

T H E S E S

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR-INGENIEUR

par

Pierre LANGLADE

Ingénieur I.E.G., licencié ès Sciences

-:-:-

Première thèse

ETUDE DE L'ECOULEMENT DES FILAMENTS DE FLUX DANS LES ALLIAGES
SUPRACONDUCTEURS NIOBIUM-TANTALE

Deuxième thèse

PROPOSITIONS DONNEES PAR LA FACULTE

-:-:-

Soutenues le 16 novembre 1967 devant la Commission d'examen

M. le Doyen L. WEIL

Président

MM. B. DREVFUS

A. LACAZE

M. RENARD

Examineurs

LISTE DES PROFESSEURS

DOYENS HONORAIRES : M. MORET
M. WEIL

DOYEN : M. BONNIER

PROFESSEURS TITULAIRES

MM. NEEL L.	Chaire de Physique Expérimentale	CRAYA A.	Chaire d'Hydrodynamique
HEILMANN R.	Chaire de Chimie	BESSON J.	Chaire de Chimie
KRAVTCHEK J.	Chaire de Mécanique Rationnelle	BLAMBERT M.	Chaire de Mathématiques
CHABAUTY C.	Chaire de Calcul Différentiel et Intégral	MICHEL R.	Chaire de Minéralogie et Pétrographie
BENOIT J.	Chaire de Radioélectricité	BONNIER E.	Chaire d'Electrochimie et Electrometallurgie
CHENE M.	Chaire de Chimie Papetière	DESSAUX G.	Chaire de Physiologie Animale
WEIL L.	Chaire de Thermodynamique	PILLET E.	Chaire de Physique Industrielle et Electrotech.
FELICI N.	Chaire d'Electrostatique	YOCCOZ J.	Chaire de Physique Nucléaire Théorique
KUNTZMANN J.	Chaire de Mathématiques Appliquées	DEBELMAS J.	Chaire de Géologie Générale
BARBIER R.	Chaire de Géologie Appliquée	VAUQUOIS B.	Chaire de Calcul Electronique
SANTON L.	Chaire de Mécanique des Fluides	BARCIER J.C.	Chaire de Physique
OZENDA P.	Chaire de Botanique	DUYLE-RODIN M.	Chaire d'Electronique
FALLOT M.	Chaire de Physique Industrielle	ARNAUD P.	Chaire de Chimie M.P.C.
KOSZUL J.L.	Chaire de Mathématiques M.P.C.	SENGEL P.	Chaire de Zoologie
HOUSSA A.	Chaire de Chimie Nucléaire	BARHOUD F.	Chaire de Biosynthèse de la Cellulose
TRAYNARD P.	Chaire de Chimie Générale	GAGNAIRE D.	Chaire de Chimie Physique
SOUTIF M.	Chaire de Physique Générale	RASSAT A.	Chaire de Chimie Systématique

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

MM. GALVANI O.	Mathématiques	PAUTHENET R.	Electrotechnique
REULOS R.	Théorie des Champs	BARJON R.	Physique Nucléaire
AYANT Y.	Physique Approfondie	SILBER R.	Mécanique des Fluides
GALLISSOT	Mathématiques	DREYFUS B.	Thermodynamique
Mlle LUTZ E.	Mathématiques	KLEIN J.	Mathématiques
BOUCHEZ R.	Physique Nucléaire	VAILLANT F.	Zoologie et Hydrobiologie
LLIBOUTRY L.	Géophysique	BRISSONNEAU P.	Physique
GERBER R.	Mathématiques	Mme KOFLER L.	Botanique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM. GIDON P.	Géologie et Minéralogie	ANGLES-d'AURIAC	Mécanique des Fluides	PERRIAUX J.	Géologie et Minéralogie
GIRAUD P.	Géologie	DUCROS P.	Minéralogie Cristallogra.	ROBERT A.	Chimie Papetière
PERRET R.	Servomécanisme	GLENAT R.	Chimie	BIAREZ J.P.	Mécanique Physique
Mme BARBIER M.J.	Electrochimie	LACAZE A.	Thermodynamique	BONNET G.	Electronique
Mme SOUTIF J.	Physique	BARRA J.	Mathématiques Appliquées	CAUQUIS G.	Chimie Générale
COHEN J.	Electrotechnique	COUMES A.	Electronique	BONNETIER L.	Chimie Minérale
DEPASSEL R.	Mécanique des Fluides	DEGRANGE C.	Zoologie	DEPOMMIER P.	Etude Nucléaire et Génie Atomique
GASTINEL A.	Mathématiques Appliquées	PEBAY PEROULA	Physique		

PROFESSEURS ASSOCIES

MM. LAPP-ZINN	Botanique	PARTHE E.	Physique du Solide
ANAR H.	Physique du Solide	MURAKAMI-SHINGO	Mathématiques Pures

MAITRES DE CONFERENCES

MM. DODU J.	Mécanique des Fluides	DES RE P.	Chimie S.C.P.N.	SOHM J.C.	Electrochimie
HACQUES G.	Calcul Numérique	LAJZEROWICZ J.	Physique M.P.C.	ZADWORNY F.	Electronique
LAUCIA R.	Physique Automatique	VALENTIN P.	Physique M.P.C.	DURAND F.	Chimie Physique
Mme KAHANE J.	Physique	BERTRANDIAS JP.	Mathématiques Appliquées T.M.P.	CARLIER G.	Biologie Végétale
Mme POLOUJADOFF M.	Electrotechnique	LAURENT P.	Mathématiques Appliquées T.M.P.	AUBERT G.	Physique M.P.C.
Mme DESPORTES C.	Chimie	CAUBET J.P.	Mathématiques Pures	DELPUECH J.J.	Chimie Organique
Mme BOUCHE L.	Mathématiques	PAYAN J.J.	Mathématiques	PFISTER J.C.	Physique C.P.E.M.
Mme SARROT-REYNAUD	Géologie Propédeutique	Mme BERTRANDIAS F.	Mathématiques Pures M.P.C.	CHIBON P.	Biologie Animale
Mme BONNIER M.J.	Chimie	LONGUEU J.P.	Physique	IDELMAN S.	Physiologie Animale
KAHANE A.	Physique Générale	NIVAT M.	Mathématiques Appliquées	BLOCH D.	Electrotechnique
DOLIQUE J.M.	Electronique			BRUGEL L.	I. U. T.
BRIERE G.	Physique M.P.C.			SIBILLE R.	I. U. T.

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM. RADELLI L.	Géologie	SANCZUK A.	Mécanique des Fluides	YAMADA O.	Physique du Solide
KEYSTON J.	Thermodynamique	CHEEKE J.	Thermodynamique	WITROWSKI A.	Physique Générale
WAKIYAMA T.	Physique du Solide				

A mes Parents,

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur le Doyen W E I L, Directeur du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, pour l'appui bienveillant qu'il m'a accordé tout au long de ce travail.

Je remercie Monsieur GOODMAN qui m'a proposé ce sujet d'étude, de l'intérêt et des conseils qu'il a apportés à ce travail.

Je suis très sensible à l'honneur qu'a bien voulu m'accorder Monsieur le Professeur DREYFUS, en acceptant de faire partie du jury.

Je remercie Monsieur le Professeur LACAZE qui m'a aidé avec bienveillance à résoudre les problèmes auxquels je me suis heurté.

Que Monsieur RENARD trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son appui amical et ses conseils qui m'ont été très précieux.

Je voudrais remercier également Monsieur le Professeur ROMER (Amherst College U.S.A.), Monsieur BETHOUX, ingénieur C.N.R.S., ainsi que le personnel du Laboratoire pour l'aide technique et morale qu'ils m'ont tous apportée.

Ce travail a été accompli avec l'aide du
Commissariat à l'Energie Atomique, au Centre de
Recherches sur les Très Basses Températures du
Centre National de la Recherche Scientifique dirigé
par Monsieur le Doyen Weil.

