre précédent comment nous avons construit nos étalons pour la calibration (figure III-g). Cela nous impose de garder la même embase pour connecter le câble coaxial à l'échantillon. Sur cette embase vient se visser un support épais en cuivre ou en laiton qui sera à la masse. C'est sur ce support que l'échantillon est collé avec une résine thermo-conductrice électro-isolante chargée au nitrure de bore et à l'alumine (référence T7 EPOTECNY). Cette résine est couramment utilisée pour le collage des puces en micro-électronique et en opto-électronique. Sa réticulation s'effectue par un recuit dans un four à 80 °C pendant 90'.

Les raisons de ce choix sont :

- une meilleure tenue en température que la peinture d'argent de façon à éviter tout décollement,
- une meilleure conductivité thermique que l'araldite de façon à bien thermaliser l'échantillon ($2,88 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

4.3.2. Le problème des résistances de contact :

L'étape suivante consiste à réaliser le ou les contacts électriques suivant que la ligne est prévue pour être mesurée en circuit ouvert ou en court-circuit. Elle nous a valu un grand nombre de difficultés car qui dit contact, dit préparation des surfaces. Or, du fait de son instabilité chimique et de son caractère hautement réactif, la plupart des matériaux réagissent dès contact avec une couche mince d'oxyde de cuivre supraconducteur.

Ce problème des résistances de contact sur les couches minces supraconductrices à haute température critique est d'actualité et diverses méthodes sont proposées : recuits ($10^{-6} \Omega.\text{cm}^2$ chez Conductus), passivation in situ puis transformation locale de la couche de passivation par un rayon laser [125], etc.

L'idéal serait sans doute de faire un dépôt de métal noble en même temps et avec le même procédé que la couche (in situ). Malheureusement, c'est une technique chère et difficile à mettre en oeuvre à cause des problèmes de pollution du bâti servant à l'élaboration de la couche. Actuellement, aucune des équipes de physico-chimistes qui nous ont procuré les échantillons ne dispose d'une telle possibilité, hormis peut-être Conductus.

Nous en sommes donc réduits à métalliser la couche le plus rapidement possible après sa fabrication. Sinon, plus elle reste exposée à l'air, plus elle s'oxyde en surface (sur environ 10 à 30 Å) et moins la métallisation adhère. Même dans un vide de 10^{-6} torr, il se dépose une couche atomique de gaz résiduel par seconde!

Dans ce cas, il ne faut pas essayer de la nettoyer mécaniquement car elle est très fragile et les risques de rayures sont trop grands. La seule solution est d'effectuer un léger décapage ionique au xenon de façon à éliminer quelques 100 Å en surface. De cette manière, nous sommes parvenus à régénérer la surface de films oxydés et à améliorer leurs résistances de contact d'un ordre de grandeur (10^{-1} à $10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}^2$). Néanmoins, nous n'avons jamais obtenu, avec cette solution, des résistances de contact inférieures à $2 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}^2$.

La métallisation ne peut s'effectuer à chaud dans un vide poussé car la couche risquerait de perdre de l'oxygène. Il ne peut y avoir non plus de sous-couche d'adhérence de titane car celle-ci absorbe de l'oxygène de la couche mince. Enfin, d'après nos expériences, il semble que l'or soit préférable à l'argent, l'interface entre ce dernier et la couche mince évoluant défavorablement avec le temps (la résistance de contact devient non ohmique).

Sur de très bons monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, M. Charalambous [123] a montré que les résistances de contact étaient plus élevées sur les faces perpendiculaires à l'axe c que sur celles parallèles à l'axe c (un à deux ordres de grandeur de différence). Avec nos couches minces, nous avons justement la configuration axe c perpendiculaire à la surface des contacts. Dans la littérature [123], les valeurs les plus faibles sont, dans ce cas et pour des monocristaux, de l'ordre de $10^{-8} \Omega \cdot \text{cm}^2$.

Enfin, plus fondamentalement, nous pouvons nous poser la question de savoir si il n'y a pas une limite intrinsèque à la valeur de la résistance de contact entre un métal noble et un supraconducteur à haute température critique. Nous savons en effet qu'une couche mince d'oxyde de cuivre supraconducteur présente peu de sites métalliques en surface et que la valeur théorique entre deux métaux nobles est d'environ $10^{-11} \Omega \cdot \text{cm}^2$.

Tout ceci montre la difficulté de réaliser des contacts électriques ayant une faible résistance sur des couches minces supraconductrices à haute température critique.

Pourtant, la méthode de réflectométrie que nous avons choisie rend nécessaire l'obtention de faibles résistances de contact car la mesure s'effectue en deux fils. Il n'y a pas de possibilité d'envisager une mesure équivalente en quatre fils car en hyperfréquence, nous ne mesurons pas des tensions et des courants mais des coefficients de réflexion. Une éventuelle configuration quatre fils créerait des phénomènes du type "antennes" qui perturberaient complètement la mesure.

Nous avons donc testé de multiples procédures d'élaboration des contacts. Le tableau K indique quelques-unes de ces procédures et les résistances de contact obtenues, classées par ordre croissant.

La peinture d'argent utilisée a la référence 4929 chez DU PONT DE NEMOURS. Dans tous les cas, nous la faisons sécher 1/4 d'heure à 1/2 heure sous une lampe de 100 W.

Sachant que les surfaces des plots des contacts sont de l'ordre du mm^2 , les valeurs de résistance de contact obtenues sont typiquement de l'ordre de 0,1 à 10 Ω , selon la température. Contrairement aux monocristaux, nous n'avons que rarement observé de résistance de contact ayant un comportement semiconducteur. Cela est peut être dû aux quelques cristallites orientées à \perp qui existent souvent en surface de nos couches.

Afin d'absorber les contraintes thermiques, nous sommes obligés d'utiliser au moins un fil de liaison entre l'extrémité coaxiale de l'embase et le plot de contact. Pour les contacts élaborés par ultrasons nous employons un fil d'aluminium de diamètre 20 μm . Dans les autres cas, nous utilisons un fil d'or de même diamètre soudé à l'indium du côté de l'embase et collé avec de la peinture d'argent du côté de la ligne.

Nous parlons de "résistances de contact". En fait, en toute rigueur, il nous faut parler "d'impédances de contact" car elles dépendent souvent de la fréquence. En effet, avec les couches de BiSrCaCuO et avec de "vieilles" couches d'YBaCuO, nous avons observé de forts effets capacitifs (figure IV-g), à la fois dans l'état normal et dans l'état supraconducteur. L'impédance de contact avait alors le comportement d'un circuit RC parallèle. Ce phénomène a déjà été observé par ailleurs [124]. Dans le cas des couches d'YBaCuO, nous pouvons expliquer simplement ce comportement en considérant qu'il existe en surface une couche isolante d'oxydes de quelques dizaines d'angströms d'épaisseur, craquelée par endroits. Nous avons donc une résistance de contact, égale à la résistance mesurée à très basse fréquence, en parallèle avec une capacité très importante de l'ordre du nF, indépendante de la température.

Procédure	Age échant.	R contact 77 K [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	Dépendance en T
évap. 300 Å d'Au, soudure ultrasons d'un fil d'Al	< 1 mois	$4 \cdot 10^{-5}$	métallique
décapage Xe, évap. 2000 Å d'Au et peinture d'Ag	≥ 1 mois	$2 \cdot 10^{-3}$	constante
évap. 300 Å d'Au et peinture d'Ag	< 1 mois	$5 \cdot 10^{-3}$	\approx constante
évap. 5000 Å d'Ag, peinture d'Ag	< 1 mois	$1,5 \cdot 10^{-2}$	\approx constante, instable
peinture d'Ag	< 1 mois	$2,5 \cdot 10^{-2}$	\approx constante
décapage Xe, pulvé. 1000 Å d'Au à 400 °C / 1' (plasma O ₂) et peinture d'Ag	≥ 1 mois	$5 \cdot 10^{-2}$	\approx constante
évap. 300 Å d'Au, ruban d'Au pressé	< 1 mois	$5 \cdot 10^{-2}$	\approx constante
évap. 300 Å d'Au et peinture d'Ag	< 1 mois	$1,2 \cdot 10^{-1}$	\approx constante
pulvérisation de 2000 Å d'Au à 150 °C / 2', appli. peinture d'Ag	≥ 1 mois	$4 \cdot 10^{-1}$	transition supra.
évap. 1500 Å d'Ag, recuit à 400 °C / 60' dans azote+7 % O ₂ , peinture d'Ag	≥ 1 mois	$4 \cdot 10^{-1}$	métallique

Tableau K : procédures d'élaboration des contacts et résistances de contact obtenues

Ce modèle rend très bien compte des phénomènes observés, comme nous pouvons le constater dans la figure IV-g. Il peut donc être utilisé s'il le faut pour corriger l'effet des contacts sur l'impédance. Il est d'ailleurs probable que, pour des soudures ultrasons, cette couche d'oxyde soit toujours perforée, ce qui expliquerait pourquoi les résistances de contact obtenues sont faibles.

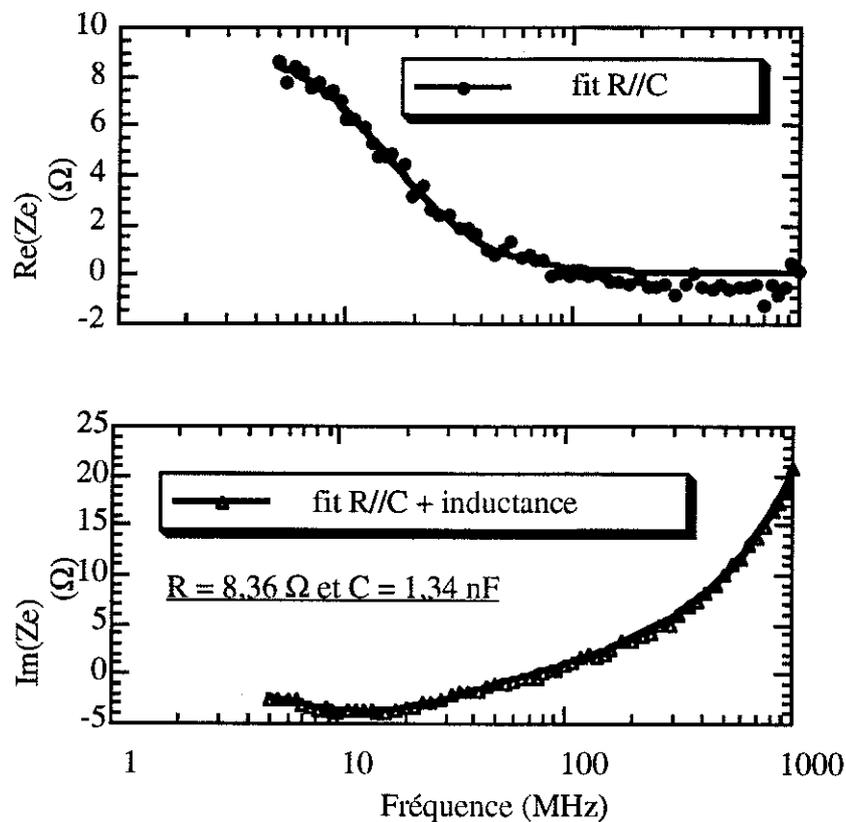


Figure IV-g : effet capacitif typique observé à 10 K sur la partie réelle et la partie imaginaire de l'impédance d'un échantillon d'YBaCuO (non étudié)

Dans le cas des couches de BiSrCaCuO, ce modèle ne convient pas car, expérimentalement, la capacité en parallèle varie avec la température. La correction devient difficile et c'est ce qui explique notre manque de résultats sur ces couches. Nous n'avons pas réussi à éliminer cet effet capacitif systématique.

Néanmoins, sur M10, en utilisant la procédure de pulvérisation d'or à 400 °C dans un plasma d'oxygène après décapage ionique, nous avons réussi à obtenir des contacts non capacitifs mais au prix d'une détérioration des propriétés supraconductrices de l'échantillon ($-2\text{ K} \approx$ sur T_c). Cette procédure, héritée des travaux de M. Charalambous sur des monocristaux, mérite d'être optimisée et adaptée aux couches minces.

Nous indiquons dans le tableau L les valeurs des résistances de contact de nos échantillons et leur comportement en fréquence.

Référence	R contact à 77 K [Ω]	Comportement HF
R1	8,4	résistif
R2	11,1	R//C
T1	3	résistif
T3	120	R//C
T4	0,7	résistif
G23	5	résistif
C2	<0,5	résistif
K2	30	R//C (passivation Si)

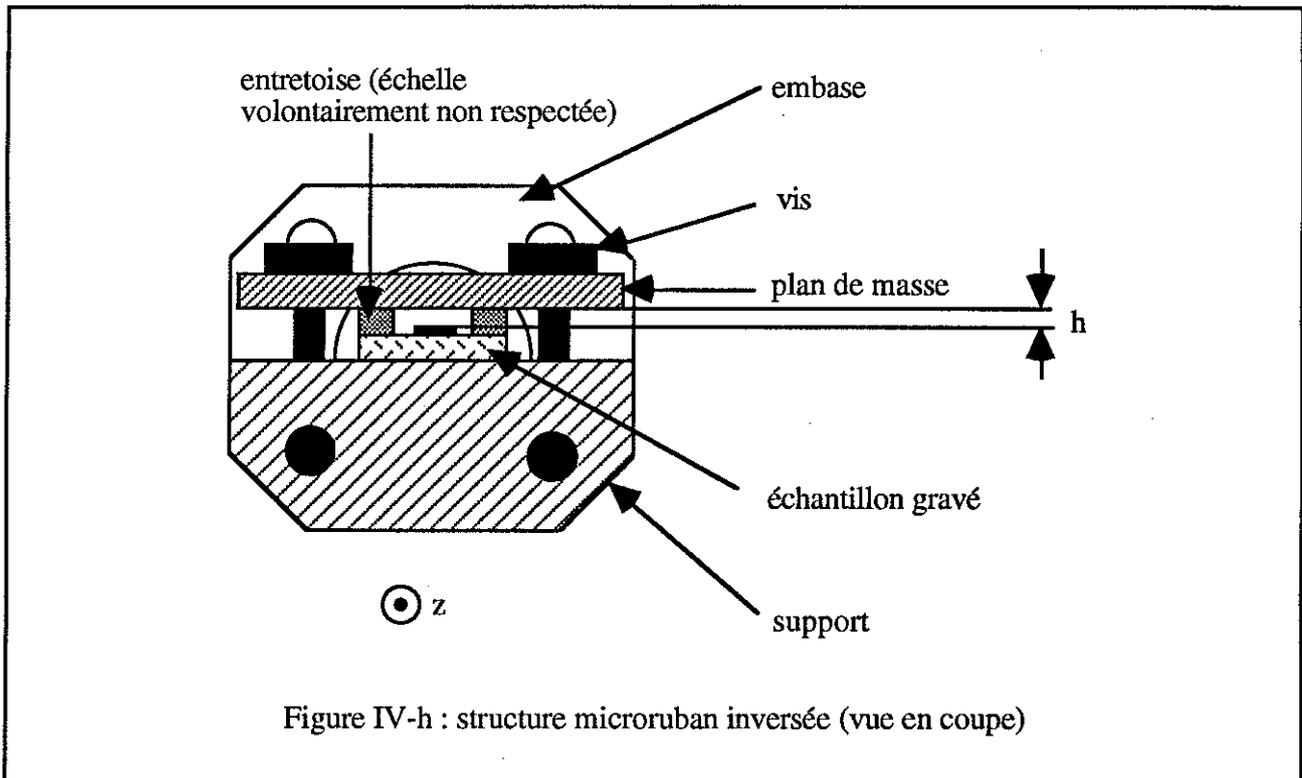
Tableau L : résistances de contact des échantillons

4.3.3. Structure microruban inversée - montage du plan de masse :

Nous avons mesuré nos lignes en utilisant deux types de structures différentes : la structure microruban et celle microruban inversée. Nous verrons pourquoi dans le prochain chapitre.

Dans le cas des structures microruban classiques (voir figure III-a), le support épais métallique dont nous avons parlé au § 4.3.1. fait office de plan de masse.

Pour la structure microruban inversée (figure IV-h), nous vissons sur le support un plan de masse en cuivre poli qui vient s'appuyer sur deux entretoises de part et d'autre de la ligne. Ces deux entretoises sont des rubans d'or d'épaisseur 20 μm ou des rubans de cuivre d'épaisseur 7 μm . De cette façon, le plan de masse se trouve très près de la ligne.



Il ne reste plus alors qu'à mesurer l'épaisseur h du diélectrique qui sépare la ligne du plan de masse. Dans le cas de la structure microruban inversée, la mesure de h n'est pas évidente car h fait quelques μm .

Nous avons d'abord pensé mesurer cette épaisseur au MEB. La figure IV-i montre ainsi une photographie au MEB permettant la mesure de h sur un échantillon de NbN monté en microruban inversée. Nous obtenons $h = 8 \pm 0,5 \mu\text{m}$.

La précision est bonne mais pour éviter la déformation de l'image à cause de phénomènes de charge sur le substrat isolant, il nous avait fallu métalliser la tranche du substrat. Cette opération est délicate et risquée pour la ligne gravée. Nous avons donc abandonné cette méthode.

Nous avons préféré adopter une méthode de mesure directe au microscope optique. En penchant de quelques degrés l'échantillon, nous voyons le plan de masse se réfléchir dans la surface brillante et polie du substrat. L'épaisseur apparente est égale à $2.h$. Nous avons calculé que l'erreur de parallaxe était négligeable et nous obtenons de la sorte h à $\pm 1 \mu\text{m}$.

Le tableau M donne pour nos échantillons les structures choisies et les épaisseurs h mesurées.

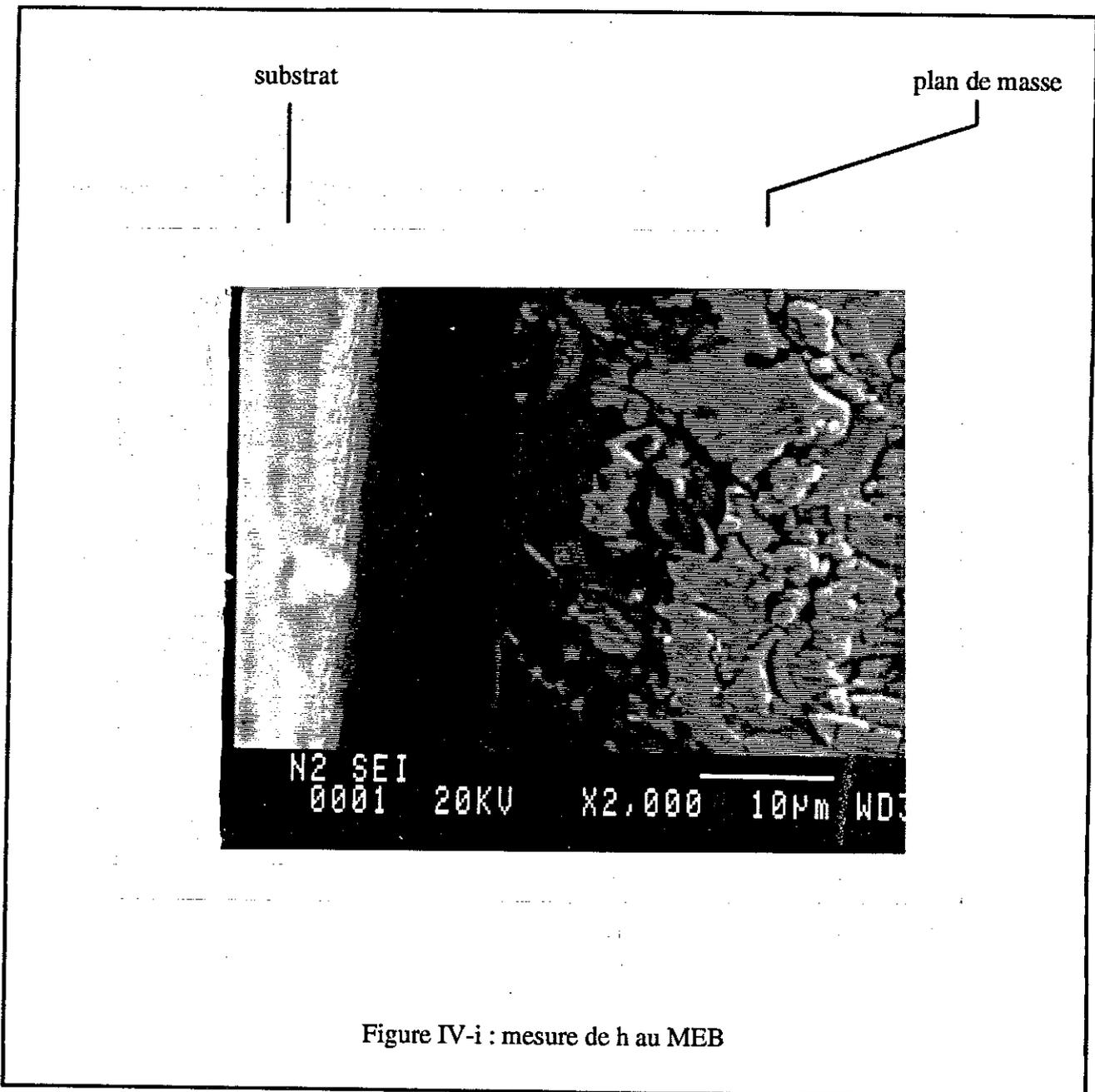
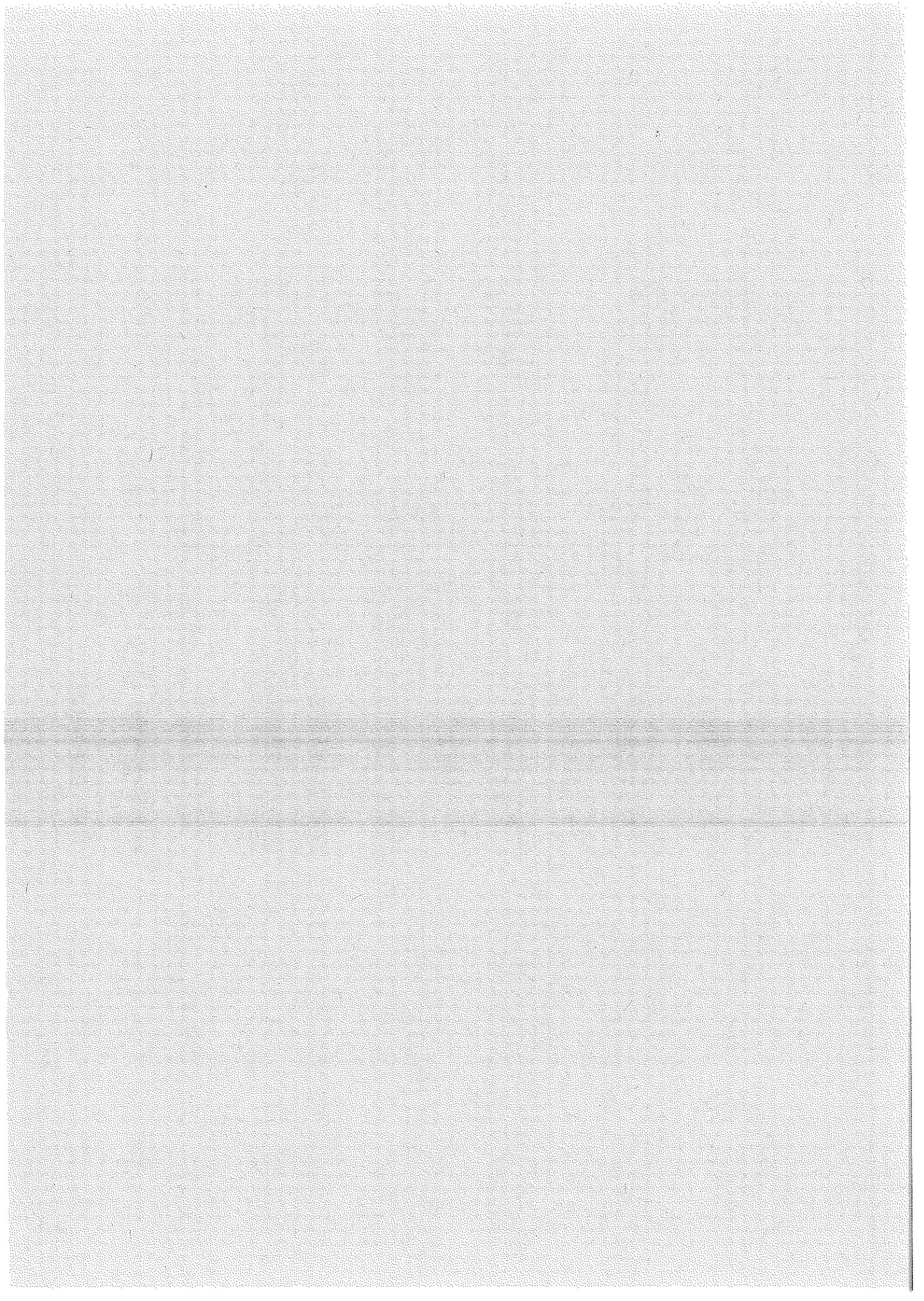


Figure IV-i : mesure de h au MEB

Référence	Structure	h [μm]
R1	microruban inversée	23 ± 3
R2	microruban inversée	20 ± 1
T1	les deux	500 et 20
T3	microruban inversée	20 ± 1
T4	microruban	500
G23	microruban inversée	25
C2	microruban	510 ± 10
M10	microruban	550 ± 10

Tableau M : structures des échantillons et épaisseurs h



CHAPITRE CINQ : ETUDE DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION

5.1. METHODES DE MESURE DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION :

5.1.1. Présentation générale :

D'après [126], les méthodes de mesure de la profondeur de pénétration peuvent être classées en trois catégories.

La méthode statique tout d'abord, qui consiste à mesurer directement l'aimantation M en fonction du champ magnétique statique, de la température et de la taille de l'échantillon supraconducteur. λ^2 est proportionnelle à M^{-2} ou à M selon la taille de l'échantillon.

Les méthodes dynamiques ensuite qui peuvent être séparées en deux groupes distincts : celles basses fréquences ($\nu < 100$ MHz) et celles hautes fréquences ($\nu > 100$ MHz).

Les premières consistent à mesurer en fonction de la température :

- la susceptibilité alternative,
- l'inductance mutuelle \mathcal{M} de deux bobines coaxiales (l'échantillon supraconducteur étant le noyau ou l'écran),
- la fréquence de résonance d'un circuit LC ou d'un oscillateur à diode tunnel dont l'inductance L est l'échantillon supraconducteur.

Les secondes consistent quant à elles à mesurer en fonction de la température :

- la fréquence de résonance d'une cavité électromagnétique (l'échantillon supraconducteur agissant comme une perturbation),
- l'absorption micro-onde sous champ magnétique,
- les fréquences de résonance d'un résonateur planaire supraconducteur,
- l'impédance en haute fréquence d'une ligne supraconductrice.

La dernière catégorie regroupe d'autres méthodes faisant appel à des techniques particulières pour déterminer λ : mesure de la transmission et de la propagation d'impulsions dans le domaine infra-rouge, SQUID DC, mesure de la rotation du spin de muons (μ^+SR), atténuation ultrasonore et réflectométrie de neutrons polarisés.

Pour une analyse détaillée de toutes ces méthodes, il faut se reporter aux références citées dans ce chapitre. Néanmoins, le tableau N permet de passer rapidement en revue leurs avantages et leurs inconvénients. Il est par exemple important de noter que beaucoup de méthodes ne donnent pas accès à λ de manière absolue, mais plutôt à $\Delta\lambda$. De même, peu permettent l'étude de λ à basse température. Avec les cavités, il faut aussi prendre garde au fait que le substrat perturbe notablement la mesure de la résistance de surface.

Méthode	Avantages	Inconvénients
$\chi(B,T)$ et $\chi'(B,T)$	adaptées aux monocristaux	$\Delta\lambda$, incertitudes géométriques
Mutuelle $\mathcal{M}(T)$	souplesse	$\Delta\lambda$, calculs, pas à basse T et près de T_c
Circuit LC ou oscillant $\Rightarrow L(T)$	valeur absolue, résolution	pas près de T_c
cavités	résolution	$\Delta\lambda$, Z_s "effective", pas près de T_c
absorption	résolution	$\Delta\lambda$, Z_s "effective"
résonateur	étude à basse T, résolution	$\Delta\lambda$, pas près de T_c
$Z(v)$ d'une ligne	valeur absolue, large gamme de v et de T	résolution, gravure et contacts
DC SQUID	valeur absolue, résolution	films seulement, gravure, interfaces
$\mu + SR$	valeur absolue, résolution	champ localement trop fort?

Tableau N : avantages et inconvénients de quelques méthodes de mesure de λ

Nous ne détaillons que les deux dernières méthodes dynamiques citées plus haut : les mesures de résonance et d'impédance de lignes planaires. Examinons tout d'abord certains concepts qu'elles ont en commun.

La résolution des équations de Maxwell, dans le cas d'un plan infini supraconducteur d'épaisseur e , permet de déterminer l'expression générale de son impédance de surface en fonction de la conductivité et des caractéristiques géométriques :

$$Z_s(\omega) = \left(\frac{j \cdot \omega \cdot \mu_0}{\bar{\sigma}} \right)^{1/2} \cdot \coth \left(e \cdot (j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \bar{\sigma})^{1/2} \right) \quad (\text{V-1})$$

Cette expression n'est valable que si $|\gamma^2| < \omega \cdot \mu_0 \cdot |\bar{\sigma}|$ et $\epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \mu_0 \cdot \omega^2 \ll \omega \cdot \mu_0 \cdot |\bar{\sigma}|$ (courants de déplacement négligés dans les conducteurs).

Pour donner des ordres de grandeur, prenons le modèle de London-bifluide où (voir (I-11)) :

$$\begin{cases} \sigma_1 = \frac{2}{\omega \cdot \mu_0 \cdot \partial^2} \\ \sigma_2 = \frac{1}{\omega \cdot \mu_0 \cdot \lambda(T)^2} \end{cases} \quad (\text{V-2})$$

En prenant des conditions extrêmes pour les inégalités données ci-dessus (à savoir $\epsilon_r = 20$, $\lambda = \partial = 10 \mu\text{m}$ et $h = 10 \mu\text{m}$), nous avons calculé qu'à 20 GHz :

$$|\gamma^2| \approx 3 \cdot 10^8 \text{ m}^{-2}$$

$$\omega \cdot \mu_0 \cdot |\bar{\sigma}| \approx 2 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$$

$$\epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \mu_0 \cdot \omega^2 \approx 4 \cdot 10^6 \text{ m}^{-2}$$

Par conséquent, l'équation (V-1) est valable jusqu'à 20 GHz.

Pour une ligne microruban supraconductrice ayant $W \gg h$ (figure V-a), nous pouvons définir à partir de là l'impédance linéique Z comme :

$$Z = j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \frac{h}{W} + \frac{1}{W} \cdot Z_s(0) + \frac{1}{W} \cdot Z_s(h) \quad (\text{V-3})$$

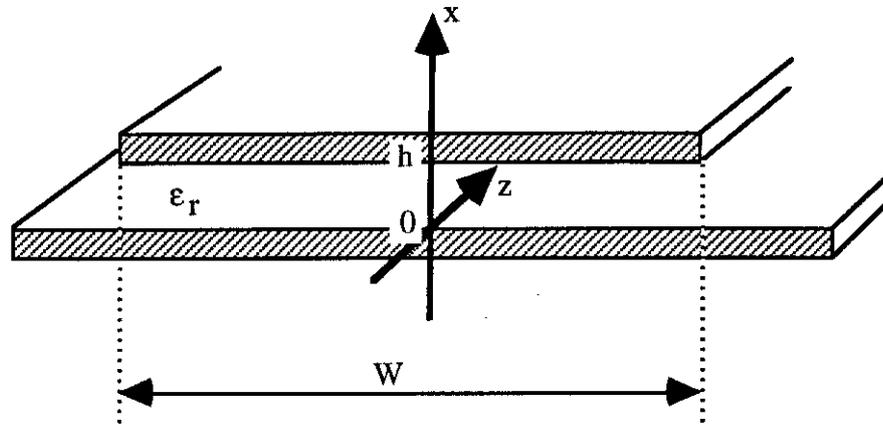


Figure V-a : schématisation d'une ligne microruban homogène avec $W \gg h$

Nous supposons que le plan de masse et le ruban sont réalisés avec le même supraconducteur et sont de même épaisseur. De ce fait, $Z_s(0) = Z_s(h)$.

Cette ligne peut être reliée aux accès, soit sans contact (technique du résonateur à couplages capacitifs), soit avec contacts (technique de mesure directe de $Z(v)$).

L'équation (V-3) peut être écrite sous la forme :

$$Z = j.\omega.\mu_0.\frac{h}{W} \cdot \left[1 + \frac{2}{h.(j.\omega.\mu_0.\bar{\sigma})^{1/2}} \cdot \coth\left(\mathbf{e}.(j.\omega.\mu_0.\bar{\sigma})^{1/2}\right) \right] \quad (\text{V-4})$$

Dans le cadre du modèle bifluide, avec les hypothèses $\mathbf{e}/\lambda \leq 4$ et $\partial/\lambda \geq 6$, l'équation (V-1) se réduit à :

$$Z_s(\omega) = R_s(\omega) + X_s(\omega) = \omega^2.\mu_0.\sigma_n.\mathbf{e}.\lambda^2 \cdot \left[\frac{\lambda}{\mathbf{e}} \cdot \coth\left(\frac{\mathbf{e}}{\lambda}\right) + \frac{1}{\text{sh}^2\left(\frac{\mathbf{e}}{\lambda}\right)} \right] + j.\omega.\mu_0.\lambda.\coth\left(\frac{\mathbf{e}}{\lambda}\right) \quad (\text{V-5})$$

Nous aboutissons donc à :

$$L = L_{\text{externe}} + L_{\text{interne}} = \frac{\mu_0 \cdot h}{W} + 2 \cdot \frac{\mu_0 \cdot \lambda}{W} \cdot \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right)$$

$$\frac{v_{\Phi}}{c} = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \cdot \epsilon_r} \cdot \sqrt{1 + \frac{2 \cdot \lambda}{h} \cdot \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right)}}$$
(V-6)

L_{externe} (dite aussi L "géométrique") correspond à l'énergie du champ électromagnétique dans le milieu extérieur aux conducteurs. L_{interne} se décompose en deux termes : l'inductance cinétique L_k définie au chapitre 1 et l'inductance magnétique, homologue de celle externe, mais qui correspond cette fois à l'énergie du champ dans les conducteurs. Le facteur 2 n'existe pas si le plan de masse est métallique; à la place, existe une inductance interne du plan de masse liée à l'effet de peau.

Avant d'examiner plus en détails la procédure qui permet d'extraire la valeur de λ des mesures, il nous faut bien préciser les hypothèses de départ. Ces hypothèses sont valables pour les deux méthodes.

Tout d'abord, nous supposons que le mode de propagation est TEM. En réalité, nous devrions plutôt parler de mode "quasi-TEM" car :

- dans une ligne supraconductrice, la composante du champ électrique selon l'axe z de propagation n'est jamais réellement nulle (relation (I-4)),
- dans le cas de structures à diélectrique inhomogène (microruban, microruban inversée, coplanaire), les conditions aux interfaces conduisent à avoir des composantes longitudinales du champ électromagnétique non nulles.

Toutefois, aux fréquences considérées dans ce mémoire, ces composantes sont très petites par rapport à celles du mode dominant TEM.

Nous supposons que nous nous sommes placés en régime linéaire, c'est-à-dire très en dessous du courant critique. Nous présentons plus loin une vérification expérimentale de cette hypothèse.

La valeur de λ qui est obtenue correspond à λ_{ab} car, en mode TEM, il n'y a pas de composante du champ magnétique selon z . Les courants d'écrantage circulent donc dans les plans ab .

5.1.2. Résonateur planaire supraconducteur :

Cette technique est très utilisée actuellement [127-130]. Nous ne l'avons pas mise en œuvre mais nous la décrivons brièvement pour montrer ses avantages et ses inconvénients.

Un résonateur planaire est une ligne de transmission planaire (microruban, triplaque, microruban inversée, à 2 bandes ou coplanaire) de longueur l et d'impédance caractéristique $Z_c \neq Z_0$ telles qu'à certaines fréquences, le module du coefficient de réflexion soit minimal (et, inversement, celui de transmission maximal).

Si la ligne est faiblement couplée aux accès, si l'angle de pertes du diélectrique est faible et si le rayonnement est négligeable, le facteur de qualité mesuré des pics de résonance (Q_{total}) est proche du facteur de qualité propre de la ligne (Q_0) :

$$\begin{aligned} \alpha_{\text{total}} &= \alpha_{\text{accès}} + \alpha_{\text{ligne}} + \alpha_{\text{diélectrique}} + \alpha_{\text{rayonnement}} \\ \Rightarrow \frac{1}{Q_{\text{total}}} &= \frac{1}{Q_{\text{accès}}} + \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_r} \approx \frac{1}{Q_0} \end{aligned} \quad (\text{V-7})$$

Or, avec des lignes supraconductrices, il est aisé d'obtenir Q_0 de l'ordre de 1000. Il est ainsi possible de mesurer très précisément la position en fréquence des pics de résonance.

Soit Γ_c , le coefficient de réflexion défini par :

$$\Gamma_c = \frac{Z_c - Z_0}{Z_c + Z_0} \quad (\text{V-8})$$

Si la ligne est mesurée en transmission et en réflexion, avec des accès d'impédance caractéristique Z_0 , il peut être démontré que :

$$\left\{ \begin{array}{l} S_{11} = \Gamma_c \cdot \left[1 + \frac{\Gamma_c^2 - 1}{e^{2\gamma l} - \Gamma_c^2} \right] \\ S_{21} = \frac{(1 - \Gamma_c^2) \cdot e^{-\gamma l}}{1 - \Gamma_c^2 \cdot e^{-2\gamma l}} \end{array} \right. \quad (\text{V-9})$$

Les minima de $|S_{11}|$ sont réalisés lorsque $|e^{2\gamma l} - \Gamma_c^2|$ est maximal, donc lorsque $2\beta l = 2n\pi$ ($n \geq 1$). Pour une ligne à faibles pertes, nous en déduisons (ν_r étant la fréquence de résonance fondamentale) :

$$\boxed{\sqrt{L \cdot C} = \frac{n}{2 \cdot \nu_r \cdot l}} \quad (V-10)$$

Dans la plupart des cas, W n'est pas très grand devant h . Les équations (V-6) sont alors remplacées par :

$$\boxed{\begin{aligned} L &= L_{\text{externe}} + L_{\text{interne}} = \frac{\mu_0}{K \cdot W} \cdot \left[h + 2 \cdot \lambda \cdot \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right) + \frac{g}{\text{sh}\left(\frac{e}{\lambda}\right)} \right] \\ C &= K \cdot \frac{W}{h} \cdot \epsilon_{\text{eff}} \\ \frac{v_\Phi}{c} &= \frac{1}{\sqrt{\epsilon_{\text{eff}} \cdot \left[1 + \frac{2 \cdot \lambda}{h} \cdot \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right) + \frac{g}{h \cdot \text{sh}\left(\frac{e}{\lambda}\right)} \right]}} \end{aligned}} \quad (V-11)$$

Ces formules ne sont précises que pour des $W/h \geq 1$ [131]. ϵ_{eff} est la constante diélectrique effective du milieu. K et g sont des facteurs correctifs pour tenir compte des effets de bord ($K=1$ si W/h est infini). Ils ne dépendent que de W , h et e .

L'un des travaux les plus remarquables avec cette technique a été réalisé par une équipe de Stanford [127]. La structure microruban est construite à partir de deux couches minces d'YBaCuO (dont une est gravée) qui prennent en sandwich une mince feuille de diélectrique. Plus récemment [132], la structure employée par cette équipe était une ligne à deux bandes (deux monocristaux de BiSrCaCuO de quelques mm^3 remplaçant les couches minces). Nous allons brièvement présenter leur procédure de détermination de λ et y apporter quelques critiques.

*** mesure de la dépendance en température de λ :**

Vues les dimensions de leurs échantillons, le terme où intervient g est négligeable. De là, ils aboutissent à :

$$\ln \left[\left(\frac{c}{v_{\phi}(T)} \right)^2 - \left(\frac{c}{v_{\phi}(0)} \right)^2 \right] = \ln \left[\lambda(T) \cdot \coth \left(\frac{e}{\lambda(T)} \right) - \lambda(0) \cdot \coth \left(\frac{e}{\lambda(0)} \right) \right] + \ln \left[\frac{2 \cdot \epsilon_{\text{eff}}}{h} \right] \quad (\text{V-12})$$

Le terme $v_{\phi}(0)$ est en fait mesuré à $T = 4,2$ K, en supposant que $\lambda(0) \approx \lambda(4,2 \text{ K})$.

Pour des températures inférieures à $T_c/2$, ϵ_{eff} et h sont pratiquement constantes et l'hypothèse que les pertes sont faibles est très bien vérifiée. Par conséquent, la variation de λ avec T est totalement déterminée par celle de la vitesse de phase, avec une excellente résolution. Cette technique a donc été utilisée avec succès pour étudier la dépendance de λ à basse température, sujet actuellement très discuté sur le plan théorique.

*** mesure de la valeur absolue de λ :**

La détermination de λ en valeur absolue est plus problématique. En effet, d'après les équations (V-11), ϵ_{eff} et h interviennent. L'incertitude sur λ s'écrit ainsi :

$$\frac{\Delta \lambda}{\lambda} \leq \frac{\Delta h}{h} + \frac{h}{2 \cdot \lambda} \cdot \left(\frac{\Delta \epsilon_{\text{eff}}}{\epsilon_{\text{eff}}} \right) \quad (\text{V-13})$$

h est normalement bien connue mais l'incertitude sur ϵ_{eff} est multipliée par un facteur d'environ 50 à 100! Les formules analytiques existantes qui donnent ϵ_{eff} ne sont pas précises à mieux de 5 %. Il est donc hors de question de les utiliser ici. Pour connaître ϵ_{eff} , l'équipe de Stanford a développé un programme informatique de fit self-consistant que nous ne détaillerons pas. De la sorte, ils obtiennent des valeurs de $\lambda(0)$ à $\pm 30 \text{ \AA}$, en accord avec d'autres expériences sur des monocristaux.

Cependant, à notre avis, les équipes qui utilisent cette procédure commettent une erreur importante sur la détermination de λ . En effet, il ne nous apparaît pas très physique d'appliquer le même facteur K à l'inductance externe qu'à l'inductance interne (équations (V-11)).

Supposons λ très grande par rapport à W et \mathbf{e} . Dans ce cas, la densité de courant est uniforme dans le ruban et l'inductance totale s'écrit (voir l'équation (I-8)) :

$$L = \frac{\mu_0}{W} \cdot \left[\frac{h}{K} + \frac{\lambda^2}{\mathbf{e}} \right] + L_{\text{interne}}^{\text{plan de masse}} \quad (\text{V-14})$$

De manière évidente, le facteur de correction qui s'applique à l'inductance cinétique dépend aussi de λ . Nous montrons dans le paragraphe suivant comment nous avons résolu ce problème. Retenons simplement qu'un calcul grossier donne une erreur systématique d'environ 25 % sur λ dans le cas des structures étudiées par l'équipe de Stanford, erreur due à la supposition que le même facteur K s'applique sur toutes les inductances.

D'autres équipes, bien qu'utilisant la même technique, se dispensent des équations (V-11) en simulant les structures qu'ils étudient, donc en tenant compte implicitement de cette correction, des pertes et des dimensions finies de l'échantillon [128].

La technique utilisant le résonateur planaire présente les avantages suivants :

- une très bonne résolution ($\approx 0,5 \text{ \AA}$) sur $\lambda(T)$ en mesure relative,
- un accès à la vitesse de phase sans avoir à connaître la phase de S_{11} ou de S_{21} (ce qui permet d'utiliser un analyseur scalaire au lieu d'un analyseur vectoriel - c'est avantageux économiquement! - et ne nécessite pas de calibration pointue à basses températures),
- une mesure sans contact car les couplages peuvent être réalisés par des gaps capacitifs.