T A B L E D E S M A T I E R E S

<u>INTRODUCTION</u>	1
---------------------------	---

1ère partie =====

Chapitre I - <u>RAPPEL DU COMPORTEMENT DES FILAMENTS DE FLUX</u>	
1.1. Les filaments de flux	2
1.2. Forces s'exerçant sur un filament.....	3
1.3. Tensions produites par le déplacement des filaments.....	4
1.4. Modes de déplacement des filaments	4
1.5. Ecoulement des filaments.....	5
Chapitre II - <u>LES ECHANTILLONS</u>	
11.1. Choix des échantillons.....	7
11.2. Fabrication.....	8
11.3. Forme des échantillons.....	9
11.4. Traitements thermiques.....	9
11.5. Contrôle des concentrations.....	11
11.6. Mesures des dimensions géométriques.....	12
Chapitre III - <u>APPAREILLAGE EXPERIMENTAL</u>	
111.1. Choix de l'appareillage.....	14
111.2. Bobine supraconductrice.....	15
111.3. Mesure du champ magnétique.....	17
111.4. Caractéristiques de fonctionnement.....	20
111.5. Interrupteur supraconducteur - constantes de temps.....	20
111.6. Alimentation et mesure des courants.....	21

III.7. Circuit de mesures.....	22
III.8. Montage et réalisation.....	23

2^{ème} partie
=====

Chapitre IV - ECOULEMENT DES FILAMENTS DE FLUX

IV.1. Calcul de la force créée par un courant s'exerçant sur un filament.....	26
IV.2. Calcul du champ électrique produit par l'écoulement des filaments.....	29
IV.3. Résultats expérimentaux.....	31
IV.4. Précision des résultats.....	32
IV.5. Discussion des résultats.....	33
IV.6. Ecoulement des filaments de flux pour les échantillons recuits sous pression partielle d'azote.....	37

Chapitre V - COURANTS CRITIQUES

V.1. Définition.....	38
V.2. Résultats expérimentaux.....	39
V.3. Loi empirique des courants critiques...	41
V.4. Discussion des résultats.....	43
V.5. Forces d'ancrage.....	47

Chapitre VI - COMPORTEMENT MAGNETIQUE

VI.1. Appareillage expérimental.....	50
VI.2. Résultats expérimentaux.....	52
VI.3. Détermination de K_1 et K_2	56

CONCLUSION 59

BIBLIOGRAPHIE 61

I N T R O D U C T I O N

Le but de ce travail était d'étudier l'écoulement des filaments de flux dans les alliages supraconducteurs Niobium Tantale et de déterminer les paramètres caractérisant cet écoulement.

De nombreux auteurs ont, depuis le début de ce travail, étudié les mouvements des lignes de flux. Nous avons ainsi pu comparer nos résultats à ceux trouvés dans des études similaires, préciser certains points et apporter des renseignements sur les courants critiques et le comportement magnétique de ces alliages.

Dans la première partie, après un rappel des propriétés des filaments de flux et de leurs différents modes de déplacement, nous donnons les caractéristiques des échantillons étudiés et décrivons l'appareillage expérimental que nous avons construit.

Dans la seconde partie, nous présentons et discutons nos résultats expérimentaux sur l'écoulement du flux, les courants critiques et le comportement magnétique des alliages supraconducteurs Niobium-Tantale.

PREMIERE PARTIE

- ! - ! - ! - ! -

C H A P I T R E I

RAPPEL DU COMPORTEMENT DES FILAMENTS DE FLUX

1.1. LES FILAMENTS DE FLUX -

Dans les supraconducteurs de la deuxième espèce à l'état mixte (1,2) les régions normales sont formées de filaments ou lignes de vortex (fig. 1). Chaque filament (3) a un coeur dur de rayon ξ , ξ étant la longueur de cohérence (4), où la densité n_s des électrons supraconducteurs est fortement perturbée.

Le champ magnétique est maximal au centre et décroît sur la distance λ , λ étant la profondeur de pénétration (5). Chaque filament est entouré de courants annulaires faisant écran au champ magnétique pour les points se trouvant à une distance du centre supérieure à λ .

En tenant compte des énergies de création et d'interaction des filaments, on montre qu'il est plus favorable de disposer de n filaments portant un seul quantum de flux ϕ_0 plutôt que d'avoir un seul filament regroupant un flux $n \phi_0$ ($\phi_0 = \frac{hc}{2e} = 2.10^{-7}$ gauss cm^2).

Les filaments se repoussent entre eux et forment un réseau. On a démontré, dans certains cas, que le réseau le plus stable serait triangulaire (6). Ce résultat a été confirmé expérimentalement (7).

1.2. FORCES S'EXERÇANT SUR UN FILAMENT -

- Forces d'ancrage

Des forces tendent à fixer les filaments en certains points particuliers. Les phénomènes et les énergies mises en jeu dans les processus d'ancrage sont encore mal connus. On peut seulement énumérer différentes causes créant des forces qui fixent les filaments en une position donnée :

Les fluctuations de concentration à l'état microscopique (8) modifient localement les paramètres du supraconducteur (température critique, libre parcours moyen des électrons, etc...). On peut concevoir que les filaments se placent de telle sorte que leur énergie globale soit minimale. Nous pouvons également citer comme autres origines des forces d'accrochage des filaments : les précipités, les joints de grains, les dislocations, les défauts étendus, les lacunes et les parois de l'échantillon lui-même. Toutes ces forces d'ancrage dans les supraconducteurs expliquent qualitativement l'irréversibilité du comportement magnétique.

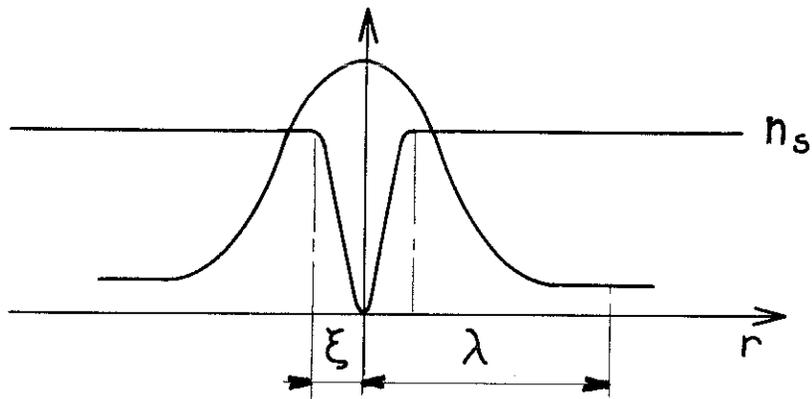
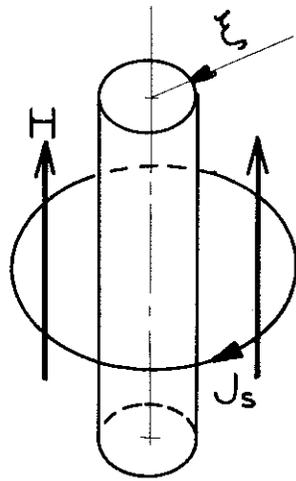
- Force de Lorentz

La force exercée par un courant sur un filament de longueur dl s'écrit :

$$\vec{F}_L = \frac{\vec{j}_e \wedge \Phi_0}{c} dl$$

j_e est la densité locale du courant à l'emplacement du filament et en son absence, les autres filaments du réseau restent immobiles (9). La question non encore résolue, est de savoir si la moyenne du courant local donne la valeur du courant macroscopique mesuré.

Si la force de Lorentz devient supérieure aux forces d'ancrage, les filaments se mettent en mouvement.



- Figure n° 1 -

1.3. TENSIONS PRODUITES PAR LES DEPLACEMENTS DES FILAMENTS -

Plusieurs auteurs (10) et expérimentateurs (11) ont mis en évidence que, lorsque les filaments de flux ont une vitesse de déplacement V_L , il apparaît un champ électrique E de direction perpendiculaire au sens de déplacement de ces filaments :

$$E = \frac{V_L B}{C}$$

Ainsi une méthode pour l'étude des déplacements des filaments de flux consiste à mesurer les tensions produites par ces déplacements (fig. 2).