Ses inconvénients sont :

- Z n'est obtenue qu'à un nombre limité de fréquences (typiquement de 3 à 20 points entre 100 MHz et 20 GHz),
- les couplages capacitifs ne sont pas faciles à construire car il faut être sûr d'obtenir $Q_{\text{total}} \approx Q_0$; l'ordre de grandeur des capacités de couplage est de quelques 10 fF (largeur de gap de quelques 10 μm); certaines équipes ont résolu ce problème en concevant des gaps ajustables [127]);
- la valeur absolue de λ n'est pas accessible simplement, ni précisément ("fits").

5.1.3. Mesure de $Z(v)$ d'une ligne supraconductrice :

C'est la méthode que nous avons utilisée. Puisque c'est une mesure "directe" de l'impédance linéique (en fait, par l'intermédiaire de S_{11} et de Z_e), elle présente un certain nombre d'avantages :

- elle est adaptée pour des lignes résonnantes ou non, désadaptées ou non,
- elle permet la mesure de Z de manière continue sur une grande plage de fréquences,
- d'un point de vue technologique, elle permet de tester des procédures d'élaboration des contacts,
- elle permet la mesure de Z jusque dans la transition résistive (sans ou avec champ magnétique).

Ce dernier point était particulièrement important pour l'étude sous champ magnétique et près de T_c que nous envisagions. Par contre, comme nous l'avons déjà dit dans le chapitre 3, la résolution de cette méthode n'est pas très bonne ($10\text{ m}\Omega$ au mieux), principalement parce que la calibration est très délicate.

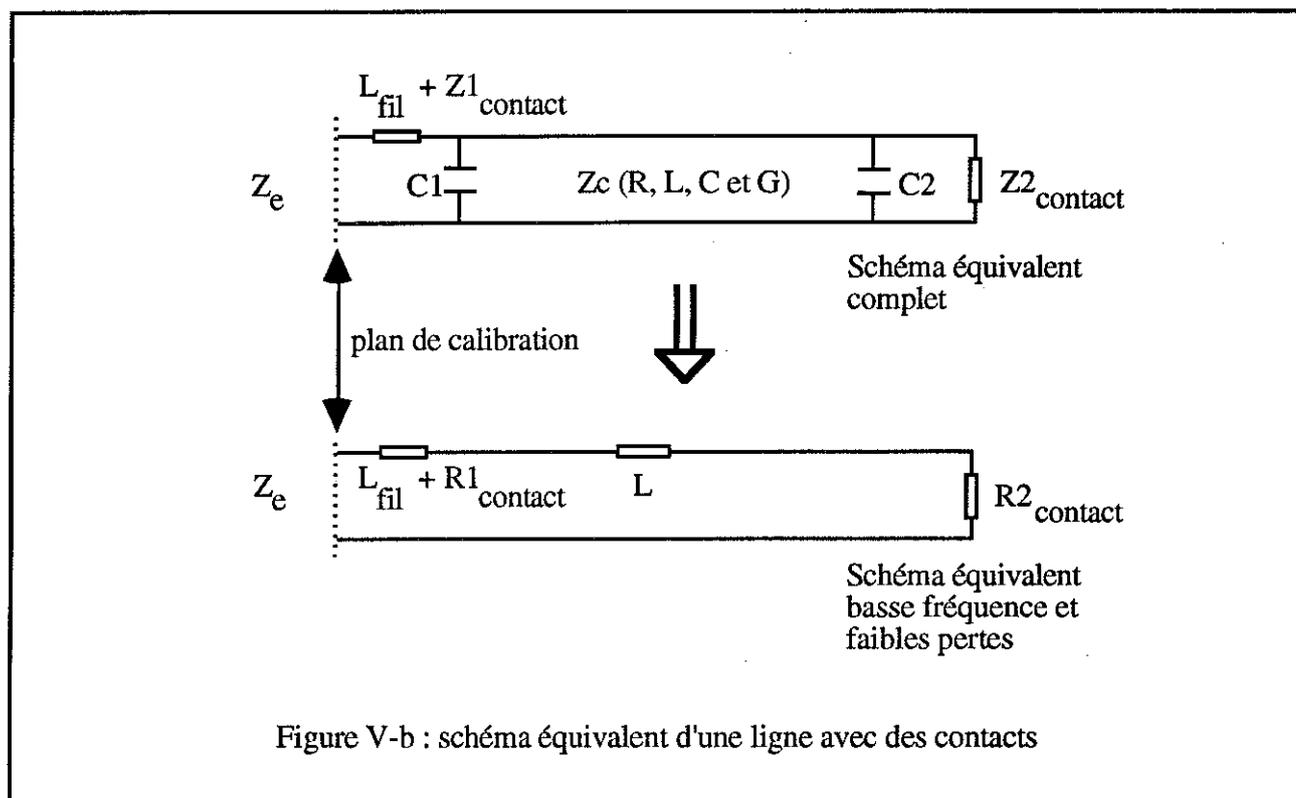
Du fait des contacts aux deux extrémités de la ligne, nous mesurons dans le plan de calibration une impédance d'entrée Z_e qui correspond aux schémas équivalents de la figure V-b.

Pour les échantillons que nous avons étudiés, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, les impédances des contacts peuvent être valablement remplacées par des résistances R_1 et R_2 pures dont nous connaissons le comportement en température.

C_1 et C_2 sont les capacités des plots de contact par rapport au plan de masse. En réalité, chaque plot de contact est lui-même une petite ligne de propagation mais, aux fréquences considérées ($\nu \leq 10\text{ GHz}$), leur longueur est telle que nous pouvons négliger l'effet inductif.

La détermination des paramètres R_1 , R_2 , C_1 , C_2 et L_{fil} , ainsi que l'incertitude sur chacun d'eux font l'objet d'un développement en annexe.

De même, en annexe se trouve la comparaison entre la mesure de $|Z|$ d'une ligne résonnante dont nous avons déterminé les paramètres de couplage et un calcul utilisant ce schéma équivalent.



En nous basant sur l'équation (V-11) et sur nos remarques du paragraphe précédent, exprimons plutôt l'inductance totale de la ligne sous la forme :

$$L = \frac{\mu_0}{W} \cdot \left[\frac{h}{K} + \frac{\lambda \cdot \coth\left(\frac{e}{\lambda}\right)}{K_s} \right] + L_{\text{interne plan de masse}} \quad (\text{V-15})$$

En collaboration avec le LEMO, nous avons cherché à déterminer le facteur K_s . Pour cela, le LEMO a réalisé des simulations numériques. Leur concept de modélisation est basé sur la résolution d'équations intégrales en utilisant la méthode des moments (formalisme des fonctions de Green).

Après la saisie de la géométrie de la ligne, un maillage est réalisé. Le logiciel "PATRICE" effectue des inversions de matrices et en déduit les paramètres R , L , C et G de la ligne en fonction de la fréquence.

A partir des mêmes données, le logiciel "SPICE" détermine un schéma équivalent en terme de circuit [133] et en déduit les mêmes grandeurs, ainsi que le profil du champ ou de la densité de courant.

Ces simulations se basent sur les équations de Maxwell (bien entendu), sur une conductivité $\bar{\sigma}$ obéissant au modèle bifluide et sur l'hypothèse d'un mode quasi-TEM.

Nous avons simulé un système modèle de ligne microruban dont les caractéristiques sont données figure V-c. Pour différentes valeurs de λ , nous avons noté les valeurs de L obtenues. En soustrayant l'inductance externe (calculée [134-135] ou simulée avec le logiciel "PATRICE" en supposant que les conducteurs sont parfaits), nous obtenons l'inductance interne.

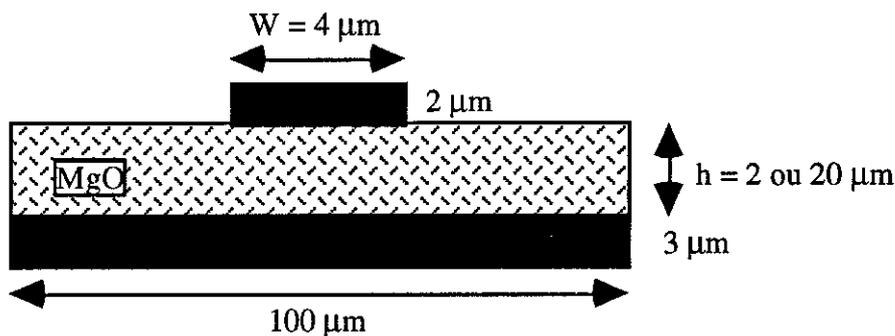


Figure V-c : ligne microruban modèle pour le calcul de $K_s = f(\epsilon/\lambda)$

L'utilisation de l'équation (V-11) nous permet de tracer K_s en fonction de ϵ/λ (figure V-d). Nous constatons que, comme nous nous y attendions, K_s est différent de K , dépend de λ et tend vers 1 lorsque ϵ/λ tend vers zéro.

Nous avons ainsi clairement montré que le facteur correctif des effets de bord était nettement différent selon l'inductance considérée (externe ou interne), sauf évidemment pour $W/h \gg 1$ où $K = K_s = 1$. Il est important de noter que de nombreux auteurs utilisent la même valeur pour K et K_s [127,129,136-138].

Néanmoins, différentes méthodes analytiques, comme la méthode des lignes (MOL) [139] ou la méthode phénoménologique de pertes équivalentes (PEM) [140], peuvent être utilisées pour estimer K_s . Pour des échantillons qui n'ont pas été simulés, nous avons déterminé K_s avec la méthode PEM, un bon accord existant en général entre les valeurs simulées et celles calculées avec cette méthode.

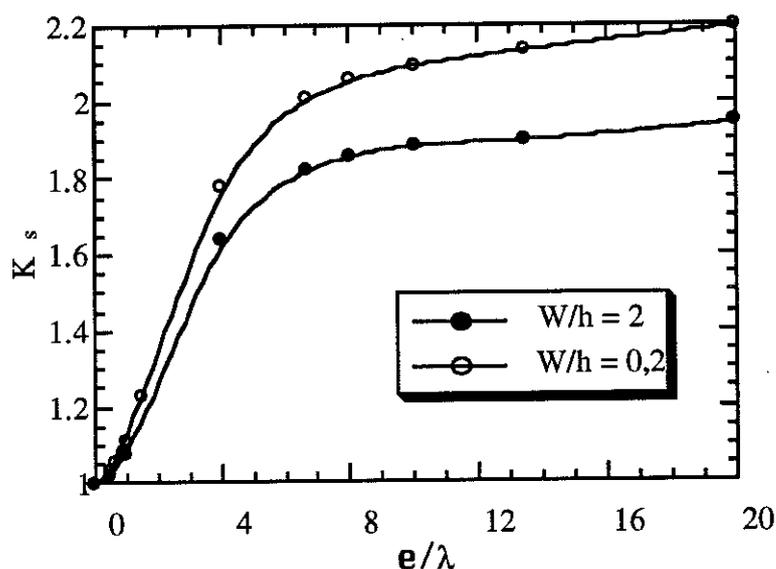


Figure V-d : variation du facteur de correction K_s en fonction de e/λ
(K vaut 2,2 si $W/h = 2$ et 8,5 si $W/h = 0,2$); les courbes en trait plein sont des interpolations

En basse fréquence, la détermination de l'inductance interne se fait simplement en soustrayant de l'inductance totale l'inductance du fil de liaison L_{fil} (mesurée), celle externe et celle interne du plan de masse métallique (calculées ou simulées). Il faut vérifier au préalable que la réactance d'entrée mesurée a bien un comportement inductif. De même, la résistance linéique du ruban supraconducteur se détermine en soustrayant R_1 , R_2 et R du plan de masse, de la résistance d'entrée mesurée.

En haute fréquence, les phénomènes propagatifs compliquent les équations. Nous avons développé un programme original en Basic qui calcule R et L à partir de la connaissance de R_e et X_e mesurés (G , C et les paramètres de couplage étant connus par ailleurs).

Ce programme utilise l'expression analytique de Z_e déduite du schéma équivalent complet donné figure V-b. Nous fixons deux valeurs initiales à R et L et le programme, par tâtonnements successifs, se charge de converger vers une solution pour chaque fréquence (au % près sur X_e et à 3 % près sur R_e). Cette solution est unique dans un intervalle de phase de 2π . Ainsi, il nous est possible de détecter d'éventuelles variations de R et L avec la fréquence.

Toutefois, à la résonance et dans le cas de faibles pertes, nous montrons en annexe que L peut être déterminée analytiquement à l'aide de l'équation suivante :

$$Z_c \cdot C1 \cdot \omega \cdot \text{tg}(\beta \cdot l) = 1 \Rightarrow (2 \cdot \pi \cdot \sqrt{L \cdot C} \cdot \nu_r \cdot l) \cdot \frac{C1}{C \cdot l} \cdot \text{tg}(2 \cdot \pi \cdot \sqrt{L \cdot C} \cdot \nu_r \cdot l) = 1 \quad (\text{V-16})$$

La fréquence ν_r est mesurée à la résonance. Les autres inconnues sont L (que nous cherchons), l, C, C1 et G. La longueur l est connue à 1 % près. Les capacités C et C1 sont mesurables à 1 % près également (voir en annexe). Les valeurs de G ont été prises dans la littérature car la contribution de G à l'impédance d'entrée mesurée est inférieure à l'incertitude sur Z_e . Dans ces conditions, nous obtenons L à ± 4 %, au mieux.

Avant de présenter nos résultats expérimentaux, il nous faut expliquer pourquoi nous avons choisi d'étudier certains échantillons dans une configuration microruban inversée.

Si nous comparons l'inductance externe et celle interne, nous constatons que cela revient à comparer directement h/K et λ/K_s (ou dans le meilleur des cas h/K et $\lambda^2/(\epsilon \cdot K_s)$). Pour avoir une bonne précision sur λ en valeur absolue, il nous faut donc réduire h au minimum. Le choix de la structure microruban inversée s'impose alors naturellement. Nous n'avons pas eu la possibilité de tester la solution intéressante qui consiste à construire une ligne microruban avec un dépôt tricouche $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{LaAlO}_3/\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ [129].

Si seule la variation de l'inductance interne près de T_c ou sous champ magnétique nous intéresse, la structure microruban classique suffit.

La figure IV-h montre la structure microruban inversée telle que nous l'avons construite. Nous avons choisi l'hélium comme diélectrique pour deux raisons principales :

- sa constante diélectrique (égale à 1) ne varie pas, ou très faiblement, entre $T = 300 \text{ K}$ et $T = 4,2 \text{ K}$,
- nous évitons les gaps d'air difficiles à caractériser qui apparaissent lorsqu'une feuille de diélectrique est prise en sandwich entre le plan de masse et le ruban (contractions thermiques, tolérances mécaniques).

Les formules analytiques pour calculer les diverses inductances sont ici les mêmes que pour une structure microruban classique. Néanmoins, il n'existe pas de formule analytique simple pour calculer la capacité linéique C . La figure IV-h permet de se rendre compte que nous n'avons pas, en termes de lignes de champ électrique, une structure microruban inversée pure, mais plutôt deux structures microruban en parallèle : l'une ayant comme diélectrique de l'hélium, d'une épaisseur h de quelques $10 \mu\text{m}$; l'autre ayant comme diélectrique le substrat d'une épaisseur de $500 \mu\text{m}$ environ. Nous avons constaté un bon accord entre les valeurs simulées par le LEMO et celles calculées en considérant deux lignes microruban en parallèle ($104,31 \text{ pF/m}$ contre $106,25 \text{ pF/m}$ pour l'échantillon R1 par exemple) [131,134-135].

5.2. VALIDATION DE NOTRE METHODE AVEC UNE COUCHE MINCE DE Nb :

Une couche mince de Nb évaporée sur du saphir à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ sous ultra-vide nous a été fournie par K. Runge [7].

Le Nb est un des rares métaux purs à être un supraconducteur de type II. A l'état massif et pur, il présente des longueurs caractéristiques qui le place dans la catégorie des supraconducteurs "sales" [25,56] : $\xi(0) \approx 380 \text{ \AA}$, $\ell \approx 300 \text{ \AA}$, $\lambda(0) \approx 440 \text{ \AA}$ et $\lambda_L(0) \approx 390 \text{ \AA}$. Ceci est favorable à une dépendance de λ avec la température suivant le modèle London-bifluide.

A partir des mesures de $B_{c2}(T)$ sur des échantillons équivalents, K. Runge avait estimé $\lambda(0)$ à environ 850 \AA .

Mesurer la profondeur de pénétration de cette couche mince présentait donc pour nous un grand intérêt car cela nous permettait de tester notre technique.

L'échantillon ayant une longueur de $1,2 \text{ cm}$, les phénomènes propagatifs sont visibles même au-dessous de 1 GHz .

A partir des mesures de $Z_e(\nu)$, nous devons d'abord vérifier que la ligne présentait bien une inductance constante en fréquence, puis qu'en appliquant à l'inductance mesurée la dépendance en température propre au modèle London-bifluide nous retrouvions une valeur de $\lambda(0)$ proche de celle estimée.

Pour cela, nous avons monté l'échantillon en structure microruban inversée avec, comme diélectrique, un feuillet de PPMI (Kapton) d'épaisseur $12,5 \mu\text{m}$. Ce choix inhabituel s'explique par le fait que cet échantillon était très petit (méandre) : réaliser une structure microruban inversée avec des entretoises pour que le diélectrique soit de l'hélium était impossible.

Cette couche mince avait été passivée avec 50 \AA de Si, de façon à éviter la formation d'oxydes en surface (méconnus en épaisseur et en composition) et la dégradation pendant la gravure RIE. Ceci explique pourquoi nous avons obtenu une impédance de contact en R//C. La capacité C déduite du fit de la figure V-e est de $0,1 \text{ nF}$, en bon accord physique avec la valeur calculée ($0,2 \text{ nF}$).

Toutes les autres caractéristiques de l'échantillon ont été données dans le chapitre 4.

La figure V-e montre les points de mesure de la réactance d'entrée en fonction de la fréquence à $T = 8,75 \text{ K}$. La courbe en trait plein a été ajustée à partir du schéma équivalent complet donné figure V-b et en tenant compte de l'effet capacitif des contacts. Nous vérifions le bon accord entre notre schéma équivalent et l'expérience ($R1 = 45 \Omega$ en parallèle avec $0,1 \text{ nF}$, $C1 = 0,93 \text{ pF}$, $L_{\text{fil}} = 1 \text{ nH}$, $C = 116 \text{ pF/m}$). Nous tirons ainsi, à chaque température, une valeur de L.

La figure V-f montre la variation de l'inductance totale en fonction de la température. La courbe en trait plein est ajustée en prenant une dépendance en température London-bifluide (équations (V-15) et (I-7)) et $T_c = 9,13 \text{ K}$ (valeur mesurée). Le seul paramètre libre est la profondeur de pénétration à $T = 0 \text{ K}$. Cela nous donne :

$$\lambda(0) = 1023 \text{ \AA} \pm 42 \text{ \AA}$$

Cette valeur est en bon accord avec celle estimée auparavant par K. Runge pour des échantillons équivalents (850 \AA , nous le rappelons).

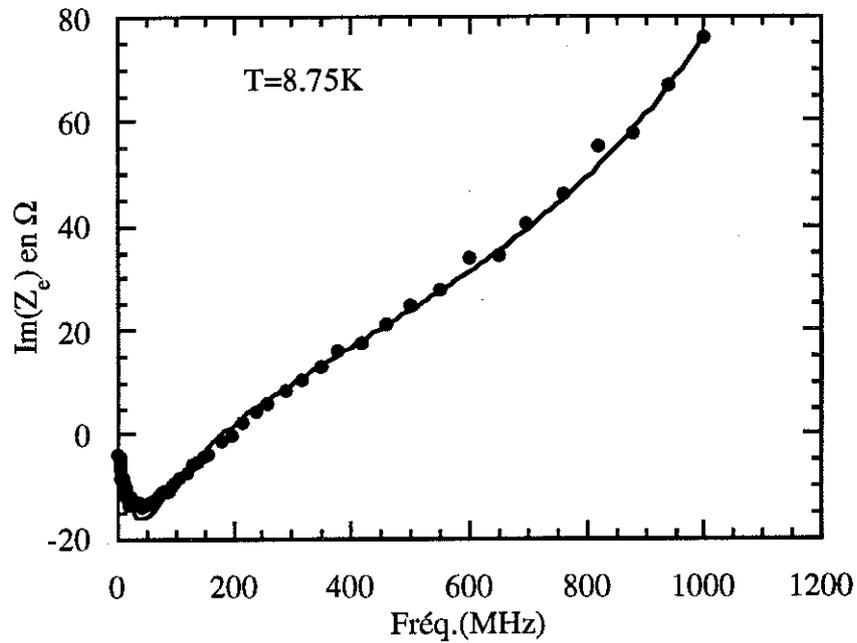


Figure V-e : réactance d'entrée de l'échantillon K2 à $T=8,75\text{ K}$ (la courbe en trait plein résulte du calcul de $\text{Im}(Z_e)$ avec le schéma équivalent complet de la p. 99)

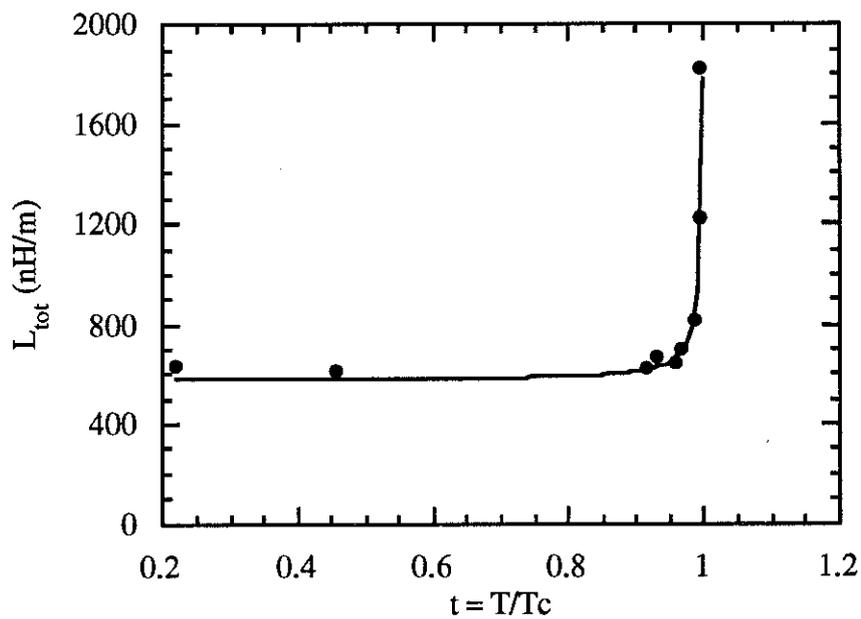


Figure V-f : variation avec la température de l'inductance totale de l'échantillon K2 (la courbe en trait plein est le "fit" obtenu en supposant une dépendance en température London-bifluide)

5.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX :

5.3.1. Etude bibliographique :

Méthode	Echantillon	$\lambda(0)$ [Å] (et loi)	Réf.
Résonateur microruban	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /MgO - pulvé.	1440 à 3651 (≠ fits)	[127, 136-138]
Résonateur triplaque	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /LaAlO ₃ - pulvé.	1670 à 2200 (fit bifluide)	[128,141]
Résonateur microruban	tricouche - ablation laser	1350 (fit BCS)	[129]
Résonateur coplanaire	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /MgO et LaAlO ₃ - pulvé.	1600 à 2700 (≠ fits)	[130]
μ +SR	monocristal YBa ₂ Cu ₃ O _{6,9}	1415 ± 30 (mesure absolue)	[142]
χ (T) DC	monocristal YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	1400 ± 50 (fit BCS)	[143]
Cavité	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /≠substrats - ablation	1400 à 2500 (≠ fits)	[8]
Oscillateur à diode tunnel	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /MgO - ablation laser	3180 ± 318 (mesure absolue)	[144]
Mutuelle $\mathcal{M}(T)$	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /SrTiO ₃ - coévap.	1500 à 2100 (fit BCS)	[145]
conductivité IR	monocristal YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	1500 (fit non BCS)	[146]
Oscillateur à diode tunnel	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /MgO - pulvé.	2000 à 6000 (hypothèses BCS)	[147]
Mutuelle $\mathcal{M}(T)$	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} /SrTiO ₃ - pulvé.	2300 (fit près de T _c)	[148]

Tableau O : quelques résultats de mesures de profondeur de pénétration sur YBa₂Cu₃O_{7-x}

Nous présentons page 106 un tableau dans lequel figurent quelques résultats de mesure de λ ($\lambda_{ab}(0)$ et dépendance en température) sur des $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, par différentes méthodes et sur des types d'échantillon différents. Ce tableau nous servira ensuite d'élément de comparaison et de discussion.

La valeur de $\lambda_{ab}(0)$ la plus couramment admise pour les monocristaux se situe autour de 1400 Å. Dans les films minces, les défauts, les désorientations et les joints de grains éventuels peuvent augmenter de manière non négligeable cette valeur. Nous aborderons ce problème dans la partie "discussion".

5.3.2. Echantillon T4 :

Avant gravure, cet échantillon élaboré par MOCVD a très bien été caractérisé par le LMGP (résistivité, courant critique, morphologie), par le Laboratoire de Cristallographie (texture) et par le groupe de Wuppertal (impédance de surface) [149].

Ce dernier point présente un grand intérêt pour nous, car la comparaison avec les mesures de Wuppertal nous permet de valider une seconde fois notre technique.

Les caractéristiques de cet échantillon sont indiquées dans le précédent chapitre. Au-dessous de 1 GHz, il est non-résonnant. Sa résistance de surface à 87 GHz, 0 T et à $0,85.T_c$ (soit 74 K) est de 19 mΩ. Cette valeur est très faible et montre que les pertes ne sont pas influencées par une densité élevée de précipités de CuO.

A partir de la courbe de $\Delta\lambda$, en prenant le modèle de London-bifluide, une épaisseur du film de 2300 Å et T_c comme paramètre ajustable, le LMGP et Wuppertal ont trouvé $\lambda(0) = 2000$ Å.

En réalité, l'épaisseur du film est de 2450 Å (mesure à l'ALPHASTEP, après gravure). La valeur de 2300 Å avait été déterminée à partir de l'analyse de l'échantillon au MEB, avec une incertitude plus importante (100 ou 200 Å). L'erreur sur $\lambda(0)$ introduite par cette différence d'épaisseur est toutefois très faible (environ 40 Å).

Les valeurs des paramètres de couplage sont : $L_{fil} = 0,8$ nH et $C1 = 0,24$ pF.

La figure V-g montre les courbes expérimentales de la réactance d'entrée en fonction de la fréquence, à différentes températures. Nous notons une dépendance non linéaire de X_e au-dessus de 88,4 K. Ce point sera discuté plus loin. Pour toutes les températures inférieures ou égales à 88,4 K, X_e est bien linéaire en fréquence (comportement purement inductif).

Portons maintenant la variation de l'inductance totale mesurée en fonction de la température (figure V-h). Si nous nous plaçons dans les mêmes conditions que Wuppertal (à savoir $T < T_c$, $T_c = 87$ K, $e = 2300$ Å et utilisation du modèle de London bifluide) nous obtenons $\lambda(0) = 2020$ Å ± 50 Å, en très bon accord avec leur précédente détermination.

Le seul paramètre que nous avons laissé libre dans cet ajustement est la réactance correspondante au terme d'inductances externe, du fil de liaison et interne du plan de masse. Nous obtenons une réactance de $22,7 \Omega \pm 0,05 \Omega$. Une simulation analogique de la structure tenant compte de tous les paramètres (dimensions, résistivités, constantes diélectriques) a été réalisée avec un programme en langage C que nous avons développé à l'aide du logiciel convivial "MANIP". Elle nous donne $23,3 \Omega$ pour cette réactance. La valeur déduite du fit est donc tout-à-fait cohérente avec la valeur calculée.

Néanmoins, comme nous l'avons déjà dit, notre technique nous permet de mesurer la profondeur de pénétration jusque dans la transition résistive. Si nous ajustons à présent notre courbe avec tous les points mesurés et avec $T_c = 88,5$ K (correspondant au T_c°), nous obtenons $\lambda(0) = 3975$ Å ± 45 Å!

Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce résultat :

- le modèle de London-bifluide ne doit pas être utilisé pour des mesures très près de T_c° car il ne prend pas en compte les fluctuations;
- la détermination de $\lambda(0)$ par ajustement est très dépendante du choix du modèle et des paramètres physiques, même si le modèle donne une dépendance en température très proche de celle mesurée.

Ces deux hypothèses sont corroborées par les résultats expérimentaux obtenus sur les autres échantillons.

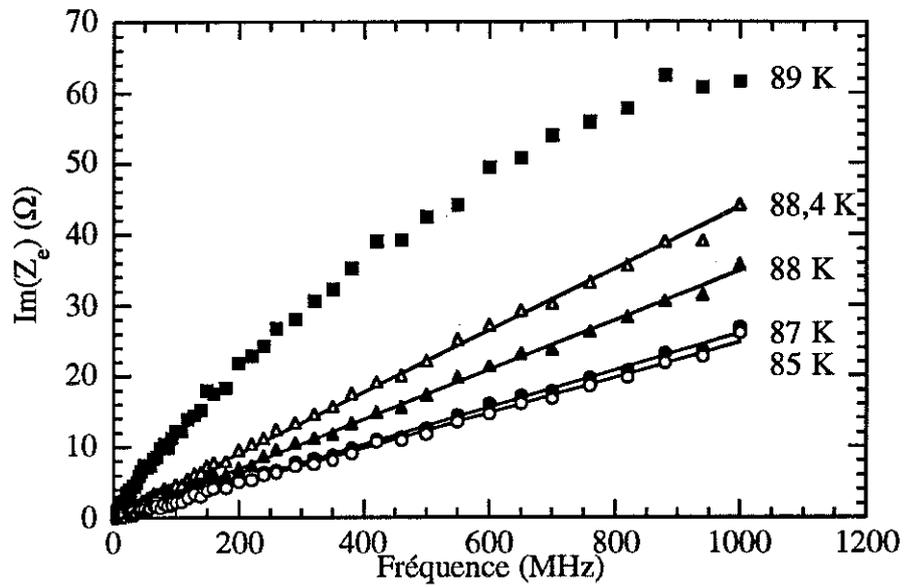


Figure V-g : $\text{Im}(Z_e)$ de T4 en fonction de la fréquence, à différentes températures ("fits" linéaires pour $T \leq 88,4$ K)

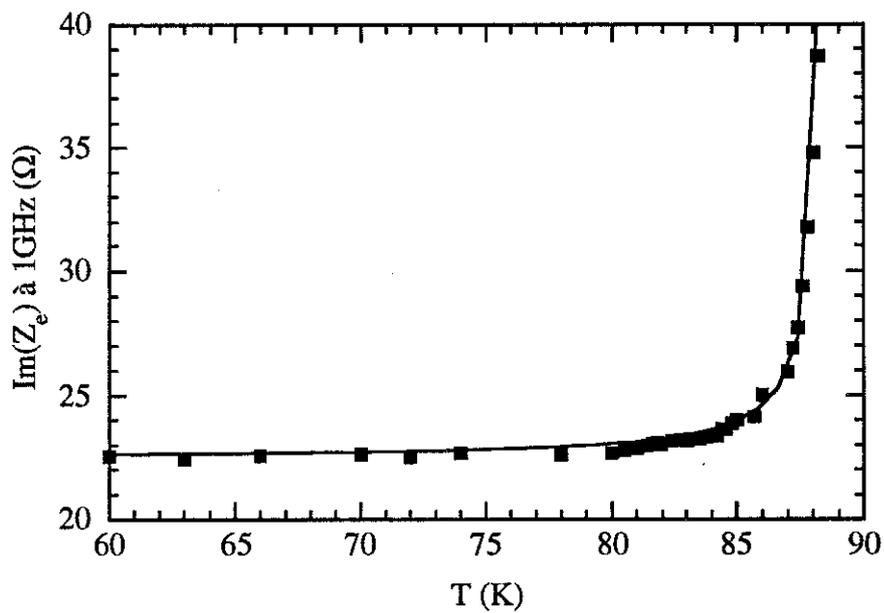


Figure V-h : variation de la réactance d'entrée de l'échantillon T4 en fonction de la température et "fit" avec le modèle de London-bifluide ($\lambda(0) = 3975$ Å, $T_c = 88,6$ K, $X_e(0) = 22,3$ Ω)

5.3.3. Echantillon R1 :

Dans le précédent chapitre, nous avons vu que l'échantillon R1 était de très bonne qualité (transition résistive, texture, morphologie) et nous avons donné ses caractéristiques géométriques. Il se situe dans une série qui a des résistances de surface, mesurées par l'équipe de M. Mage de THOMSON, très faibles (de l'ordre de 0,5 à 1 mΩ à 10 GHz et 77 K).

Cet échantillon, monté en court-circuit, a été étudié entre 5 MHz et 5 GHz. Selon la température, il présente un ou deux pics de résonance sur Z_e dans cette gamme de fréquence (figure V-i). Les paramètres de couplage sont : $C1 = 0,35$ pF, $L_{fil} = 0,9$ nH et $C2 = 0,85$ pF.

En utilisant notre programme de simulation et le schéma équivalent de R1, nous avons déterminé la loi qui relie l'inductance totale à la fréquence de résonance fondamentale (voir le détail en annexe). A partir de la variation de cette fréquence de résonance avec la température (figure V-j), nous avons donc calculé l'inductance totale de R1 en fonction de la température (figure V-k).

Les résultats des mesures sur cet échantillon, élaboré par ablation laser au LCSIM de Rennes, et sur l'échantillon T3 (paragraphe suivant) ont fait l'objet d'une publication commune avec le LEMO [150].

Dans cet article, nous présentons une comparaison entre des mesures expérimentales et des simulations numériques. Les deux modèles utilisés sont du type bifluide, l'un étant le modèle classique de London, l'autre celui dit des "bipolarons" [151-153].

La différence essentielle entre les deux modèles réside dans la dépendance en température de λ . Ecrivons donc :

$$\lambda(T) = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^\psi}} \quad (\text{V-17})$$

Le modèle de London-bifluide prévoit $\psi = 4$, alors que celui des bipolarons prévoit $\psi = 1,5$.

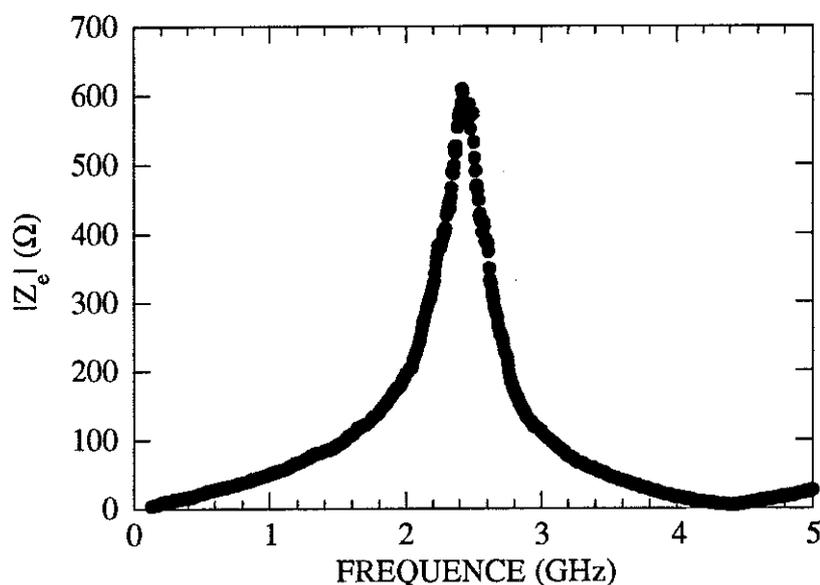


Figure V-i : pic de résonance sur $|Z_e|$ de l'échantillon R1 à $T = 80$ K

Nous avons cherché s'il existait des valeurs de $\lambda(0)$ et de T_c telles que, dans le cadre de chacun des modèles, nous ayons un bon accord entre les mesures et les simulations de $L(T)$ (c'est-à-dire telles que la courbe simulée rentre dans la barre d'erreur). De manière surprenante, nous avons trouvé des valeurs raisonnables de $\lambda(0)$ (voir tableau P) pour les deux modèles, bien que le modèle bipolarons semble donner des valeurs plus proches de celles des monocristaux. T_c est bien égale à T_c° .

Paramètres	London	Bipolarons
$\lambda(0)$	3200 Å	2100 Å
T_c	87 K	87 K

Tableau P : valeurs de $\lambda(0)$ et de T_c déduites selon les modèles utilisés

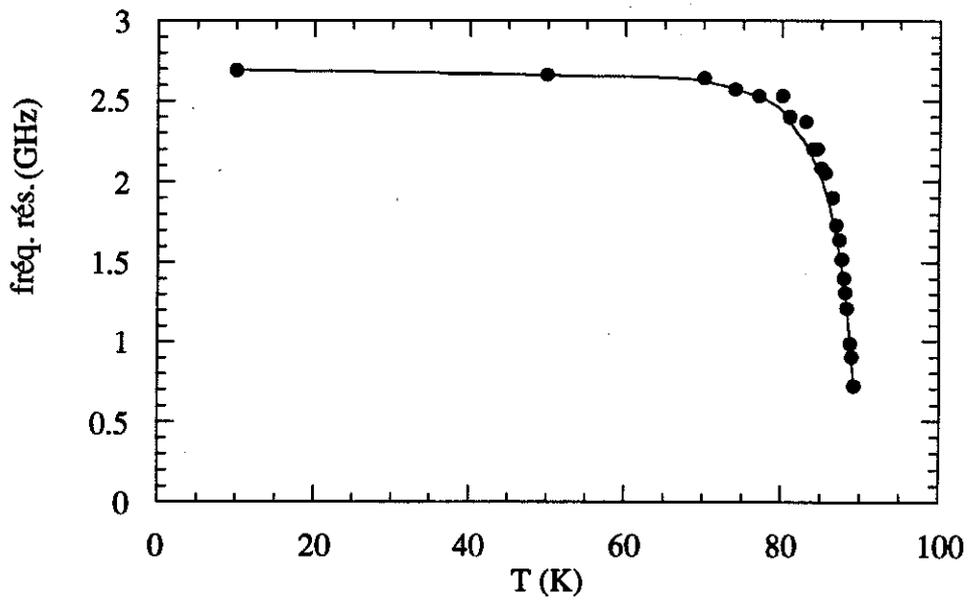


Figure V-j : variation de la fréquence de résonance ν_r en fonction de T (échantillon R1);
la courbe en trait plein est une interpolation

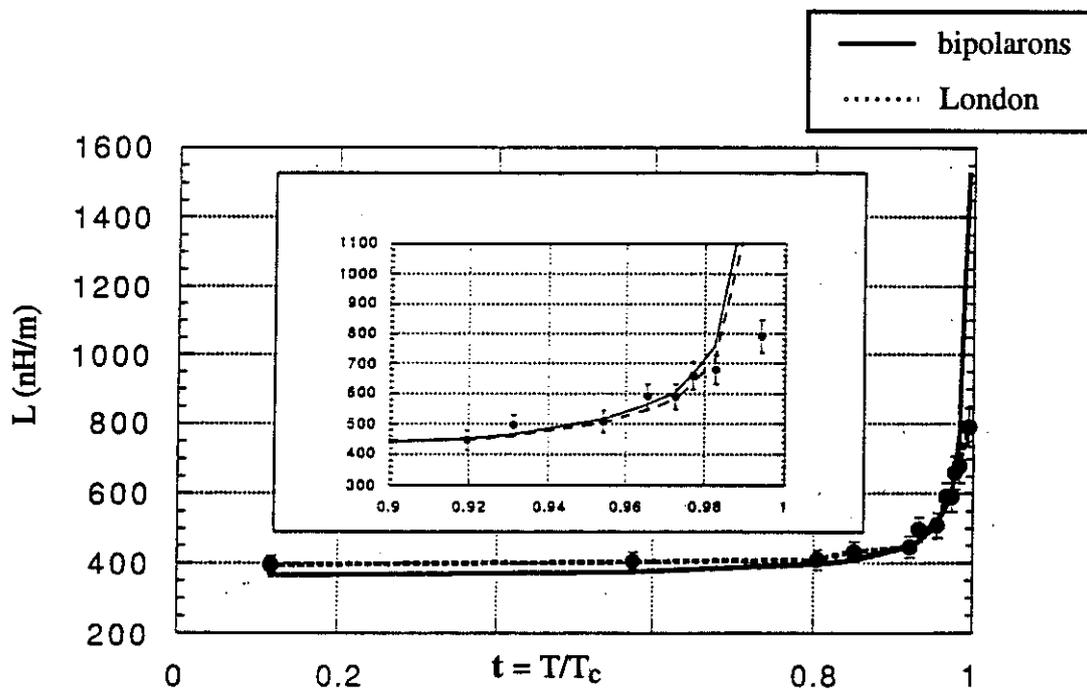


Figure V-k : variation de l'inductance linéique totale de l'échantillon R1
en fonction de T (en encart : même courbe près de T_c)

La variation mesurée de l'inductance linéique totale de R1 en fonction de la température ne permet donc pas de trancher en faveur de l'un ou l'autre des modèles. Ceci illustre une nouvelle fois la difficulté de déterminer $\lambda(0)$ par des "fits".

Nous verrons dans le paragraphe 5.5 que la mesure de la conductivité se révèle beaucoup plus efficace pour comparer les modèles.

Le comportement de la résistance est proche de celui prévu par le modèle de London-bifluide (R variant en ν^n où $n = 2$). Nous présentons par exemple dans la figure V-1, la variation avec ν de la résistance R de l'échantillon R1 à $T = 80$ K, non corrigée des pertes dans le plan de masse.

La correction des pertes dans le plan de masse est difficile à évaluer car elle dépend de sa rugosité, de sa résistivité et de la répartition du courant que nous connaissons assez mal. Il n'est donc pas possible de calculer avec une bonne précision la résistance de surface.

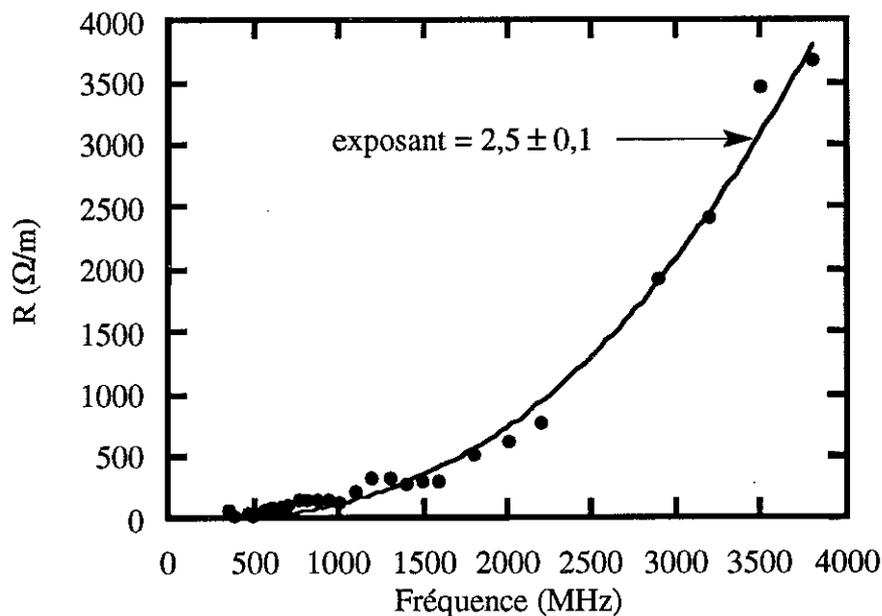


Figure V-1 : variation de la résistance linéique de R1 en fonction de la fréquence à $T = 80$ K

La figure V-m montre toujours la résistance linéique totale en fonction de la fréquence, mais à des températures supérieures à T_c . Pour $T = 89,3$ K, apparaissent les effets non linéaires sur X et l'exposant n qui est proche de 2 pour les autres températures chute à 1.

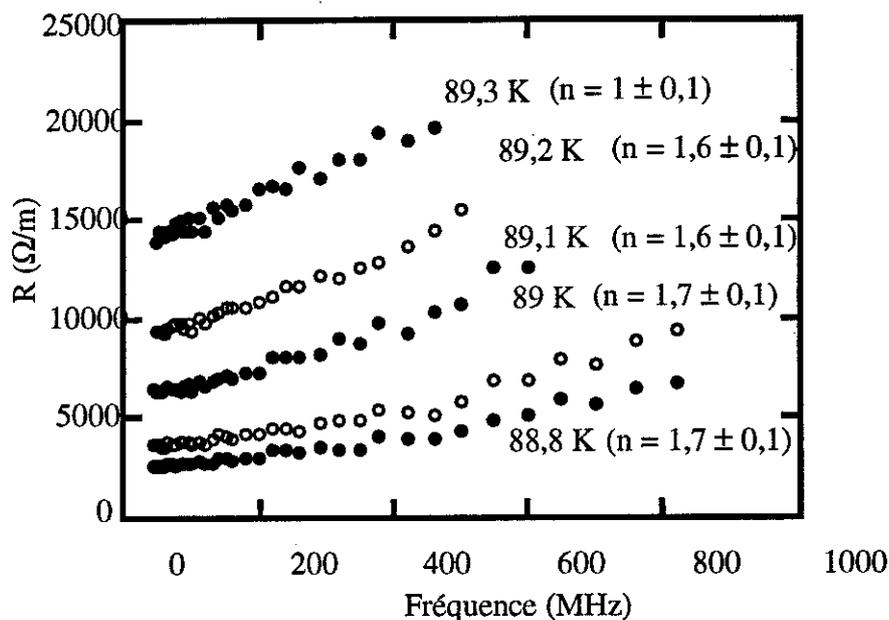


Figure V-m : variation de la résistance linéique de R1 en fonction de ν près de T_c (et exposants n)

5.3.4. Autres échantillons :

Les échantillons T1, T3 et G23, dont les caractéristiques figurent dans le chapitre 4, ont été mesurés de la même façon. Nous nous bornerons seulement à indiquer les $\lambda(0)$ déterminés par les simulations du LEMO avec le modèle de London-bifluide appliqué jusqu'à $0,98.T_c$ (tableau Q).

	T1	T3	G23
$\lambda(0)$	2000 Å	5900 Å	3000 Å

Tableau Q : valeurs de $\lambda(0)$ des échantillons T1, T3 et G23 ("fit" London-bifluide)

5.3.5. Discussion :

* détermination de λ :

Nous avons mis en évidence la difficulté de déterminer de manière fiable $\lambda(T)$ (et surtout $\lambda(0)$) à partir de "fits".

Nous pensons que cela est dû principalement au fait qu'en laissant T_c et $\lambda(0)$ comme paramètres libres et à cause des incertitudes de mesure, il est pratiquement toujours possible de trouver une courbe théorique qui s'ajuste à la courbe expérimentale de $\Delta\lambda$, ceci quel que soit le modèle utilisé (London-bifluide, bipolarons, BCS, etc.).

Les valeurs de $\lambda(0)$ rapportées dans la littérature qui ont été déterminées par un "fit" sont donc parfois à considérer avec précaution.

Pour résoudre ce problème, trois attitudes sont possibles.

1) La première consiste à étudier $\lambda(T)$ et à fixer T_c dans les "fits". Mais nous ne savons quel T_c choisir a priori. La démarche de vérifier si le T_c déterminé par le fit correspond à un de ceux mesurés est plus simple.

Près de T_c° , comme les résultats sur l'échantillon T4 le suggèrent, nous pouvons nous poser la question de la validité du modèle de London-bifluide. Ce modèle, bien qu'adapté aux oxydes de cuivre supraconducteurs ($\lambda \gg \xi$ (électrodynamique locale) et λ élevée prévue (faible densité de porteurs)), ne prend pas en compte les fluctuations du paramètre d'ordre près de T_c° .

D'autre part, il existe des techniques hyperfréquences qui permettent l'étude de $\lambda(T)$ à basse température. Des travaux récents ont été réalisés dans cette optique [132,154]. Ils participent au débat animé concernant la symétrie de la bande interdite.

2) La seconde est d'essayer de mesurer λ en valeur absolue dans toute la gamme de température.

La technique que nous avons utilisée ne permet pas d'obtenir précisément les valeurs de λ à basse température car, pour calculer λ , nous soustrayons l'inductance externe à l'inductance totale mesurée. Or, à $T = 4,2$ K, cette inductance externe, proportionnelle à h , représente typiquement de 90 à 99 % de l'inductance totale. Une erreur de 10 % sur h entraîne donc une erreur de l'ordre de 100 % sur λ !

Nos mesures, trop imprécises au-dessous de 50 K, ne nous ont donc pas permis de prendre part à la discussion sur la symétrie de la bande interdite.

3) La troisième est de ne pas utiliser de modèle et d'étudier directement la conductivité complexe.

Nous avons récemment choisi de nous orienter vers ces deux dernières attitudes. Nous présentons des résultats préliminaires très encourageants dans les deux paragraphes qui suivent.

Cependant, si nous utilisons toujours le même modèle et que nous l'appliquons toujours dans la même gamme de température (jusqu'à $0,98.T_c$ par exemple), la détermination de $\lambda(0)$ par un "fit" garde un sens en valeur relative, c'est-à-dire que la comparaison de différents échantillons reste possible. Nous verrons comment nous avons utilisé une telle comparaison dans le paragraphe sur la corrélation de λ avec les courants critiques et les propriétés texturales des échantillons.

*** vérification du régime linéaire - effet de la puissance :**

Sur l'échantillon R1, nous avons vérifié que nous nous trouvions dans un régime linéaire en mesurant nos échantillons avec une puissance incidente inférieure à -47 dBm.

Il faut noter que la limite de résolution de notre appareillage est de -57,5 dBm pour l'analyseur ROHDE & SCHWARZ et -65 dBm pour l'analyseur HEWLETT PACKARD.

Avec l'analyseur ROHDE & SCHWARZ, nous avons mesuré l'impédance d'entrée de R1 pour différentes puissances incidentes. Nous nous sommes placés à 80 K, donc assez loin de T_c , et à 89 K, donc dans la transition.

Les résultats indiqués figure V-n montrent qu'au-dessus de -47 dBm, le courant critique semble atteint : les pertes augmentent et le facteur de qualité chute. A 80 K, cet effet se produit pour des puissances supérieures à -30 dBm. Une étude plus poussée est à envisager pour bien expliquer les effets observés:

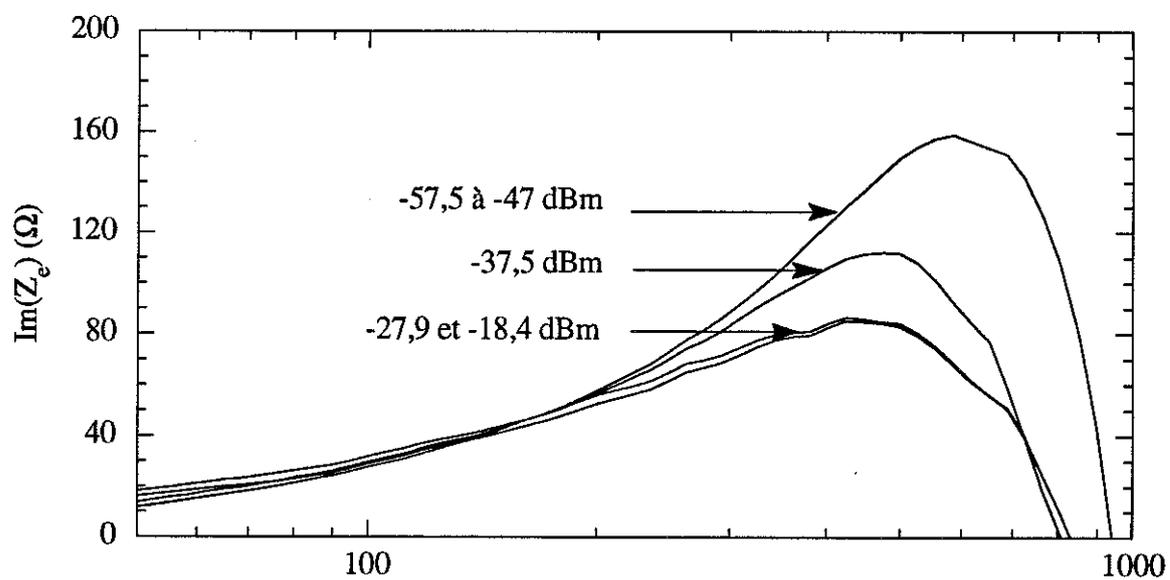
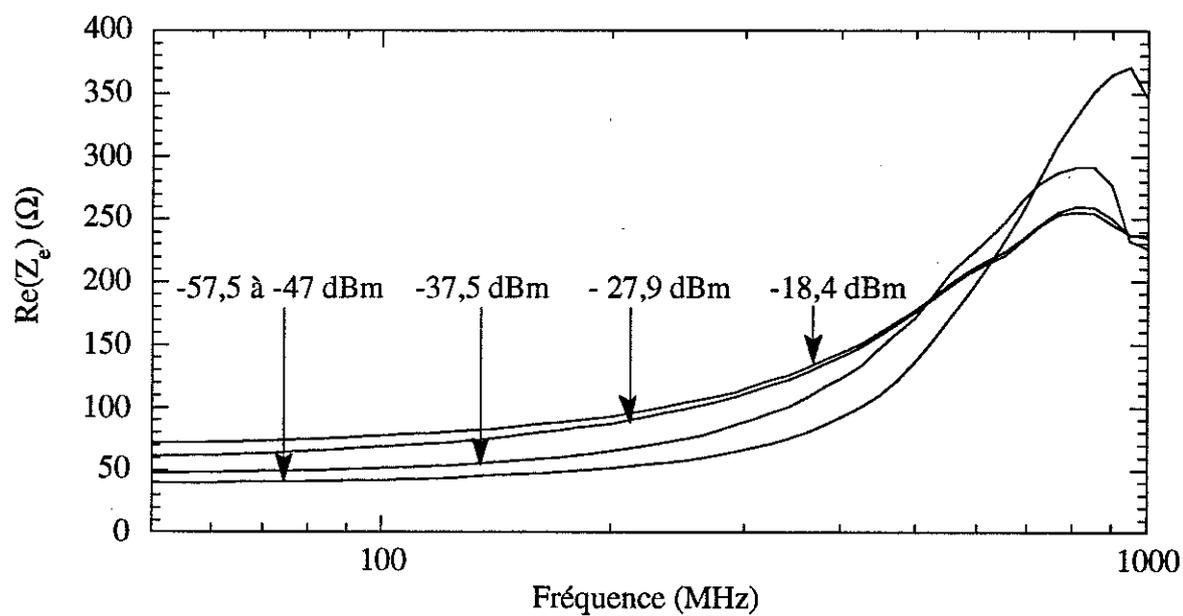


Figure V-n : effets dus à une puissance incidente trop élevée (échantillon R1, $T = 89$ K)

*** effets "non linéaires" sur $X_e(\nu)$:**

Dans la transition, nous avons constaté de manière reproductible des effets "non linéaires" en fonction de la fréquence sur la partie imaginaire de l'impédance d'entrée des échantillons (figure V-g).

Nous avons d'abord pensé expliquer ces effets par la variation de λ avec la fréquence qui devrait devenir importante près de T_c puisque la largeur du gap chute à cet endroit.

Nous avons donc utilisé la relation de causalité de Kramers-Kronig [126] :

$$\lambda(\omega) - \lambda(0) = \frac{\omega^2}{2\pi^2} \cdot \int_0^\infty \frac{R(x) \cdot dx}{x^2 \cdot (x^2 - \omega^2)} \quad (\text{V-18})$$

Connaissant, à la température T , l'expression polynômiale approchée de R en fonction de la fréquence, nous pouvons calculer la variation relative de λ entre une fréquence donnée et le continu. Pour R1 à 89 K et 1 GHz, cette variation n'est que de 1 ‰! Elle n'explique pas les effets observés.

Nous avons alors calculé avec le logiciel "MATHEMATICA" la partie imaginaire de l'impédance donnée par la formule (V-4), dans le cadre du modèle bifluide. Nous espérons mettre ainsi en évidence l'influence près de T_c de l'effet de peau des électrons normaux dans ces effets non linéaires. Mais ce fut sans succès; à titre d'exemple, l'épaisseur de peau δ à 89 K dans R1 est de 29 μm , alors que λ est de l'ordre de 4 μm .

Sur l'échantillon T4, ces effets "non linéaires" sont visibles sur $\text{Im}(Z_e)$ dans une zone de température où $\text{Re}(Z_e)$ devient supérieure à $\text{Im}(Z_e)$. La capacité de la ligne doit alors être prise en compte pour obtenir la réactance linéique X . Sur X , l'effet "non linéaire" subsiste néanmoins à quelques températures. L'échantillon R1 présente le même comportement.

Nous pensions finalement aborder cette question en termes de fluctuations, mais il semble plus probable que ces effets soient dus à des problèmes de courant critique.

En effet, nous nous sommes rendus compte que l'apparition de ces effets "non linéaires" était corrélée avec l'apparition d'effets non ohmiques sur la mesure de la résistance de l'échantillon à très basse fréquence. Sur T4, cela arrive à 88,6 K pour une densité de courant de 10 A/cm² environ.

*** corrélations entre λ , les courants critiques et les analyses de texture :**

Comme nous l'avons fait remarquer précédemment, nos mesures de profondeur de pénétration peuvent servir, en valeur relative, de moyen de comparaison entre les différents échantillons que nous avons étudiés.

La figure V-0 montre ainsi la variation en fonction de la température réduite de l'inductance interne normalisée des échantillons.

R1, T1 et G23 qui ont des $\lambda(0)$ proches, présentent des dépendances en température équivalentes. Par contre, T3 ($\lambda(0)$ supérieure) présente une dépendance en température très différente.

De plus, la figure V-p met en évidence une corrélation nette entre J_c et λ telle que $\lambda(T)$ varie en sens inverse de $J_c(T)$. Les points de mesure du LMGP-Wuppertal proviennent de la référence [149].

Cette corrélation est prévue dans le cadre des théories de London et de Ginzburg-Landau, mais de façon à expliquer plutôt la dépendance en température de J_c et de λ pour un échantillon donné.

Nous pouvons aussi l'expliquer par des facteurs extrinsèques. Nous savons, en effet, que la valeur de J_c est liée à la microstructure du matériau. Nous avons dit dans le chapitre 2 que des expériences sur des bicristaux avaient démontré que l'orientation des joints de grains influençait beaucoup la valeur de J_c [57-58].

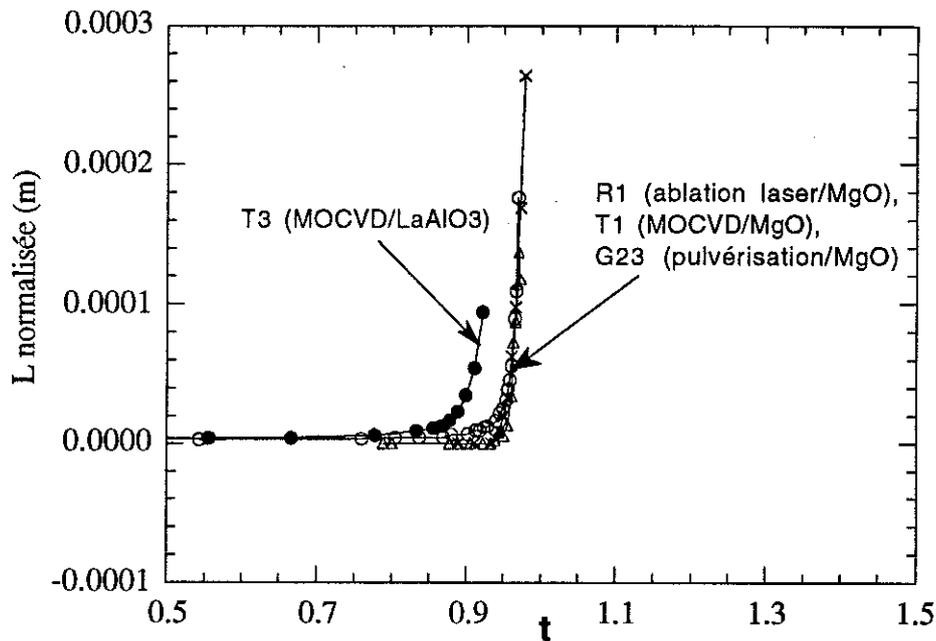


Figure V-o : variation en fonction de la température réduite de l'inductance interne normalisée des échantillons

Or, d'après D. Chateignier du Laboratoire de Cristallographie du CNRS Grenoble, il existe dans les couches minces d'YBaCuO une corrélation entre J_c et les pourcentages de désorientations des cristallites ($a \perp$ et $c \perp 45$). Celle-ci est schématisée dans la figure V-q.

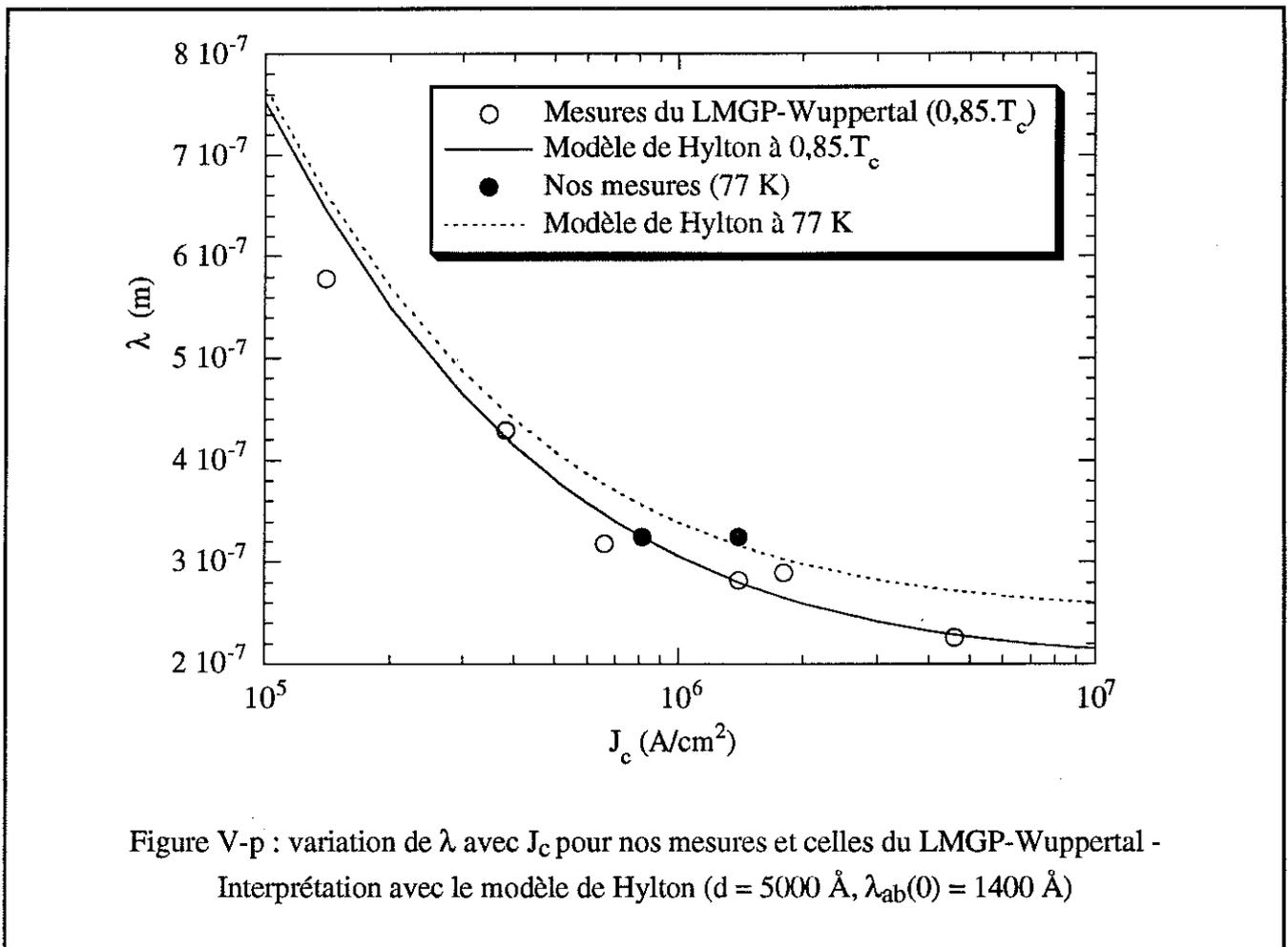
Tout ceci nous amène à penser que, dans les couches minces supraconductrices à haute température critique (et dans les monocristaux, pour lesquels la densité de défauts est équivalente), les joints de grains et leur orientation jouent un rôle prépondérant.

Supposons une couche mince granulaire (voir pour cela la photographie au MEB de G23 et la référence [42]). Si les pourcentages de désorientations sont mesurables, nous pouvons nous attendre à une densité de courant critique réduite. Dans ce cas, conformément au modèle de Hylton [144,155], la profondeur de pénétration mesurée sera une profondeur effective telle que :

$$\lambda_{\text{eff}} = \sqrt{\lambda_{\text{ab}}^2 + \lambda_{\text{J}}^2} = \sqrt{\lambda_{\text{ab}}^2 + \frac{\hbar}{2.e.J_c.d.\mu_0}} \quad (\text{V-19})$$

Nous avons fait apparaître dans la figure V-p, la variation calculée dans le cadre de ce modèle de λ_{eff} en fonction de J_c , en prenant $\lambda_{\text{ab}}(0) = 1400 \text{ \AA}$, $d = 5000 \text{ \AA}$ et les J_c mesurés par le LMGP (échantillons sur MgO). Le diamètre moyen d des grains est en effet de l'ordre de 5000 \AA pour des films déposés sur MgO et de 2500 \AA sur LaAlO_3 [42].

Nos mesures sont représentées à $T = 77 \text{ K}$. Celles du LMGP-Wuppertal sont à $0,85.T_c$. Si nous supposons une dépendance de λ_{ab} du type London-bifluide, $\lambda_{\text{ab}}(77 \text{ K}) = 2500 \text{ \AA}$ et $\lambda_{\text{ab}}(0,85.T_c) = 2025 \text{ \AA}$. Le modèle rend assez bien compte de la variation observée de λ avec J_c .



Cette approche peut également expliquer la dépendance de λ en T^2 à basse température observée dans des couches minces et certains monocristaux de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ ou d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, indépendamment des problèmes de symétrie du paramètre d'ordre [156].

C'est d'ailleurs l'argument avancé par ceux qui ont mesuré une dépendance en T à basse température sur des monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ [154] car la présence de liaisons faibles associées aux joints de grains ne dégrade pas forcément T_c .

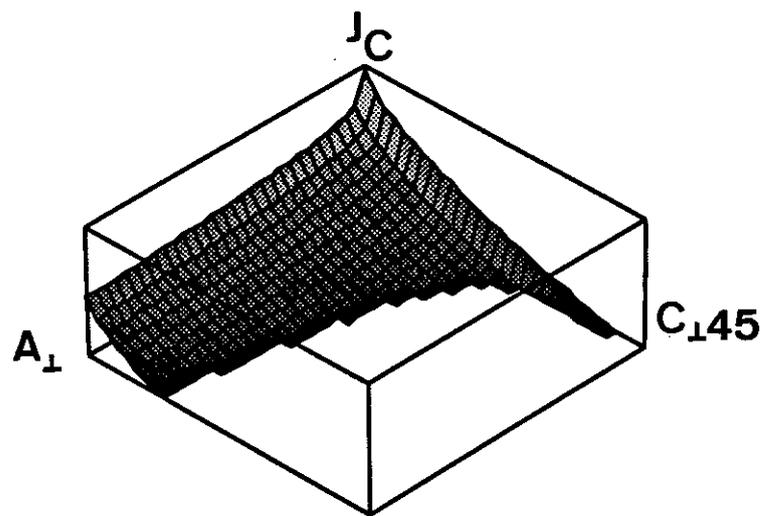


Figure V-q : corrélation entre J_c et les pourcentages de désorientations $a \perp$ et $c \perp 45$ (échelles : $a \perp = 0 - 50 \%$; $c \perp 45 = 0 - 12 \%$, $J_c = 10^5 - 10^7 \text{ A/cm}^2$ (logarithmique))

En conclusion sur ce point, nous n'avons pas d'écarts suffisants entre les propriétés texturales de nos échantillons pour effectuer une corrélation avec λ . Celle-ci est plus franche sur les échantillons mesurés par le LMGP et Wuppertal.

Néanmoins, dans le cadre du modèle de Hylton, nous pouvons expliquer la valeur élevée de $\lambda(0)$ et la dépendance particulière de λ avec la température pour l'échantillon T3. Celui-ci a en effet un courant critique plus faible que les autres échantillons et le diamètre moyen des grains est plus petit sur LaAlO_3 que sur MgO .

5.4. NOUVELLE METHODE DE MESURE ABSOLUE DE $\lambda(0)$:

Dans ce paragraphe, nous présentons une technique hyperfréquence de mesure absolue de l'inductance interne de rubans supraconducteurs à basse température. A notre connaissance, cette technique est nouvelle et, de plus, en hautes fréquences, nous avons vu dans le tableau N (p. 90) qu'il n'existait pas de méthode de mesure directe de la valeur absolue de $\lambda(0)$. Avec des cavités résonnantes, il est toutefois possible de mesurer indirectement cette valeur en utilisant un échantillon étalon (en général, un supraconducteur classique bien connu).

Rappelons que notre technique habituelle de mesure est limitée à basse température car, pour déterminer l'inductance interne du ruban, nous soustrayons les autres inductances de la valeur de l'inductance totale. Dans le cas le plus favorable que nous ayons eu (échantillon T3), ces inductances représentent 80 % du signal total, d'où une erreur d'au moins 40 % sur la valeur absolue de l'inductance interne de T3 à $T = 4,2 \text{ K}$!

Pour palier cet inconvénient, nous avons eu l'idée de mesurer directement ces termes d'inductance plutôt que de les déduire de mesures dimensionnelles. Pour cela, nous réalisons une ligne microruban inversée dont le ruban supraconducteur est totalement doré.

Par une mesure dans l'état normal à 100 K, nous déterminons à $\pm 1 \%$ près la valeur de l'inductance totale à 100 K (qui comprend l'inductance externe, l'inductance du fil de liaison, plus celles internes du plan de masse et du ruban en or).

Ensuite, nous mesurons l'échantillon à 4,2 K. Si les résistances de contact sont faibles, une majorité de lignes de courant passent par le ruban supraconducteur et nous mesurons à 1 % près une inductance totale comprenant toujours l'inductance externe, celle du fil de liaison et celles internes du plan de masse et du ruban supraconducteur. Par couplage mutuel, une faible partie des lignes de courant passe dans le ruban d'or et augmente les pertes de l'ensemble [157]. Des simulations numériques du LEMO ont montré que, par contre, l'inductance interne du ruban à basse température avec ou sans film d'or est la même.

Par différence, nous en déduisons l'inductance interne du ruban supraconducteur donc la profondeur de pénétration de l'échantillon à $T = 4,2$ K. Nous supposons que $\lambda(0) \approx \lambda(4,2 \text{ K})$. Il faut néanmoins corriger cette différence de :

- la variation de l'inductance interne du plan de masse avec la température (ρ donc ∂ change),
- la valeur de l'inductance interne du ruban d'or,
- la variation de l'inductance externe avec la température (contractions thermiques des conducteurs et du substrat).

Nous avons testé cette technique sur l'échantillon très mince R2, élaboré par ablation laser au LCSIM de Rennes. Nous l'avons métallisé avec 2900 Å d'or par évaporation (avant gravure). Toutes ses dimensions et quelques caractérisations sont données dans le chapitre 4. Au-dessous de 1 GHz, cet échantillon n'est pas propagatif.

Les résistances de contact obtenues sont de 7,35 Ω à $T = 4,2$ K et de 11 Ω à $T = 75$ K. La transition supraconductrice sur la courbe $\rho(T)$ est tout à fait visible, ce qui indique que le film supraconducteur court-circuite bien le dépôt d'or en dessous de T_c , malgré les résistances de contact.

La figure V-r montre les deux mesures de la réactance d'entrée à $T = 100$ K et à $T = 4,2$ K.

Sans correction, nous avons déduit de ces mesures $\lambda(0) = 4300 \pm 100$ Å.

En supposant que toutes les lignes de courant se répartissent sur une largeur W dans le plan de masse (hypothèse pessimiste), nous avons estimé qu'à 1 GHz :

- $L_{\text{plan de masse}} (100 \text{ K}) = 16 \text{ nH/m}$,
- $L_{\text{plan de masse}} (4,2 \text{ K}) = 4 \text{ nH/m}$,
- $L_{\text{ruban or}} (100 \text{ K}) = 3 \text{ nH/m}$,
- $L_{\text{externe}} (4,2 \text{ K}) - L_{\text{externe}} (100 \text{ K}) = 6,5 \text{ nH/m}$ (h variant de $1 \mu\text{m}$ environ).

Avec ces corrections, nous trouvons $\lambda(0) = 4650 \pm 50 \text{ \AA}$.

Cette valeur est relativement élevée, mais ceci semble en accord avec une étude récente qui montre une augmentation de la résistance de surface lorsque le paramètre c s'éloigne de $11,66 \text{ \AA}$ [158]. D'autre part, cette couche est très mince : sur un échantillon équivalent, A. Omari [144] a trouvé $3180 \pm 318 \text{ \AA}$, valeur expliquée selon lui par un effet de granularité [155]. Enfin, nous estimons que J_c est inférieur à 10^6 A/cm^2 à 77 K à partir de la courbe d'écrantage qui nous a été fournie par le LCSIM. Comme nous l'avons vu, ceci peut être un facteur supplémentaire d'augmentation de λ .

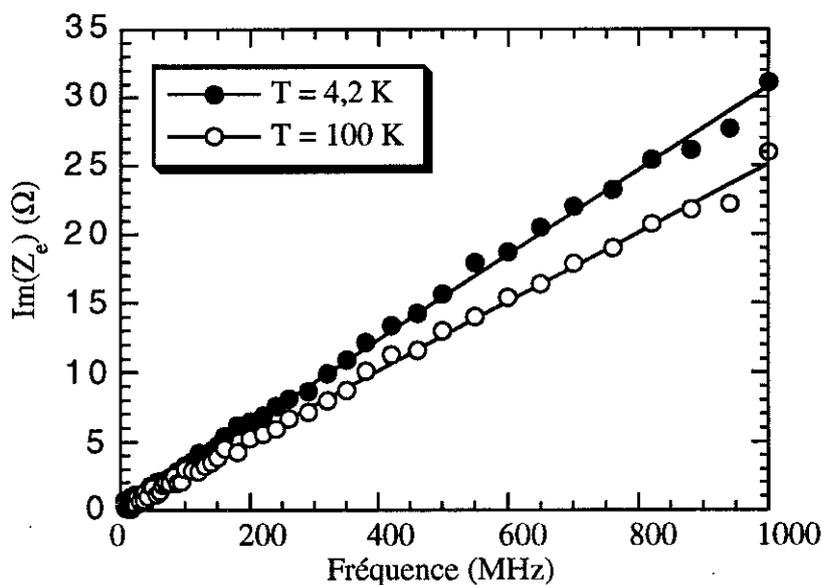


Figure V-r : mesure de $\text{Im}(Z_e)$ de R2 à $T = 100 \text{ K}$ et $4,2 \text{ K}$

Quoi qu'il en soit, ce résultat est très encourageant et démontre la possibilité d'obtenir par cette technique les valeurs de λ à basse température.

Nous pouvons encore améliorer notre précision en diminuant la largeur du ruban jusqu'à $2 \mu\text{m}$. Ceci nécessitera certes de faire des lithographies électroniques, mais nous diminuerons ainsi la proportion de l'inductance externe dans l'inductance totale (W/h diminuant, K augmente alors que K_s tend vers 1 puisque W/λ diminue).

De plus, lorsque λ est proche de e et W , la densité de courant dans le ruban devient uniforme et le calcul de λ est plus simple. Afin de visualiser cette densité de courant, nous présentons dans la figure V-s une simulation réalisée par le LEMO sur "SPICE" pour l'échantillon T1 en structure microruban inversée. Nous constatons que la densité de courant ne varie pas sur l'épaisseur mais que, par contre, il y a un facteur 3 entre la densité de courant sur les bords et au centre du ruban.

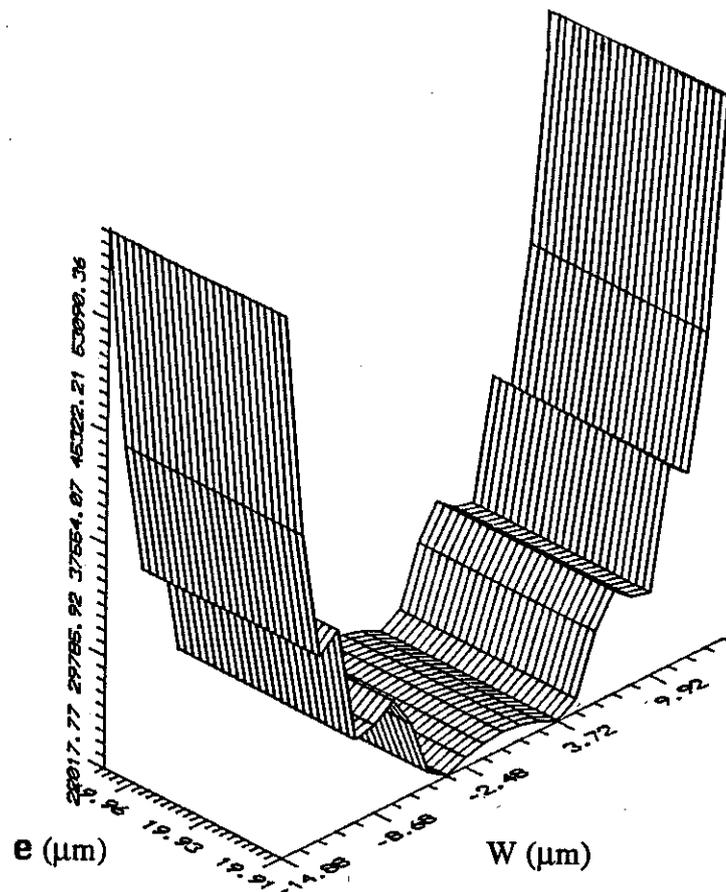


Figure V-s : densité de courant dans le ruban de T1 en structure microruban inversée
 ($T = 79 \text{ K}$, $\lambda(0) = 2000 \text{ \AA}$, $\sigma_n = 5.10^5 (\Omega.\text{m})^{-1}$)

5.5. ETUDE DE LA CONDUCTIVITE :

En utilisant le formalisme de la méthode PEM [140] dont nous avons déjà parlé (p. 101), et en considérant une ligne de transmission ayant un plan de masse métallique, l'équation (V-4) devient :

$$Z = j.\omega.\mu_0.h.\left[\frac{1}{K.W} + \frac{\mathbf{G}}{h.(j.\omega.\mu_0.\bar{\sigma})^{1/2}} \cdot \coth(t_e.(j.\omega.\mu_0.\bar{\sigma})^{1/2})\right] = R + j.X \quad (V-20)$$

La méthode PEM revient à effectuer une correction dimensionnelle qui permet de calculer les pertes d'une ligne normale ou supraconductrice, de largeur W finie et dont l'épaisseur e est inférieure à δ ou λ . Elle ne préjuge en rien de la dépendance en température de la conductivité complexe. Cette méthode est en accord avec des méthodes de simulation beaucoup plus élaborées (Monte Carlo, éléments finis).

En définitive, elle repose sur la transformation du ruban original en un ruban équivalent de largeur $W_e = 1/\mathbf{G}$ et d'épaisseur $t_e = e.W.\mathbf{G}$. Le facteur \mathbf{G} est déterminé uniquement à partir des données géométriques de la ligne. Nous nous sommes basés sur la référence [140] pour calculer \mathbf{G} car nous avons constaté un très bon accord entre les facteurs K_s déduits des simulations numériques du LEMO et ceux calculés à partir de \mathbf{G} . Néanmoins, des simulations numériques systématiques permettraient d'obtenir \mathbf{G} avec une meilleure précision.

Nous avons utilisé l'équation (V-20) pour calculer la conductivité complexe de l'échantillon R1 à partir des mesures de R et L . Pour cela, nous nous sommes servis du logiciel "MATHEMATICA" qui permet de faire des calculs directement en nombres complexes. A l'aide d'exemples classiques, nous avons vérifié que les racines σ_1 et σ_2 trouvées par ce logiciel étaient bien celles attendues.

La valeur de \mathbf{G} pour R1 est de 8175 m^{-1} .

Les courbes obtenues à partir de R et L à 1 GHz sont représentées dans les figures V-t (pour σ_1) et V-u (pour σ_2).

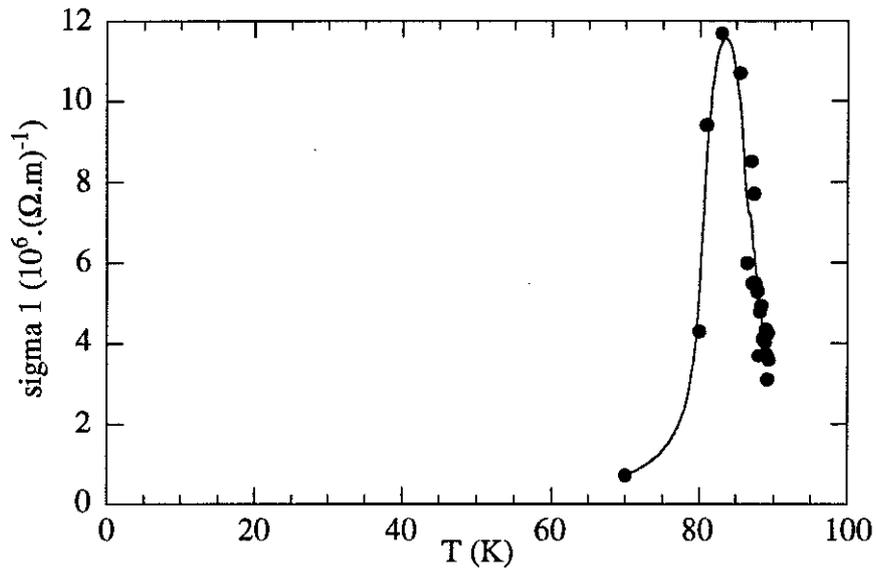


Figure V-t : variation de la partie réelle de la conductivité de l'échantillon R1 en fonction de T à 1 GHz (courbe en trait plein = interpolation)

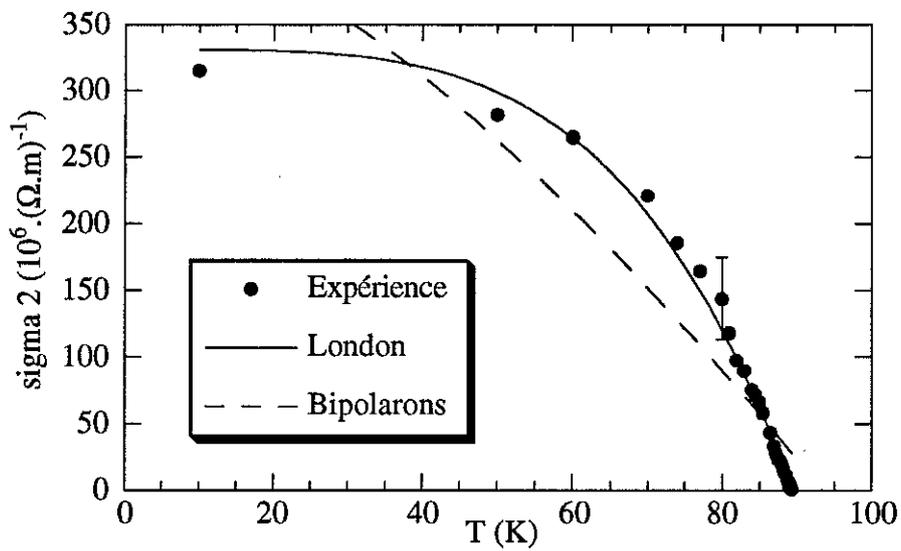


Figure V-u : variation de la partie imaginaire de la conductivité de l'échantillon R1 en fonction de T à 1 GHz (et barre d'erreur)

Nous voyons apparaître un pic sur σ_1 au-dessous de T_c , pic qui a été mesuré par de nombreuses équipes.

Du fait que nous mesurons nos échantillons avec des plans de masse métalliques, la précision sur l'amplitude du pic n'est pas bonne mais, avec ou sans correction des pertes dans le plan de masse, le pic subsiste au même endroit et avec une largeur à mi-hauteur équivalente (environ 5 K).

Rappelons que, dans le cas des supraconducteurs classiques (BCS couplage faible), il existe un pic de cohérence observé dans le taux de relaxation des spins nucléaires (RMN) en fonction de la température. Lorsque la fréquence de l'onde électromagnétique est plus petite que v_g , la perturbation est faible et son effet sur σ_1 est équivalent à celui observé pour la relaxation nucléaire. Il existe donc aussi un pic sur σ_1 , centré vers $0,8.T_c$ et de largeur à mi-hauteur d'environ $0,4.T_c$ (selon l'anisotropie).

Dans le cas des supraconducteurs à haute température critique, il n'existe pas de pic dans les mesures RMN. Par contre, nous venons de le dire, les mesures de $\sigma_1(v,T)$ présentent des pics aussi bien pour des films minces que pour des monocristaux (YBaCuO et BiSrCaCuO), et ceci pour des fréquences très différentes (du MHz à 60 GHz) [159-165].

Tous les pics observés sont situés très près de la transition résistive, mais légèrement au-dessous, et ont une largeur de quelques K seulement. Ceci est en désaccord avec les prévisions BCS-couplage faible. Dans le cas d'un couplage fort, nous pouvons effectivement obtenir un pic étroit mais il devrait également exister dans les mesures de RMN. Il semble donc que les effets de cohérence de phase ne permettent pas d'expliquer ce pic sur σ_1 .

Deux interprétations sont actuellement proposées : l'influence des fluctuations [161] et une distribution de T_c (transition large) [162,164].

Les fluctuations thermiques se traduisent par une anticipation de l'état supraconducteur au-dessus de T_c (décroissance plus rapide de la résistance en courant continu lorsque T diminue). La contribution σ' à la conductivité électrique statique due aux fluctuations du paramètre d'ordre a été calculée par Aslamasov et Larkin en 1968, puis elle a été étendue la même année par Schmidt à $\bar{\sigma}(\omega)$, dans le cas d'un film mince. Schmidt a obtenu des valeurs différentes entre $T < T_c$ et $T > T_c$. Ceci entraîne l'apparition d'un pic centré à T_c . La valeur de σ' à T_c dans le cas 2D (BiSrCaCuO) est donnée par :

$$\sigma'(T_c) = \frac{e^2 \cdot k_B \cdot T_c}{\hbar^2 \cdot \omega \cdot e} \quad (\text{V-21})$$

Dans le cas 3D, $\sigma'(T_c)$ est proportionnelle à $\omega^{-1/2}$.

La largeur du pic à mi-hauteur est donnée par :

$$\Delta T = \frac{\hbar \cdot \pi \cdot \omega}{8 \cdot k_B} \quad (\text{V-22})$$

A 60 GHz, $\Delta T \approx 1$ K. Au-dessous de 1 GHz, ΔT est infiniment petite.

Les simulations basées sur ces expressions semblent en bon accord avec les mesures de Holczer et al. [159] sur des monocristaux de BiSrCaCuO. Néanmoins, le pic théorique est centré à T_c alors que celui expérimental est légèrement au-dessous de T_c .