1.4. MODES DE DEPLACEMENT DES FILAMENTS -

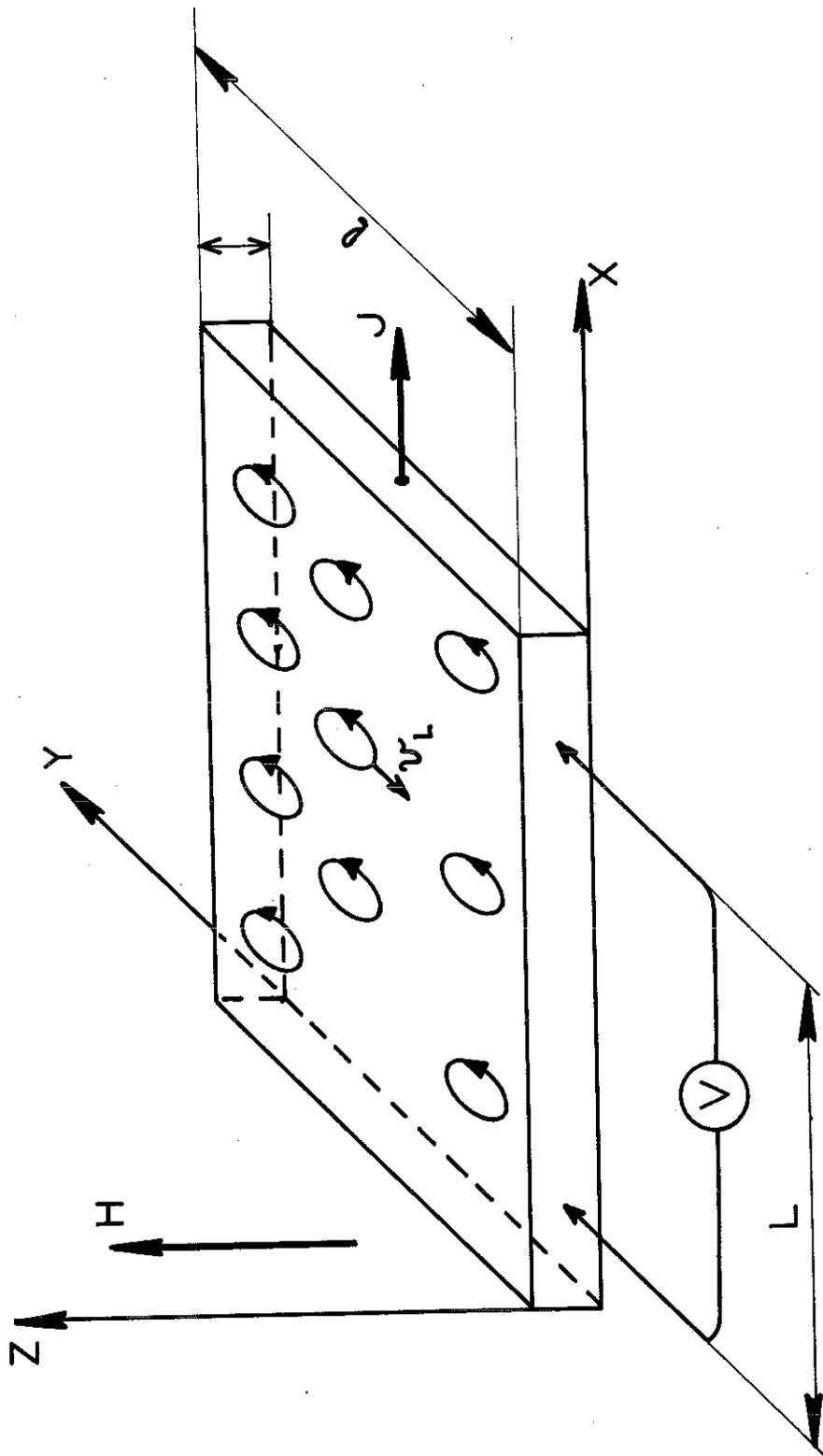
Plusieurs sortes de déplacement des filaments sont possibles, on peut les classer en trois modes principaux :

- les sauts de flux (flux jump)
- la reptation du flux (flux creep)
- l'écoulement du flux (flux flow)

Nous allons voir rapidement les deux premiers modes de déplacement et nous attarder un peu plus longuement sur l'écoulement du flux qui fait l'objet de cette étude.

- Les sauts de flux

Les sauts de flux ont été observés au cours de mesures d'aimantation sur des supraconducteurs irréversibles (12). Les filaments de flux très fortement ancrés sont en équilibre métastable. Un apport d'énergie très faible provoque le mouvement de quelques filaments. Ce mouvement s'accompagne d'une dissipation d'énergie. Il en résulte un échauffement local, qui provoque le mouvement de tous les autres filaments. Ainsi, quand certaines conditions sont remplies (13), un apport très faible



- Figure n° 2 -

d'énergie provoque un saut de flux. Ces sauts sont d'autant plus favorisés que l'énergie thermique libérée est moins vite évacuée. Ce phénomène est comparable à une avalanche. Les sauts de flux expliquent aussi la brusque transition du courant critique dans les supraconducteurs durs (14).

- Reptation du flux

Lorsque le champ magnétique appliqué est suffisamment intense et qu'il existe dans le supraconducteur des points favorables à l'accrochage des filaments, ceux-ci peuvent se regrouper en "paquets" de flux (flux bundles) (15). Un courant traversant l'échantillon crée une force et abaisse alors d'une manière dissymétrique les hauteurs des puits d'énergie des paquets de flux. Ceux-ci, activés thermiquement peuvent franchir ces barrières et se déplacer. On définit alors une probabilité de saut. La tension produite par ce processus de reptation du flux (11) est de la forme :

$$V = f H \exp\left(-\frac{F_0 - q\alpha}{kT}\right), \quad \alpha = I(H + B_0)$$

F_0 , f , q , B_0 étant des constantes
 I le courant traversant l'échantillon
 H le champ magnétique appliqué.

Lorsque l'énergie dissipée devient trop importante, les sauts des paquets de filaments sont de plus en plus nombreux et comme dans le cas des sauts de flux, le supraconducteur redevient brutalement normal.

1.5. ECOULEMENT DES FILAMENTS -

Lorsque les forces d'ancrage des filaments sont faibles, la force de Lorentz peut leur devenir très supérieure. Les filaments se déplacent alors à des vitesses moyennes grandes par rapport à celles atteintes par reptation. Les énergies nécessaires pour débloquer les filaments sont faibles et il

n'y a pas de transition brutale, comme c'est le cas pour les sauts de flux et la reptation du flux. Des forces analogues aux forces de viscosité freinent et limitent les vitesses des filaments.

On écrit généralement (16)

$$F_L - F_P = \eta V_L$$

η étant le coefficient de viscosité,
 F_P la force d'ancrage.

La force de Lorentz F_L étant proportionnelle au courant, la vitesse de déplacement V_L , et par suite la tension varient linéairement en fonction de l'intensité dès que celle-ci est suffisamment grande.

- Coefficient de viscosité

Plusieurs phénomènes déterminent les forces de viscosité :

- freinage des filaments par les électrons normaux déplacés au cours du mouvement (17)
- temps de relaxation pour la création d'une paire de Cooper (16)
- trajectoire cyclotdale des électrons des filaments en mouvement (18).

REMARQUE -

Dans tout ce qui précède, nous avons supposé que le sens des déplacements des filaments était perpendiculaire au courant. Sous l'action de la force de Magnus, l'angle formé par les sens du courant et du déplacement peut être différent de $\frac{\pi}{2}$. Une tension transversale apparaît, similaire à l'effet Hall (19).

C H A P I T R E I I

=====

ECHANTILLONS

II.1. CHOIX DES ECHANTILLONS -

- Echantillons de Niobium-Zirconium

Nous avons fait quelques expériences préliminaires sur des échantillons obtenus à partir de fil commercial, immédiatement disponible, Wah-Chang 1 Nb - Zr 25 %, bien que ces échantillons aient de nombreux inconvénients. En effet, leur structure est complexe et nous ne possédions aucuns renseignements, en particulier sur :

- les compositions chimiques exactes
- les traitements thermiques et mécaniques subis par l'alliage.

D'autre part, la cinétique des réactions métallurgiques dans ces alliages étant très lente (20) et n'ayant pas été étudiée dans le détail, il n'était même pas possible de savoir si l'alliage était en équilibre, le diagramme d'équilibre ne pouvait donc pas nous donner des renseignements variables.

Pour pouvoir observer l'écoulement des filaments de flux, il est nécessaire d'éliminer au mieux les centres d'ancrage (21). Dans ce but, nous avons recuit les échantillons à 1500°C sous une pression de 10^{-6} torr ; en effet, à cette température l'alliage doit être monophasé à l'équilibre comme l'indique le diagramme d'équilibre.

Expérimentalement, nous avons constaté que les résultats n'étaient pas reproductibles sur un même échantillon d'une expérience à l'autre et que les tensions mesurées étaient localisées sur des distances très petites (inférieures à 5 mm). Ceci semble indiquer que malgré le recuit d'homogénéisation, il subsiste de très grandes fluctuations de structure le long du fil.

Nous n'avons donc pas pu étudier systématiquement les déplacements des filaments dans ces échantillons.

- Echantillons de Niobium - Tantale

Nous avons alors choisi les supraconducteurs du système Niobium - Tantale. Ces alliages présentent les avantages suivants :

- ils sont miscibles en toutes proportions et ne forment qu'une solution solide continue (22).
- les températures critiques varient de 4,48°K pour le Tantale à 9,20°K pour le Niobium. Nous pouvons ainsi étudier l'écoulement du flux, pour des températures réduites $\frac{T}{T_c}$ variant dans une gamme de 0,13 à 0,93, suivant la température du bain d'hélium liquide.