Par contre, pour les mesures sur les YBaCuO à plus basses fréquences, la largeur du pic devrait être de quelques dizaines de μK au lieu des quelques degrés observés, et la dépendance en ω de la hauteur du pic est en ω^{-1} au lieu des $\omega^{-1/2}$ attendus, compte tenu de la nature 3D de l'YBaCuO. Cette interprétation ne semble donc pas correcte pour des films minces d'YBaCuO.

L'autre explication consiste à supposer que, compte tenu de la largeur de la transition résistive, il existe une distribution des températures critiques sur 1 ou 2 K. Les grains deviennent successivement supraconducteurs et, même lorsque la résistance en courant continu est nulle (percolation), certains grains sont encore dans l'état normal.

Pour simplifier le problème, nous pouvons considérer une chaîne linéaire de n domaines ayant des températures critiques T_{ci} ($i = 1$ à n) et une distribution gaussienne de T_c . La conductivité totale $\sigma(\omega, T)$ est égale à l'inverse de la somme des impédances $Z_i(\omega, T)$, chaque $Z_i(\omega, T)$ étant individuellement déterminée par le modèle bifluide.

Dans ce cas, un pic sur $\sigma_1(T)$ apparaît, dû au mélange de la réponse superfluide dans une partie de l'échantillon avec la réponse normale d'une autre partie de l'échantillon. Des modèles 3D plus élaborés de milieu effectif ou des modèles percolatifs donnent des résultats équivalents. La dépendance en fréquence de la hauteur du pic prédite dans ce cas est en ω^{-1} . C'est bien ce qui est observé expérimentalement.

Cette dernière interprétation est la plus utilisée actuellement pour expliquer le pic de σ_1 dans les films et les monocristaux d'YBaCuO. Toutefois, l'origine physique de la distribution de T_c n'est pas du tout comprise et, à notre avis, l'interprétation du pic reste un problème très ouvert.

L'allure de σ_2 à 1 GHz en fonction de la température est très intéressante aussi.

Nous avons indiqué dans la figure V-u, les meilleurs "fits" que nous ayons pu obtenir dans le cadre des deux modèles bifluide que nous avons utilisés (σ_2 en $(1-t)^4$ ou en $(1-t)^{1,5}$). Le modèle des "bipolarons" est clairement à rejeter. Ceci est en désaccord avec certaines interprétations récentes [153].

Il est à noter que la dépendance en température n'est pas sensible à la valeur de $\sigma_2(0)$ extrapolée : compte tenu de l'incertitude, nous obtenons le même résultat que nous prenions la valeur maximale ou la valeur minimale possible pour $\sigma_2(0)$.

De plus, près de T_c , nous avons vérifié la dépendance linéaire de σ_2 avec la température prévue dans le cadre de la théorie de Ginzburg-Landau (figure V-v) [166]. Ceci nous permet de définir une certaine température critique, proche de celle qui correspond à dR/dT maximale et dont la signification physique est incontestable ($\sigma_2 = 0$).

Il nous semble donc que l'approche directe en terme de conductivité complexe est beaucoup plus puissante pour comparer les différents modèles proposés actuellement pour les oxydes de cuivre supraconducteurs.

Bien entendu, d'autres études doivent être menées pour pouvoir faire une comparaison fiable, précise et quantitative de ces différents modèles.

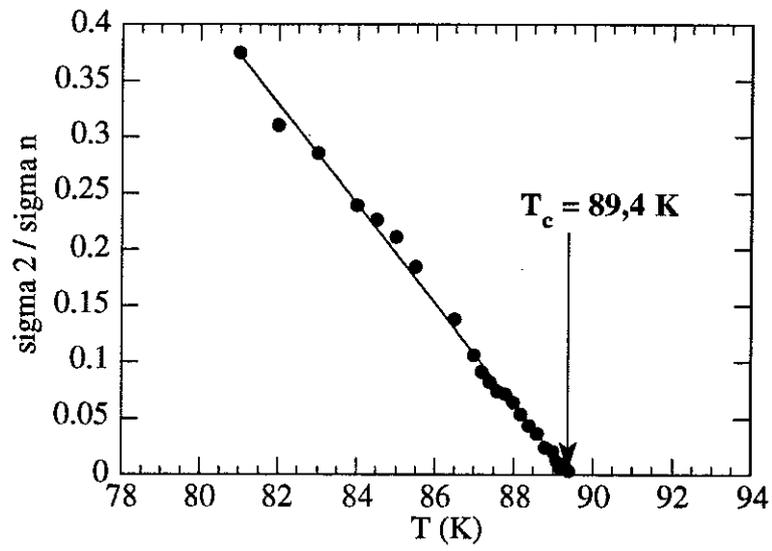
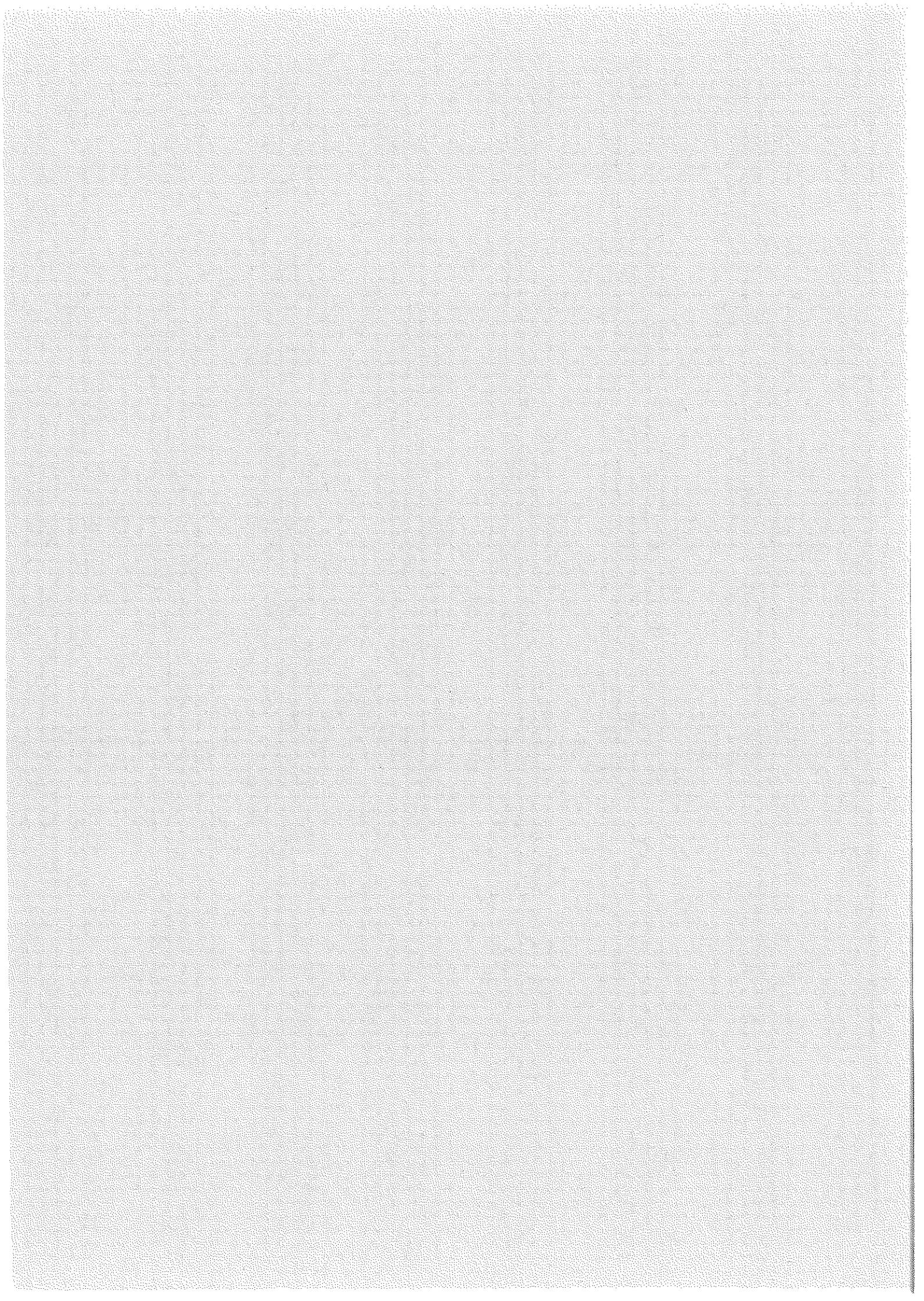


Figure V-v : dépendance linéaire de σ_2/σ_n de R1 à 1 GHz et près de T_c



CHAPITRE SIX : ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES VORTEX

6.1. RAPPELS THEORIQUES :

Nous avons présenté dans le chapitre 1 le modèle de Gittleman et Rosenblum qui décrit la réponse en fréquence du réseau de vortex, dans la limite de cas classiques (alliages de PbIn ou de NbTa par exemple). En ce qui concerne les matériaux supraconducteurs à haute température critique, le problème est plus compliqué car l'activation thermique est plus grande et la longueur de cohérence plus faible.

Actuellement, il y a essentiellement deux approches théoriques différentes en compétition :

- un modèle de lois d'échelle impliquant une transition de phase d'un état liquide de vortex à un état verre de vortex, largement développé par D. S. Fisher et al. [167],
- un modèle de type champ moyen qui est une extension du travail de Gittleman et Rosenblum (prise en compte des effets de "flux creep" qui sont importants dans les oxydes de cuivre supraconducteurs).

6.1.1. Modèle des lois d'échelle (dit "modèle FFH") :

D. S. Fisher et al. (FFH) posent une question fondamentale [2] : pouvons-nous distinguer entre une véritable phase supraconductrice avec une résistivité strictement nulle et un fluide de vortex qui aurait une résistivité non nulle mais quasiment non mesurable?

Un élément de réponse est que si la phase "verre de vortex" existe, il doit exister une transition de phase thermodynamique (du 1er ou du 2ème ordre).

Si cette transition est du 2ème ordre, il faut alors s'attendre à une conduite avec des lois d'échelle pour des températures proches de T_g , la température de transition "verre de vortex". Pour ce type de transition, la longueur de corrélation des vortex ξ_g aura une divergence en loi de puissance quand T se rapproche de T_g :

$$\xi_g \propto |T - T_g|^{-\nu} \quad (\text{VI-1})$$

ν est un exposant critique.

Un ralentissement critique de la dynamique est également prévu avec un temps de relaxation $\tau \propto \xi_g^z$ où z est un exposant critique dynamique. Physiquement, τ est le temps que prend une fluctuation de taille ξ_g pour relaxer. Ainsi, pour les mesures de $I(V)$ en continu, il est prédit qu'à T_g :

$$V(I)_{T=T_g} \propto I^{(z+1)/(d-1)} \quad (\text{VI-2})$$

d est la dimensionnalité du système ($d = 3$ pour les composés d'YBaCuO).

Des mesures très fines de $I(V)$ ont confirmé ce comportement et les exposants critiques ont pu être déterminés, ainsi que T_g [168].

Au sujet de l'impédance linéique $Z(\omega)$, de phase Φ , il est prévu qu'à T_g [4] :

$$\begin{cases} |Z(\omega)| \propto \omega^{(2+z-d)/z} \\ \Phi = \frac{\pi}{2} \cdot \left(\frac{2-d+z}{z} \right) \end{cases} \quad (\text{VI-3})$$

Soit $\Omega = \tau^{-1}$, la fréquence qui correspond au passage entre le régime où $|Z|$ dépend de ω et le régime où $|Z|$ est indépendant de ω . Il est également prévu que Ω dépend de la température en $(T - T_g)^{v.z}$.

Le modèle de FFH est considérablement plus riche que ces quelques lois énoncées. Nous nous sommes volontairement restreints aux prédictions qui concernent l'impédance linéique.

6.1.2. Théorie des effets du piégeage de vortex et du "flux creep" sur l'impédance de surface [169] :

Nous avons défini dans le premier chapitre ce qu'était le "flux flow". Mais, entre le régime où les vortex sont piégés et celui où ils sont libres de se mouvoir, existe un régime intermédiaire (le "flux creep") dans lequel l'activation thermique permet à quelques vortex de vaincre les barrières du potentiel de piégeage. Ceci se traduit par l'apparition d'une dissipation, différente de celle mesurée dans le régime de "flux flow".

Nous avons vu également dans le chapitre 1 que, dans le cadre du modèle de Gittleman et Rosenblum, nous pouvions définir une fréquence de dépiégeage v_p . A T et \vec{B} donnés, pour $v \ll v_p$, le système est dominé par le piégeage. Pour $v \gg v_p$, la résistance de surface devient indépendante de la fréquence et est proportionnelle à la résistivité de "flux-flow" ρ_f .

M. W. Coffey et J. R. Clem [169] ont élaboré une théorie pour les supraconducteurs de type II qui permet de prendre en compte les effets du piégeage des vortex, du "flux flow" et du "flux creep". Leurs hypothèses principales sont :

- le déplacement des vortex est considéré comme petit par rapport à la distance qui sépare deux vortex,
- le terme inertiel qui apparaît dans l'équation décrivant le mouvement des vortex est négligé devant le terme de viscosité,
- l'amplitude du champ électromagnétique est telle que nous pouvons supposer une réponse linéaire,
- les fluctuations gaussiennes ou critiques qui apparaissent près de T_c ne sont pas prises en compte,
- la hauteur U de la barrière de potentiel due au piégeage est une fonction de T et de \vec{B} , mais pas de ω , ni de J .

Leur approche prend en compte de façon self-consistante les interactions entre vortex en considérant le couplage entre la densité de courant J et les déplacements des vortex.

L'équation du mouvement des vortex généralise celle utilisée par Gittleman et Rosenblum :

$$\eta \cdot \ddot{\vec{u}}(x, t) + k \cdot \dot{\vec{u}}(x, t) = \vec{F}(x, t) + \vec{J}(x, t) \wedge \Phi_0 \cdot \vec{B} \quad (\text{VI-4})$$

Cette équation représente l'équilibre des forces entre la force de Lorentz, celle de viscosité, celle de rappel et celle aléatoire du "flux creep" (\vec{F}). En fait, cette équation est identique à celle qui gouverne le mouvement Brownien d'une particule dans un potentiel.

Les auteurs peuvent ainsi calculer de façon self-consistante une profondeur de pénétration complexe $\tilde{\lambda}(\omega, B, T)$. Dans le cas d'un supraconducteur massif, l'impédance de surface s'écrit alors :

$$Z_s = R_s + j \cdot X_s = j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \tilde{\lambda}(\omega, B, T) \quad (\text{VI-5})$$

*** en l'absence de "flux creep" :**

A basse température, l'influence du "flux creep" est négligeable. Suivant la gamme de fréquence, comme pour le modèle de Gittleman et Rosenblum, nous pouvons nous trouver dans la limite du piégeage fort ($v < v_p$) ou dans la limite du "flux flow" ($v > v_p$). Nous avons alors :

$$\tilde{\lambda}(\omega, B, T) = \sqrt{\frac{\lambda^2(B, T) - (j/2) \cdot (\partial_f^{-2} - (j/2) \cdot \lambda_c^{-2})^{-1/2}}{1 + 2 \cdot j \cdot \frac{\lambda^2(B, T)}{\partial^2}}} \quad (\text{VI-6})$$

Explicitons les grandeurs qui apparaissent dans l'équation (VI-6).

λ et ∂ ont déjà été utilisées précédemment. Par contre, ∂_f et λ_c sont nouvelles (voir "Notations et définitions").

∂_f est la profondeur de pénétration de "flux flow" définie par $\partial_f^2 = (2 \cdot B \cdot \Phi_0) / (\mu_0 \cdot \eta \cdot \omega)$. λ_c est la "profondeur de pénétration de Campbell" définie par $\lambda_c^2 = (B \cdot \Phi_0) / (\mu_0 \cdot k)$.

*** lorsque le "flux creep" est important :**

A haute température, du fait du mouvement Brownien, un vortex a le temps durant chaque demi-période de diffuser à l'extérieur du puits de potentiel, avant de repartir dans le sens opposé.

Nous définissons alors une résistivité effective par :

$$\rho_v(\omega) = \rho_f \cdot \left[\frac{\varepsilon + (\omega \cdot \tau)^2 + j \cdot (1 - \varepsilon) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + (\omega \cdot \tau)^2} \right] \quad (\text{VI-7})$$

$\varepsilon = (1/I_0(v))^2$ est un facteur propre au cas "flux creep", I_0 étant la fonction de Bessel modifiée d'ordre 0 et v étant la hauteur normalisée de la barrière du potentiel périodique de piégeage ($v = \mathbf{U} / (2 \cdot k_B \cdot T)$).

τ représente physiquement (et grossièrement) l'inverse de la fréquence de dépiégeage. En fait, τ est égal à $\eta/k \cdot (I_0^2(v) - 1) / (I_0(v) \cdot I_1(v))$. Dans l'équation (VI-6), $(\partial_f^{-2} - (j/2) \cdot \lambda_c^{-2})^{-1/2}$ est remplacée par $(2 \cdot \rho_v) / (\mu_0 \cdot \omega)$.

Lorsque T augmente, il peut apparaître un régime où $\varepsilon = 1$ tel que les vortex répondent comme s'il n'y avait pas de piégeage. Dans ce cas, $\rho_v = \rho_f$. L'équation (VI-6) peut toujours être utilisée mais avec le terme λ_C absent.

*** cas limites pour un film mince :**

Bien qu'une justification physique et mathématique reste encore à faire, posons par analogie au calcul en champ magnétique nul :

$$Z_s = j.\omega.\mu_0.\tilde{\lambda}.\coth\left(\frac{\mathbf{e}}{\tilde{\lambda}}\right) \quad (\text{VI-8})$$

Or, en général $\tilde{\lambda}$ est supérieure à \mathbf{e} (quelques μm). Nous écrivons donc :

$$Z_s \approx j.\omega.\mu_0.\frac{\tilde{\lambda}^2}{\mathbf{e}} + j.\omega.\mu_0.\frac{\mathbf{e}}{3} \quad (\text{VI-9})$$

Examinons tout d'abord le cas basse température (limite fort piégeage). Utilisons pour cela l'équation (VI-6). Si nous sommes en situation de piégeage fort, nous avons $\lambda_C^2 \ll \partial_f^2/2$. Donc :

$$\tilde{\lambda}^2(\omega, B, T) = (\lambda^2 + \lambda_C^2) \cdot \left(1 - 2.j.\frac{\lambda^2}{\partial^2}\right) \quad (\text{VI-10})$$

C'est-à-dire :

$$\begin{cases} X_s = \omega.\mu_0.\left(\frac{\lambda^2}{\mathbf{e}} + \frac{\mathbf{e}}{3}\right) + \frac{\omega.\Phi_0.B}{\mathbf{e}.k} \\ R_s = \mu_0^2.\frac{\lambda^2}{\mathbf{e}}.\sigma_n.\omega^2.\left[\lambda^2 + \frac{\Phi_0.B}{\mu_0.k}\right] \end{cases} \quad (\text{VI-11})$$

Pour R et X (déduts de R_s et X_s), la dépendance en ω est la même qu'en champ magnétique nul. R et X ont une dépendance linéaire en B et non en \sqrt{B} comme c'est le cas pour les échantillons massifs. Nous avons négligé ici la faible variation avec B de λ et de σ_n .

Examinons à présent le cas haute température ("flux creep" important). Dans ce cas, nous avons :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_s = \frac{1}{\mathbf{e}} \cdot \left[\frac{\omega \cdot \mu_0 \cdot \lambda^2 + \frac{\Phi_0 \cdot B}{\eta} \cdot \frac{(1-\varepsilon) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} - 2 \cdot \frac{\lambda^2}{\partial^2} \cdot \frac{\Phi_0 \cdot B}{\eta} \cdot \frac{\varepsilon + \omega^2 \cdot \tau^2}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2}}{1 + 4 \cdot \frac{\lambda^4}{\partial^4}} \right] + \frac{\omega \cdot \mu_0 \cdot \mathbf{e}}{3} \\ R_s = \frac{1}{\mathbf{e}} \cdot \left[\frac{\frac{\Phi_0 \cdot B}{\eta} \cdot \frac{\varepsilon + \omega^2 \cdot \tau^2}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} + 2 \cdot \frac{\lambda^2}{\partial^2} \cdot \left(\lambda^2 \cdot \omega \cdot \mu_0 + \frac{(1-\varepsilon) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \right)}{1 + 4 \cdot \frac{\lambda^4}{\partial^4}} \right] \end{array} \right. \quad (\text{VI-12})$$

Avec, par exemple, $\lambda(T) \approx 1 \mu\text{m}$ et $\partial \approx 30 \mu\text{m}$ (à 1 GHz), $(\lambda\partial)^2$ et $(\lambda\partial)^4 \ll 1$. Par conséquent :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_s = \omega \cdot \mu_0 \cdot \left(\frac{\lambda^2}{\mathbf{e}} + \frac{\mathbf{e}}{3} \right) + \frac{\Phi_0 \cdot B}{\mathbf{e} \cdot \eta} \cdot \frac{(1-\varepsilon) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \\ R_s = \frac{1}{\mathbf{e}} \cdot \frac{\Phi_0 \cdot B}{\eta} \cdot \frac{\varepsilon + \omega^2 \cdot \tau^2}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2} \end{array} \right. \quad (\text{VI-13})$$

A B et T constants, X et R ont donc une dépendance en ω de la forme :

$$\left\{ \begin{array}{l} X = A_0 \cdot \omega + \frac{A_1 \cdot \omega}{1 + A_2 \cdot \omega^2} \\ R = \frac{B_0 + B_1 \cdot \omega^2}{1 + B_2 \cdot \omega^2} \end{array} \right. \quad (\text{VI-14})$$

A T et ω constantes, la variation de X et R en fonction de B est beaucoup plus compliquée car elle fait intervenir ε et τ qui dépendent de B par l'intermédiaire des fonctions de Bessel. De même à ω et B constants, la dépendance en température n'est pas une fonction simple.

L'étude des équations (VI-13) montre que R est strictement croissante compte tenu du fait que $\varepsilon < 1$. Par contre, X est maximale pour $\omega \cdot \tau = 1$.

Afin de comparer ces prédictions avec les résultats expérimentaux, nous avons utilisé la dépendance en température classique du modèle bifluide. Ainsi :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda = \frac{\lambda(0)}{\sqrt{1-t^4} \cdot \sqrt{1 - \frac{B}{B_{c2}(T)}}} \text{ avec } B_{c2} = 115 \cdot (1-t) \\ \delta_f^2 = \frac{2 \cdot \rho_n \cdot B}{\mu_0 \cdot \omega} \\ \partial^2(B, T, \omega) = \frac{\partial^2(0, T, \omega)}{1 - (1-t^4) \cdot \left(1 - \frac{B}{B_{c2}(T)}\right)} \end{array} \right. \quad (\text{VI-15})$$

Enfin, d'après [170], $k(T) = k(0) \cdot (1 - (T/T_{c2})^2)^2$ et d'après [171], $\mathbf{U}(T) = \mathbf{U}_0 \cdot (1 - (T/T_{c2}))^{3/2} \cdot B^{-1}$.

6.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX :

Les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre concernent deux échantillons : R1 et T4.

Toutes nos mesures ont été effectuées en refroidissant sous champ magnétique ("Field Cooling") car cette configuration est plus proche de l'équilibre thermodynamique. Néanmoins, nous avons vérifié sur l'échantillon G23 à 80 K que les mesures effectuées en appliquant le champ au-dessous de T_c ("Zero Field Cooling") donnaient des résultats identiques.

Nous avons vu dans le chapitre 2 que l'induction B_{c1} est très faible dans les oxydes de cuivre supraconducteurs. A cause des effets de champ démagnétisant [44], il suffit d'avoir plus de 10^{-6} T pour qu'une couche mince de supraconducteur à haute température critique soit dans l'état mixte. Par conséquent, sans un dispositif d'écrantage approprié, le champ terrestre ($\approx 5 \cdot 10^{-5}$ T) et le champ résiduel de la bobine supraconductrice suffisent!

Nous ne pouvons donc réellement dire que nous avons effectué des mesures à champ nul. Toutefois, lorsque nous n'appliquons pas de champ, la distance entre vortex que nous calculons [166] est supérieure à λ dans toute la gamme de température.

6.2.1. Mesures de $R(\omega)$ sous champ magnétique (B_{\perp}) :

Avant de présenter nos résultats de mesure de $Z(\nu)$ sous champ magnétique, nous donnons dans la figure VI-a les courbes de $R(T)$ de R1 à très basse fréquence et pour différentes inductions appliquées perpendiculairement aux plans ab. Nous constatons l'élargissement non conventionnel de la transition sous champ. Les valeurs de T_c^0 que nous estimons à partir de nos mesures en 2 fils sont de 86,5 K sous 0,1 T, de 85 K sous 0,5 T, de 80 K sous 3 T et de 62 K sous 7 T.

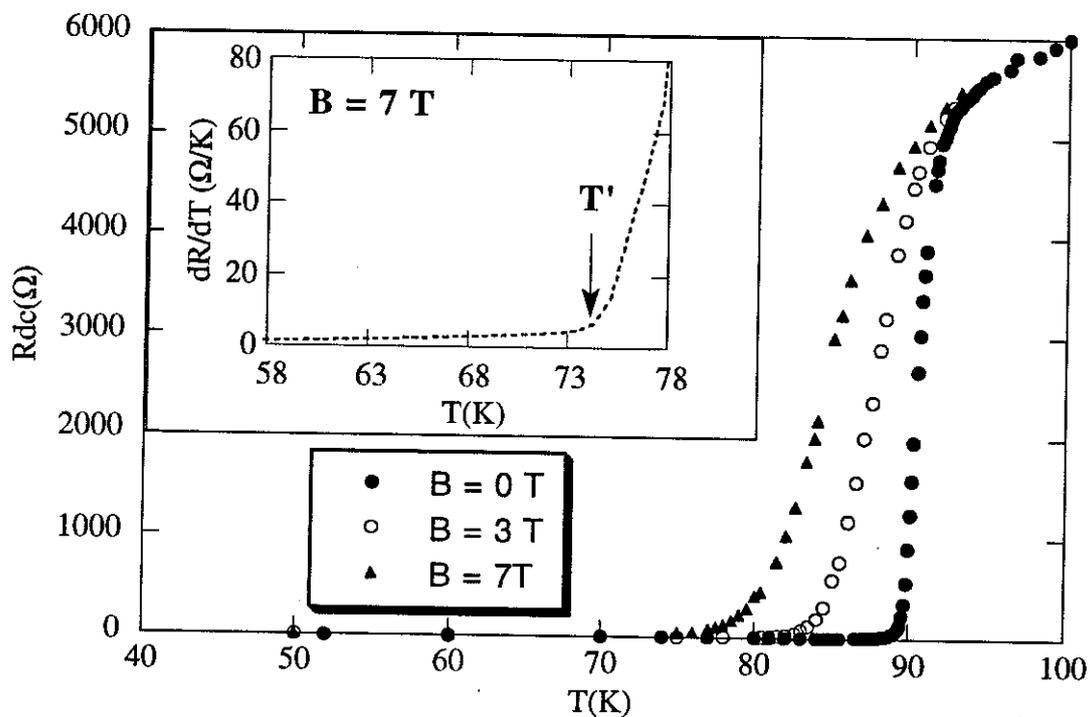


Figure VI-a : élargissement de la transition résistive de R1 sous champ magnétique
(en encart : définition de la température T')

Nous présentons d'abord les mesures de $R(\nu)$ pour différentes températures et pour $B = 3 \text{ T}$ et 7 T (figures VI-b et VI-c).

Expérimentalement, nous constatons que la variation de R en ν^2 qui existait approximativement "en champ magnétique nul" dans toute la gamme de température jusqu'à $T = 89,3 \text{ K}$ est remplacée, sous champ, par deux régimes.

Le premier, pour $T < T'$ (définie par la cassure observée sur la courbe de dR/dT dans l'encart de la figure VI-a), dans lequel l'exposant n reste proche de 2, bien que nous n'ayons que peu de précision dans cette gamme de température. Le second, pour $T > T'$, dans lequel l'exposant n semble décroître lorsque T augmente. Ces deux régimes apparaissent encore plus nettement sur les mesures de $X(\nu)$, comme nous allons le voir.

T' n'est pas T_c° que nous avons estimée auparavant : par exemple, $T' = 75 \text{ K}$ sous 7 T alors que $T_c^\circ = 62 \text{ K}$. Sous 3 T , $T' = 80 \text{ K}$.

6.2.2. Mesures de $X(\omega)$ sous champ magnétique (B_\perp) :

Les figures VI-d à VI-f comportent les courbes de $X(\nu)$ à différentes températures et pour des inductions de $0,5$ à 7 T . Nous voyons très nettement apparaître au-dessus de T' des effets non linéaires. Ces effets ne semblent pas être de même nature que ceux observés très haut dans la transition "en champ magnétique nul" car ils ne coïncident pas avec des effets non ohmiques sur la résistance mesurée à très basse fréquence.

Nous avons cherché à ajuster des lois de puissance à ces courbes expérimentales, conformément aux approches en terme de verre de vortex déjà proposées par ailleurs [4,6]. La formule utilisée est :

$$X(\nu) = P \cdot \nu^n \quad (\text{VI-16})$$

Ici, la signification du préfacteur P est assez claire : il correspond plus ou moins directement à l'inductance linéique en courant continu de l'échantillon. Nous avons ainsi obtenu un accord apparemment correct (voir l'exemple indiqué dans la figure VI-h).

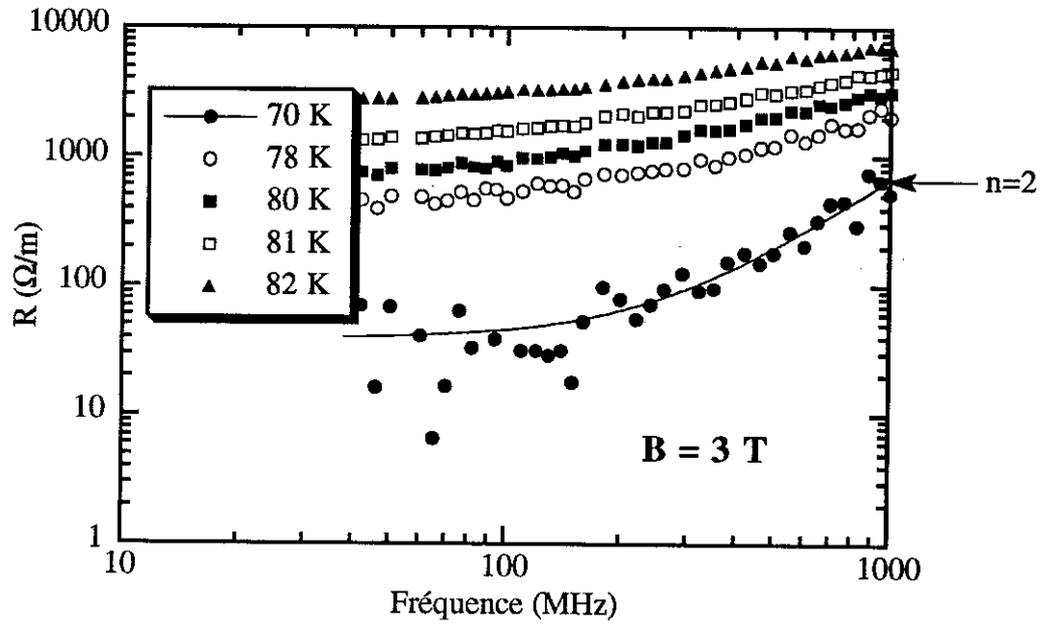


Figure VI-b : variation de R avec la fréquence de l'échantillon R1 sous 3 T

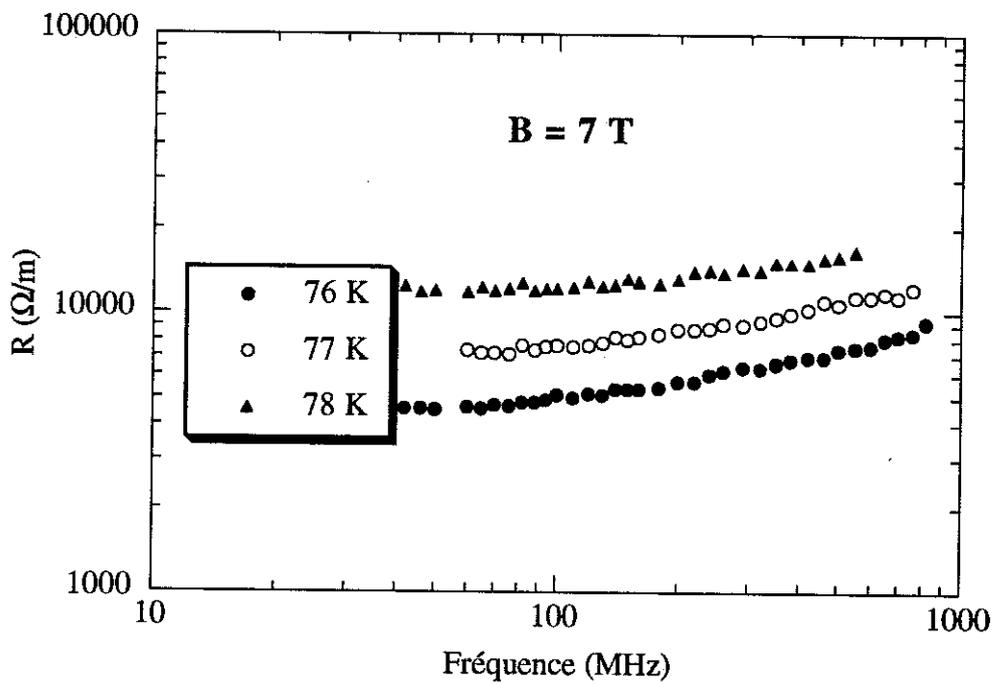


Figure VI-c : variation de R avec la fréquence de l'échantillon R1 sous 7 T

L'exposant n présente, comme pour les mesures de R , une décroissance rapide au-dessus de T' . Mais, si nous examinons la variation en température du préfacteur, nous constatons qu'elle est incohérente et très irrégulière (figure VI-g). Ceci est en contradiction avec le fait que P représente une grandeur physique dont nous savons qu'elle augmente avec la température.

Nous avons donc abordé le problème différemment en étudiant plutôt la variation de $1/L$ en fonction de la fréquence.

Cette façon de procéder n'est pas nouvelle. Elle a par exemple été utilisée avec succès pour des mesures de susceptibilité magnétique dans des systèmes du type "verre de spin". Elle permet en outre de réduire le bruit.

Cela nous a permis de nous rendre compte que, au-dessus de T' , nous pouvions exprimer avec une bonne précision $1/L$ comme étant la somme d'un terme constant et d'un terme proportionnel à la fréquence :

$$\frac{1}{L} = \frac{1}{L_0} + b \cdot \nu \quad (\text{VI-17})$$

L_0 est l'inductance en courant continu et sa variation en température est plus conforme à l'augmentation de la profondeur de pénétration sous champ magnétique lorsque T augmente.

Nous avons constaté le même comportement pour nos mesures à 0,1 T, 0,5 T et 7 T. Les "fits" que nous avons obtenus en utilisant la formule (VI-17) sont meilleurs que ceux utilisant la loi de puissance (VI-16), comme nous pouvons le constater dans la figure VI-h.

Néanmoins, la signification physique du facteur b n'est pas facile à trouver.

Cette approche n'est qu'empirique mais elle suggère que nous n'avons pas forcément un comportement en loi de puissance. Nous verrons dans le paragraphe "discussion" comment mieux interpréter nos résultats.

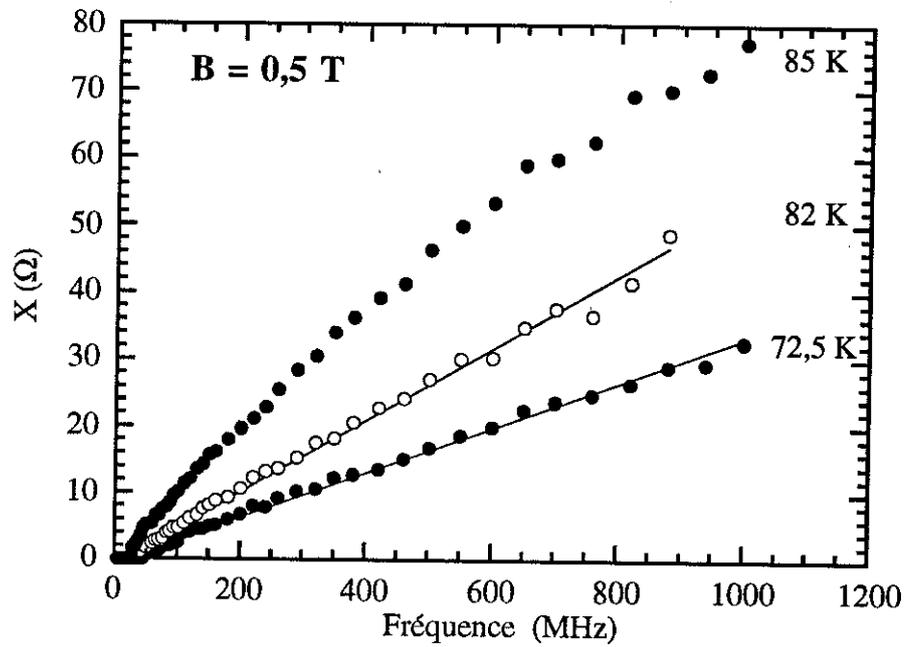


Figure VI-d : $X(\nu)$ de l'échantillon R1 sous 0,5 T ("fits" linéaires pour $T < 85$ K)

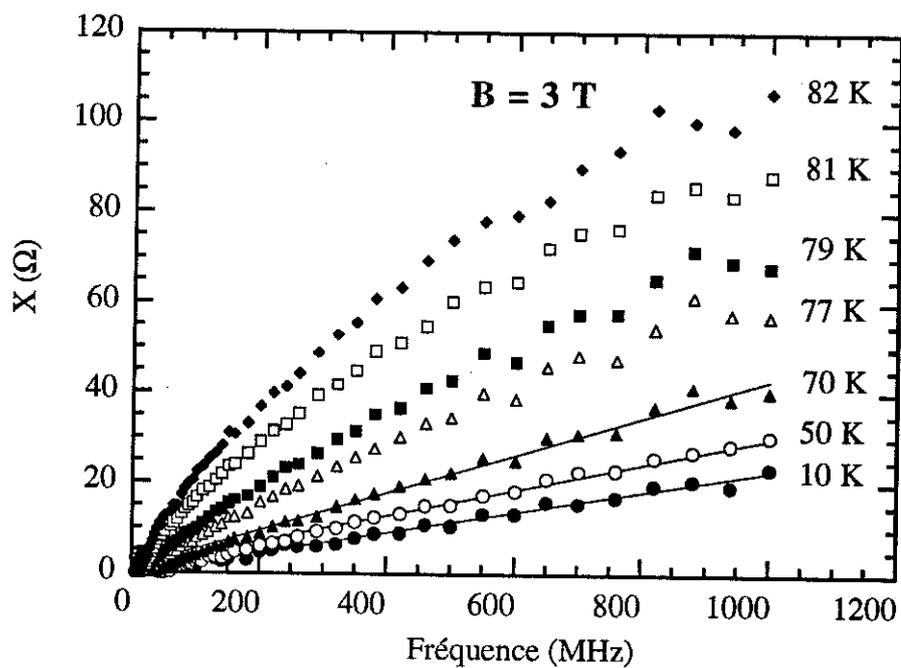


Figure VI-e : $X(\nu)$ de l'échantillon R1 sous 3 T ("fits" linéaires pour $T < 77$ K)

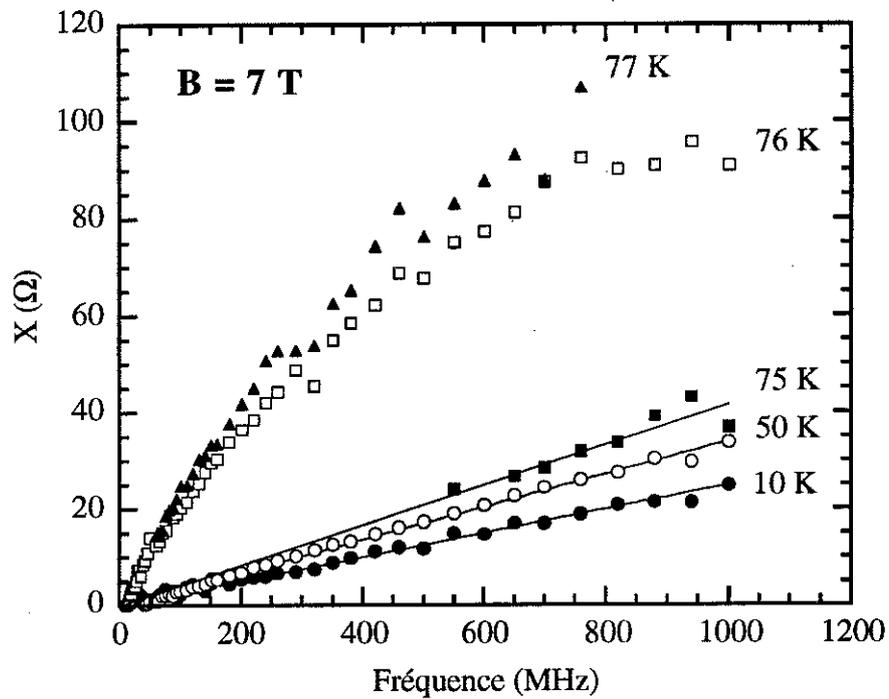


Figure VI-f : $X(\nu)$ de l'échantillon R1 sous 7 T ("fits" linéaires pour $T < 76$ K)

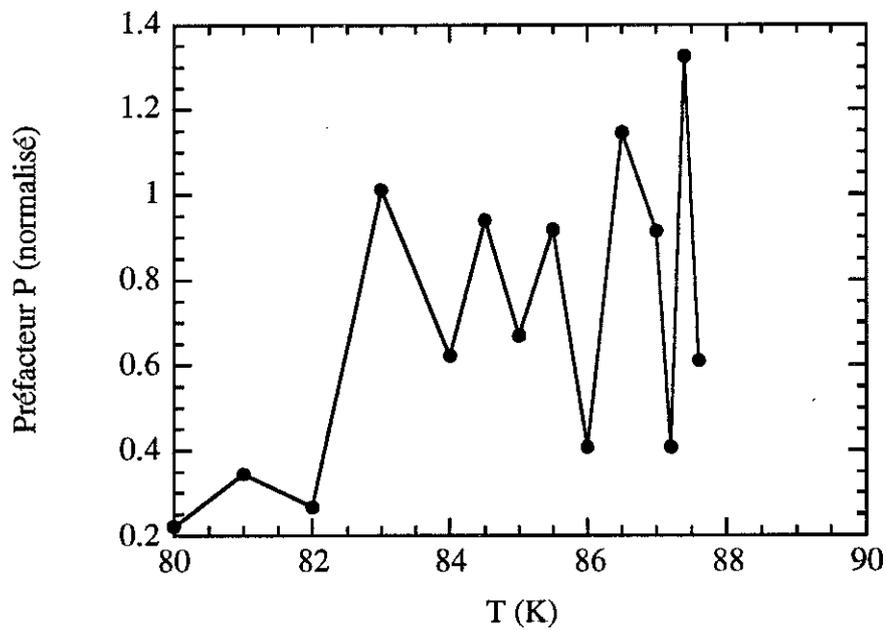


Figure VI-g : variation incohérente du préfacteur P de la formule (VI-16) à $B = 0,1$ T

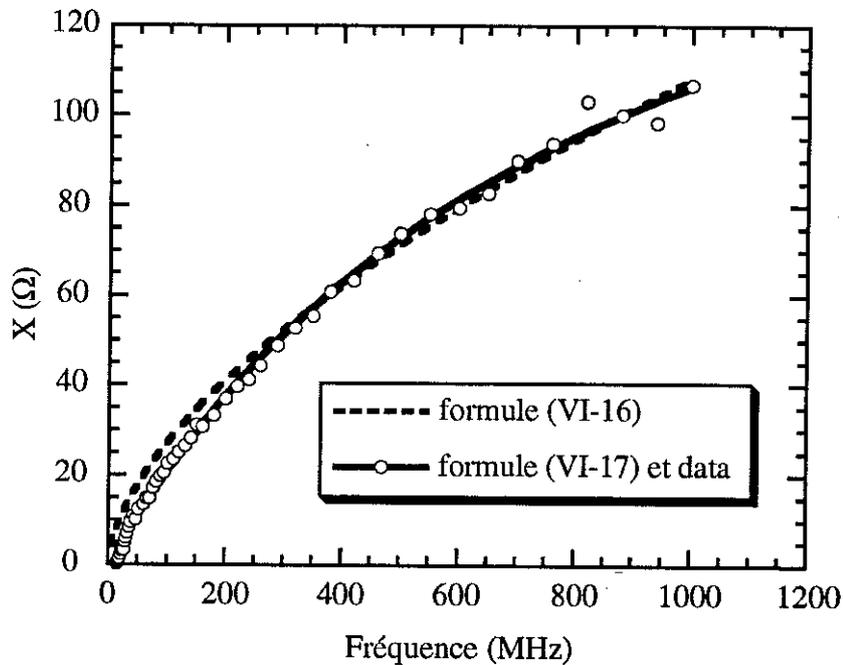


Figure VI-h : exemple de "fits" avec les formules (VI-16) et (VI-17)
à $T = 82$ K et $B = 3$ T (échantillon R1)

6.2.3. Mesures de $R(B)$ et $X(B)$ à fréquence fixe (B_{\perp}) :

Avec l'échantillon T4, nous avons procédé à une analyse complémentaire qui consiste à mesurer le coefficient de réflexion à fréquence fixe (500 MHz et 1 GHz) en faisant varier le champ magnétique par petits paliers.

Sous fort champ magnétique et près de T_c , la ligne est assez fortement dissipative. De ce fait, même si celle-ci est courte (c'est le cas pour T4), il n'est pas possible de déduire simplement R et X des mesures de R_e et X_e , en soustrayant R_1 du contact à R_e et $L_{fil} \cdot \omega$ du fil de liaison à X_e .

En effet, si la résistance de contact de bout est petite (c'est-à-dire inférieure à 1Ω typiquement), nous avons dans ce cas :

$$\begin{cases} \text{Im}(Z_e) = L_{\text{fil}} \cdot \omega + 1 \cdot \frac{L \cdot \omega \cdot [C1 \cdot \omega \cdot (R^2 + L^2 \cdot \omega^2 + R^4 \cdot C^2 \cdot \omega^2 / 4) + R^2 \cdot C \cdot \omega / 2]}{1 - 2 \cdot L \cdot C1 \cdot \omega^2} \\ \text{Re}(Z_e) = R1 + 1 \cdot \frac{R \cdot [1 + \omega^2 \cdot C \cdot L / 2]}{1 - 2 \cdot L \cdot C1 \cdot \omega^2} \end{cases} \quad (\text{VI-18})$$

Il est donc nécessaire de prendre en compte tous les éléments de couplage du schéma équivalent présenté dans le chapitre 5. Pour T4, $C1 = 0,24 \text{ pF}$ et $L_{\text{fil}} = 0,8 \text{ nH}$.

Ce problème est illustré par la différence entre les courbes de $X_e(B)$ de la figure VI-i, non corrigées, et celles de $X(B)$ de la figure VI-j, corrigées. Nous remarquons un maximum très prononcé sur les courbes non corrigées qui est très atténué, mais pas totalement supprimé, sur celles corrigées. Cela nous suggère que ce qui reste du maximum a peut-être un sens physique.

Dans la figure VI-k, nous avons porté la variation de R corrigée en fonction de B à 500 MHz et 1 GHz pour deux températures (82 K et 85 K) et celle de la résistance mesurée à très basse fréquence.

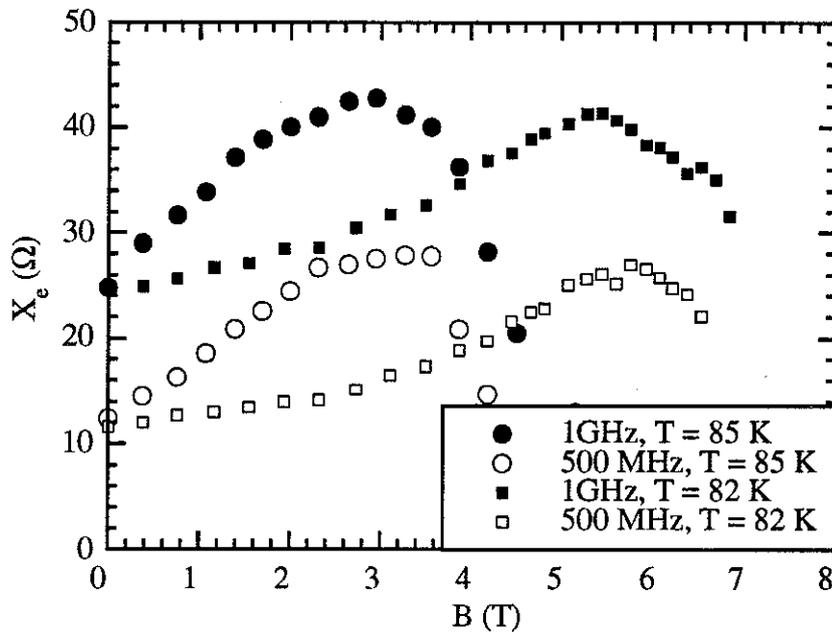


Figure VI-i : variation de X_e en fonction du champ magnétique (échantillon T4)

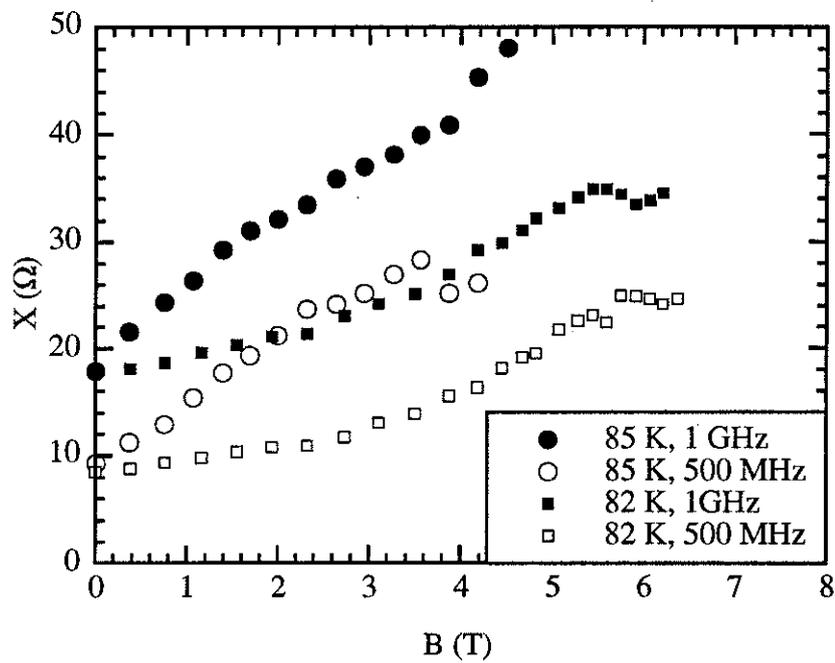


Figure VI-j : variation de X en fonction du champ magnétique (échantillon T4)

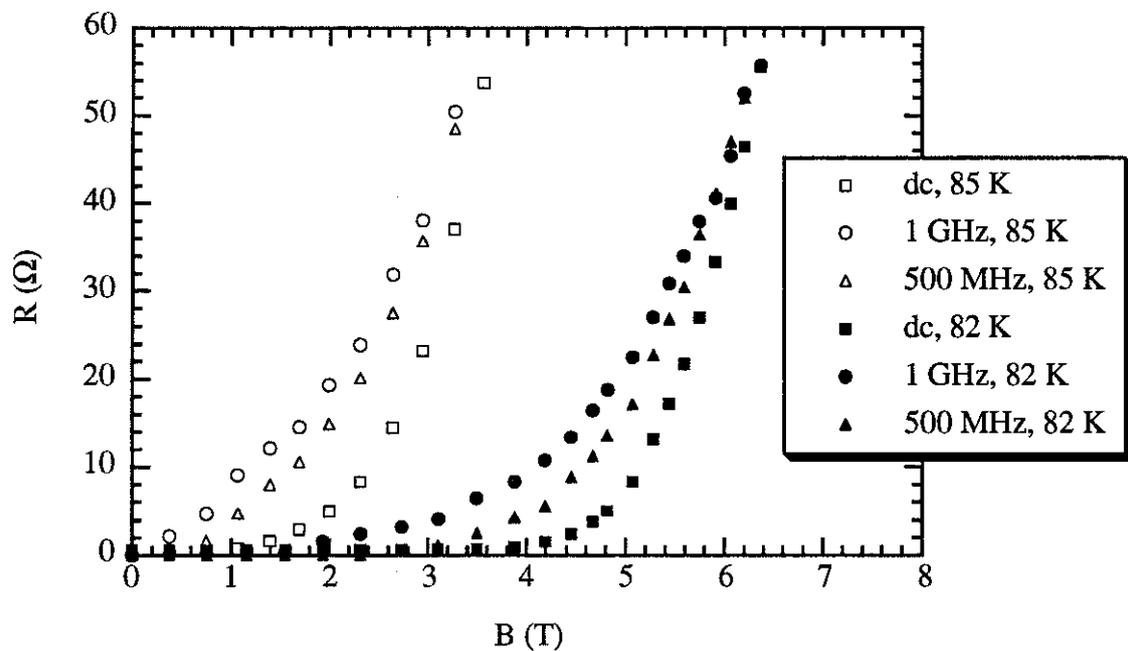


Figure VI-k : variation de R en fonction du champ magnétique (échantillon T4)

6.3. DISCUSSION :

6.3.1. Comparaison avec le modèle FFH :

Nous avons déjà cité les travaux d'Olsson et al. [4]. Ils ont interprété leurs mesures en transmission sur une ligne microruban d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dans le cadre du modèle FFH (équations (VI-3)). Dans la figure VI-1, sont ainsi représentés le module et la phase de l'impédance série de leur échantillon et l'emplacement de la température T_g .

Deux critiques peuvent être déjà formulées au sujet de cette étude.

Tout d'abord, en ce qui concerne la méthode de calibration, ils utilisent la mesure à basse température de leur échantillon pour corriger l'effet des éléments "parasites" (inductance externe, fil de liaison, porte échantillon, etc.) en la soustrayant aux mesures près de la transition. Or, nous avons vu dans le chapitre 3 que cela pouvait induire une erreur de 2 % sur Γ .

D'autre part, leur étude est limitée à un seul champ magnétique (0,5 T) et à des fréquences inférieures à 500 MHz.

Nos résultats sur l'échantillon R1 sont tout-à-fait comparables, quel que soit le champ magnétique (voir figure VI-m pour $B = 3$ T). La sensibilité avec la température de l'exposant critique déduit des lois de puissance que nous pouvons appliquer sur ces courbes est très grande. Par exemple, à 78 K nous trouvons $0,93 \pm 0,03$ et à 80 K, nous trouvons $0,85 \pm 0,03$.

Les exposants critiques déduits de la sorte peuvent donc être très aléatoires si T_g n'est pas connue avec une très grande précision (dans le cas de Olsson et al., T_g était bien connue par des mesures $I(V)$) et si le bruit de la mesure en fréquence à cette température n'est pas trop important (ce n'est pas le cas d'Olsson et al.).

Wu et al. [6] ont aussi interprété leurs mesures avec le modèle FFH. La technique de mesure qu'ils emploient n'est pas très clairement expliquée dans leur publication mais retenons simplement que leurs échantillons ne sont pas des lignes microruban. Leur gamme de fréquence va de 1 à 600 MHz et le champ magnétique statique peut atteindre 8 T.

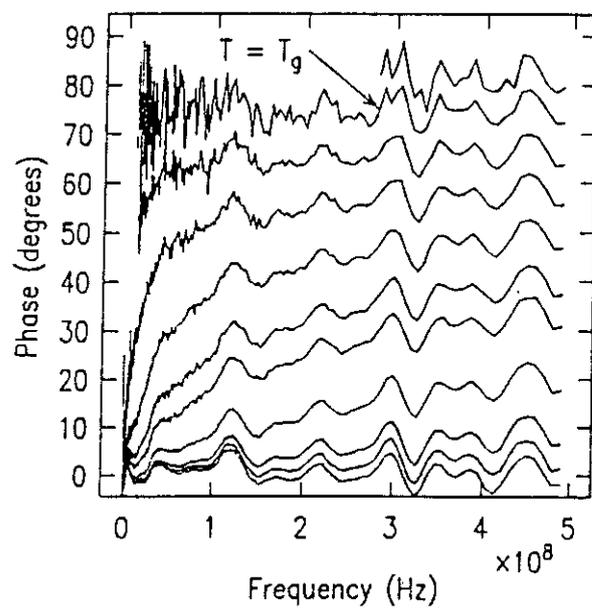
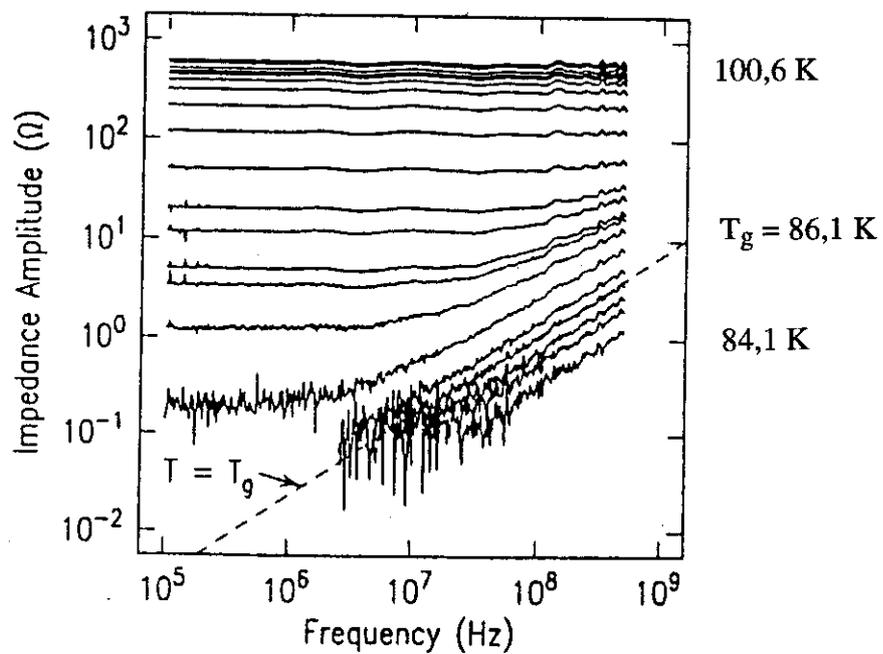


Figure VI-1 : $|Z(\nu)$ et $\Phi(\nu)$ d'une ligne d'YBaCuO sous $B = 0,5$ T \perp et à différentes températures - emplacement de T_g (d'après [4])

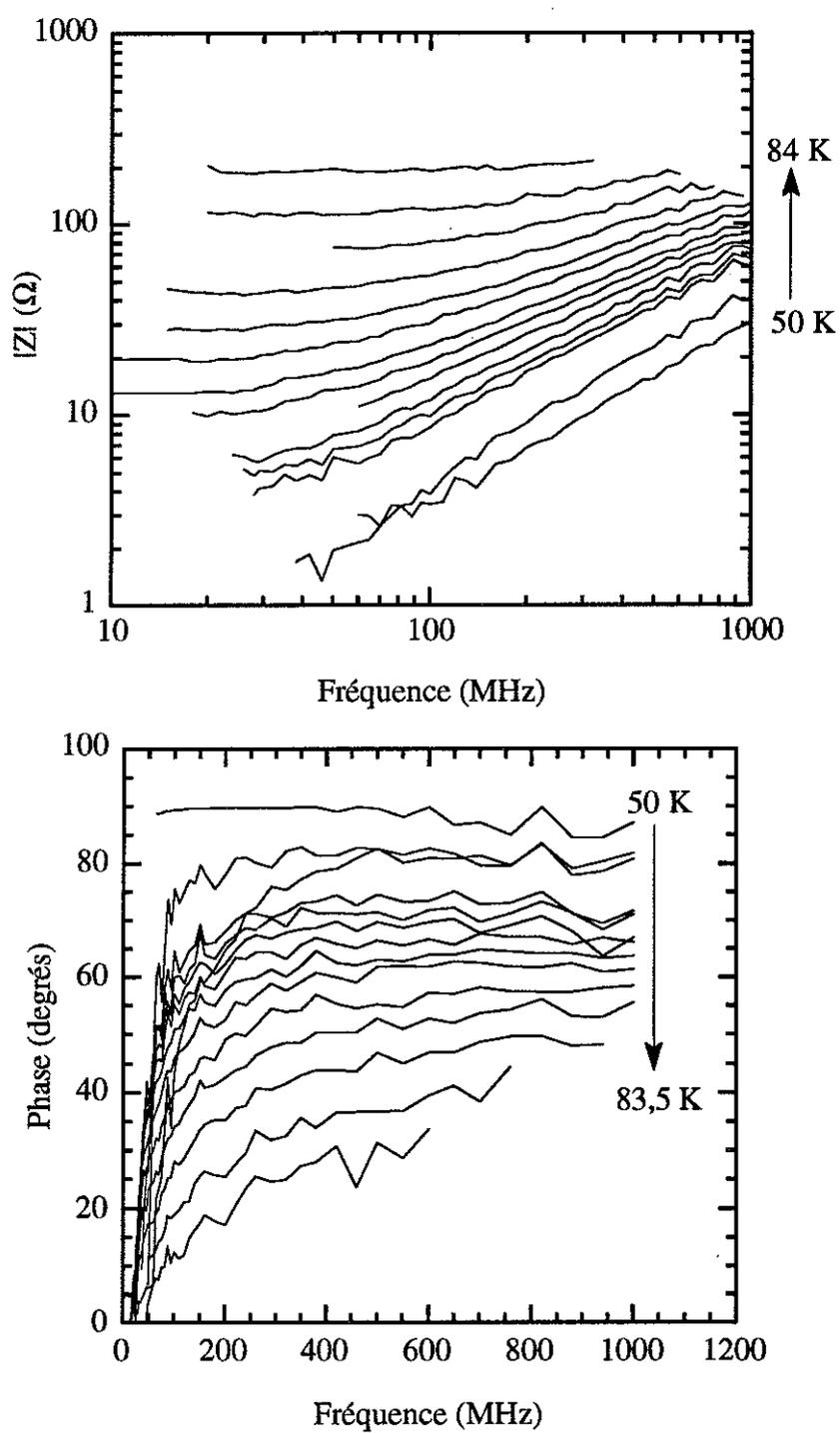


Figure VI-m : module et phase de Z de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence et de la température à $B = 3$ T

La figure VI-n représente la variation mesurée de $\text{Re}(Z)$ et $\text{Im}(Z)$ d'un de leurs échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ en fonction du champ magnétique, appliqué perpendiculairement aux plans ab. Cette variation est très similaire à celle de Z_e que nous avons mesurée avec l'échantillon T4. Malgré les calibrations effectuées, Wu et al. ne mentionnent aucun problème de capacité parasite par l'intermédiaire du diélectrique avec les masses environnantes. Ce type de problème a été mis en évidence par des mesures en quatre fils même à plus basse fréquence [163]. Comme nous l'avons vu précédemment, il peut considérablement modifier le pic de $\text{Im}(Z)$ en fonction du champ magnétique.

Wu et al. définissent deux exposants de loi de puissance (un pour la partie réelle de Z et un pour la partie imaginaire). Ces exposants doivent converger vers $\pi/2 \cdot (z-d+2)/z$, l'exposant critique à T_g . Nous ne comprenons pas pourquoi l'exposant de la partie imaginaire ne tend pas vers 1 lorsque B tend vers 0 (il tend plutôt vers 0,85). De même, il nous semble curieux que l'exposant de la partie réelle ne tende pas vers 2 lorsque B tend vers 0 (il tend en effet vers 1).

De plus, Wu et al. avancent que le modèle de Coffey et Clem ne prévoit un $\tan(\Phi)$ qu'en $1/\omega$, alors qu'ils mesurent parfois des dépendances en ω . C'est vrai dans le cadre de l'approximation "basse température" (équations (VI-11)) mais c'est faux dans le cadre de l'approximation "haute température" (équations (VI-13)).

A T_g , Wu et al. obtiennent $\Phi(T_g) = 65,7^\circ \pm 2^\circ \Rightarrow z = 3,7 \pm 0,46$.

Olsson et al. ont obtenu $\Phi(T_g) = 74^\circ \Rightarrow z = 5,6$.

Ces deux résultats sont assez différents. Or, z devrait être un exposant universel!

Toutes ces remarques mettent en lumière le fait que les arguments en faveur du modèle FFH peuvent être contestés. D'après A. M. Campbell (IRCS Cambridge), les courbes $I(V)$ sont explicables dans le cadre d'un modèle plus classique [172] et les exposants critiques, qui devraient être universels, ne le sont pas. C'est peut être parce que les ajustements en loi de puissance sont effectués avec deux paramètres libres sur une gamme de température très étroite.

A notre avis, il n'existe pas d'exposant qui puisse rendre compte convenablement des variations de X avec la fréquence, notamment parce que nous avons montré que le préfacteur qui lui est associé n'a pas un comportement physique.

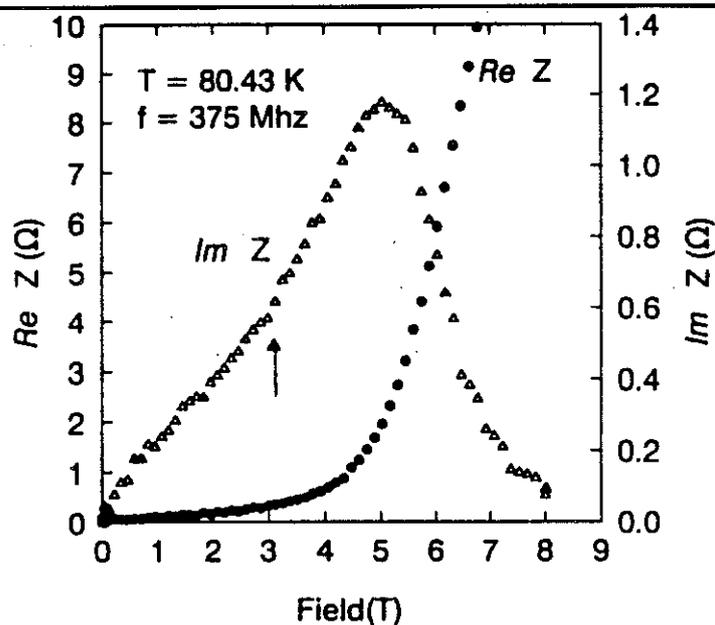


Figure VI-n : variation de $Re(Z)$ et $Im(Z)$ d'un film d'YBaCuO à 375 MHz en fonction du champ magnétique (d'après [6])

6.3.2. Comparaison avec le modèle de Coffey-Clem :

A "haute température" (T proche de $T_c(B)$), les équations (VI-14) sont valables. Avec ces équations, nous avons cherché le meilleur ajustement avec nos mesures expérimentales de $R(\omega)$ et de $X(\omega)$. Nous avons ainsi obtenu les paramètres A_1 et B_1 (nous avons vérifié que le terme A_0 correspond aux valeurs e et λ mesurées indépendamment). Connaissant ces paramètres, nous en avons déduit les paramètres physiques η , τ et ϵ .

Par exemple, à $T = 76$ K et $B = 7$ T, nous avons trouvé :

$$* \tau = 3,9 \cdot 10^{-10} \text{ s,}$$

$$* \eta = 26 \cdot 10^{-8} \text{ Pa.s et } \epsilon = 0,48.$$

A $T = 80$ K et $B = 3$ T, nous avons trouvé :

$$* \tau = 2,74 \cdot 10^{-10} \text{ s,}$$

$$* \eta = 4,6 \cdot 10^{-8} \text{ Pa.s et } \epsilon = 0,20.$$

Les "fits" sont représentés dans les figures VI-o et VI-p. Il est important de noter que les "fits" sont corrects sur R et X à la fois avec les mêmes paramètres. Cela nous donne alors :

$$* U = 2,54 \cdot 10^4 \cdot (1 - (T/T_{c2}))^{3/2} / B \text{ pour } T = 76 \text{ K et } B = 7 \text{ T,}$$

$$* U = 3 \cdot 10^4 \cdot (1 - (T/T_{c2}))^{3/2} / B \text{ pour } T = 80 \text{ K et } B = 3 \text{ T.}$$

Ces deux résultats sont donc cohérents. De plus, ces valeurs sont en accord avec celles déterminées par Owliaei et al. [5] avec des mesures de résistance de surface dans une cavité résonnante. Ils trouvent en effet :

$$* U = 1,8 \cdot 10^4 \cdot (1 - (T/T_{c2}))^{3/2} / B,$$

$$* \eta = 5 \cdot 10^{-8} \text{ Pa.s à } 15 \cdot 10^{-8} \text{ Pa.s entre } 85 \text{ K et } 80 \text{ K,}$$

$$* k(0) \text{ variant de } \approx 1000 \text{ à } 10^4.$$

Nous constatons l'influence du champ magnétique sur le facteur de "flux creep" ε qui mesure l'ampleur de l'effet de l'activation thermique. Ainsi, à 76 K, avec un champ magnétique de 7 T, l'effet du "flux creep" est plus grand qu'à 80 K sous 3 T.

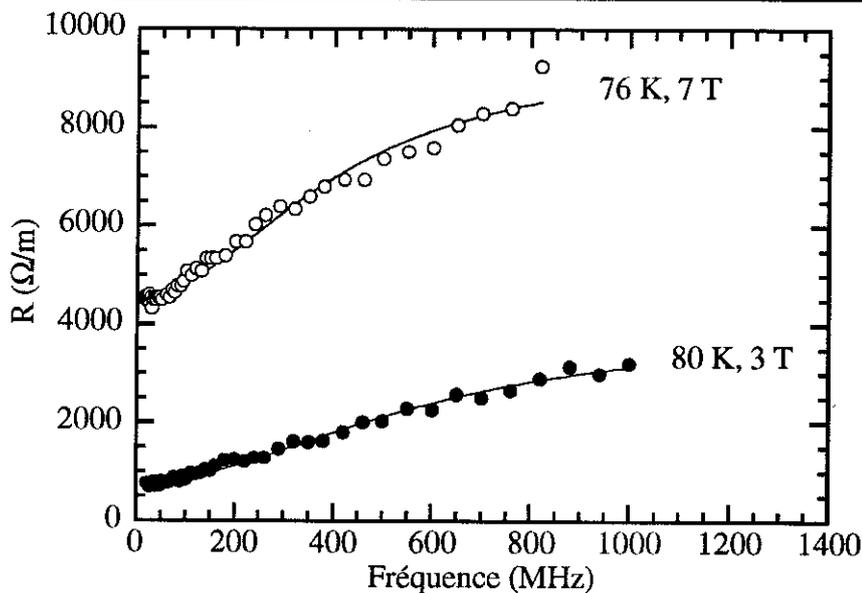


Figure VI-o : Re(Z) de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence à $T = 76 \text{ K} - B = 7 \text{ T}$ et à $T = 80 \text{ K} - 3 \text{ T}$; "fits" avec le modèle de Coffey-Clem (équations (VI-14))

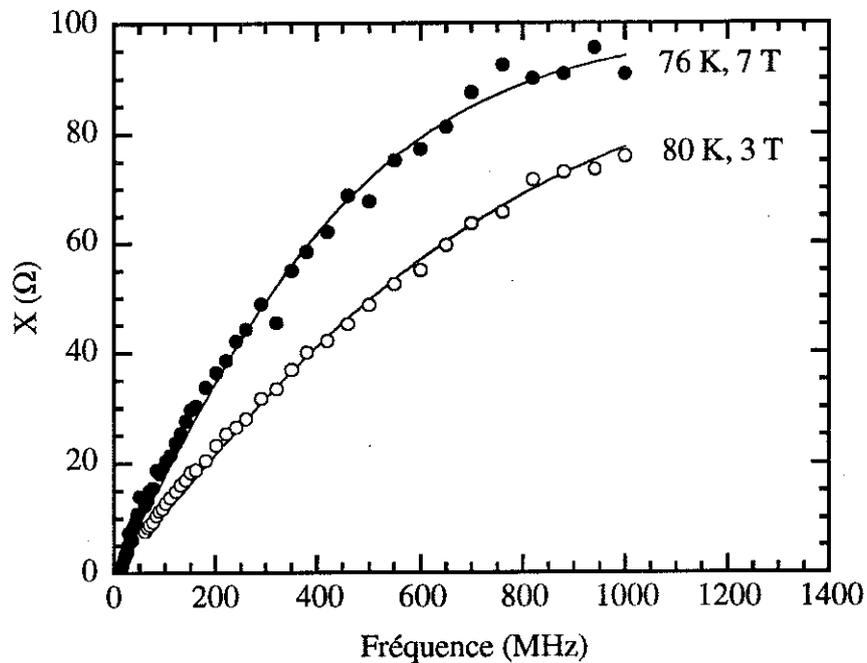


Figure VI-p : $\text{Im}(Z)$ de l'échantillon R1 en fonction de la fréquence à $T = 76 \text{ K} - B = 7 \text{ T}$ et à $T = 80 \text{ K} - 3 \text{ T}$; "fits" avec le modèle de Coffey-Clem (équations (VI-14))

Comme nous l'avons déjà remarqué, la vérification du modèle sur les courbes de R et X en fonction du champ magnétique, à fréquence et température fixes, est plus compliquée (fonctions de Bessel). Nous avons utilisé le logiciel "MATHEMATICA" pour calculer et visualiser Z prévue dans le cadre du modèle de Coffey et Clem.

Pour obtenir un accord qualitatif entre Z prévue et celle mesurée expérimentalement (échantillon T4), nous avons été amenés à choisir des paramètres un peu différents que ceux de l'échantillon R1 (figures VI-q et VI-r).

En particulier, nous remarquons que la hauteur des barrières du potentiel de piégeage est environ trois fois plus grande pour T4 que pour R1. Serait-ce un effet des nombreuses inclusions de CuO de T4?

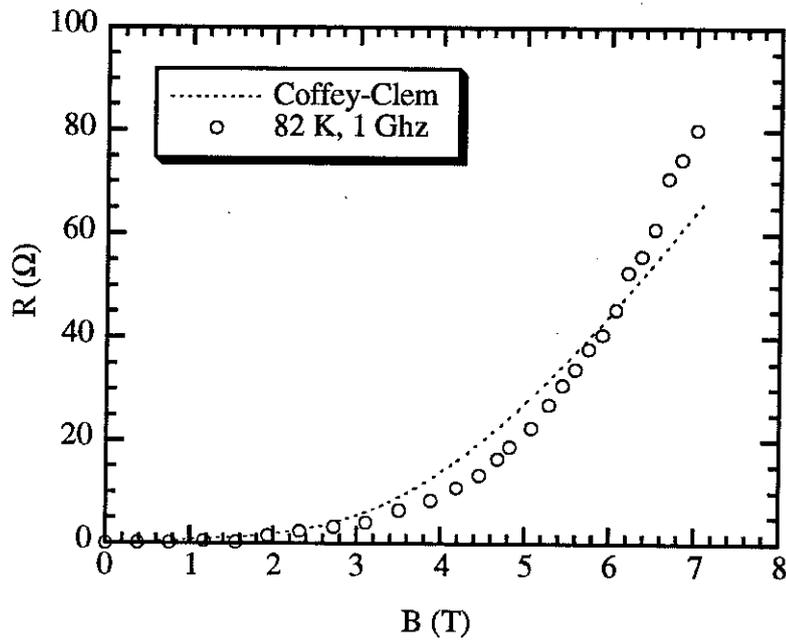


Figure VI-q : accord qualitatif entre $R(B)$ de T4 à 1 GHz et $R(B)$ calculée par le modèle de Coffey-Clem

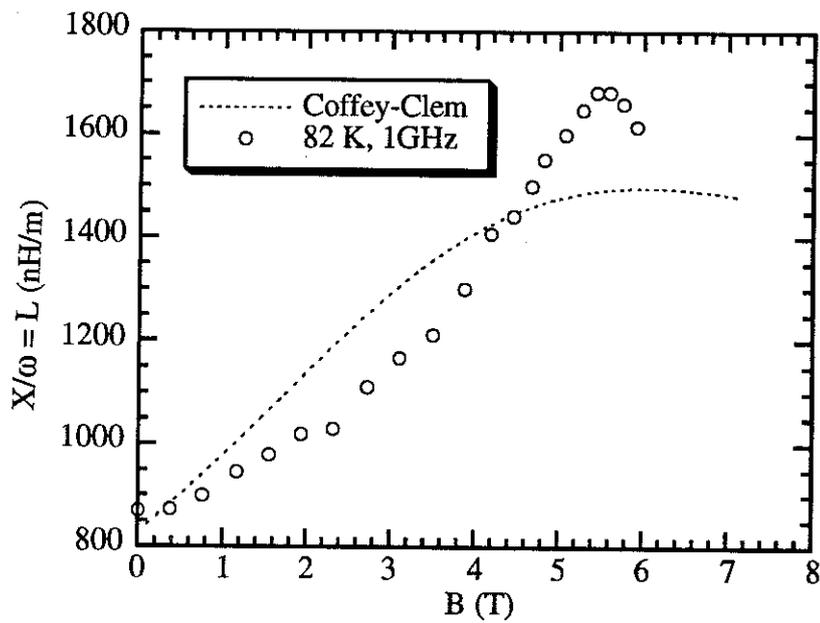


Figure VI-r : accord qualitatif entre $X(B)$ de T4 à 1 GHz et $X(B)$ calculée par le modèle de Coffey-Clem

A $T = 82$ K et $B = 3$ T, nous avons constaté que le coefficient de "flux creep" est très petit ($\epsilon \approx 10^{-3}$). Ainsi, le système serait plutôt dans un état dominé par le piégeage pour lequel L est linéaire en B et indépendante de ω .

Au-delà de 3 T, l'effet du "flux creep" est plus important : nous observons une séparation des courbes de $X(B)$ entre 1 GHz et 500 MHz (figure VI-s), doublée d'une saturation -voire d'une décroissance- à plus haut champ comme le modèle le prédit.

A $T = 85$ K, l'effet du "flux creep" se fait sentir même à bas champ : nous observons une séparation des courbes (figure VI-s) dès environ 1 T.

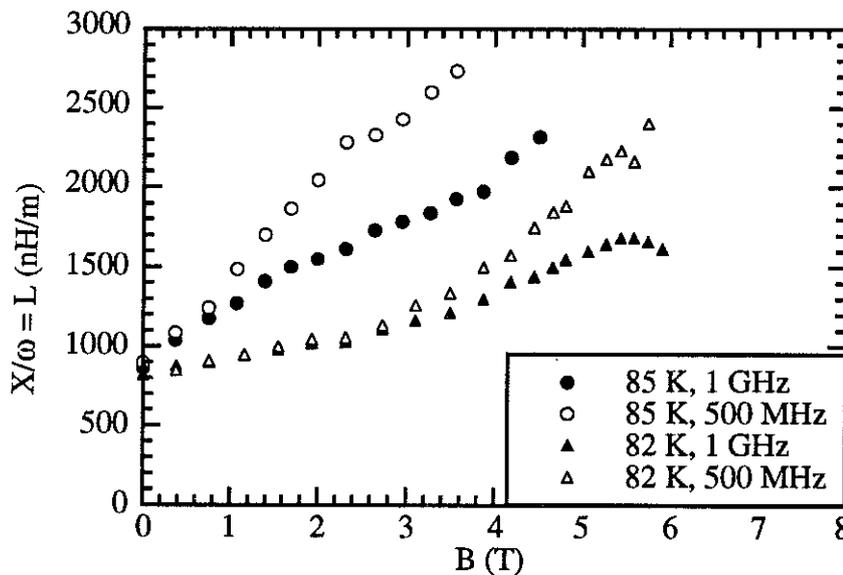


Figure VI-s : variation de l'inductance linéique de T4 en fonction de B , à T et ν fixées

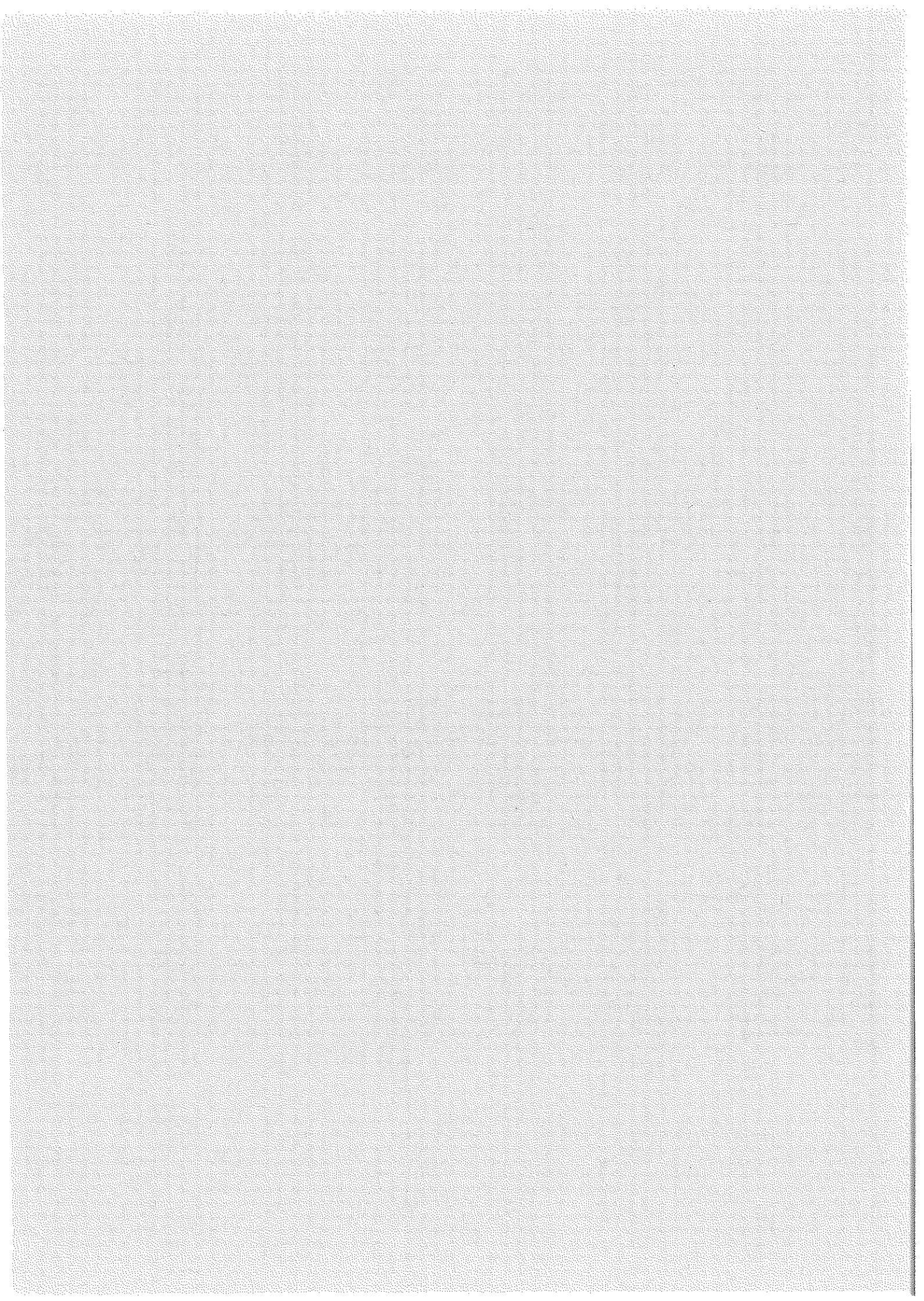
6.3.3. Conclusions :

Il nous apparaît que le modèle de lois d'échelle est difficile à vérifier par ce type de mesure car nous pouvons toujours approximativement trouver des variations de R et X en lois de puissance et obtenir ainsi des exposants critiques qui peuvent varier fortement d'une mesure à l'autre (différences entre les mesures de Olsson et al. et de Wu et al.).

Par ailleurs, ce modèle prédit un comportement au voisinage de T_g seulement. Il ne permet donc pas d'appréhender convenablement l'étude des phénomènes en champ et en fréquence sur une large gamme de températures.

Le modèle de Coffey et Clem [169,173-175] présente par contre l'avantage de prédire des comportements en champ magnétique, en fréquence et en température. Les mesures que nous présentons ici semblent pouvoir être bien interprétées dans le cadre de ce modèle. Un bon accord quantitatif est obtenu en ce qui concerne la variation de R et de X en fonction de ω , à \vec{B} et T donnés. Pour l'instant, l'accord est plutôt qualitatif sur la variation de R et de X en fonction du champ magnétique, à ω et T fixées.

Nous sommes actuellement en train de poursuivre ces mesures afin d'obtenir un diagramme précis de R et de X suivant les trois axes T , \vec{B} et ω . D'autre part, il sera intéressant de corréler la température T' et celle T^* de la ligne d'irréversibilité de l'aimantation.



CONCLUSION

Notre étude avait comme but d'étudier la dynamique des vortex dans des couches minces supraconductrices à haute température critique, principalement au voisinage de T_c .

Nous avons utilisé une technique de mesure de l'impédance en fonction de la fréquence de lignes supraconductrices planaires, dans une gamme de fréquence allant de 5 MHz à 5 GHz et sous un champ magnétique compris entre 0 et 7 T.

Pour cela, nous avons résolu les difficiles problèmes techniques de la gravure des couches minces et de la calibration hyperfréquence à basse température. Nous avons ainsi présenté les premières mesures de $Z(\omega)$ à basses températures, sous champ magnétique et à fréquence variable allant au-delà du GHz (en général, les mesures de ce type sont limitées à 500 ou 600 MHz).

Les différentes couches minces qui nous ont été fournies ont été caractérisées par différentes techniques (diffraction des rayons X, Microscope Electronique à Balayage, mesures de transport).

L'étude sans champ magnétique appliqué nous a permis d'aborder le problème de la dépendance en température de la profondeur de pénétration λ et de sa valeur absolue. Nous n'avions pas la prétention de mesurer la variation de λ à basse température, ni de mesurer la résistance de surface R_s sans champ. Par contre, nous mesurons $\lambda(T)$ avec précision pour $T > 60$ K.

Grâce aux simulations numériques réalisées par le Laboratoire d'Electromagnétisme Micro-ondes et Optoélectronique de Grenoble, nous avons mis en évidence :

- des résultats nouveaux sur les coefficients de correction des effets de bord,
- la difficulté de déterminer $\lambda(0)$ uniquement par l'ajustement de la variation en température prévue par un modèle à celle mesurée.

Néanmoins, en valeur relative, l'étude de λ nous a permis de faire des corrélations entre les densités de courant critique, les caractéristiques texturales et les valeurs de $\lambda(0)$ de quelques échantillons.

Nous avons démontré l'intérêt d'une nouvelle méthode de détermination directe de la conductivité complexe pour tester la validité des modèles de la réponse électromagnétique des supraconducteurs à haute température critique.

En particulier, la dépendance en température de σ_2 semble en complet désaccord avec les prédictions du modèle "bipolaron".

Dans le cadre de cette étude à champ magnétique nul, nous avons testé une nouvelle technique pour mesurer la valeur absolue de la profondeur de pénétration à basse température. Les résultats sont très encourageants.