11.2. FABRICATION -

Les alliages Niobium - Tantale ont été fabriqués par la Section de Métallurgie du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures de Grenoble.

Nous avons utilisé du Tantale fourni par NRC dont le taux d'impureté est inférieur à 400 ppm et du Niobium fourni par Péchiney dont le taux d'impureté est inférieur à 1420 ppm (dont 1000 ppm de Tantale).

Les alliages ont été élaborés dans un four à bombardement électronique par la technique de la zone flottante

verticale sous une pression de 10^{-6} torr. Les tiges accolées de Niobium et de Tantale constituant la charge, ont été fondues ensemble par deux passages en sens contraire de la zone fondue à la vitesse de 2 cm par heure. Les lingots obtenus avaient la forme de barreaux de 4 mm de diamètre environ et de 15 cm de long.

Nous avons vérifié par métallographie optique, sur des sections des lingots, que les deux métaux constitutifs avaient fondu et étaient bien en solution.

11.3. FORME DES ECHANTILLONS -

Pour nos expériences, les échantillons devaient être sous forme de plaque. Pour cela, nous avons retreint, tréfilé, puis laminé les lingots.

Les échantillons avaient finalement la forme d'un ruban dont les dimensions étaient de l'ordre de 5/100 de millimètre d'épaisseur et de 1 millimètre de large.

Le tableau n° 1 donne la nomenclature, les concentrations, les dimensions et la résistivité résiduelle de nos échantillons.

11.4. TRAITEMENTS THERMIQUES -

Tous les échantillons ont été recuits, dans le but de :

- éliminer les gaz absorbés et les impuretés volatiles,
- homogénéiser le plus possible les concentrations dans la masse de l'échantillon (le déplacement des dislocations au cours du recuit contribue à cette homogénéisation).

TABLEAU n° 1

Nomenclature des échantillons	Pourcentage atomique en niobium mesuré par activation	largeur en mm	Section moyenne (calculée à par- tir du poids) en cm ²	Résistivité résiduelle $\mu\Omega\text{cm}$
MA 134	0,8 %	0,67 ± 0,01	4,54 10 ⁻⁴	0,37 ± 0,03
MA 133	5,32 %	0,87 ± 0,01	4,20 10 ⁻⁴	1,43 ± 0,05
MA 132	19,40 %	0,87 ± 0,01	4,62 10 ⁻⁴	3,53 ± 0,1
MA 163	37,80 %	1,02 ± 0,01	4,22 10 ⁻⁴	5,20 ± 0,5
MA 123	66,88 %	1,02 ± 0,01	4,29 10 ⁻⁴	4,75 ± 0,15

Ces traitements thermiques ont été effectués dans une enceinte à ultra-vide "Ultek" en chauffant directement l'échantillon par effet Joule.

Tous les alliages ont été recuits à 2000°C sous une pression résiduelle de 10^{-9} torr pendant dix heures.

Pour l'alliage MA 123, après le recuit initial nous avons effectué une série de traitements thermiques afin d'inclure dans cet alliage des impuretés gazeuses.

Nous avons recuit cet alliage sous pression réduite d'azote :

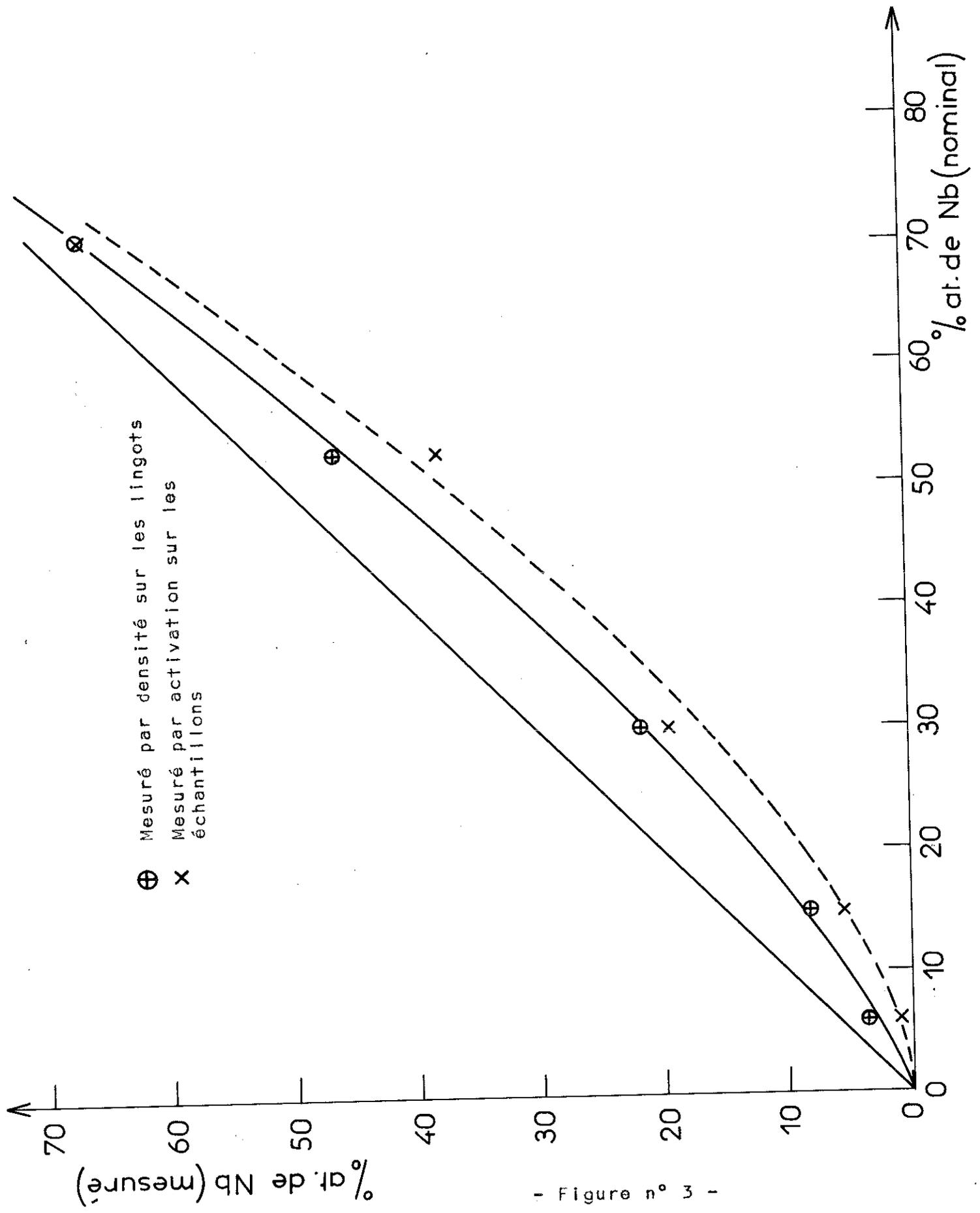
recuit à 2000°C sous une pression de 10^{-5} torr pendant 30 minutes
 recuit à 2000°C sous une pression de 10^{-4} torr pendant 30 minutes
 recuit à 1500°C sous une pression de 10^{-3} torr pendant 30 minutes

Lors du dernier traitement thermique, il est probable qu'il y eut formation de nitrures comme le suggèrent à la fois les diagrammes d'équilibre (P,C,T) des systèmes Azote - Niobium (23) et azote - Tantale (24) et les résultats que nous avons obtenus.

11.5. CONTROLE DES CONCENTRATIONS -

Nous avons contrôlé la concentration moyenne des lingots initiaux en effectuant des mesures de densité car les alliages Nb - Ta suivent bien la loi de Vegard (22). En comparant la concentration nominale et la concentration finale des lingots, on s'aperçoit qu'une grande quantité de Niobium s'est évaporée pendant la fabrication.

Pour connaître les concentrations exactes de nos échantillons après recuit sous ultra-vide, nous avons fait analyser par activation, au Centre d'Etudes Nucléaires de

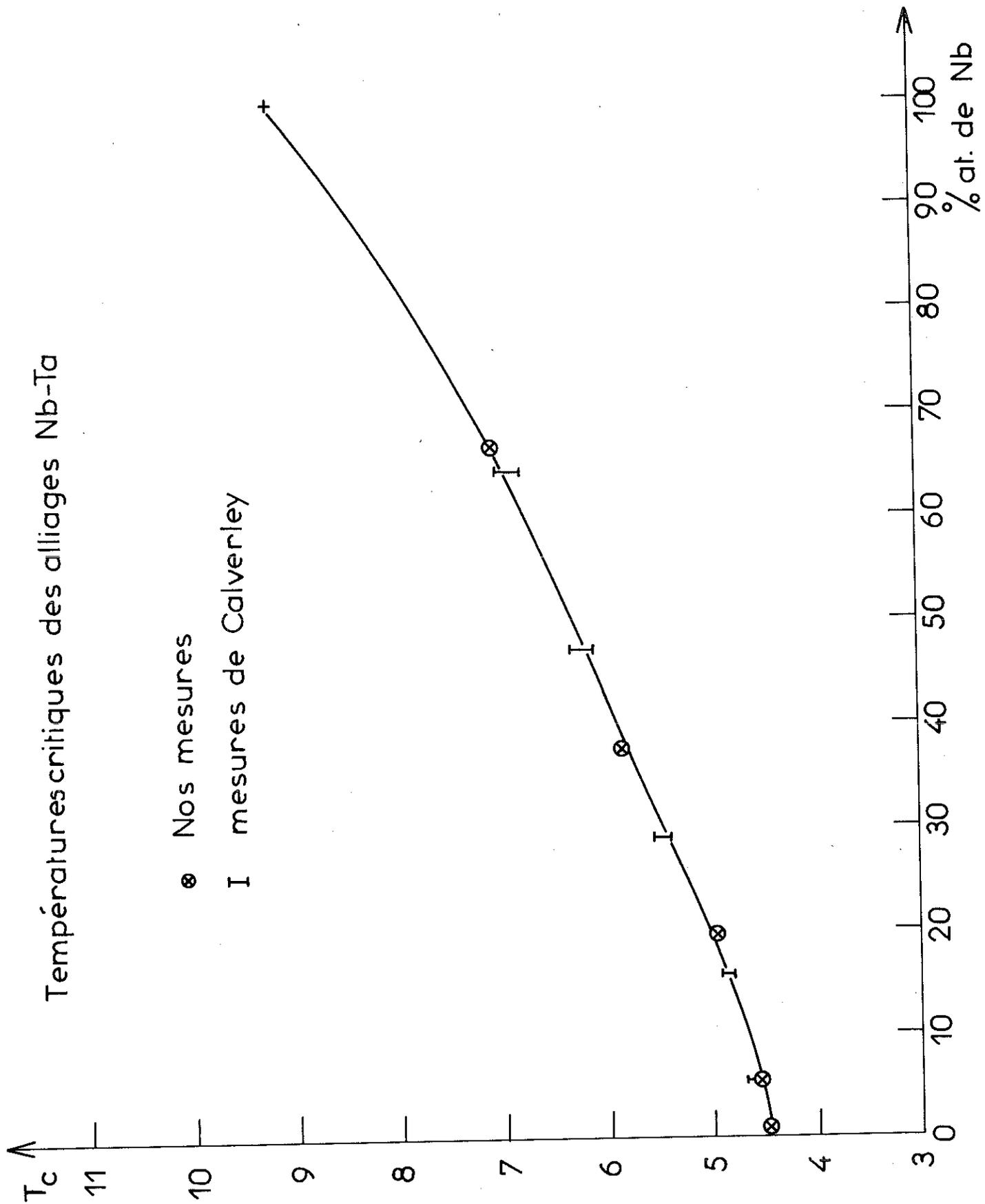


- Figure n° 3 -

Températures critiques des alliages Nb-Ta

⊗ Nos mesures

I mesures de Calverley



- Figure n° 4 -

Grenoble, les parties du ruban sur lesquelles nous avons effectué nos mesures. Nous constatons encore que la concentration en Niobium est plus faible que celle déterminée par les mesures de densité (fig. 3). Ceci provient de l'évaporation du Niobium au cours du recuit prolongé à 2000°C.

Un dernier contrôle des concentrations a été obtenu : soit en mesurant directement la température critique des échantillons (MA 133, MA 123, MA 132), soit en la déduisant de nos mesures d'aimantation (MA 163, MA 134). Les mesures des températures critiques ont été effectuées sur l'appareillage construit par M. Brochier (25).

Nous trouvons que la courbe représentant les températures critiques des alliages, tracée en fonction de la concentration mesurée par activation, recoupe parfaitement les mesures de Calverley (26) (fig. 4).

D'autre part, nous avons également estimé la largeur de transition pour deux alliages (MA 132 et MA 133). Ces largeurs de transition sont notablement plus faibles que celles trouvées par Calverley, ce qui donne à penser que nos échantillons sont plus homogènes après les différents traitements mécaniques et thermiques.

11.6. MESURES DES DIMENSIONS GEOMETRIQUES -

Pour les calculs des densités des courants critiques, nous avons besoin de connaître la section de nos échantillons. Nous avons mesuré la largeur du ruban au comparateur optique. La largeur variant très peu d'une section à une autre, nous avons déterminé une valeur moyenne de la largeur de nos échantillons.

Les mesures de l'épaisseur des échantillons ne pouvant être suffisamment précises, nous avons déterminé le volume des échantillons à partir de leur poids et de leur densité. Nous en avons déduit la section moyenne et l'épaisseur.

C H A P I T R E III

=====

APPAREILLAGE EXPERIMENTALIII.1. CHOIX DE L'APPAREIL -

Nous avons étudié les déplacements des filaments de flux en mesurant la tension produite par leurs déplacements, en fonction du courant circulant dans l'échantillon, sous différents champs magnétiques et à différentes températures.

Le champ critique supérieur $H_{C2}(T)$ des alliages Niobium-Tantale peut atteindre des valeurs de l'ordre de 10 Kiloersted. D'autre part, le champ magnétique appliqué doit être très stable pendant ces expériences, pour pouvoir mesurer avec précision les tensions : toute variation du champ magnétique même de faible amplitude et de faible fréquence induit des tensions parasites.

Nous avons choisi pour la production du champ magnétique une bobine supraconductrice placée directement dans le bain d'hélium liquide. Nous l'avons court-circuitée sur elle-même pendant une série de mesures à champ magnétique donné, pour éviter les dissipations d'énergie par effet Joule dans les amenées de courant et pour avoir une très grande stabilité du champ magnétique.

Nous devons mesurer un très grand nombre de tensions. Nous avons alors réalisé un circuit de mesure nous permettant de mesurer rapidement et avec la plus grande précision possible les tensions et les courants : nous avons utilisé un enregistreur à deux voies X Y.

III.2. BOBINE SUPRACONDUCTRICE*

La bobine supraconductrice devant être utilisable sur les différents appareillages expérimentaux du laboratoire, les caractéristiques suivantes nous ont été imposées :

- diamètre extérieur : 75 mm (diamètre intérieur du cryostat utilisé)

- diamètre intérieur : 60 mm ; cette cote correspond au diamètre intérieur des cryostats standards et permet donc l'utilisation de cette bobine autour des calorimètres ou cellules de mesure de ce laboratoire sans leur apporter de modifications,

- la longueur de la bobine devait être de l'ordre de grandeur des calorimètres ou cellules de mesure, soit 150 mm environ,

- il fallait un palier de champ au centre de l'ordre de 3 cm pour pouvoir appliquer un champ magnétique uniforme sur tout l'échantillon,

- enfin, compte tenu des dimensions géométriques, cette bobine devait produire le champ magnétique le plus grand possible.

* Cette bobine a été construite en collaboration avec Mr. SOULETIE

- Calcul de la bobine

Pour obtenir le rapport champ magnétique sur intensité $\frac{H}{I}$ le plus grand possible, nous avons augmenté au maximum le coefficient de remplissage de la bobine. Pour cela, nous avons bobiné le fil supraconducteur sans feuille de mylar d'isolement. La self-inductance étant faible pour notre bobine supraconductrice (de l'ordre du Henry), les risques de surtension, donc de claquage de l'isolant, sont négligeables.

Nous avons d'abord calculé le champ magnétique, produit par une bobine à section rectangulaire, le long de l'axe, avec une densité de courant constante. Nous avons ensuite uniformisé le champ au centre en enlevant des spires au centre de la bobine.

- Réalisation

Le mandrin de la bobine est en acier inoxydable ; deux flasques en acier inoxydable sont soudés aux extrémités du mandrin. Le bobinage est isolé des flasques par deux rondelles en nylon, et du mandrin, par une feuille de mylar.

Le fil supraconducteur utilisé est le fil Nb-Zr cuivré et isolé "Supercon" Westinghouse, de diamètre $\frac{23}{100}$ de millimètre. Pour éviter les mouvements des spires au cours de la montée du champ magnétique, qui pourraient rendre la bobine prématurément normale, nous l'avons imprégnée suivant la technique du laboratoire.