Nos mesures sous champ magnétique de $R(\omega, T, \vec{B})$ et $X(\omega, T, \vec{B})$ ne sont en fait que le début d'une étude beaucoup plus large sous champ. Néanmoins, nous pouvons déjà en tirer quelques enseignements.

A champ magnétique fixe, pour T inférieure à une certaine température T' , X est linéaire en fréquence donc purement inductive et R varie en ω^2 , comme en champ nul. Au-dessus de T' , la dépendance en fréquence de R et X change. Nous l'interprétons dans le cadre du modèle de Coffey et Clem, qui généralise le modèle de Gittleman et Rosenblum en faisant intervenir l'effet de l'activation thermique ("flux creep").

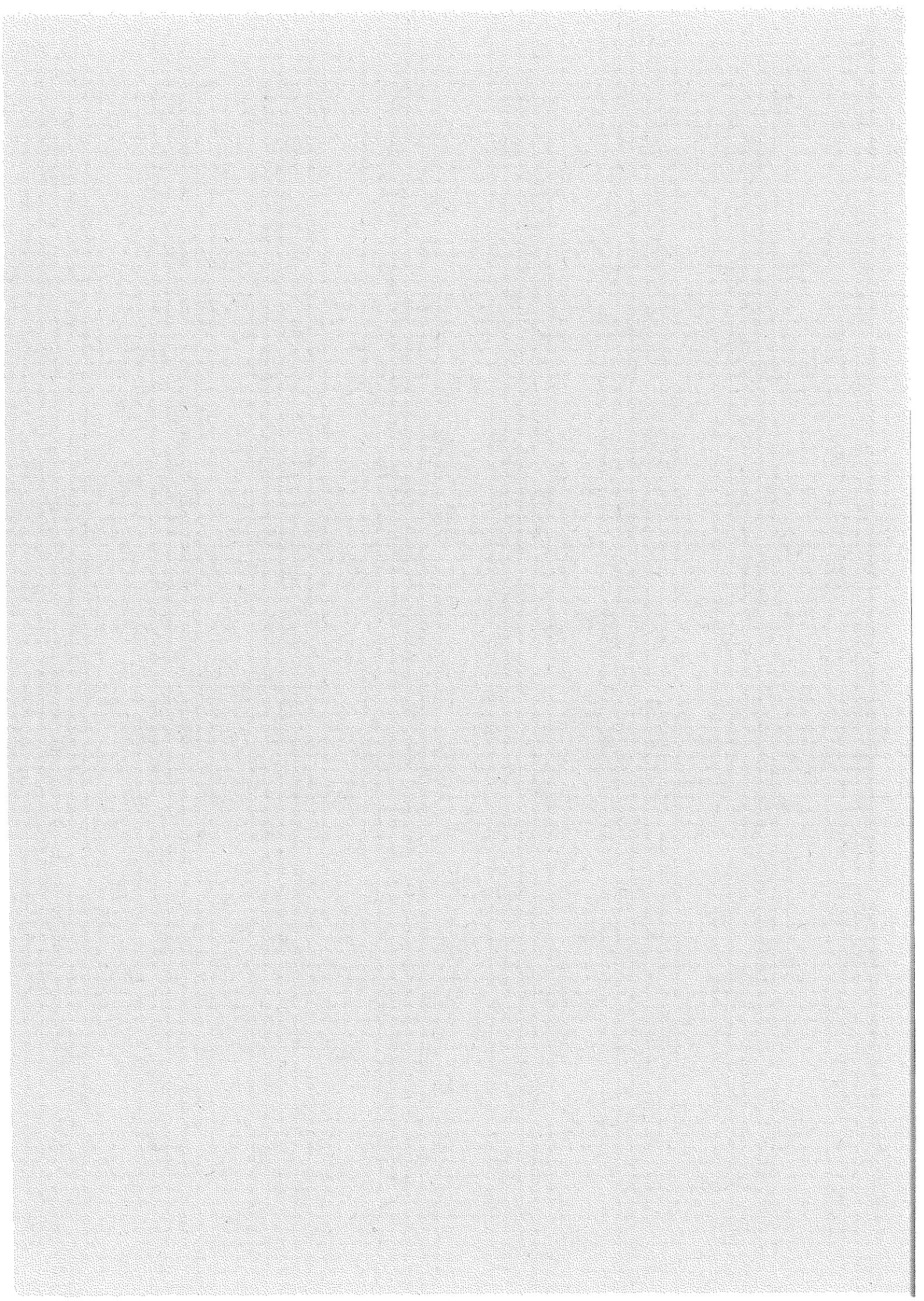
L'action du "flux creep" peut être efficace même loin de T_c si le champ magnétique est suffisamment élevé.

A chaque champ, nous pouvons définir une température T' : cela définit une courbe $T'(\vec{B})$. N'ayant pas assez de points de mesure pour tracer cette courbe, nous n'avons pas pu vérifier son équivalence avec la ligne d'irréversibilité.

Nos mesures à fréquence fixe et à champ variable font également apparaître des changements de régime, particulièrement visibles sur X/ω . En effet, si nous sommes en régime à fort piégeage, où l'effet du "flux creep" est négligeable, X/ω est homogène à une inductance qui ne dépend pas de ω . Dans un régime où l'effet de "flux creep" est important, même à bas champ, X/ω dépend de ω . Ce changement de régime est parfaitement prédit par le modèle de Coffey-Clem. Actuellement, nous obtenons un accord qualitatif et quantitatif sur les courbes à champ fixe et fréquence variable, alors que seul un accord qualitatif est observé sur les courbes à fréquence fixe et champ variable.

Nos résultats sont parfaitement en accord avec ceux de Sridhar et al. [5] qui déterminent la résistance de surface R_s à 10 GHz pour des champs magnétiques variables et mettent en évidence un changement de régime à un certain champ H^* . Mais leur mesure ne permet pas d'avoir accès à X .

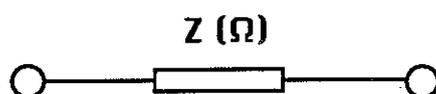
Par contre, nous sommes en désaccord avec Ong et al. [6], non pas sur les résultats expérimentaux qui semblent dans l'ensemble cohérents avec les nôtres, mais surtout sur leur façon d'interpréter les résultats (utilisation des lois de puissance et exposants critiques non universels).



ANNEXES

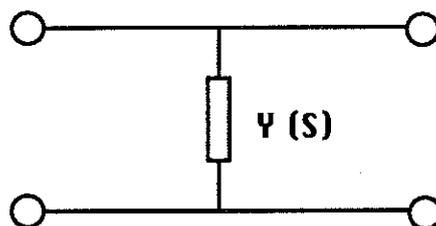
I. RAPPELS :

1. Matrices [A] de quadripôles impédances localisées :



$$a = 1, b = Z$$

$$c = 0, d = 1$$



$$a = 1, b = 0$$

$$c = Y, d = 1$$

2. Relations de passage entre matrices [A] et [S] :

Pour écrire simplement les relations générales de passage entre les matrices [A] et [S], il faut tout d'abord normaliser la matrice [A].

Supposons que l'impédance caractéristique en amont du quadripôle considéré soit Z_{c1} et celle en aval Z_{c2} . Dans ce cas, la matrice [A] normalisée s'écrit :

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a \cdot \sqrt{\frac{Z_{c2}}{Z_{c1}}} & \frac{b}{\sqrt{Z_{c1} \cdot Z_{c2}}} \\ c \cdot \sqrt{Z_{c1} \cdot Z_{c2}} & d \cdot \sqrt{\frac{Z_{c1}}{Z_{c2}}} \end{bmatrix}$$

Les relations globales entre paramètres [A] et paramètres [S] s'écrivent alors :

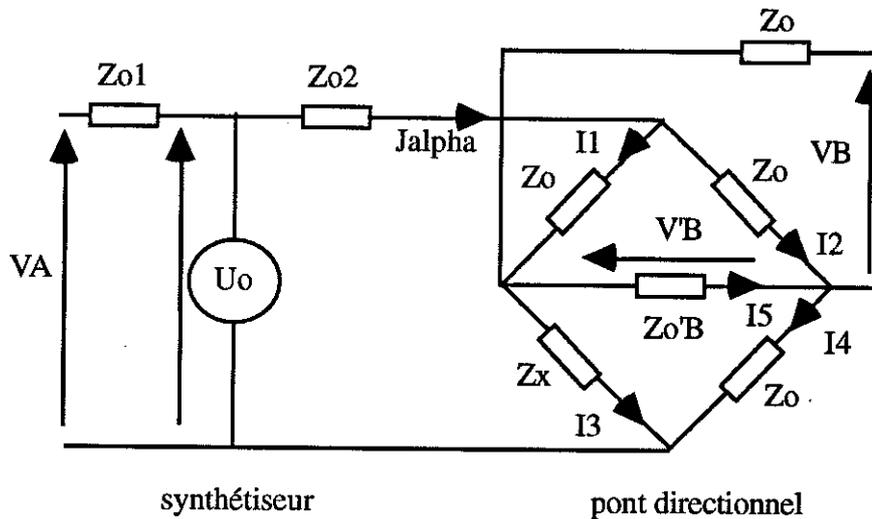
$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{(1+S_{11}) \cdot (1-S_{22}) + S_{12} \cdot S_{21}}{2 \cdot S_{21}} & \frac{(1+S_{11}) \cdot (1+S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}}{2 \cdot S_{21}} \\ \frac{(1-S_{11}) \cdot (1-S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}}{2 \cdot S_{21}} & \frac{(1-S_{11}) \cdot (1+S_{22}) + S_{12} \cdot S_{21}}{2 \cdot S_{21}} \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{A+B-C-D}{A+B+C+D} & \frac{2 \cdot (A \cdot D - B \cdot C)}{A+B+C+D} \\ \frac{2}{A+B+C+D} & \frac{-A+B-C+D}{A+B+C+D} \end{bmatrix}$$

II. CALIBRATION ROHDE & SCHWARZ :

1. Calibration en 3 points "OSL" utilisée :

Soit le schéma suivant qui représente le banc de mesure (Z_x est l'impédance inconnue) :



Par superposition :

$$\begin{array}{ll} J_{\alpha} = I_1 + I_2 & I_3 = J_{\alpha} - J_{\gamma} \\ J_{\beta} = I_2 & I_5 = J_{\gamma} - J_{\beta} \\ J_{\gamma} = I_4 & I_1 = J_{\alpha} - J_{\beta} \end{array}$$

En écrivant les équations du circuit, nous obtenons :

$$\begin{cases} U_0 = J_\alpha \cdot (Z_0 + Z_x + Z_{02}) - J_\beta \cdot Z_0 - J_\gamma \cdot Z_x \\ 0 = -J_\alpha \cdot Z_0 + J_\beta \cdot (2 \cdot Z_0 + Z_{0B}') - J_\gamma \cdot Z_{0B}' \\ 0 = -J_\alpha \cdot Z_x - J_\beta \cdot Z_{0B}' + J_\gamma \cdot (Z_0 + Z_{0B}' + Z_x) \end{cases}$$

La matrice impédance du système s'écrit donc :

$$[Z] = \begin{bmatrix} Z_0 + Z_x + Z_{02} & -Z_0 & -Z_x \\ -Z_0 & 2 \cdot Z_0 + Z_{0B}' & -Z_{0B}' \\ -Z_x & -Z_{0B}' & Z_0 + Z_x + Z_{0B}' \end{bmatrix}$$

Nous en déduisons :

$$I_5 = J_\gamma - J_\beta = \frac{(Z_x - Z_0) \cdot Z_0 \cdot U_0}{|[Z]|}$$

Le déterminant de $[Z]$ est :

$$\begin{aligned} |[Z]| &= Z_x \cdot [3 \cdot Z_0^2 + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{02} + Z_{02} \cdot Z_{0B}'] \\ &\quad + Z_0 \cdot [Z_0^2 + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' + 3 \cdot Z_{02} \cdot Z_{0B}' + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{02}] \end{aligned}$$

$$\text{Or :} \quad V_{0B}' = \frac{Z_{0B}' \cdot I_5}{|[Z]|} = \frac{Z_{0B}' \cdot (Z_x - Z_0) \cdot Z_0 \cdot U_0}{|[Z]|}$$

$$\Rightarrow Z_x = \frac{(U_0 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' + V_{0B}' \cdot (3 \cdot Z_{02} \cdot Z_{0B}' + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{02} + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' + Z_0^2)) \cdot Z_0}{U_0 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' - V_{0B}' \cdot (Z_{02} \cdot Z_{0B}' + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{02} + 2 \cdot Z_0 \cdot Z_{0B}' + 3 \cdot Z_0^2)}$$

$$\text{Posons donc :} \quad Z_x = \frac{\alpha_1 \cdot U_0 + V_{0B}' \cdot \alpha_2}{\alpha_1 \cdot U_0 - V_{0B}' \cdot \alpha_3} \cdot Z_0$$

Les propriétés des quadripôles permettent d'écrire :

$$V_{0B}' = \beta_0 \cdot V_B \quad \text{et} \quad U_0 = \alpha_0 \cdot V_A$$

Z_x est l'impédance inconnue vue du pont directionnel, mais si Z_e est l'impédance d'entrée recherchée en bout de ligne :

$$Z_x = \frac{\beta_1 \cdot Z_e + \beta_2}{\beta_3 \cdot Z_e + \beta_4}$$

(relation découlant toujours des propriétés des quadripôles).

$$\text{D'où : } Z_e = \frac{\alpha_1 \cdot \alpha_0 (\beta_4 \cdot Z_0 - \beta_2) + \frac{V_B}{V_A} \cdot \beta_0 \cdot (\alpha_2 \cdot \beta_4 \cdot Z_0 + \alpha_3 \cdot \beta_2)}{\alpha_1 \cdot \alpha_0 \cdot (\beta_1 - \beta_2 \cdot Z_0) - \frac{V_B}{V_A} \cdot \beta_0 \cdot (\alpha_2 \cdot \beta_3 \cdot Z_0 + \alpha_3 \cdot \beta_1)}$$

Soit :

$$Z_e = \frac{\gamma - \alpha \cdot \left(\frac{V_B}{V_A} \right)}{\beta \cdot \left(\frac{V_B}{V_A} \right) - 1}$$

L'intérêt de cette procédure est que nous n'avons pas besoin de connaître Z_0 .

Remarquons que si $Z_{02} = Z_{0B}' = Z_0$ alors $\frac{V_B}{V_A}$ est proportionnel à Γ car :

$$V_B = \frac{V_B'}{\beta_0} = \frac{Z_{0B}' \cdot (Z_x - Z_0) \cdot Z_0 \cdot U_0}{\beta_0 \cdot |Z|} = \frac{Z_0^2 \cdot (Z_x - Z_0) \cdot U_0}{\beta_0 \cdot (Z_x + Z_0) \cdot 8 \cdot Z_0^2}$$

$$V_A = \frac{U_0}{\alpha_0}$$

$$\Rightarrow \frac{V_B}{V_A} = \left(\frac{1}{8 \cdot \beta_0 \cdot \alpha_0} \right) \cdot \frac{Z_x - Z_0}{Z_x + Z_0} = \left(\frac{1}{8 \cdot \beta_0 \cdot \alpha_0} \right) \cdot \Gamma$$

Γ est le coefficient de réflexion vu du pont directionnel.

α , β et γ sont des coefficients complexes. Leur détermination expérimentale se fait en mesurant trois étalons :

$$\text{- court-circuit } Z_e = j.L_{cc}.\omega = \frac{\gamma - \alpha \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{cc}}{\beta \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{cc} - 1}$$

$$\text{- circuit ouvert } Z_e = \frac{1}{j.C_o.\omega} = \frac{\gamma - \alpha \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{co}}{\beta \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{co} - 1}$$

$$\text{- charge adaptée } Z_e = Z_{50} = \frac{\gamma - \alpha \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{50}}{\beta \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{50} - 1}$$

c'est-à-dire :

$$\begin{bmatrix} 1 \\ j.L_{cc}.\omega \\ Z_{50} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{co} & -j.C_o.\omega & j.C_o.\omega \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{co} \\ \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{cc} j.L_{cc}.\omega & -1 & \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{cc} \\ \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{50} Z_{50} & -1 & \left(\frac{V_B}{V_A}\right)_{50} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \beta \\ \gamma \\ \alpha \end{bmatrix}$$

Un calcul de déterminants donne alors accès à α , β et γ à chaque fréquence.

2. Calcul d'incertitude :

Soit $\Gamma = |\Gamma|e^{j.\varphi}$ le coefficient de réflexion mesuré.

Les erreurs résiduelles dues à l'analyseur vectoriel ZPV-E3 et à la directivité du pont directionnel ZRB se traduisent par :

$$\begin{cases} \Delta |\Gamma| \leq [(0,04 + 2,6 \cdot 10^{-10} \cdot v) |\Gamma| + 5 \cdot 10^{-3} \cdot |1 + \Gamma|] \cdot \frac{1}{\sqrt{N}} \\ \Delta \varphi \text{ (en } ^\circ) \leq [4,5 + 5 \cdot 10^{-9} \cdot v] \cdot \frac{1}{\sqrt{N}} \end{cases}$$

où N est le nombre de moyennage.

L'erreur sur ω due au synthétiseur est négligeable.

Au premier ordre, nous écrivons que :

$$\begin{cases} \Gamma \approx -1 & \text{pour } Z_e = j \cdot L_{cc} \cdot \omega \\ \Gamma \approx +1 & \text{pour } Z_e = \frac{1}{j \cdot C_o \cdot \omega} \\ \Gamma \neq 0 & \text{pour } Z_e = Z_{50} \end{cases}$$

En utilisant dans chaque cas la formule $Z_e = \frac{\gamma - \alpha \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right)}{\beta \cdot \left(\frac{V_B}{V_A}\right) - 1}$ et $\Gamma \propto \left(\frac{V_B}{V_A}\right)$, nous avons déduit α , β et γ en

fonction des Z_{50} , L_{cc} , C_o et ω .

De là, nous aboutissons à :

$$Z_e = \frac{Z_{50} \cdot [(\operatorname{Re}(\Gamma) - 1) \cdot L_{cc} \cdot C_o \cdot \omega^2 - (\operatorname{Re}(\Gamma) + 1)] - 2 \cdot L_{cc} \cdot \omega \cdot \operatorname{Im}(\Gamma) + j \cdot (2 \cdot L_{cc} \cdot \omega \cdot \operatorname{Re}(\Gamma) + Z_{50} \cdot (L_{cc} \cdot C_o \cdot \omega^2 - 1))}{(\operatorname{Re}(\Gamma) - 1) - (\operatorname{Re}(\Gamma) + 1) \cdot L_{cc} \cdot C_o \cdot \omega^2 + 2 \cdot Z_{50} \cdot C_o \cdot \omega \cdot \operatorname{Im}(\Gamma) + j \cdot (\operatorname{Im}(\Gamma) - \operatorname{Im}(\Gamma) \cdot L_{cc} \cdot C_o \cdot \omega^2 - 2 \cdot \operatorname{Re}(\Gamma) \cdot Z_{50} \cdot C_o \cdot \omega)}$$

Avec le logiciel "MATHEMATICA" de Stephen Wolfram, nous calculons alors la différentielle totale de Z_e . Nous en avons déduit que, au pire et $\forall \Gamma$:

$$\Delta R_e = \Delta X_e \leq 1 + 10^{-9} \cdot v \quad (\text{en } \Omega)$$

III. CALCULS DETAILLES DE LA PSEUDO-CALIBRATION 130 MHz - 5 GHz :

1. Calcul de la capacité du circuit ouvert étalon servant à la normalisation (pseudo-calibration entre 130 MHz et 5 GHz) :

D'après [176], un coaxial se terminant brutalement en circuit ouvert est équivalent à une capacité en parallèle avec une conductance (due au rayonnement). Aux fréquences considérées, nous avons vérifié que cette conductance est négligeable.

Si ϕ_e est le diamètre extérieur du diélectrique du coaxial et ϕ_i son diamètre intérieur, la capacité C s'écrit :

$$C = \frac{2}{\pi \cdot Z_0 \cdot c} \cdot \frac{\phi_e + \phi_i}{\ln\left(\frac{\phi_e}{\phi_i}\right)} \cdot \left[\underbrace{E\left(\frac{2 \cdot \sqrt{\phi_e \cdot \phi_i}}{\phi_e + \phi_i}\right)}_{\substack{\text{intégrale} \\ \text{elliptique} \\ \text{d'ordre 2}}} - 1 \right]$$

Ici, $\phi_e = 4,2$ mm et $\phi_i = 1,2$ mm

$$\Rightarrow E = 1,157786979 \quad \text{et} \quad \boxed{C = 28,87 \text{ fF}}$$

2. Principe de la calibration OSL pour une ligne mesurée en réflexion :

Prenons une ligne de longueur L d'impédance caractéristique Z_c et de coefficient de propagation $\gamma_L = \alpha_L + j\beta_L$ terminée en amont (niveau générateur) en (1,1') sur l'impédance Z_0 et en aval en (2,2') sur l'impédance Z_R que nous voulons mesurer (cf. Fig. 1). La ligne est supposée sans connecteur.

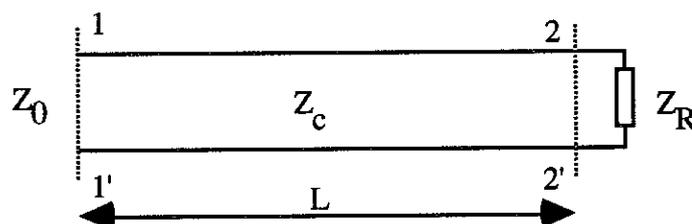


Figure 1

Si Γ_2 est le coefficient de réflexion dans le plan (2,2') avec :

$$\Gamma_2 = \frac{Z_R - Z_c}{Z_R + Z_c} \quad (1)$$

le coefficient de réflexion mesuré par l'analyseur vectoriel en (1,1') est :

$$\Gamma_1 = S_{11} + \frac{S_{12} S_{21} \Gamma_2}{1 - S_{22} \Gamma_2} \quad (2)$$

où les S_{ij} représentent les coefficients de la matrice S de la ligne normalisée en amont sur Z_0 et en aval sur Z_c . Ces S_{ij} ne dépendent pas de la charge Z_R : il ne faut pas les confondre avec les S_{ij} obtenus par l'analyseur vectoriel quand la ligne est branchée en transmission entre les deux ports de l'analyseur vectoriel, donc normalisée aux deux extrémités sur Z_0 . Dans ce cas, le S'_{11} mesuré est équivalent au Γ_1 ci-dessus :

$$S'_{11} = \frac{\operatorname{sh}\gamma\ell \left(\frac{Z_c}{Z_0} - \frac{Z_0}{Z_c} \right)}{2\operatorname{ch}\gamma\ell + \operatorname{sh}\gamma\ell \left(\frac{Z_c}{Z_0} + \frac{Z_0}{Z_c} \right)} \quad (3)$$

Dans notre cas :

$$\left. \begin{aligned} S_{11} = \frac{Z_c - Z_0}{Z_c + Z_0} \quad S_{12} = S_{21} = 2 \sqrt{\frac{Z_0}{Z_c}} \frac{e^{-\gamma_L L}}{\left(1 + \frac{Z_0}{Z_c} \right)} \\ S_{22} = - \left(\frac{Z_c - Z_0}{Z_c + Z_0} \right) e^{-2\gamma_L L} \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

Dans le cas où $Z_R = Z_0$ en remplaçant les S_{ij} de (4) dans (2), nous retrouvons bien l'équation (3)
 $\Gamma_1(Z_0) = S'_{11}$.

La mesure des S_{ij} s'effectue en plaçant successivement pour charge Z_R un court-circuit ($\Gamma_2 = -1$), un circuit ouvert ($\Gamma_2 = +1$) et une charge adaptée Z_0 ($\Gamma_2 = 0$).

La résolution de trois équations complexes à trois inconnues complexes permet de déterminer expérimentalement les S_{ij} . Ainsi, si nous plaçons une charge Z_A inconnue (donc un Γ_2 inconnu), Γ_1 étant mesuré, Γ_2 sera obtenu à l'aide de l'équation (2).

3. Effet de la température sur une calibration effectuée à $T = 300$ K :

Si nous effectuons une calibration à 300 K, nous obtenons les coefficients S_{ij}^{300} (la longueur de la ligne est égale à L à 300 K).

La ligne est ensuite placée dans un cryostat. Supposons, en première approximation, que la longueur ℓ_1 se trouve à 300 K et que la longueur ℓ_2 se trouve à une température T , par exemple $T = 77$ K (Fig. 2). Du fait de la contraction thermique :

$$L_{300\text{ K}} = \ell_1 + \ell_2 + \ell_0$$

La matrice $[S]$ totale de la ligne n'est pas le résultat du produit des 2 matrices $[S^1]$ et $[S^2]$. En passant par l'intermédiaire des matrices $[A]$, nous pouvons alors calculer les nouveaux S_{ij}^T de la ligne, qui dépendent des S_{ij}^1 pour la ligne de longueur ℓ_1 à 300 K et des S_{ij}^2 pour la longueur de ligne ℓ_2 à 77 K.

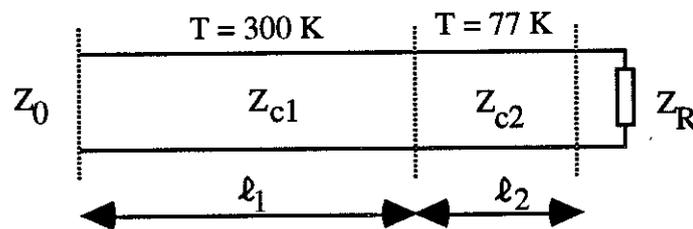


Figure 2

$$\left. \begin{aligned} S_{11}^T &= \frac{S_{11}^1 - \Delta_s^1 S_{11}^2}{D} & S_{22}^T &= \frac{S_{22}^2 - S_{22}^1 \Delta_s^2}{D} \\ S_{12}^T &= \frac{S_{12}^1 S_{12}^2}{D} & S_{21}^T &= \frac{S_{21}^2 S_{21}^1}{D} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

avec : $D = 1 - S_{22}^1 S_{11}^2$

et avec :

$$\left. \begin{aligned} S_{11}^1 &= \frac{Z_{c1} - Z_0}{Z_{c1} + Z_0} & S_{22}^1 &= -\frac{(Z_{c1} - Z_0)}{Z_{c1} + Z_0} e^{-2\gamma_1 \ell_1} & \Delta_s^1 &= -e^{-2\gamma_1 \ell_1} \\ S_{12}^1 &= S_{21}^1 = 2 \sqrt{\frac{Z_0}{Z_{c1}}} \frac{e^{-\gamma_1 \ell_1}}{1 + \frac{Z_0}{Z_{c1}}} \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

$$\left. \begin{aligned} S_{11}^2 &= \frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}} & S_{22}^2 &= -\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}} e^{-2\gamma_2 \ell_2} \\ \Delta_s^2 &= -e^{-2\gamma_2 \ell_2} \\ S_{12}^2 &= S_{21}^2 = 2 \sqrt{\frac{Z_{c1}}{Z_{c2}}} \frac{e^{-\gamma_2 \ell_2}}{\left(1 + \frac{Z_{c1}}{Z_{c2}}\right)} \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

Si le coefficient de réflexion Γ_2 est le même à la température T qu'à 300 K, l'analyseur vectoriel mesurera dans le plan (1,1') un nouveau Γ_1 :

$$\Gamma_1^T = S_{11}^T + \frac{S_{12}^T S_{21}^T \Gamma_2}{1 - S_{22}^T \Gamma_2} \quad (8)$$

En utilisant la calibration en mémoire faite à 300 K (S_{ij}^{300}), l'analyseur vectoriel calculera un nouveau Γ_2 , appelé Γ_2' , donné par :

$$\Gamma_2' = \frac{\Gamma_1^T - S_{11}^{300}}{S_{12}^{300} S_{21}^{300} + S_{22}^{300} (\Gamma_1^T - S_{11}^{300})} \quad (9)$$

Γ_2^T est obtenu d'après (9) en calculant d'abord les S_{ij}^T d'après (5), en utilisant (6) et (7). Puis Γ_1^T est calculé d'après (8) et remplacé par sa valeur dans (9).

Dans le calcul final de (9), nous négligeons tous les termes d'ordre égaux ou supérieurs à :

$$\left(\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}} \right) \times \left(\frac{Z_{c1} - Z_0}{Z_{c1} + Z_0} \right)$$

$Z_0 = 50 \Omega$, $Z_{c1} = 50 \pm 2 \Omega$, d'après les données du constructeur.

Pour une ligne coaxiale :

$$Z_c = \frac{138}{\sqrt{\epsilon_r}} \text{Log} \frac{\phi_e}{\phi_i}$$

La température a principalement pour effet de faire varier ϵ_r . En effectuant des mesures sur quatre câbles coaxiaux en transmission, entre 0,1 GHz et 20 GHz à 300 K et à 77 K, nous avons pu en déduire la variation de ϵ_r en température et en fréquence [116].

A température fixe, la stabilité en fréquence est d'environ 2.10^{-3} . La valeur dépend du câble mesuré.

Câble	ϵ_r (300 K)	ϵ_r (77 K)
n° I (80 cm)	$2,223 \pm 1 \cdot 10^{-3}$	
n° II (1 m)	$1,972 \pm 1 \cdot 10^{-3}$	
n° II (1,20 m)	$1,981 \pm 1 \cdot 10^{-3}$	2,002
n° II (2,20 m)	$1,982 \pm 1 \cdot 10^{-3}$	2,000

L'augmentation de ϵ_r due à la température est d'environ 1 %, ce qui entraîne :

$$\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}} \approx 2,5 \cdot 10^{-3}$$

Ceci justifie l'approximation de négliger les termes du deuxième ordre en $\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}}$.

D'où, au premier ordre en $\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}}$, nous trouvons :

$$\Gamma'_2 = \Gamma_2 e^{-2\ell_2(\gamma_2 - \gamma_1) + 2\gamma_1 \ell_0} \left[1 + \left(\frac{Z_{c2} - Z_{c1}}{Z_{c2} + Z_{c1}} \right) \left(\frac{e^{2\gamma_2 \ell_2}}{\Gamma_2} - \Gamma_2 e^{-2\gamma_2 \ell_2} \right) \right] \quad (10)$$

Le terme correctif du premier ordre est lui-même négligeable jusqu'à 5 GHz. En effet, il donne à 5 GHz une erreur maximale, dans nos conditions expérimentales, d'environ 0,5 % sur $|\Gamma_2|$ et 0,3 % sur la phase de Γ_2 , ce qui plus explicitement se traduirait par une erreur de 25 MHz sur une fréquence de résonance de 5 GHz ou encore une erreur de 0,4 % sur une inductance de 60 Ω . Ceci justifie que nous prenions pour Γ'_2 :

$$\Gamma'_2 = \Gamma_2 e^{-2\ell_2(\gamma_2 - \gamma_1) + 2\gamma_1 \ell_0} \quad (11)$$

C'est-à-dire :

$$\begin{cases} |\Gamma'_2| = |\Gamma_2| e^{-2\ell_2(\alpha_2 - \alpha_1) + 2\alpha_1 \ell_0} \\ \varphi'_2 = \varphi_2 - 2\ell_2(\beta_2 - \beta_1) + 2\beta_1 \ell_0 \end{cases}$$

$$\varphi'_2 = \varphi_2 - \frac{2\omega}{c} \left[\ell_2 (\sqrt{\epsilon_{r2}} - \sqrt{\epsilon_{r1}}) - \ell_0 \sqrt{\epsilon_{r1}} \right]$$

φ_2 et φ'_2 sont les phases de Γ_2 et Γ'_2 .

Donc, quelle que soit ω , à l'aide de l'analyseur vectoriel HP 8720B, nous pouvons obtenir $\varphi'_2 = \varphi_2$ en déplaçant le plan de référence (2,2') d'une même longueur ℓ telle que :

$$\ell \sqrt{\epsilon_{r1}} = \ell_2 (\sqrt{\epsilon_{r2}} - \sqrt{\epsilon_{r1}}) - \sqrt{\epsilon_{r1}} \ell_0 \quad (12)$$

Pour obtenir $|\Gamma_2'| = |\Gamma_2|$ il faut ainsi multiplier $|\Gamma_2|$ par $e^{+2\ell_2(\alpha_2 - \alpha_1) - 2\alpha_1 \ell_0}$, terme de normalisation dépendant de la fréquence.

Nous pouvons calculer avec une bonne précision α_1 , α_2 , ϵ_{r1} , ϵ_{r2} , mais nous connaissons mal ℓ_2 et ℓ_0 , ce qui nous oblige à normaliser par rapport à un coefficient de réflexion connu et stable en température.

4. Normalisations par rapport à un circuit ouvert et par rapport à la calibration basses fréquences [$\nu < 1$ GHz] :

Le circuit ouvert est réalisé par une embase femelle SMA, identique à celles qui sont utilisées pour monter les échantillons. Mais l'embase est arasée en bout. Ce circuit ouvert est précisément caractérisé à 300 K sans la ligne de mesure, son impédance terminale peut être réduite à :

$$Z_{co} = \frac{1}{jC\omega} = \frac{1}{jY\omega} \text{ avec } C_{\text{mesurée}} = 30.10^{-15} \text{ F}$$

Le connecteur lui-même peut être schématisé à la température T par une ligne de longueur ℓ_3 d'impédance caractéristique Z_{c3} , de constante de propagation $\gamma_3 = \alpha_3 + j\beta_3$ (Fig. 3). α_3 est estimée d'après nos mesures à environ 0,40 Np/m à 300 K et 0,56 Np/m à 77 K. Aussi pouvons nous prendre en première approximation $e^{-\alpha_3 \ell_3} = 1$.

La calibration est faite à 300 K dans le plan (2,2').

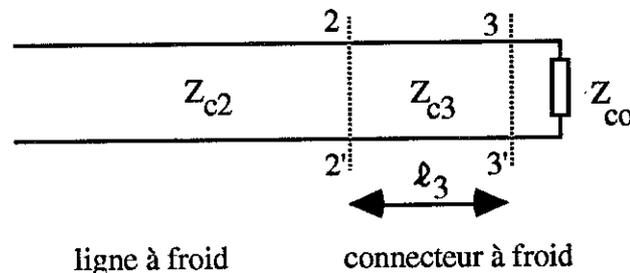


Figure 3

La calibration étant faite dans le plan (2,2'), l'analyseur HP mesure le coefficient de réflexion Γ_2 . Ce coefficient est différent du coefficient de réflexion ρ_2 du circuit ouvert d'admittance Y_{co} dans le plan (3,3').

Il existe une procédure du décalage du plan de calibration qui est formellement correcte si $\alpha_3 = 0$ et $Z_{c3} = Z_{c2}$.

Si $Z_{c3} \neq Z_{c2}$ (avec $\alpha_3 = 0$), même à 300 K, ρ_2 deviendra dans le plan (2,2') :

$$\Gamma_2 = \frac{\frac{Z_{c3} - Z_{c2}}{Z_{c3} + Z_{c2}} + \rho_2 e^{-2j\beta_3 \ell_3}}{1 + \frac{Z_{c3} - Z_{c2}}{Z_{c3} + Z_{c2}} \rho_2 e^{-2j\beta_3 \ell_3}}$$

Comme $\frac{Z_{c3} - Z_{c2}}{Z_{c3} + Z_{c2}} = \Delta \sim 10^{-2} \ll 1$, nous pouvons écrire au 1er ordre en Δ :

$$\Gamma_2 = \rho_2 e^{-2j\beta_3 \ell_3} |\Gamma| e^{j\psi} \quad (13)$$

avec

$$\left. \begin{aligned} |\Gamma| &= 1 + \Delta \left(\frac{1}{|\rho_2|} - |\rho_2| \right) \cos(2\beta_3 \ell_3 - \varphi_2) \\ \text{tg}\psi &= \frac{\Delta \left(|\rho_2| + \frac{1}{|\rho_2|} \right) \sin(2\beta_3 \ell_3 - \varphi_2)}{|\Gamma|} \\ \rho_2 &= |\rho_2| e^{j\varphi_2} \end{aligned} \right\} \quad (14)$$

Dans le cas où $Z_{c3} = Z_{c2}$, $|\Gamma| = 1$ et $\psi = 0$, nous retrouvons bien que seul un déplacement de ℓ_3 du plan de référence suffit pour obtenir $\Gamma_2 = \rho_2$.

En ce qui concerne le module de Γ_2 , $|\Gamma_2| = |\rho_2| |\Gamma|$, nous constatons qu'avec le circuit ouvert décrit ci-dessus à 5 GHz, $|\Gamma| \approx 1 + 2,2 \cdot 10^{-3}$. Donc, nous pouvons bien normaliser Γ_2' à 1 en multipliant à chaque fréquence Γ_2' par un nombre $A(\omega) = e^{2\ell_2(\alpha_2 - \alpha_1) - 2\alpha_1 \ell_0}$.

Le problème de la normalisation de la phase est plus délicat. Dans le cas où $Z_{c3} \neq Z_{c2}$, même à 300 K, il n'existe pas de longueur " ℓ " indépendante de ω qui permette d'obtenir $\Gamma_2 = \rho_2$. Pour chaque fréquence, il existe néanmoins une longueur ℓ telle que : $\ell = \ell_3 - \frac{\psi}{2} \frac{c}{\omega \sqrt{\epsilon_{r1}}}$.

Typiquement, à 300 K, pour $\ell_3 \approx 7.6$ mm, le terme correctif de ℓ_3 dans le cas du circuit ouvert ci-dessus est de + 0.31 mm à 1 GHz ($\psi = 2^\circ$) et il est de + 0.09 mm à 5 GHz ($\psi = 4,5^\circ$), en prenant $Z_{c3} = 54 \Omega$ à 1 GHz et 56Ω à 5 GHz (d'après le ROS donné par le constructeur).

A une température T, Γ_2 est transformé en Γ_2' ; le terme en ψ existe toujours mais il peut être légèrement différent, Δ ayant varié. Il est ainsi difficile de trouver à l'aide du circuit ouvert un ℓ précis et indépendant de la fréquence.

C'est pourquoi nous avons utilisé une normalisation par rapport aux mesures obtenues avec la calibration basse température fonctionnant jusqu'à 1 GHz. Nous pouvons en effet mesurer la fréquence de résonance ν_R d'un de nos échantillons, pour une température T telle que $\nu_R < 1$ GHz. A l'aide de l'analyseur vectoriel calibré à 300 K dans le plan (2,2'), nous pouvons déplacer le plan de référence d'une longueur ℓ telle que :

$$\ell = \left[\ell_2 \left(\sqrt{\frac{\epsilon_{r2}}{\epsilon_{r1}}} - 1 \right) - \ell_0 + \ell_3 \sqrt{\frac{\epsilon_{r3}}{\epsilon_{r1}}} \right] - \frac{\psi c}{2\omega \sqrt{\epsilon_{r1}}}$$

Là encore $\frac{\psi}{\omega}$ dépend de ω mais si nous effectuons la mesure à la fréquence de résonance ν_R où $\phi_2 = 0$, nous constatons qu'entre 1 et 5 GHz le terme correctif en $\frac{\psi}{\omega}$ varie de 7.10^{-2} mm, ce qui correspond à une erreur de phase d'environ 1° sur Γ_2 entre deux mesures faites à 1 GHz et 5 GHz.

Ces calculs sont évidemment approximatifs mais il donne des ordres de grandeurs réalistes des erreurs faites. Ne disposant pas de calibration TRL basse température, nous avons donc utilisé ce type de calibration jusqu'à 5 GHz.

Pratiquement nous faisons le calage en fréquence non pas sur ν_R correspondant à $\phi_2 = 0$ et $\text{Im}(Z_e) = 0$, mais pour une meilleure précision sur ν_R' tel que $\text{Re}(Z_e)$ soit maximum. ν_R' diffère de ν_R de 3.10^{-2} GHz au plus.

IV. ANALYSE D'UNE LIGNE SUPRACONDUCTRICE COURT-CIRCUITEE A UNE DE SES EXTREMITES :

1. Détermination des paramètres de couplage :

La ligne, de longueur L , est schématisée sur la figure 1.

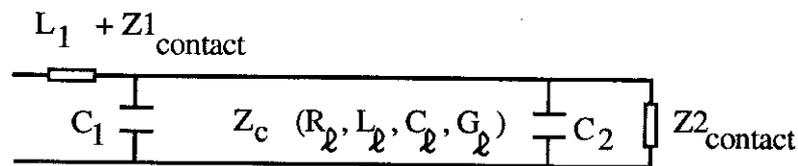


Figure 1

C_l peut être obtenue à partir de simulations effectuées par le LEMO avec une précision de 5 %. Cette précision relativement mauvaise pour une simulation numérique est due au fait que le rapport e/W est très petit, ce qui entraîne des problèmes au niveau du maillage nécessaire pour la simulation.

Pour déterminer C_1 une possibilité consiste à effectuer une mesure de la ligne à 300 K. Dans ce cas, nous avons une ligne à très forte résistance linéique, de l'ordre de quelques $k\Omega/m$. C_l et R_l étant connus, Z_e dépend de deux paramètres ajustables : C_1 et L_1 (voir fig. 2). Nous bénéficions pour ce type de mesure de la très bonne calibration effectuée à 300 K, et ceci jusqu'à 18 GHz si nécessaire.

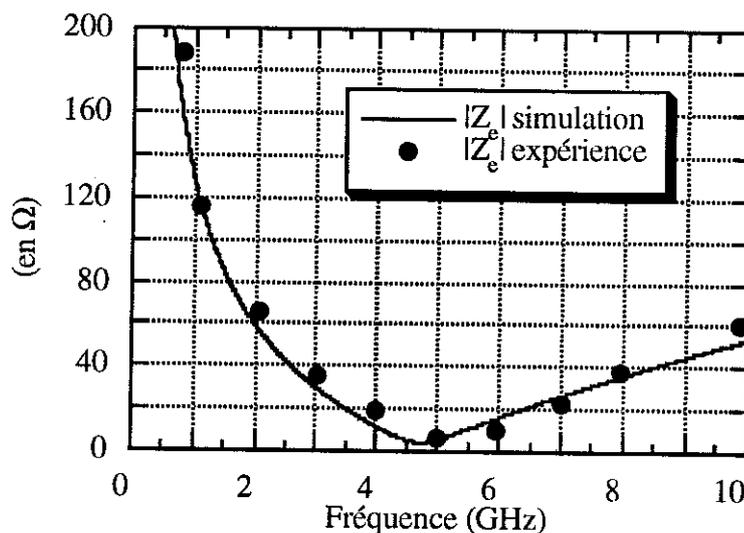


Figure 2 : échantillon K2 à 300 K ($C_l = 116$ pF/m, $R_l = 182,5$ k Ω /m
 $\Rightarrow C_1 = 0,93$ pF et $L_1 = 1$ nH)

Pour améliorer la précision, une autre méthode consiste à mesurer successivement les trois capacités importantes de la ligne C_1 , C_2 et C_L en effectuant trois mesures de la ligne en circuit ouvert à basse température (~ 10 K). A basse fréquence ($\nu < 1$ GHz), pour la ligne en circuit ouvert, nous avons très simplement :

$$Z_e = R_1 - \frac{j}{(C_1 + C_2 + L.C_L) \omega}$$

Une première mesure nous donne donc $C_1 + C_2 + L.C_L$. Une deuxième mesure effectuée après avoir coupé la ligne avant le deuxième plot de contact nous donne $C_1 + L.C_L$. Une troisième mesure avec uniquement le premier plot de contact nous donne C_1 .

C_1 , C_2 et C_L dépendent de la constante diélectrique du substrat (MgO ou LaAlO₃). Bien que disposant de données expérimentales, nous avons mesuré la constante diélectrique des substrats que nous utilisons entre 10 K et 300 K. En tenant compte de la contraction thermique des substrats, nos mesures sont en excellent accord avec celles publiées sur ce sujet (cf. fig. 3). Entre 10 K et 100 K, la variation de ϵ_r est de l'ordre de 1 % pour le MgO et de 0,8 % pour LaAlO₃. En ce qui concerne C_L , dans la structure microruban inversée, le diélectrique principal est l'hélium : ainsi l'erreur sur C_L due à la variation thermique de ϵ_r eff est inférieure à 0,5 %. En définitive, nous pouvons calculer C_1 , C_2 , C_L avec une précision d'environ 1 %.