Les contacts de jonction entre les fils d'amenée de courant et le fil supraconducteur ont été placés

dans le prolongement du bobinage, afin de conserver les dimensions imposées par les différentes utilisations. Nous avons utilisé la technique classique des fils supraconducteurs serrés entre deux blocs de cuivre massif indés.

Les caractéristiques du bobinage sont les suivantes : (voir schéma fig. 7).

Nombre de spires par couche complète : 295

Nombre de couches de la bobine à section rectangulaire : 22

Nombre de couches enlevées au centre : 7

Longueur du bobinage : 108 mm

Longueur sur laquelle on a enlevé des spires au centre : 25mm

Epaisseur du bobinage : 7 mm

Longueur totale de la bobine : 145 mm

Rapport $\frac{H}{l}$: valeur calculée au centre : 562,9oe/A.

III.3. MESURE DU CHAMP MAGNETIQUE -

- Appareil d'étalonnage

Nous nous sommes servis du magnétomètre "Newport Instrument" Type 7. Cet appareil est un intégrateur de tension ayant une constante de temps de quelques heures. En déplaçant une bobine de détection d'un champ magnétique B_1 à un champ B_2 , on mesure la tension :

$$V = k \int_0^T \frac{d\phi}{dt} = k \Delta\phi = kS(B_1 - B_2)$$

k étant une constante de l'appareillage
 S la surface totale de la bobine de détection
 T le temps de la mesure très inférieur à la
 constante de temps de l'intégrateur.

Suivant la valeur initiale du champ magnétique, on peut, si B_2 est égal à zéro, mesurer la valeur absolue du champ magnétique (étalonnage de la bobine et mesure du champ magnétique rémanent) ou, si B_2 est une valeur de référence, mesurer l'uniformité du champ magnétique (palier de champ au centre).

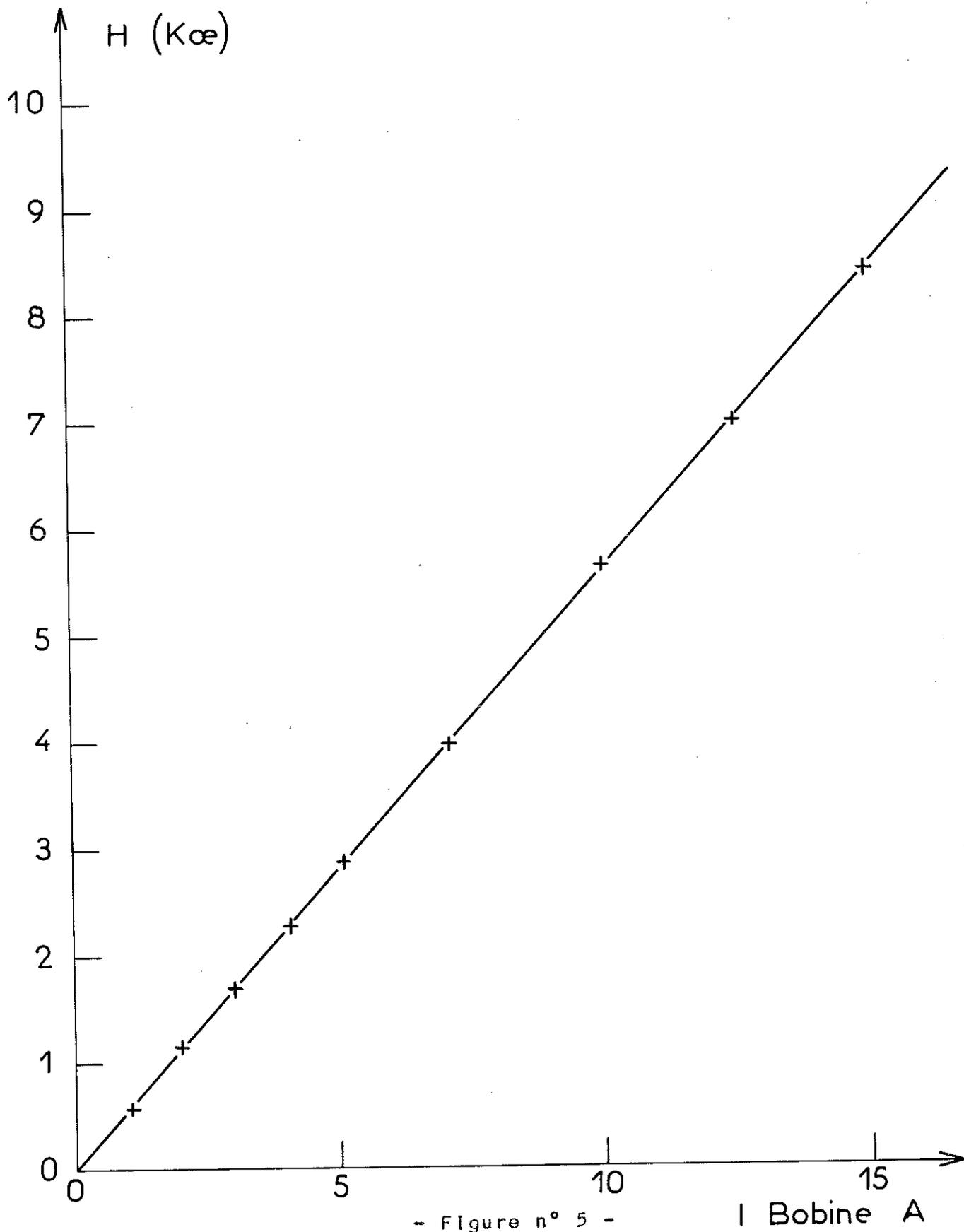
Nous avons dû construire une bobine de détection qui puisse être plongée directement dans le bain d'hélium liquide. Nous avons éliminé les risques de déformation et de déplacement des spires en cuivre qui fausseraient l'étalonnage après plusieurs refroidissements, en réalisant le mandrin de cette bobine en cuivre. Cette bobine est montée au bout d'un tube en acier inoxydable.

Nous avons enregistré directement la tension de sortie du magnétomètre avec un enregistreur Sefram "Graphispot". L'ensemble précédent a été étalonné dans une bobine de champ, le rapport $\frac{H}{T}$ de cette bobine étant connu avec précision par étalonnage par résonance nucléaire. Nous avons obtenu la constante d'étalonnage de la sonde :

$$C = 50,55 \pm 0,23 \text{ oe/mv}$$

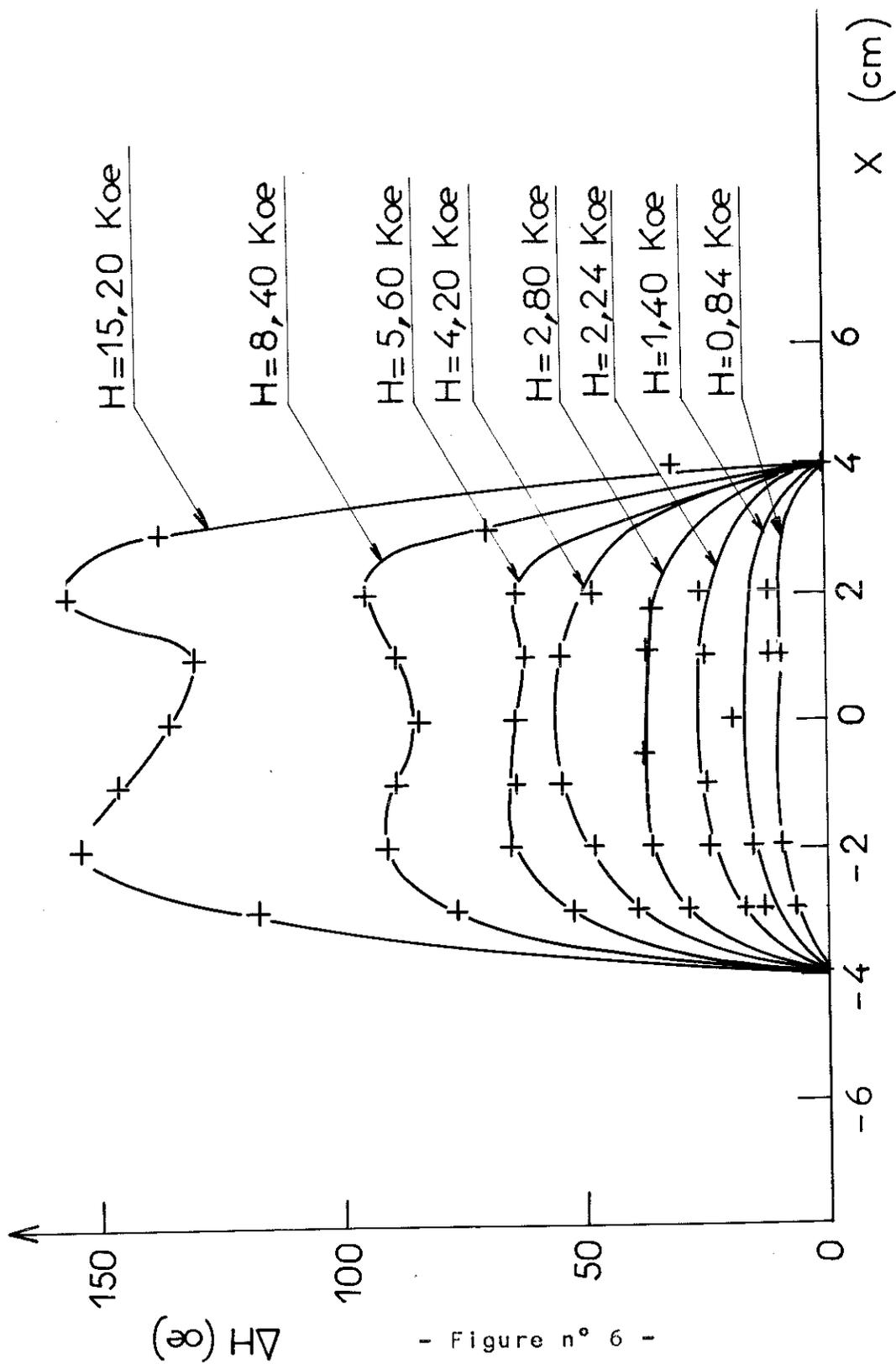
- Résultat de l'étalonnage de la bobine supraconductrice

Nous avons mesuré le champ magnétique au centre de la bobine supraconductrice en fonction de l'intensité I la parcourant (fig.5). La valeur du courant I qui traverse la bobine est connue en mesurant la tension aux bornes d'une



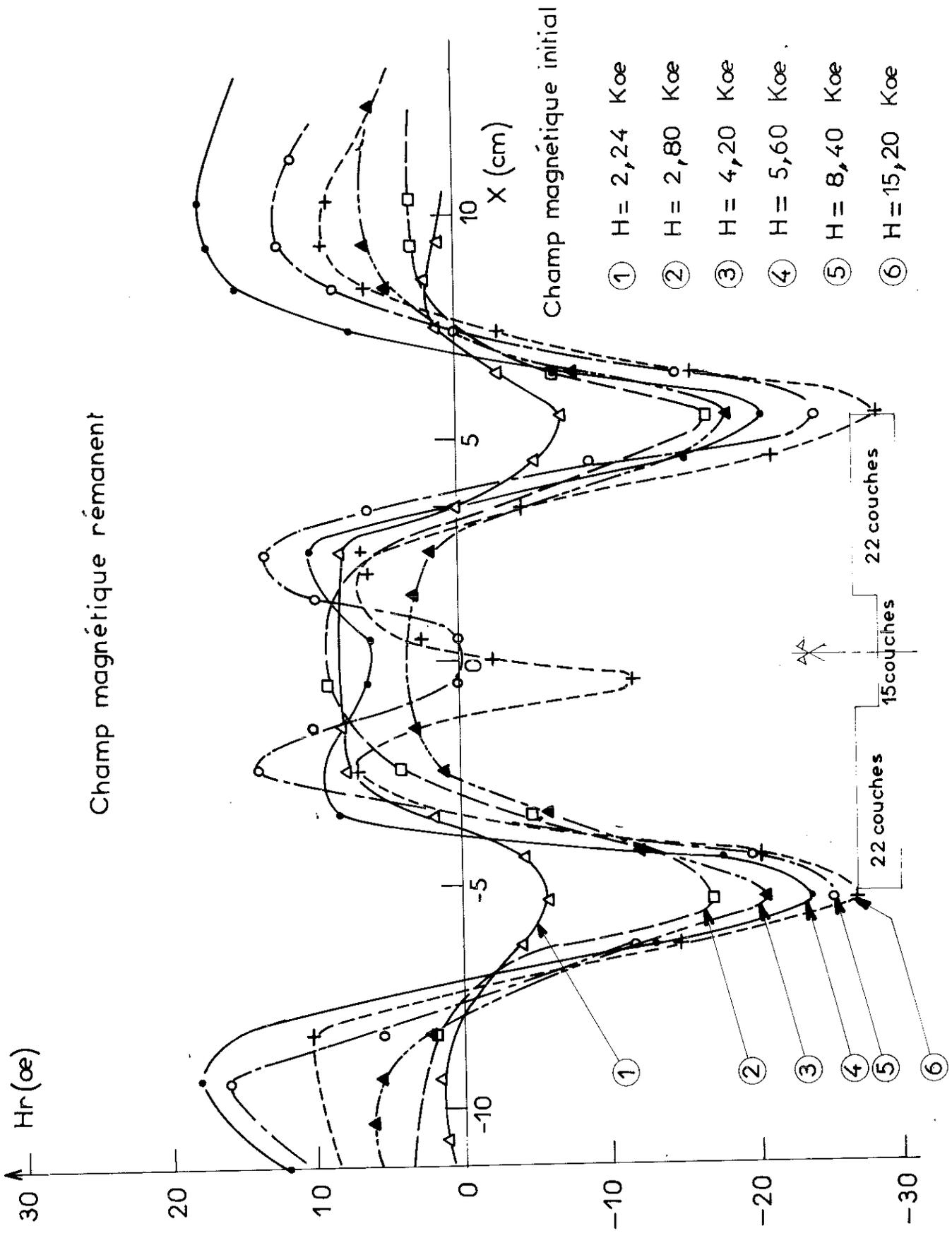
- Figure n° 5 -

I Bobine A



- Figure n° 6 -

Champ au centre de la bobine



- Figure n°7 -

résistance étalon montée en série avec celle-ci. Nous avons déduit de ces mesures le rapport $\frac{H}{I}$ de la bobine supraconductrice :

$$\frac{H}{I} = 561,3 \pm 2,8 \text{ oe/A}$$

Cette valeur est en très bon accord avec la valeur calculée ($\frac{H}{I}$ calculé : 562,9 oe/A).

Remarque : nous n'avons pas observé d'écrantage du champ magnétique par le matériau supraconducteur pour les faibles valeurs de l'intensité circulant dans la bobine.

- Champ magnétique rémanent

Nous nous sommes assurés que le champ magnétique rémanent ne perturbait pas les valeurs du champ magnétique pour les faibles valeurs de l'intensité. Pour cette étude, nous avons procédé de la façon suivante :

Nous avons monté le courant dans la bobine à une valeur I , et mesuré la répartition du champ au centre. Après avoir annulé le courant, nous avons mesuré le champ magnétique rémanent le long de l'axe de la bobine. Nous avons recommencé plusieurs fois ce processus. Les courbes présentées dans la figure n°6 montrent l'évolution de la composante axiale du champ magnétique rémanent en fonction du champ magnétique précédemment produit. On constate que le champ rémanent au centre est toujours inférieur à 12 oersteds. Nous n'en avons donc pas tenu compte dans nos mesures.

Remarques :

1/ Le plus grand champ magnétique rémanent se situe aux bords de la bobine supraconductrice et il est de sens opposé au champ magnétique initial.

2/ Nous avons aussi constaté que le champ magnétique rémanent modifie l'uniformité du champ au centre, le champ rémanent se superposant au champ créé par la bobine supraconductrice (fig.7).

III.4. CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT -

Pour utiliser la bobine supraconductrice au courant le plus élevé possible, nous avons dû l'accommoder au cours des premiers essais. Elle est redevenue normale pour les valeurs du courant 27A, 29A, puis 30A. Le champ magnétique maximal atteint a été de 16 800 oe.

Après plusieurs cycles thermiques (refroidissement à 4,2°K et retour à température ambiante) les performances de la bobine se sont dégradées, le courant critique maximal était de l'ordre de 25A. Cette dégradation peut provenir de la détérioration de la tenue mécanique des spires près des bords de la bobine, qui la rendait prématurément normale. De plus, le rapport $\frac{H}{T}$ se situe dans la zone critique du Nb-Zr 25% non favorable aux performances élevées des bobines (27).

III.5. INTERRUPTEUR SUPRACONDUCTEUR - CONSTANTES DE TEMPS

- Réalisation

Le court-circuit est constitué par un fil de Nb-Zr 25% Supercon décuivré de 3 centimètres, reliant les deux contacts de la bobine. Une résistance chauffante en Constantan de 100Ω est bobinée autour du fil supraconducteur. L'ensemble est isolé thermiquement du bain par une couche d'araldite.