Cette mesure permet également de mesurer R_1 , mais si R_1 est petit ($R_1 < 5 \Omega$) comme le terme imaginaire est grand, nous avons peu de précision sur sa détermination. $R_1 + R_2$ est assimilée à la résistance résiduelle mesurée à très basse fréquence pour $T \ll T_c^\circ$.

La méthode de mesure de C_1 , C_2 et C_L est aussi utilisable dans la configuration "microruban inversée"; son grave défaut est évidemment d'être destructive. C_1 étant déterminée, nous pouvons calculer L_1 à partir de la mesure à 300 K déjà effectuée.

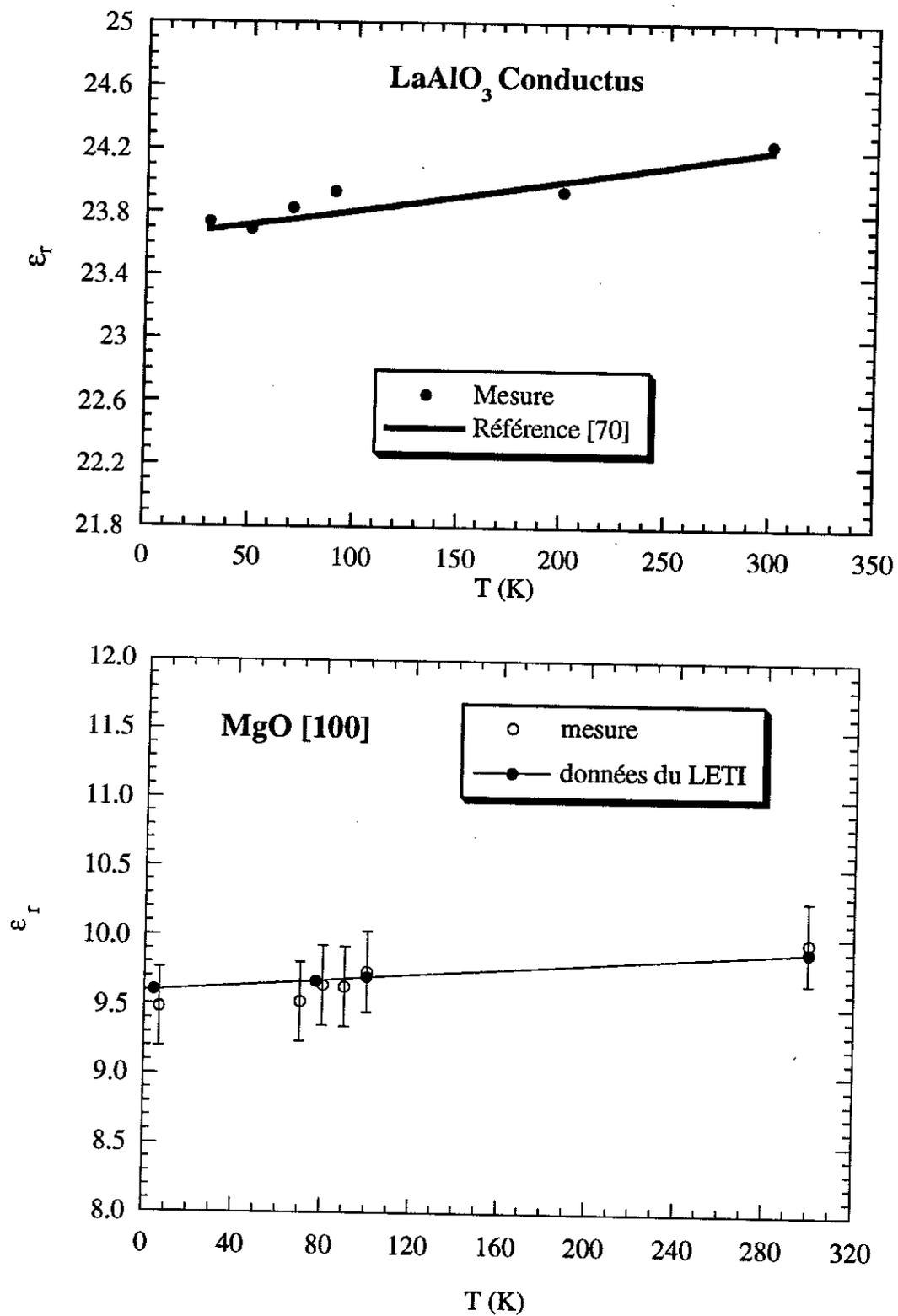


Figure 3 : mesures de la constante diélectrique du MgO et du LaAlO₃

2. Validation du schéma équivalent :

La résistance de contact R_1 et la capacité du plot de contact C_1 entraînent une modification de la fréquence de résonance de la ligne seule court-circuitée. Soit Z_e l'impédance totale de la ligne court-circuitée ramenée dans le plan de référence. Nous nous intéressons surtout à $\text{Re}(Z_e)$ donnée par :

$$\text{Re}(Z_e) = R_1 + \frac{Z_c (R_2 + Z_c \text{th } \alpha \ell) (Z_c + R_2 \text{th } \alpha \ell) (1 + \text{tg}^2 \beta \ell)}{(Z_c + R_2 \text{th } \alpha \ell)^2 (1 - Z_c C_1 \omega \text{tg } \beta \ell)^2 + (Z_c C_1 \omega + \text{tg } \beta \ell)^2 (R_2 + Z_c \text{th } \alpha \ell)^2} \quad (1)$$

La fréquence de résonance à laquelle apparaît un maximum de $\text{Re}(Z_e)$ dépend très faiblement des pertes ($\alpha \ell$) ainsi que de R_2 .

En effet, en première approximation $\text{Re}(Z_e)$ est maximale pour ν_r telle que :

$$1 - Z_c C_1 \omega_R \text{tg } \beta \ell = 0 \quad (2)$$

Si la véritable fréquence est ν_R^0 , alors nous pouvons écrire $1 - Z_c C_1 \omega_R^0 \text{tg } \beta \ell = \delta$ et montrer que :

$$\delta \approx \frac{(R_2 + Z_c \text{th } \alpha \ell)^2}{(Z_c + R_2 \text{th } \alpha \ell)^2}$$

Typiquement avec $R_2 = 4 \Omega$, $Z_c = 90 \Omega$ et $\nu_R = 3 \text{ GHz}$:

$$\Delta \nu = \nu_R - \nu_R^0 = 0.33 \text{ MHz}$$

Ceci représente une erreur relative de l'ordre de 10^{-4} sur ν_R^0 .

A partir de la connaissance des paramètres de couplage et de C_λ , nous sommes capables de simuler la ligne. En faisant varier arbitrairement L_λ , nous traçons la courbe $\nu_R^0 = f(L_\lambda)$ (fig. 4). Par la suite, pour chaque température la mesure de $\nu_R^0(T)$ nous donnera donc $L_\lambda(\lambda)$. Compte tenu de la précision du calage en fréquence avec l'analyseur ROHDE & SCHWARZ et du facteur de qualité de la résonance mesurée, notre résolution n'est pas meilleure que 30 MHz, ce qui correspond à une résolution de l'ordre de 7 nH/m pour une inductance totale qui, par exemple pour l'échantillon R₁, varie entre 380 nH/m à 4 K et 3500 nH/m à 89 K. Cette méthode n'est donc pas intéressante pour étudier la variation $\lambda(T)$ à basse température. Par contre, elle devient efficace pour $55 \text{ K} < T < T_c$.

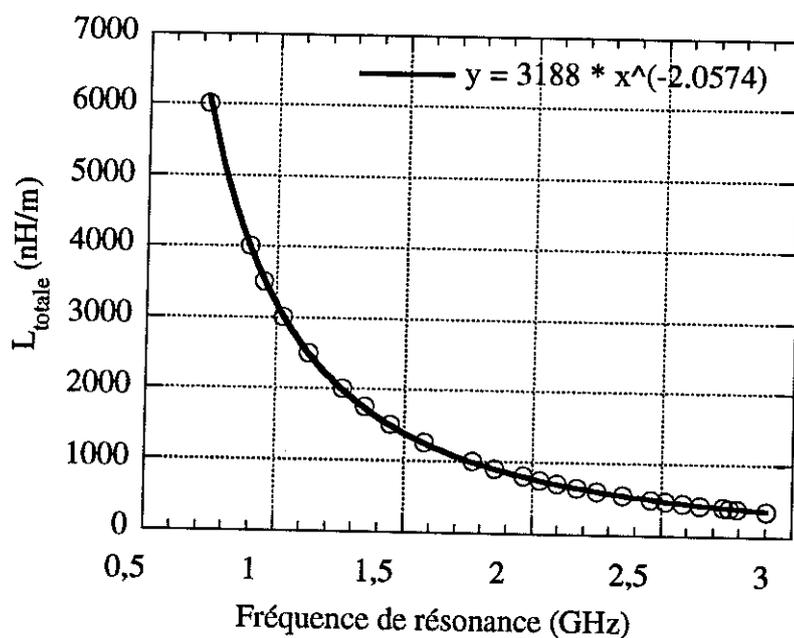


Figure 4

Tous les paramètres étant calculés, il ne nous reste plus qu'à simuler la ligne et à comparer Z_e obtenue avec celle expérimentale sur toute la gamme de fréquence. Le très bon accord obtenu en général valide notre schéma équivalent de la figure 1 (cf fig. 5, l'exemple de l'échantillon R₂). Néanmoins, il nous est arrivé qu'à partir de 3 GHz, l'accord entre la simulation et l'expérience était moins bon. Ce fut le cas pour l'échantillon R₁ (figure 6). Cela est peut-être dû au fait que le schéma équivalent devient plus complexe lorsque la fréquence augmente (mutuelles, plots de contacts se comportant comme des lignes, etc.).

Pour estimer la précision sur L_ℓ une fois v_R^0 mesurée, nous utilisons l'équation (2) que nous pouvons écrire :

$$2 \pi v \sqrt{L_\ell C_\ell} \ell \times \frac{C_1}{C_\ell \times \ell} \operatorname{tg} (2 \pi v \sqrt{L_\ell C_\ell} \ell) = 1$$

Avec une précision de 1 % sur C_1 et C_ℓ , avec un Δv de l'ordre de 30 MHz sur v_R^0 , nous obtenons :

$$\frac{\Delta L_\ell}{L_\ell} \approx 4.5 \%$$

Ainsi, nous avons montré qu'une ligne microruban supraconductrice court-circuitée à son extrémité et reliée à un câble coaxial par un élément de liaison (fil et résistance de contact), a des résonances qui peuvent être précisément mesurées et conduire à la détermination de l'inductance totale de la ligne avec une précision $\frac{\Delta L}{L}$ d'environ 5 %, ceci jusqu'à 5 GHz. Compte tenu de la résolution (~ 7 nH/m) et de la faible variation de L_ℓ avec T à basse température, nous sommes amenés à limiter nos mesures à l'intervalle de température (55 K, T_c).

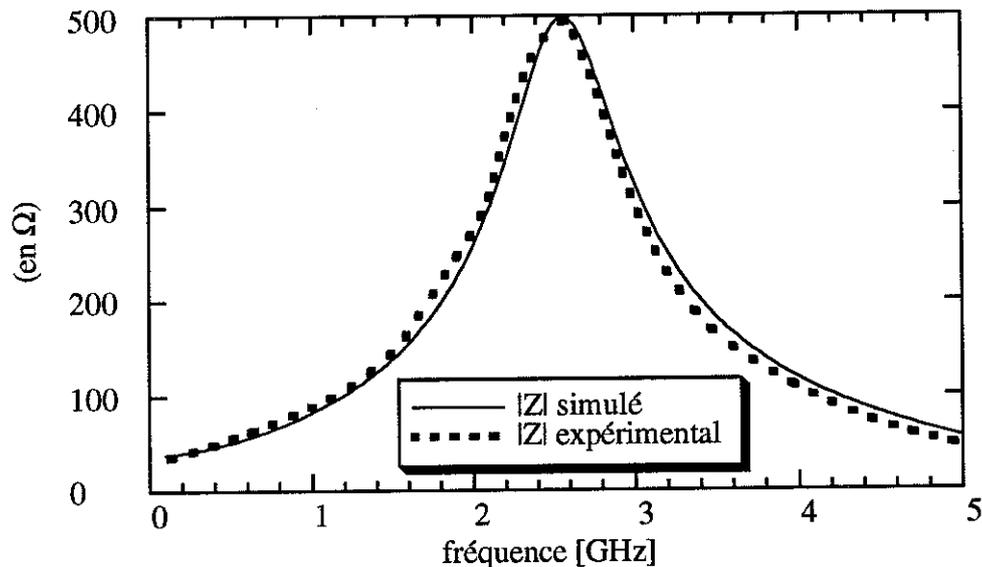


Figure 5 : accord entre simulation et mesure pour l'échantillon R2 à $T = 300$ K
 $(L_1 = 0,5$ nH, $C_1 = 0,19$ pF, $C_2 = 0,4$ pF, $R_1 = R_2 \approx 1\Omega)$

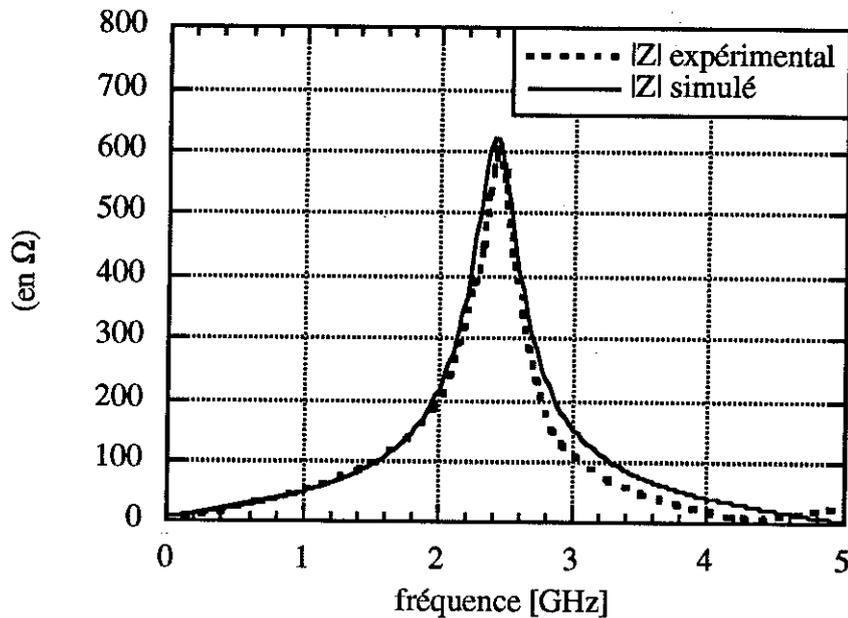


Figure 6 : accord entre simulation et mesure pour l'échantillon R1 à $T = 80 \text{ K}$
 $(L_1 = 0,9 \text{ nH}, C_1 = 0,35 \text{ pF}, C_2 = 0,85 \text{ pF})$

V. CARACTERISATION AUX RAYONS X :

Les pages suivantes montrent dans l'ordre :

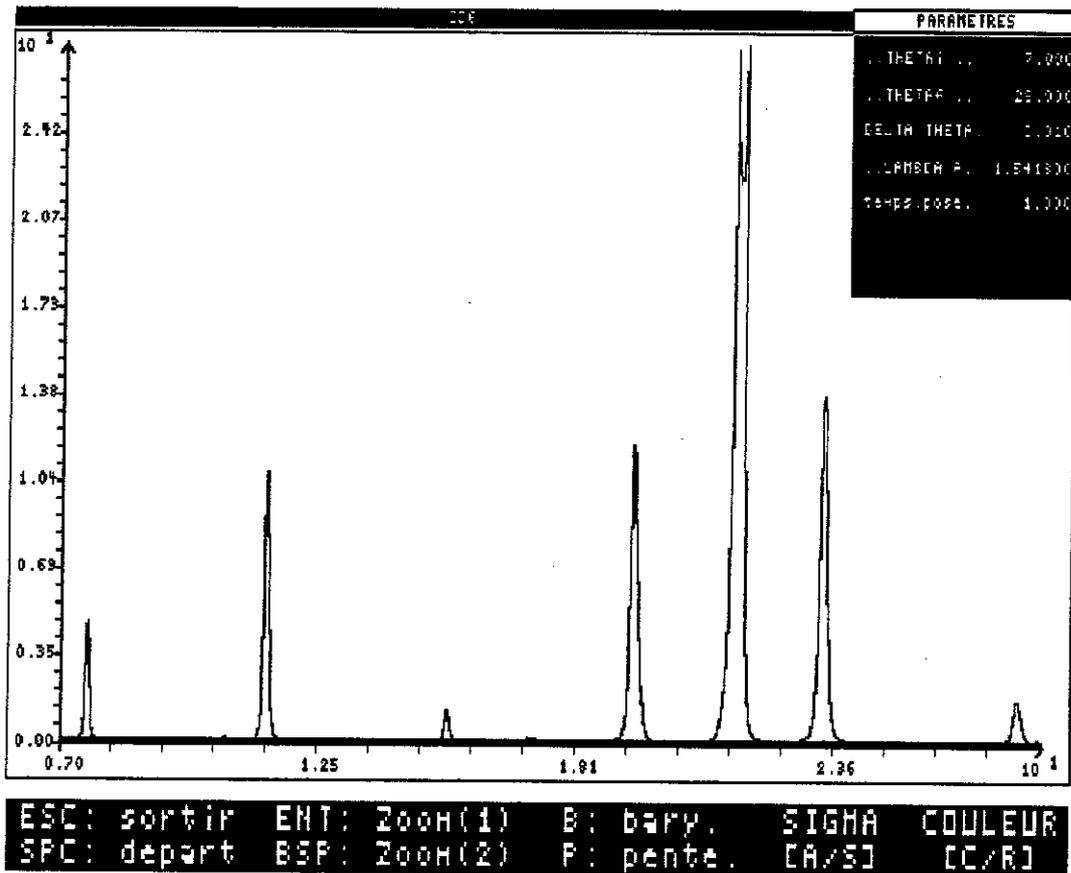
- le spectre $\theta/2\theta$ de l'échantillon T4 qui a permis de déterminer son paramètre de maille c ; de gauche à droite, nous trouvons la raie (002), la raie demi-onde de la (200) du MgO, la (003), la (004), une légère bosse vers $17,5^\circ$ correspondant aux inclusions (texturées!) de CuO, la (005), la (200) du MgO (saturée), la (006) et la (007);

- la figure de pôles {103} en représentation 3D de l'échantillon T4; nous voyons nettement apparaître entre les pics principaux les petits pics qui témoignent de la présence de $c \perp 45$; les pics sont déformés car nous avons 360° en abscisse contre $11,7^\circ$ en profondeur;

- la figure de pôles {102} en représentation stéréographique de l'échantillon T4; pour l'anneau extérieur, la normalisation est effectuée sur l'intensité maximale des $c \perp$ (14000 coups); pour l'anneau intérieur, la normalisation est effectuée sur l'intensité maximale des $a \perp$ (13 coups); ceci permet de déterminer la proportion de $a \perp$ à $0,13 \% \pm 0,1 \%$ (le reste des points en grisé est le bruit de fond statistique);

- la figure de pôles {103} en représentation 3D de l'échantillon R1; nous voyons apparaître entre les pics principaux une petite contribution en $c \perp 45$;

- la figure de pôles {102} en représentation stéréographique de l'échantillon R1; la normalisation est effectuée sur 70 coups; nous ne voyons pas de $a \perp$;
- les figures de pôles {102} et {103} en représentation stéréographique de l'échantillon C2; nous ne voyons quasiment pas de $a \perp$ (limite de résolution);
- la figure de pôles {103} en représentation 3D de l'échantillon C2; cet échantillon a de très bonnes propriétés texturales (pas de $c \perp 45$). Ceci est normal car la présence de $c \perp 45$ est spécifique au MgO.



Balayage en phi
 CD6 YBCO103

delta entre strate = 0.450 ; nb de strates = 27
 nb de points en x = 800 ; Imax = 21.663 ; angle de Bragg = 16.370
 temps d'integration = 1.0 ; strate initiale = 39.150

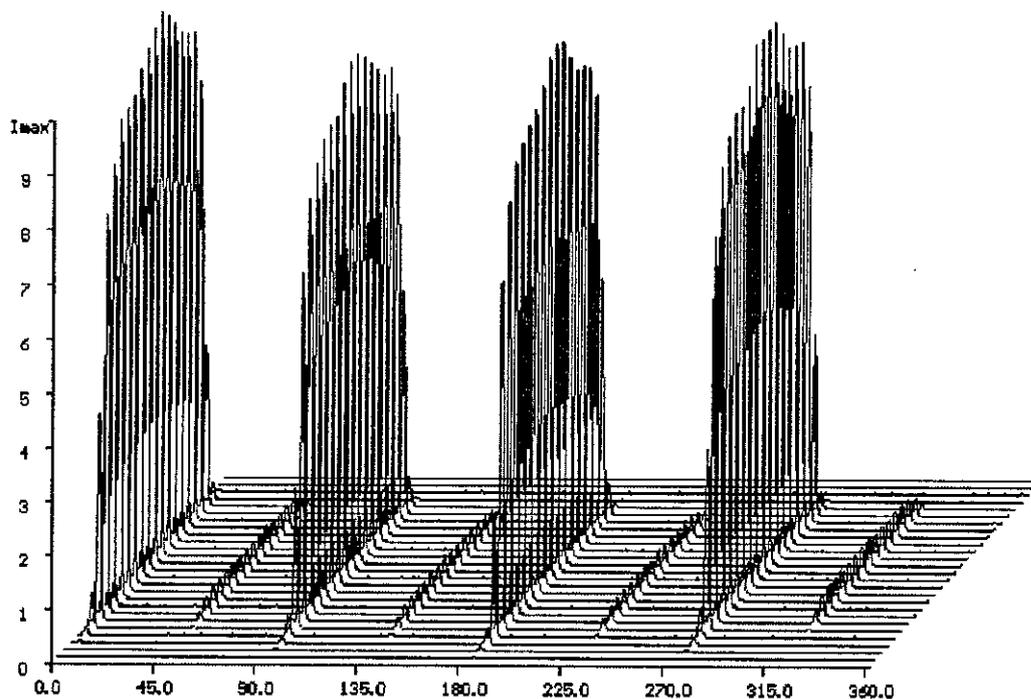
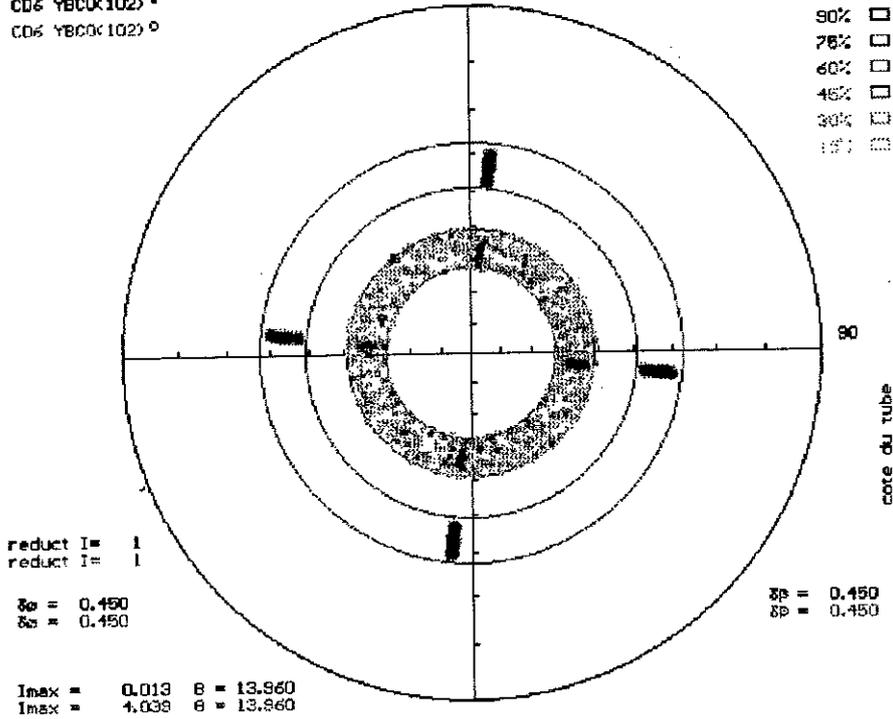


Figure de pôle de
 CD6 YBCO(102) *
 CD6 YBCO(102) °

90 haut de l'échantillon



Laboratoire de Cristallographie
 C.N.R.S. Grenoble

Balayage en phi
 PX6 HECOX103)

delta entre strate = 0.450 ; nb de strates = 27
 nb de points en x = 800 ; I_{max} = 1.123 ; angle de Bragg = 16.340
 temps d'intégration = 1.0 ; strate initiale = 39.160

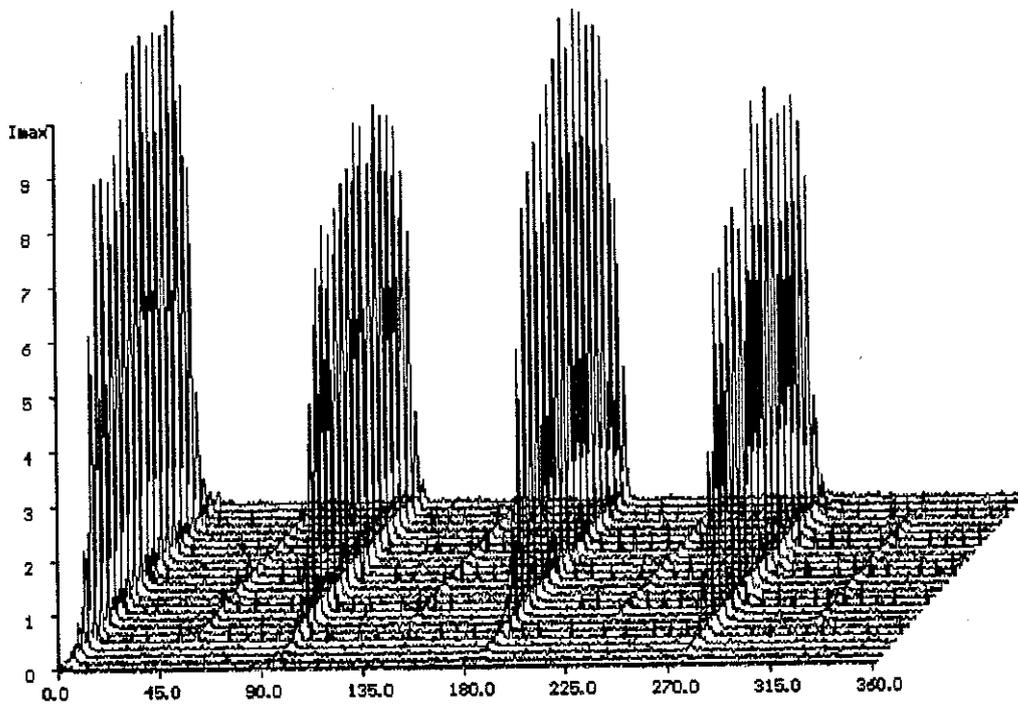
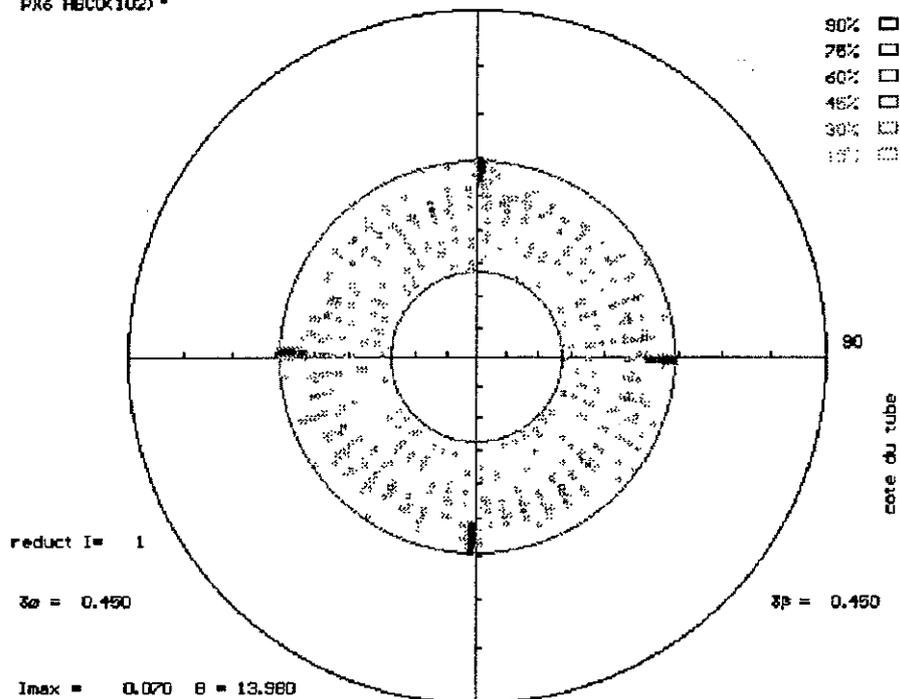


Figure de pôle de
PX6 HfCO₃(102) *

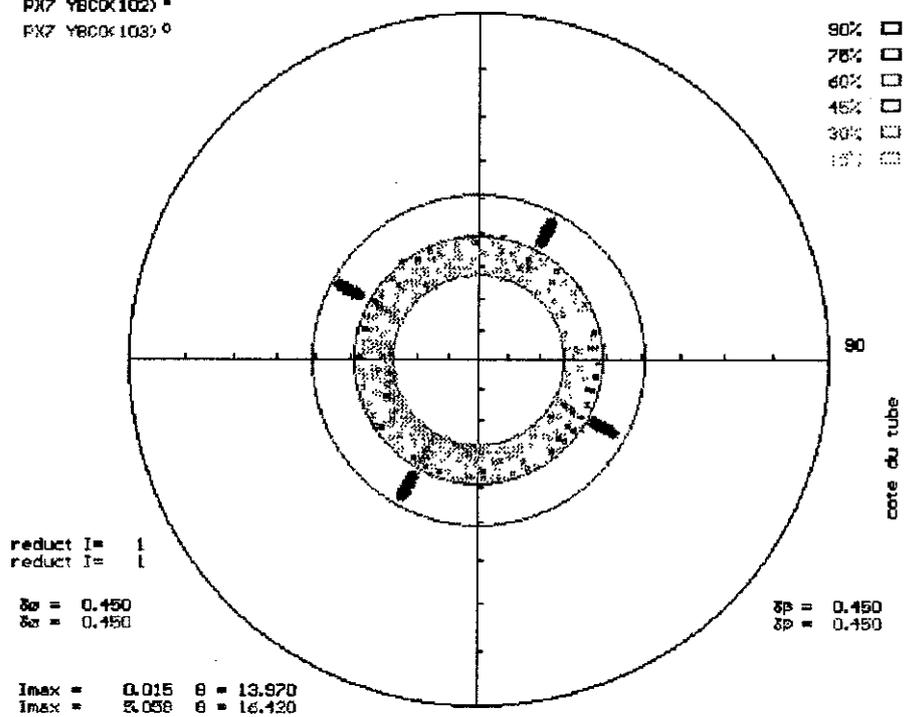
90 haut de l'échantillon



Laboratoire de Cristallographie
 C.N.R.S. Grenoble

Figure de pôle de
PX7 YBCO₃(102) *
 PX7 YBCO₃(103) °

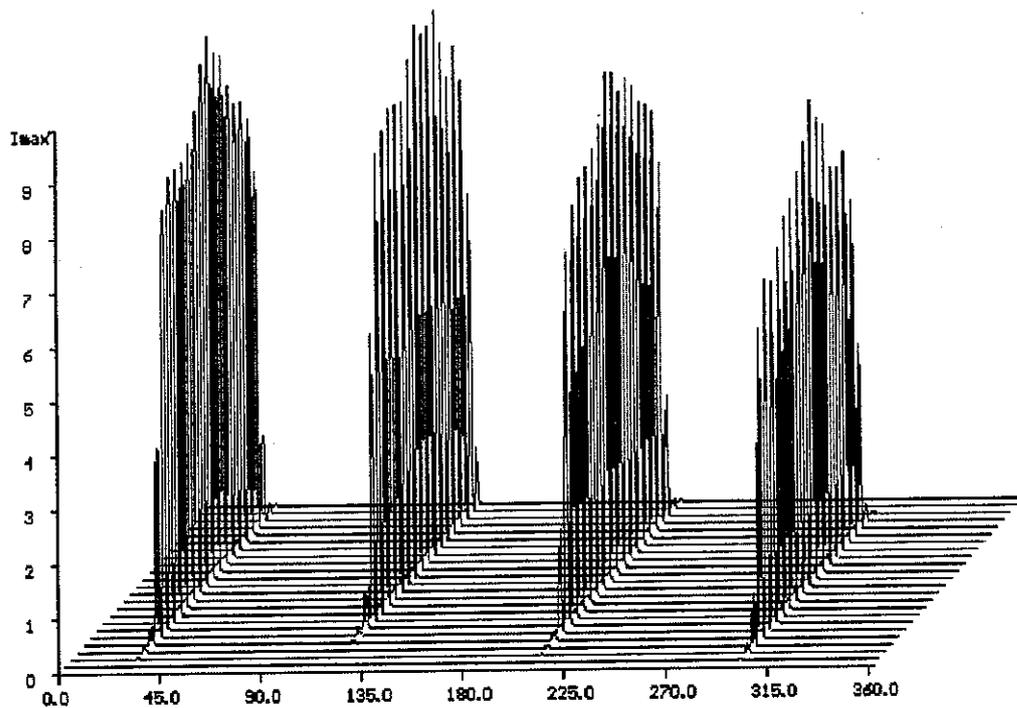
90 haut de l'échantillon

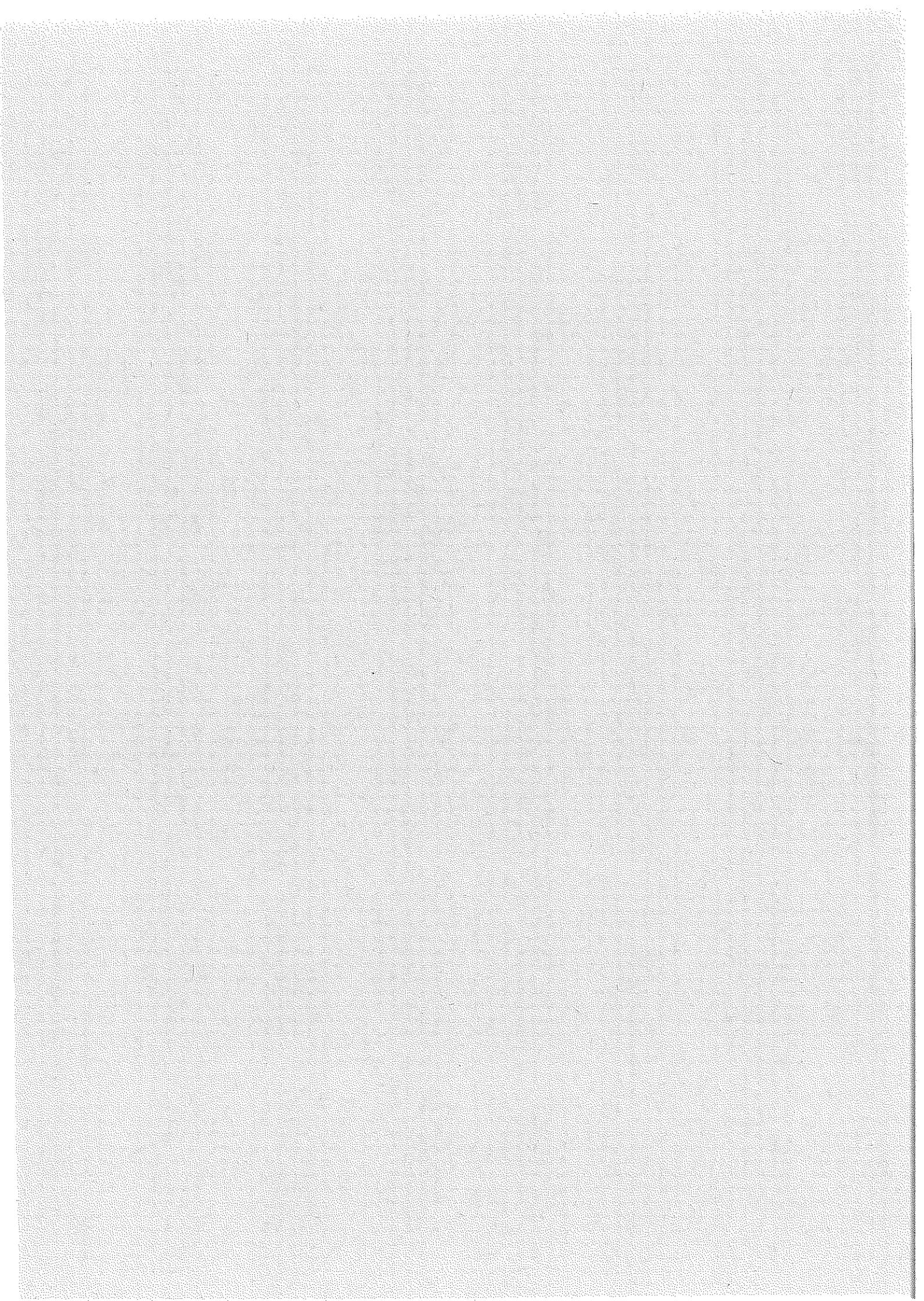


Laboratoire de Cristallographie
 C.N.R.S. Grenoble

Balayage en phi
PX7 YBCO(103)

delta entre strate = 0.450 ; nb de strates = 27
nb de points en x = 800 ; I_{max} = 5.058 ; angle de Bragg = 16.420
temps d'intégration = 1.0 ; strate initiale = 39.150





REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. TINKHAM, "Flux motion and dissipation in high temperature superconductors", IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 27 - n° 2 - mars 1991, p. 828 à 832.
- [2] D. A. HUSE, M. P. A. FISHER et D. S. FISHER, "Are superconductors really superconducting?", Nature, Vol. 358 - 13 août 1992, p. 553 à 559.
- [3] E. H. BRANDT, "Fluctuation, 'Melting', depinning, creep and diffusion of the flux-line lattice in high- T_c superconductors", Physica B, Vol. 169 - 1991, p. 91 à 98.
- [4] H. K. OLSSON, R. H. KOCH, W. EIDELLOTH et R. P. ROBERTAZZI, "Observation of Critical Scaling Behavior in the ac Impedance at the Onset of Superconductivity in Large Magnetic Field", Physical Review Letters, Vol. 66 - n° 20 - 20 mai 1991, p. 2661 à 2664.
- [5] J. OWLIAEI, S. SRIDHAR et J. TALVACCHIO, "Field-Dependent Crossover in the Vortex Response at Microwave Frequencies in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Films", Phys. Rev. Lett., Vol. 69 - n° 23 - 7 décembre 1992, p. 3366 à 3369.
- [6] H. WU, N. P. ONG et Y. Q. LI, "Frequency Dependence of the Vortex-State Resistivity in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ", Phys. Rev. Lett., Vol. 71 - n° 16 - 18 octobre 1993, p. 2642 à 2645.
- [7] K. RUNGE, Visualisation de fluxoïdes dans les réseaux 2D artificiels supraconducteurs. Th. doct., Grenoble, 29 octobre 1993, 200 p.
- [8] N. KLEIN, H. CHALOUPIKA, G. MÜLLER, S. ORBACH, H. PIEL, B. ROAS, L. SCHULTZ, U. KLEIN et M. PEINIGER, "The effective microwave surface impedance of high- T_c thin films", J. of Appl. Phys., Vol. 67 - n° 11 - 1er juin 1990, p. 6940 à 6945.
- [9] H. K. ONNES, "Disappearance of the Electrical Resistance of Mercury at Helium Temperatures", Comm. Phys. Lab.- University of Leiden, n° 122b - 1911.
- [10] W. MEISSNER et R. OCHSENFELD, Naturwissenschaften, Vol. 21 - 1933, p. 787.
- [11] F. et H. LONDON, "The Electromagnetic Equations of Superconductors", Proc. Roy. Soc. (London) - série A, Vol. 149 - 1935.
- [12] V. L. GINZBURG et L. D. LANDAU, "On the Theory of Superconductivity", Zh. Eksper. Teor. Fiz., Vol. 20 - 1950, p. 1064.
- [13] J. BARDEEN, L. N. COOPER et J. R. SCHRIEFFER, "Theory of Superconductivity", Physical Review, Vol. 108 - n° 5 - 1er décembre 1957, p. 1175 à 1204.
- [14] B. D. JOSEPHSON, "Possible New Effects in Superconductive Tunneling", Phys. Lett., Vol. 1 - n° 7 - 1er juillet 1962, p. 251 à 253.
- [15] J. R. GAVALER, "Superconductivity in Nb-Ge films above 22 K", Applied Phys. Lett., Vol. 23 - n° 8 - 15 octobre 1973, p. 480 à 482.

- [16] C. MICHEL, L. ER-RACKO et B. RAVEAU, "The Oxygen Defect Perovskite $BaLa_4Cu_5O_{13.4}$, a Metallic Conductor", Mat. Res. Bull., Vol. 20 - n° 6 - 1985, p. 667 à 671.
- [17] B. K. CHAKRAVERTY, "Bipolarons and superconductivity", Le Journal de Physique, T. 42 - n° 9 - septembre 1981, p. 1351 à 1356.
- [18] A. ALEXANDROV et J. RANNINGER, "Bipolaronic superconductivity", Physical Review B, Vol. 24 - n° 3 - 1er août 1981, p. 1164 à 1169.
- [19] J. G. BEDNORZ et K. A. MULLER, "Possible High T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System", Z. Phys. B, vol. 64 - 1986, p. 189 à 193.
- [20] M. K. WU, J. R. ASHBURN, C. J. TORNG, P. H. HOR, R. L. MENG, L. GAO, Z. J. HUANG, Y. Q. WANG et C. W. CHU, "Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure", Physical Review Letters, Vol. 58 - n° 9 - 2 mars 1987, p. 908 à 910.
- [21] H. MAEDA, Y. TANAKA, M. FUKUTOMI et T. ASANO, "A New High- T_c Oxide Superconductor without a Rare Earth Element", Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 27 - n° 2 - février 1988, p. L209 à L210.
- [22] M. LAGUËS, X. M. XIE, H. TEBBJI, X. Z. XU, V. MAIRET, C. HATTERER, C. F. BEURAN et C. DEVILLE-CAVELLIN, "Evidence Suggesting Superconductivity at 250 K in a Sequentially Deposited Cuprate Film", Science, Vol. 262 - 17 décembre 1993, p. 1850 à 1852.
- [23] J. L. THOLENCE, B. SOULETIE, O. LABORDE, J.-J. CAPPONI, C. CHAILLOUT et M. MAREZIO, "Zero resistance around 250 K in superconducting Hg-compounds ?", Physics Letters A, 3 janvier 1994.
- [24] R. D. PARKS, Superconductivity, M. Dekker Inc., New York, 1969, 664 p.
- [25] C. KITTEL, Physique de l'état solide, Dunod, Paris, 1983, 593 p.
- [26] T. VAN DUZER et C. W. TURNER, Principles of Superconductive Devices and Circuits, Arnold, Londres, 1981, 369 p.
- [27] J. I. GITTLEMAN et B. ROSENBLUM, "The Pinning Potential and High-frequency Studies of Type-II Superconductors", J. of Appl. Physics, Vol. 39 - n° 6 - mai 1968, p. 2617 à 2621.
- [28] B. SALCE, Etude du piégeage du flux dans les supraconducteurs de type II par mesure de la résistance de surface, Th. doct., Grenoble, 1970.
- [29] R. CAVA, "les plans de cuivre des supraconducteurs", Pour la Science, n° 156 - octobre 1990, p. 62 à 71.

[30] L. F. MATTHEISS, E. M. GYORGY et D. W. JOHNSON Jr, "Superconductivity above 20 K in the Ba-K-Bi-O system", Phys. Rev. B, Vol. 37 - n° 7 - 1er mars 1988, p. 3745 à 3746.

[31] M. INGOLD, Synthèse, études microstructurale et texturale d'oxydes supraconducteurs à haute température critique Y-Ba-Cu-O, Th. doct., Grenoble, 14 décembre 1990, 125 p.

[32] R. RETOUX, Etude cristallographique et caractérisation de nouveaux oxydes supraconducteurs à haute température critique, à base de bismuth, Th. doct. -ing., Caen, 19 septembre 1990, 179 p.

[33] K. YVON et M. FRANCOIS, "Crystal Structure of High-Tc Oxides", Z. Phys. B - Condensed Matter, Vol. 76 - 1989, p. 413 à 444.

[34] J. DARRIET, F. WEILL, B. DARRIET, X. F. ZHANG and J. ETOURNEAU, "Crystal structure of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$: a structure based on periodic crystallographic shear planes in the "2201" structure", Sol. State Comm., Vol. 86 - n° 4 - 1993, p. 227 à 230.

[35] H. RAFFY, S. LABDI (à paraître)

[36] A. W. SLEIGHT, M. A. SUBRAMANIAN et C. C. TORARDI, "High Tc Bismuth and Thallium Copper Oxide Superconductors", MRS Bulletin, janvier 1989, p. 45 à 48.

[37] B. BATLOGG, A. P. RAMIREZ, R. J. CAVA, R. B. VAN DOVER et E. A. RIETMAN, "Electronic Properties of $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ high-Tc superconductors", Phys. Rev. B, Vol. 35 - n° 10 - 1er avril 1987, p. 5340 à 5342.

[38] T. K. WORTHINGTON, W. J. GALLAGHER et T. R. DINGER, "Anisotropic Nature of High-Temperature Superconductivity in Single-Crystal $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ", Phys. Rev. Lett., Vol. 59 - n° 10 - 7 septembre 1987, p. 1160 à 1163.

[39] M. TINKHAM et C. J. LOBB, "Physical Properties of the New Superconductors", Sol. St. Phys., Vol. 42 - 1989.

[40] J. M. IMER, F. PATTHEY, B. DARBEL, W. D. SCHNEIDER, Y. BAER, Y. PETROFF et A. ZETTL, "High-Resolution Photoemission Study of the Low-Energy Excitations Reflecting the Superconducting State of Bi-Sr-Ca-Cu-O Single Crystals", Phys. Rev. Lett., Vol. 62 - n° 3 - 1989, p. 336 à 339.

[41] J. R. KIRTLEY, "Tunneling measurements of the energy gap in high-Tc superconductors", Int. J. of Mod. Phys., Vol. 4 - n° 2 - 1990, p. 201 à 237.

[42] C. CHABAUD-VILLARD, Etude des mécanismes de l'ablation laser et réalisation de couches et multicouches supraconductrices, Th. doct., Grenoble, 11 juin 1992, 204 p.

- [43] B. GIORDANENGO, Diagramme de phase magnétique et anisotropie des composés $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ et $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$, Th. doct., Grenoble, 23 janvier 1992, 157 p.
- [44] C. J. LIU, Etude des Propriétés magnétiques de couches minces supraconductrices $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$, Th. doct., Grenoble, 5 juin 1992, 274 p.
- [45] M. F. CROMMIE et A. ZETTL, "Thermal-conductivity anisotropy of single-crystal $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ ", Phys. Rev. B, Vol. 43 - n° 1 - 1er janvier 1991, p. 408 à 412.
- [46] M. CYROT, Cours de D.E.A. Matériaux, Magistère Grenoble, 1990-1991.
- [47] M. CHARALAMBOUS, J. CHAUSSY et P. LEJAY, "First direct measurement of the c-axis resistivity in superconducting single crystals $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ ", Physica B, Vol. 169 - 1991, p. 637 à 638.
- [48] D. BRAITHWAITE, D. BOURGAULT, N. SCHOPOHL, R. TOURNIER, J. M. BARBUT et J. C. VALLIER, "The Angular Dependence of Critical Current Densities in Bulk Magnetically Melt Textured YBaCuO in Magnetic Fields up to 20 Teslas", J. of Low Temp. Phys., Vol. 92 - n° 5/6 - septembre 1993, p 295 à 305.
- [49] P. H. HOR, R. L. MENG, Y. Q. WANG, L. GAO, Z. J. HUANG, J. BECHTOLD, K. FORSTER et C. W. CHU, "Superconductivity above 90 K in the Square-Planar Compound System $ABa_2Cu_3O_{6+x}$ with A = Y, La, Nd, Sm, Eu, Gd, Ho, Er and Lu", Phys. Rev. Lett., Vol. 58 - n° 18 - 4 mai 1987, p. 1891 à 1894.
- [50] D. W. MURPHY, S. SUNSHINE, R. B. VAN DOVER, R. J. CAVA, B. BATLOGG, S. M. ZAHURAK et L. F. SCHNEEMEYER, "New Superconducting Cuprate Perovskites", Phys. Rev. Lett., Vol. 58 - n° 18 - 4 mai 1987, p. 1888 à 1890.
- [51] A. PERRIN, M. GUILLOUX-VIRY, C. THIVET, J. PADIOU, O. PEÑA et M. SERGENT, "Films minces supraconducteurs à haute température critique de (TR)BaCuO : croissance épitaxiale in-situ et caractérisation", compte rendu des journées d'études et de formation ENS/PIRMAT sur les supraconducteurs à haute température critique, 21 au 23 septembre 1992.
- [52] J. RANNINGER, "On the lattice properties and electron-lattice interaction in high T_c superconductors", Z. Phys. B. - Condensed Matter, Vol. 84 - 1991, p. 167 à 178.
- [53] P. W. ANDERSON, "RVB theory of high T_c superconductivity", Proceedings of the International Workshop on Novel Mechanisms of Superconductivity, Berkeley - 22 au 26 juin 1987, p. 293 à 294.
- [54] J. LABBE et J. BOK, "Superconductivity in two dimensional copper oxides : a theoretical model", Phys. Scr., Vol. 37 - n° 6 - juin 1988, p. 940 à 941.

[55] M. L. HORBACH, "Pressure dependence of T_c and the van Hove scenario of High- T_c Superconductivity", Phys. Rev. B, Vol. 47 - n° 2 - 1er juin 1993, p. 15312 à 15315.

[56] J. P. BURGER, La supraconductivité des métaux, des alliages et des films minces, Masson, Paris, 1974, 174 p.

[57] D. DIMOS, P. CHAUDHARI, J. MANNHART et F. K. LEGOUES, "Orientation dependence of Grain-Boundary Critical Currents in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Bicrystals", Phys. Rev. Letters, Vol. 61 - n° 2 - 11 juillet 1988, p. 219 à 222.

[58] M. F. CHISHOLM et S. J. PENNYCOOK, "Structural origin of reduced critical currents at $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ grain boundaries", Nature, Vol. 351 - 2 mai 1991, p. 47 à 49.

[59] M. GUILLOUX-VIRY, C. THIVET, M. G. KARKUT, J. PADIOU, O. PEÑA, A. PERRIN, M. SERGENT et M. GAUNEAU, "Thin films of $(RE)Ba_2Cu_3O_7$ epitaxially grown *in situ* by excimer laser ablation : structural and superconducting behaviour", Materials Science and Engineering, Vol. B18 - 1993, p. 115 à 121.

[60] J. LESUEUR, L. DUMOULIN, S. QUILLET et J. RADCLIFFE, "Ion-Beam Induced Metal Insulator Transition in YBCO Films", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 195 - 1993, p. 527 à 530.

[61] M. LAGUËS, "Des films supraconducteurs", Pour la Science, n° 194 - décembre 1993, p. 44 à 51.

[62] E. MOSSANG, Films minces d' $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ élaborés par dépôt chimique en phase vapeur : croissance et propriétés, Th. doct., Grenoble, 15 juin 1993, 211 p.

[63] J. C. VILLEGIER, H. MORICEAU, H. BOUCHER, R. CHICAULT, L. DI CIOCCO, A. JÄGER, M. SCHWERDTFEGER, M. VABRE et C. VILLARD, "In-situ deposition and processing of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ films and multilayers for optoelectronic devices", IEEE Trans. on Magn., Vol. 27 - n° 2 - mars 1991, p. 1552 à 1555.

[64] Z. Z. LI, S. LABDI, A. VAURES, S. MEGTERT et H. RAFFY, "In situ growth of superconducting Bi-Sr-Ca-Cu-O thin films by RF magnetron sputtering", Proceedings of the ICAM-EMRS Conference, Strasbourg, 1991.

[65] CONDUCTUS Inc., "High Temperature Superconductor YBCO Thin Films", Microwave Journal, mai 1993, p. 286.

[66] R. W. SIMON, C. E. PLATT, A. E. LEE, G. S. LEE, K. P. DALY, M. S. WIRE, J. A. LUINE et M. URBANIK, "Low-loss substrate for epitaxial growth of high-temperature superconductor thin films", Appl. Phys. Lett., Vol. 53 - n° 26 - 26 décembre 1988, p. 2677 à 2679.

- [67] Q. LI, O. MEYER, X. X. XI, J. GEERK et G. LINKER, "Growth characterization of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ thin films on (100) MgO", Appl. Phys. Lett., Vol. 55 - n° 3 - 17 juillet 1989, p. 310 à 312.
- [68] B. FLECHET, Interconnexions en matériaux supraconducteur (Haute Température critique) et conducteur normal - Performances comparées pour les applications en électronique rapide refroidie, Th. doct., Grenoble, 14 février 1991, 205 p.
- [69] K. H. YOUNG, G. V. NEGRETE, M. M. EDDY, J. Z. SUN, T. W. JAMES, McD. ROBINSON et E. J. SMITH, "Comparisons of high temperature superconductor thin films on various substrates for microwave applications", Thin Solid Films, Vol. 206 - 1991, p. 116 à 121.
- [70] J. KONOPKA et I. WOLFF, "Dielectric Properties of Substrates for Deposition of High-Tc Thin Films Up to 40 GHz", IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, Vol. 40 - n° 12 - décembre 1992, p. 2418 à 2423.
- [71] M. G. NORTON, S. R. SUMMERFELT et C. B. CARTER, "Surface preparation for the heteroepitaxial growth of ceramic thin films", Appl. Phys. Lett., Vol. 56 - n° 22 - 28 mai 1990, p. 2246 à 2248.
- [72] B. H. MOECKLY, S. E. RUSSEK, D. K. LATHROP, R. A. BUHRMAN, J. LI et J. W. MAYER, "Growth of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ thin films on MgO : The effect of substrate preparation", Appl. Phys. Lett., Vol. 57 - n° 16 - 15 octobre 1990, p. 1687 à 1689.
- [73] W. G. LYONS et R. S. WITHERS, "Passive Microwave Device Applications of High Tc Superconducting Thin Films", Microwave Journal, novembre 1990, p. 85 à 102.
- [74] J. C. RIBBER, M. NISENOFF, G. PRICE et S. A. WOLF, "High temperature superconductivity space experiment (HTSSE)", IEEE Trans. on Magn., Vol. 27 - n° 2 - mars 1991, p. 2533 à 2536.
- [75] "Microstrip antennas: superconducting and space compatible", Microwave Engineering Europe, août-septembre 1992, p.13 à 16.
- [76] A. A. VALENZUELA et P. RUSSEK, "High Q Coplanar Transmission line resonator of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ on MgO", Appl. Phys. Lett., Vol. 55 - n° 10 - 4 septembre 1989, p. 1029 à 1031.
- [77] R. B. HAMMOND, G. V. NEGRETE, M. S. SCHMIDT, M. J. MOSKOWITZ, M. M. EDDY, D. D. STROTHER et D. L. SKOGLUND, "Superconducting Ti-Ca-Ba-Cu-O Thin film microstrip resonator and its power handling performance at 77 K", IEEE MTT-S Digest, 1990, p. 867 à 870.

- [78] T. KONAKA, M. SATO, H. ASANO, S. KUBO et Y. NAGAI, "High- T_c Superconducting High-Q Coplanar Resonator made on MgO", IEEE MTT-S Digest, 1991, p. 1337 à 1340.
- [79] M. J. LANCASTER, T. S. M. MACLEAN, Z. WU, A. PORCH, P. WOODALL et N. McN. ALFORD, "Superconducting microwave resonators", IEE Proceedings-H, Vol. 139 - n° 2 - avril 1992, p. 149 à 156.
- [80] Z. Y. SHEN, C. WILKER, P. PANG, W. L. HOLSTEIN, D. FACE et D. J. KOUNTZ, "High T_c Superconductor-Sapphire Microwave Resonator with Extremely High Q-Values up to 90 K", IEEE Transactions on microwave theory and techniques, Vol. 40 - n° 12 - décembre 1992, p. 2424 à 2431.
- [81] S. M. ANLAGE, H. J. SNORTLAND et M. R. BEASLEY, "A current controlled variable delay superconducting transmission line", IEEE Trans. on Magn., Vol. 25 - 1989, p. 1388 à 1391.
- [82] L. C. BOURNE, R. B. HAMMOND, McD ROBINSON, M. M. EDDY, W. L. OLSON et T. W. JAMES, "Low-loss microstrip delay line in $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ ", Appl. Phys. Lett., Vol. 56 - n° 23 - 4 juin 1990, p. 2333 à 2335.
- [83] W. G. LYONS, R. S. WITHERS, J. M. HAMM, A. C. ANDERSON, P. M. MANKIEWICH, M. L. O'MALLEY et R. E. HOWARD, "High- T_c superconductive delay line structures and signal conditioning networks", IEEE Trans. on Magn., Vol. 27 - n° 2 - mars 1991, p. 2932 à 2935.
- [84] D. KALOKITIS, A. FATHY, V. PENDRICK, E. BELOHOUBEK, A. FINDIKOGLU, A. INAM, X. X. Xi, T. VENKATESAN et J. B. BARNER, "Performance of a narrow band microwave filter implemented in thin-film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ with ohmic contacts", Appl. Phys. Lett., Vol. 58 - n° 5 - 4 février 1991, p. 537 à 542.
- [85] C. ZAHOPOULOS, S. SRIDHAR, J. J. BAUTISTA, G. ORTIZ et M. LANAGAN, "Performance of a high T_c superconducting ultralow-loss microwave stripline filter", Appl. Phys. Lett., Vol. 58 - n° 9 - 4 mars 1991, p. 977 à 979.
- [86] J. H. TAKEMOTO, C. M. JACKSON, R. HU, J. F. BURCH, K. P. DAUY et R. W. SIMON, "Microstrip resonators and filters using high T_c superconducting thin films on $LaAlO_3$ ", IEEE Trans. on Magn., Vol. 27 - n° 2 - mars 1991, p. 2549 à 2552.
- [87] I. S. GERGIS, J. T. CHEUNG, T. N. TRINH, E. A. SOVERO et P. H. KOBRIN, "55 GHz microstrip bandpass filter made from $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductor thin film", Appl. Phys. Lett., Vol. 60 - n° 16 - 20 avril 1992, p. 2026 à 2028.
- [88] S. G. KOLESOV, H. CHALOUPKA, M. JECK et O. G. VENDIK, "HTS - microwave mixers based on nonlinear microstrip transmission lines", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

- [89] H. CHALOUPKA et G. MÜLLER, "Applications of HTSC thin films with low microwave losses to linear devices", Physica C, Vol. 180 - 1991, p. 259 à 266.
- [90] D. LADRET, B. CABON et J. CHILO, "Dispositifs microondes à dispersion contrôlée en technologie supraconductrice à haute Température critique", Actes du XIIème Colloque OHD, Paris - 1er au 3 septembre 1993, p. 2AP-7.
- [91] A. JÄGER, Recherche d'un transistor supraconducteur à effet de champ pour la photodétection, Th. doct., Grenoble, 15 octobre 1993, 180 p.
- [92] C. DOUGHTY, C. KWON, A. T. FINDIKOGLU, Y. GIM, Q. LI, X. X. XI, F. C. WELLSTOOD et T. VENKATESAN, "Fabrication of high quality $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{SrTiO}_3$ SuFET devices", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.
- [93] J. S. MARTENS, V. M. HIETALA, T. E. ZIPPERIAN, D. S. GINLEY, C. P. TIGGES et J. M. PHILLIPS, "S-Parameter Measurements and Microwave Applications of Superconducting Flux Flow Transistors", IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, Vol. 39 - n° 12 - décembre 1991, p. 2018 à 2025.
- [94] H. K. OLSSON et J. EDSTAM, "Broad Band Microwave Spectroscopy of Cooled Monolithic Circuits", Proceedings of the XXth Conference on Low Temperature Physics - Eugene (Oregon) - 4 au 11 août 1993
- [95] N. KHARE, A. K. GUPTA, S. CHAUDHRY et V. S. TOMAR, "Behaviour of Thick Film BiSrCaCuO RF SQUID at 77 K", Sol. St. Comm., Vol. 76 - n° 7 - 1990, p. 929 à 931.
- [96] M. LEUNG, P. R. BROUSSARD, J. H. CLAASSEN, M. OSOFSKY, S. A. WOLF et U. STROM, "Optical detection in thin granular films of Y-Ba-Cu-O at temperatures between 4.2 and 100 K", Appl. Phys. Lett., Vol. 51 - n° 24 - 14 décembre 1987, p. 2046 à 2047.
- [97] B. DWIR et D. PAVUNA, "A sensitive YBaCuO thin film bolometer with ultrawide wavelength response", J. Appl. Phys., Vol. 72 - n° 9 - 1er novembre 1992, p. 3855 à 3861.
- [98] C. J. HAUNG, C. Y. CHANG et T. Y. TSENG, "Bolometric response of superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ microbridges", J. Appl. Phys., Vol. 72 - n° 12 - 15 décembre 1992, p. 5786 à 5791.
- [99] K. LI, J. E. JOHNSON et B. W. AKER, "High responsivity $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ microbolometers with fast response times", J. Appl. Phys., Vol. 73 - n° 3 - 1er février 1993, p. 1531 à 1533.
- [100] W. JUTZI, "Analog to Digital Converters", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

[101] Z. G. IVANOV, V. K. KAPLUNENKO, E. A. STEPANTSOV, E. WIKBORG et T. CLAESON, "Design, fabrication and testing of a high- T_c based RSFQ RS-trigger at 4.2K", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

[102] P. GRIVET, Physique des lignes de Haute Fréquence et d'Ultra-Haute Fréquence, (Tome 1 : Paramètres primaires et secondaires, ondes progressives, impulsions - Tome 2 : Circuits et amplificateurs microondes), Masson & Cie, Paris, 1969, 455 p.

[103] P. A. RIZZI, Microwave Engineering - Passive Circuits, Prentice Hall, New Jersey - USA, 1988, 572 p.

[104] G. BOUDOURIS, Cavités électromagnétiques, Dunod, Paris, 1971, 166 p.

[105] J. C. GALLOP et W. J. RADCLIFFE, "Measurements of microwave losses in HTS thin films using a calorimetric method", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

[106] C. ZAHOPOULOS, W. L. KENNEDY et S. SRIDHAR, "Performance of a fully superconducting microwave cavity made of the high T_c superconductor $Y_1Ba_2Cu_3O_y$ ", Appl. Phys. Lett., Vol. 52 - n° 25 - 20 juin 1988, p. 2168 à 2170.

[107] T. W. BUTTON et N. McN. ALFORD, "High Q $YBa_2Cu_3O_x$ cavities", Appl. Phys. Lett., Vol. 60 - n° 11 - 16 mars 1992, p. 1378 à 1380.

[108] H. PIEL, M. HEIN, N. KLEIN, A. MICHALKE, G. MÜLLER et L. PONTO, "Superconducting perovskites in microwave fields", Physica C, Vol. 153/155 - 1988, p. 1604 à 1609.

[109] S. SRIDHAR et W. L. KENNEDY, "Novel technique to measure the microwave response of high T_c superconductors between 4.2 and 200 K", Rev. Sci. Instrum., Vol. 59 - n° 4 - avril 1988, p. 531 à 536.

[110] A. FATHY, D. KALOKITIS et E. BELOHOUBEK, "Microwave Characteristics and Characterization of High T_c Superconductors", Microwave Journal, octobre 1988, p. 75 à 94.

[111] ROHDE & SCHWARZ, "Data sheet 292401, service and operating manuals 826.8793.1/2", Munich, 1986.

[112] HEWLETT PACKARD, "Service and operating manuals 08720-90107/90108", Santa Rosa, 1989.

[113] T. REUSS, Réalisation d'un dispositif pour des mesures hyperfréquences à basse température, Rapport de stage de maîtrise, Grenoble, 1993, 53 p.

- [114] M. MABROUK, Caractérisation de lignes monolithiques sur GaAs pour circuits microondes (Application à l'extraction des paramètres intrinsèques de structures MMICs en monture de test par autocalibrage TRL de 2 à 18 GHz), Th. doct., Grenoble, 10 juillet 1991, 202 p.
- [115] P. MEISSE, Etude et modélisation d'un anneau résonant micro-onde pour la caractérisation des supraconducteurs à haute température critique, Th. Doct., Toulouse, 15 mai 1992, 254 p.
- [116] C. DOUDAINE, Etude préliminaire à la réalisation d'un kit de calibration fonctionnant à l'hélium liquide, Rapport de Stage de DEA, Grenoble, juin 1993, 52 p.
- [117] L. J. VAN DER PAUW, "A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape", Philips Research Reports, Vol. 13 - n° 1 - février 1958, p. 1 à 9.
- [118] L. J. VAN DER PAUW, "A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape", Philips Technical Review, Vol. 20 - n° 8 - 1958/59, p. 220 à 224.
- [119] D. CHATEIGNIER, P. GERMI, M. INGOLD et M. PERNET, "Texture Analysis in YBaCuO Ceramics and Films", Proceedings of ICMAS-91, 1991, p. 269 à 273.
- [120] J. MANNHART, M. SCHEUERMANN, C. C. TSUEI, M. M. OPRYSKO, C. C. CHI, C. P. UMBACH, R. H. KOCH et C. MILLER, "Micropatterning of high T_c films with an excimer laser", Appl. Phys. Lett., 11 avril 1988, p. 1271 à 1273.
- [121] R. BARTH, B. SPANGENBERG et H. KURZ, "Low-damage dry etching of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ superconducting nanometer structures at cryogenic temperatures", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.
- [122] S. MATSUI, N. TAKADO, H. TSUGE et K. ASAKAWA, "Reactive ion beam etching of Y-Ba-Cu-O superconductors", Appl. Phys. Lett., 4 janvier 1988, p. 69 à 71.
- [123] M. CHARALAMBOUS, Etude de l'anisotropie des propriétés de transport des monocristaux $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, Th. doct., Grenoble, 3 juillet 1992, 350 p.
- [124] P. CROZAT, J. C. HENAU, R. ADDE, A. DE LUSTRAC et G. VERNET, "Propriétés hautes fréquences des films supraconducteurs à haut T_c ", compte rendu des journées d'études et de formation ENS/PIRMAT sur les supraconducteurs à haute température critique, 21 au 23 septembre 1992.
- [125] K. STEENBECK, E. STEINBEISS, T. EICK, T. KÖHLER, L. REDLICH et H. SCHMIDT, "Passivation and contacting of High T_c film structures", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

- [126] A. K. RAYCHAUDHURY, C. EGLOFF et L. RINDERER, "Electrodynamics of Superconductors. Response to a Weak, Low-Frequency Magnetic Field", J. of Low Temp. Physics, Vol. 53 - n° 5/6 - 1983, p. 513 à 561.
- [127] B. W. LANGLEY, S. M. ANLAGE, R. F. W. PEASE et M. R. BEASLEY, "Magnetic penetration depth measurements of superconducting thin films by a microstrip resonator technique", Rev. Sci. Instr., Vol. 62 - n° 7 - juillet 1991, p. 1801 à 1812.
- [128] D. E. OATES, A. C. ANDERSON, D. M. SHEEN et S. M. ALI, "Stripline Resonator Measurements of Z_s Versus H_{ff} in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Thin Films", IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, Vol. 39 - n° 9 - septembre 1991, p. 1522 à 1528.
- [129] J. M. POND, K. R. CARROLL, J. S. HORWITZ, D. B. CHRISEY, M. S. OSOFSKY et V. C. CESTONE, "Penetration depth and microwave loss measurements with a $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}/LaAlO_3/YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ trilayer transmission line", Appl. Phys. Lett., Vol. 59 - n° 23 - 2 décembre 1991, p. 3033 à 3035.
- [130] W. RAUCH, E. GORNIK, G. SÖLKNER, A. A. VALENZUELA, F. FOX et H. BEHNER, "Microwave properties of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films studied with coplanar transmission line resonators", J. of Appl. Phys., Vol. 73 - n° 4 - 15 février 1993, p. 1866 à 1872.
- [131] W. H. CHANG, "The inductance of a superconducting strip transmission line", J. of Appl. Phys., Vol. 50 - n° 12 - décembre 1979, p. 8129 à 8134.
- [132] Z. MA, R. C. TABER, L. W. LOMBARDO, A. KAPITULNIK, M. R. BEASLEY, P. MERCHANT, C. B. EOM, S. Y. HOU et J. M. PHILLIPS, "Microwave Penetration Depth Measurements on $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ Single Crystals and $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Thin Films", Phys. Rev. Lett., Vol. 71 - n° 5 - 2 août 1993, p. 781 à 784.
- [133] T. V. DINH, B. CABON, N. DAOUD et J. CHILO, "Electromagnetic modelling of conductive or superconductive microstrip lines using spice as electromagnetic solver", J. Phys. III, Vol. 2 - 1992, p. 2165 à 2174.
- [134] H. A. WHEELER, "Transmission-Line Properties of a Strip on a Dielectric Sheet on a Plane", IEEE Trans. on Microwave Theory and Techn., Vol. 25 - n° 8 - août 1977, p. 631 à 647.
- [135] K. C. GUPTA, R. GARG et I. J. BAHL, Microstrip lines and slotlines, Artech House, Norwood Ma., 1979, 377 p.
- [136] S. M. ANLAGE, H. SZE, H. J. SNORTLAND, S. TAHARA, B. LANGLEY, C.-B. EOM et M. R. BEASLEY, "Measurements of the magnetic penetration depth in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films by the microstrip resonator technique", Appl. Phys. Lett., Vol. 54 - n° 26 - 26 juin 1989, p. 2710 à 2712.

- [137] S. M. ANLAGE, B. LANGLEY, J. HALBRITTER, S. TAHARA, H. SZE, N. SWITZ, C. B. EOM, H. J. SNORTLAND, R. TABER, T. H. GEBALLE et M. R. BEASLEY, "Magnetic penetration depth measurements in Low and High T_c Thin Film Superconductors at Microwave Frequencies", Physica C, Vol. 162-164 - 1989, p. 1645 à 1646.
- [138] S. M. ANLAGE, B. W. LANGLEY, G. DEUTSCHER, J. HALBRITTER et M. R. BEASLEY, "Measurements of the temperature dependence of the magnetic penetration depth in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ superconducting thin films", Phys. Rev. B, Vol. 44 - n° 17 - novembre 1991, p. 9764 à 9767.
- [139] C.-Y E. TONG et K. WU, "Propagation characteristics of thin film superconducting microstrip line for terahertz applications", Electronics Letters, Vol. 27 - n° 24 - 21 novembre 1991, p. 2299 à 2300.
- [140] H.Y LEE et T. ITOH, "Phenomenological Loss Equivalence Method for Planar Quasi-TEM Transmission Lines with a thin Normal Conductor or Superconductor", IEEE Trans. on Microwave Theory and Techn., Vol. 37 - n° 12 - décembre 1989, p. 1904 à 1909.
- [141] D. E. OATES, A. C. ANDERSON et P. M. MANKIEWICH, "Measurement of the Surface Resistance of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Thin Films Using Stripline Resonators", J. of Superconductivity, Vol. 3 - n° 3 - 1990, p. 251 à 259.
- [142] D. R. HARSHMAN, L. F. SCHNEEMEYER, J. V. WASZCZAK, G. AEPPLI, R. J. CAVA, B. BATLOGG et L. W. RUPP, "Magnetic penetration depth in single-crystal $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ", Phys. Rev. B, Vol. 39 - n° 1 - 1er janvier 1989, p. 851 à 854.
- [143] L. KRUSIN-ELBAUM, R. L. GREENE, F. HOLTZBERG, A. P. MALOZEMOFF et Y. YESHURUN, "Direct Measurement of the Temperature-Dependent Magnetic Penetration Depth in Y-Ba-Cu-O Crystals", Phys. Rev. Lett., Vol. 62 - n° 2 - 9 janvier 1989, p. 217 à 220.
- [144] A. OMARI, Contribution à l'étude des propriétés électromagnétiques des couches et multicouches supraconductrices à haute T_c : Mesure d'impédance de surface par Oscillateur à Diode Tunnel, Th. Doct., Grenoble, 21 octobre 1993, 106 p.
- [145] A. T. FIORY, A. F. HEBARD, P. M. MANKIEWICH et R. E. HOWARD, "Renormalization of the Mean-Field Superconducting Penetration Depth in Epitaxial $YBa_2Cu_3O_7$ Films", Phys. Rev. Lett., Vol. 61 - n° 12 - 19 septembre 1988, p. 1419 à 1422.
- [146] R. T. COLLINS, Z. SCHLESINGER, F. HOLTZBERG, C. FEILD, U. WELP, G. W. CRABTREE, J. Z. LIU et Y. FANG, "Dynamic properties of a high- T_c superconductor : Direct evidence for non-BCS behavior", Phys. Rev. B, Vol. 43 - n° 10 - 1er avril 1991, p. 8701 à 8704.
- [147] T. KISU, T. IINUMA, K. ENPUKU, K. YOSHIDA et M. TAKEO, "Dependence of magnetic field penetration depth on resistivity and critical current in c-axis-oriented $YBaCuO$ thin films", Jap. J. of Appl. Phys., Vol. 31 - août 1992, p. L1027 à L1030.

- [148] P. FLUECKIGER, J.-L. GAVILANO, C. LEEMANN, P. MARTINOLI, B. DAM, G. M. STOLLMAN, P. K. SRIVASTAVA, P. DEBELY et H. E. HINTERMANN, "Penetration depth in YBaCuO films", Physica C, Vol. 162-164 - 1989, p. 1563 à 1564.
- [149] C. DUBOURDIEU, G. DELABOUGLISE, O. THOMAS, J. P. SENATEUR, D. CHATEIGNER, P. GERMI, M. PERNET, S. HENSEN, S. ORBACH et G. MÜLLER, "Compositional effects on the surface resistance of YBCO thin films deposited by MOCVD", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.
- [150] D. LADRET, B. CABON, T. VU DINH, J. CHILO, P. XAVIER, J. RICHARD et O. BUISSON, "Measurements and modeling of the kinetic inductance in high critical temperature superconducting transmission lines", IEEE Trans. on Applied Superconductivity, (soumis).
- [151] O. G. VENDIK et A. Y. POPOV, "Bipolaron theory approach to the microwave surface resistance of high-temperature superconductors", Philosophical Mag. Lett., Vol. 65 - n° 5 - 1992, p. 219 à 224.
- [152] O. G. VENDIK et A. Y. POPOV, "Can the bipolaron model be used for a description of microwave and infrared properties of a high-temperature superconductor?", Philosophical Mag. B, Vol. 67 - n° 6 - 1993, p. 833 à 845.
- [153] O. G. VENDIK et E. KOLLERG, "Software models HTSC microstrip and coplanar lines", Microwaves & RF, juillet 1993, p. 118 à 119.
- [154] W. N. HARDY, D. A. BONN, D. C. MORGAN, R. LIANG et K. ZHANG, "Precision Measurements of the Temperature Dependence of λ in YBa₂Cu₃O_{6.95}: Strong Evidence for Nodes in the Gap Function", Phys. Rev. Lett., Vol. 70 - n° 25 - 21 juin 1993, p. 3999 à 4002.
- [155] T. L. HYLTON, A. KAPITULNIK, M. R. BEASLEY, J. P. CARINI, L. DRABECK et G. GRÜNER, "Weakly coupled grain model of high-frequency losses in high T_c superconducting thin films", Appl. Phys. Lett., Vol. 53 - n° 14 - 3 octobre 1988, p. 1343 à 1345.
- [156] J. HALBRITTER, "Weak link effects in the surface impedance of cuprate superconductors", J. of Alloys and Compounds, Vol. 195 - 1993, p. 579 à 582.
- [157] D. LADRET, B. CABON, T. VU DINH, J. CHILO, P. XAVIER, J. RICHARD et O. BUISSON, "Additional microwave losses induced by conductive layers in planar high critical temperature superconducting structures", J. of Applied Phys., (soumis).
- [158] S. HENSEN, S. ORBACH-WERBIG, G. MÜLLER, H. PIEL, N. G. CHEW, J. A. EDWARDS et R. G. HUMPHREYS, "Effect of Small Changes in Metal Stoichiometry on Microwave Losses of Epitaxially Grown YBa₂Cu₃O_{7- δ} films", Proceedings of the European Conf. on Applied Superconductivity, Göttingen - 4 au 8 octobre 1993.

- [159] K. HOLCZER,, L. FORRO, L. MIHALY et G. GRUNER, "Observation of the Conductivity Coherence Peak in Superconducting $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ Single Crystals", Phys. Rev. Lett., Vol. 67 - n° 1 - 1er juillet 1991, p. 152 à 155.
- [160] O. KLEIN, K. HOLCZER,, G. GRUNER et G. A. EMELCHENKO, "Conductivity Coherence Peak in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ", J. Phys., Vol. 2 - 1992, p. 517 à 522.
- [161] M. L. HORBACH, W. VAN SAARLOOS et D. A. HUSE, "Comment on 'Observation of the Conductivity Coherence Peak in Superconducting $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ Single Crystals' ", Phys. Rev. Lett., Vol. 67 - n° 24 - 9 décembre 1991, p. 3464.
- [162] H. K. OLSSON et R. H. KOCH, "Comment on 'Observation of the Conductivity Coherence Peak in Superconducting $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ Single Crystals' ", Phys. Rev. Lett., Vol. 68 - n° 15 - 13 avril 1992, p. 2406.
- [163] P. LUNKENHEIMER, A. LOIDL, C. TOME-ROSA et H. ADRIAN, "Frequency dependent conductivity in $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{O}_7$ thin films", Phys. C, Vol. 201 - 1992, p. 13 à 20.
- [164] T. SHIBAUCHI, A. MAEDA, H. KITANO, T. HONDA et K. UCHINOKURA, "Microwave complex conductivity in single crystals of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ and $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ ", Phys. C, Vol. 203 - 1992, p. 315 à 319.
- [165] J. C. CARRU, F. MEHRI, D. CHAUVEL, Y. CROSNIER, K. DENEFFE et J. C. VILLEGIER, "Impédance de surface et conductivité complexe micro-ondes de films supraconducteurs à haute température critique", compte rendu des 2èmes journées d'études microondes et espace, 14 au 15 mai 1992, p. 309 à 312.
- [166] TINKHAM M., Introduction to superconductivity, Ed. B. Bayne et M. Gardner, Mac Graw Hill Co., Malabar - Floride, 1985, 296 p.
- [167] D. S. FISHER, M. P. A. FISHER et D. A. HUSE, "Thermal fluctuations, quenched disorder, phase transitions and transport in type-II superconductors", Phys. Rev. B, Vol. 43 - n° 1 - 1er janvier 1991, p. 130 à 159.
- [168] R. H. KOCH, V. FOGLIETTI, W. J. GALLAGHER, G. KOREN, A. GUPTA et M. P. A. FISHER, "Experimental Evidence for Vortex-Glass Superconductivity in Y-Ba-Cu-O", Phys. Rev. Lett., Vol. 63 - n° 14 - 2 octobre 1989, p. 1511 à 1514.
- [169] M. W. COFFEY et J. R. CLEM, "Unified Theory of Effects of Vortex Pinning and Flux Creep upon the rf Surface Impedance of Type-II Superconductors", Phys. Rev. Lett., Vol. 67 - n° 3 - 15 juillet 1991, p. 386 à 389.
- [170] D. H. WU et S. SRIDHAR, "Pinning Forces and Lower Critical Fields in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Crystals: Temperature Dependence and Anisotropy", Phys. Rev. Lett., Vol. 65 - n° 16 - 15 octobre 1990, p. 2074 à 2077.

[171] Y. YESHURUN et A. P. MALOZEMOFF, "Giant Flux Creep and Irreversibility in an Y-Ba-Cu-O Crystal: An Alternative to the Superconducting-Glass Model", Phys. Rev. Lett., Vol. 60 - n° 21 - 23 mai 1988, p. 2202 à 2205.

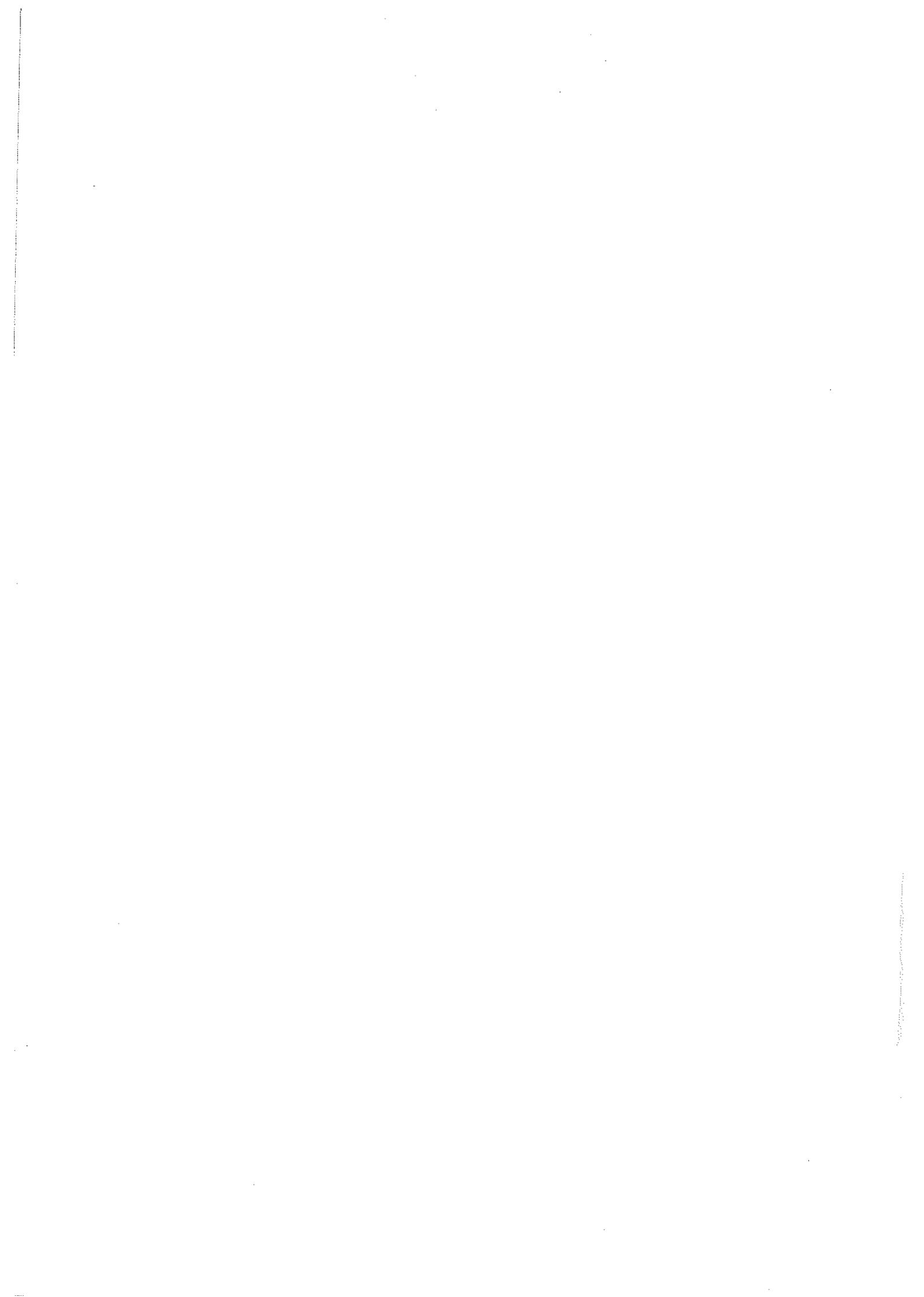
[172] S. N. COPPERSMITH, M. INUI et P. B. LITTLEWOOD, "Comment on Experimental Evidence for Vortex-Glass Superconductivity in Y-Ba-Cu-O", Phys. Rev. Lett., Vol. 64 - n° 21 - 21 mai 1990, p. 2585.

[173] M. W. COFFEY et J. R. CLEM, "Theory of high-frequency linear response of isotropic type-II superconductors in the mixed state", Phys. Rev. B, Vol. 46 - n° 18 - 1er novembre 1992, p. 11757 à 11764.

[174] J. R. CLEM et M. W. COFFEY, "Vortex dynamics in a type-II superconducting film and complex linear-response functions", Phys. Rev. B, Vol. 46 - n° 22 - 1er décembre 1992, p. 14662 à 14674.

[175] M. W. COFFEY et J. R. CLEM, "Theory of microwave transmission and reflection in type-II superconductors in the mixed state", Phys. Rev. B, Vol. 48 - n° 1 - 1er juillet 1993, p. 342 à 350.

[176] Brian C. WADELL, Transmission Line Design Handbook, Artech House, Boston - Massachusetts, 1991, 513 p.



Résumé :

Le but de ce travail est l'étude de la réponse hyperfréquence des vortex dans des films minces supraconducteurs à haute température critique, ceci pour des champs magnétiques compris entre quelques oersted et sept tesla. Pour ce faire, il a fallu mettre au point une technique de mesure de l'impédance complexe de lignes microruban supraconductrices dans la gamme de fréquence 5 MHz - 5 GHz et pour des températures comprises entre 4 K et 100 K.

L'étude sans champ magnétique a permis la mesure de la variation de la profondeur de pénétration avec la température et également la détermination de la conductivité complexe. Une nouvelle méthode d'obtention de la valeur absolue de la profondeur de pénétration à très basse température a également été mise au point.

Sous champ magnétique, les mesures indiquent l'existence d'un changement de régime dans la variation en fréquence de l'impédance complexe, aussi bien pour la partie réelle que pour la partie imaginaire. Ces mesures sont comparées aux théories en vigueur comme celle de Fisher-Fisher-Huse (verres de vortex) ou celle de Coffey-Clem (extension du modèle de Gittleman et Rosenblum).

Abstract :

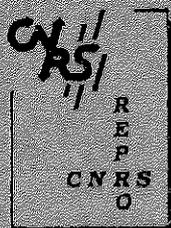
The aim of this thesis is the high frequency study of the vortex dynamics in high temperature superconducting thin films.

We have developed a technique of measurement of the impedance of superconducting microstrip lines from 5 MHz to 5 GHz, and from 4 K to 100 K.

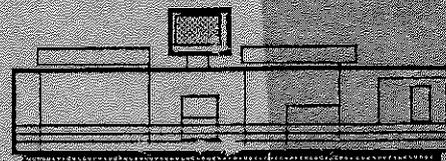
The study at zero field allowed us to measure the temperature dependence of the penetration depth and of the complex conductivity. We have also developed a novel technique to measure accurately the absolute value of the penetration depth at very low temperature.

Under a magnetic field, our results confirm a crossover in the frequency and field variation of the impedance. These results are compared with some modern theoretical models : Fisher-Fisher-Huse (vortex glass), Coffey-Clem (extension of the classical model of Gittleman and Rosenblum).

Mots clés : supraconductivité, supraconducteurs à haute température critique, YBaCuO, BiSrCaCuO, hyperfréquence, profondeur de pénétration, vortex, réflectométrie, résonance.



Grenoble, mars 1994



Impression et finition réalisées sur Rank Xerox 5090,
au Service Reprographie du CNRS.