Un courant de 30 milliampères dans la résistance chauffante suffit à rendre normal le fil supraconducteur, donc à ouvrir l'interrupteur thermique quelle que soit la température du bain.

- Constantes de temps

Nous devions :

- d'une part, une fois la bobine court-circuitée, vérifier que le champ magnétique restait constant pendant une série de mesures à une valeur fixée du champ magnétique,

- d'autre part, l'interrupteur thermique étant ouvert, mesurer la constante de temps de montée du courant pour connaître le champ magnétique sans commettre d'erreur.

En court-circuit, nous n'avons pas détecté de diminution du champ magnétique pendant 30 minutes, temps très supérieur à une série de mesures à champ magnétique constant.

En circuit ouvert, la constante de temps de montée du champ magnétique est de l'ordre de une minute.

III.6. ALIMENTATION ET MESURE DES COURANTS -

- Bobine supraconductrice

Nous avons utilisé une alimentation de bobine supraconductrice "Oxford Instrument". Nous avons mesuré le courant avec un potentiomètre AOIP P 12, à l'aide d'une résistance étalon montée en série dans le circuit d'alimentation. Le courant traversant la bobine était connu avec une précision relative de $5 \cdot 10^{-4}$.

- Echantillons

Nous nous sommes encore servis d'une alimentation "Oxford Instruments". Nous avons placé des résistances de $\frac{1}{10}$ à $\frac{1}{100} \Omega$ en parallèle pour régler le courant passant dans l'échantillon. La montée du courant était automatique et réglée par un Sweep "Oxford Instrument". Ceci nous permettait une montée régulière et lente du courant.

Le courant était mesuré par l'intermédiaire d'une résistance étalon placée en série avec l'échantillon supraconducteur.

III.7. CIRCUIT DE MESURES -

Nous avons enregistré directement après amplification les tensions V résultant des déplacements des filaments de flux, en fonction du courant I , pour un champ magnétique et une température donnés.

La chaîne d'enregistrement comportait :

- deux commutateurs "Murhead" pour mesurer les tensions entre les différents contacts placés sur l'échantillon,
- un compensateur de force thermoélectrique "Tinsley",
- un amplificateur à courant continu Sefram Amplispot. Le gain de cet amplificateur est constant. On peut se fixer différentes valeurs du gain en modifiant la contre-réaction.
- un enregistreur à deux voies X Y Sefram Luxytrace.

Sur la voie X, nous avons mesuré la tension aux bornes de la résistance étalon montée en série avec les échantillons.

Sur la voie Y, nous avons mesuré la tension de sortie de l'amplificateur Sefram.

Le bruit de fond mesuré à la sortie du circuit de mesures des tensions était de $\frac{2}{100}$ de μV et les dérives de forces thermoélectriques étaient $< \frac{1}{100} \mu V$ en 5 minutes. Nous avons mesuré des tensions de $\frac{1}{10}$ de μV à quelques millivolts suivant la valeur fixée du gain de l'amplificateur.

III.8. MONTAGE ET REALISATION -

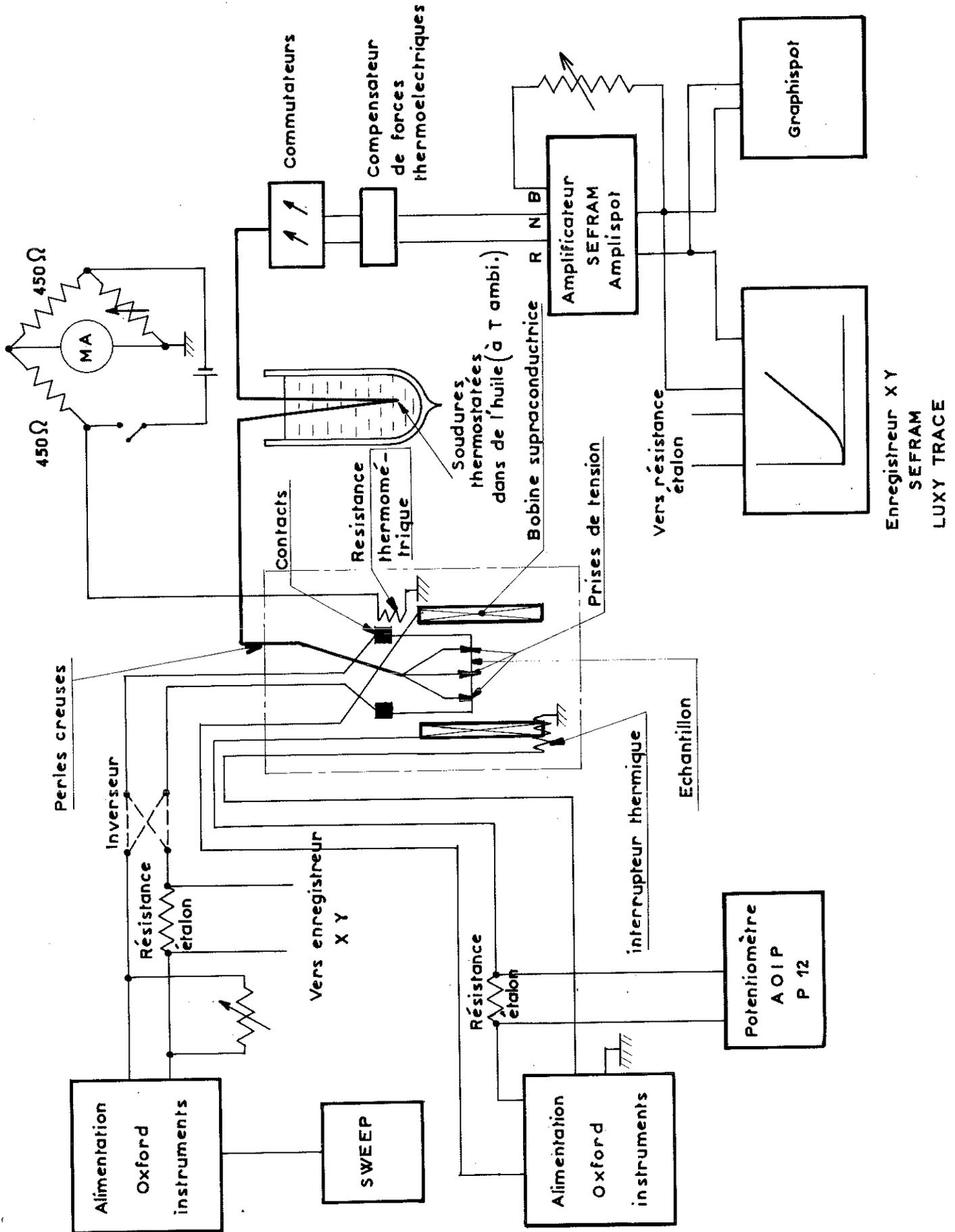
- Disposition générale

Les échantillons, sous forme de ruban, étaient placés au centre de la bobine supraconductrice, perpendiculairement au champ magnétique. Ils étaient maintenus en position sur un support isolant, par des contacts de serrage servant également de prises de tension.

La bobine supraconductrice est fixée à l'extrémité d'un tube en acier inoxydable brasé à la tête du vase. Ce tube sert de guidage à la canne de mesure du champ magnétique. Un presse étoupe permet de déplacer cette sonde le long de l'axe de la bobine.

- Prises de tension

Les prises de tension devaient être assurées par un bon contact électrique à basse température avec



- Figure n° 8 -

les échantillons dont l'épaisseur était de l'ordre de $\frac{5}{100}$ de millimètre. Nous avons utilisé des couteaux en laiton de section triangulaire. Sur les bases de ces prismes constituant les couteaux, des fils en acier inoxydable de 1 millimètre de diamètre ont été brasés. Après les avoir mis en place sur la plaque porte-échantillon en leucoflex, ils ont été maintenus en contact avec l'échantillon par un ressort en cupron. Ce dispositif permet ainsi un bon contact mécanique avec l'échantillon à basse température, les contractions des différentes pièces étant compensées.

- Réalisation du circuit de mesures

Les fils de prises de tension, en cuivre, de $\frac{7}{100}$ de mm de diamètre ont été soudés aux contacts. Ils étaient torsadés pour réduire au maximum les tensions parasites. Nous avons utilisé des perles creuses pour les traversées étanches du cryostat. Toutes les connections et soudures du circuit de mesures ont été thermostatées. Certaines soudures l'ont été en les plongeant dans un bain d'huile à température ambiante, contenue dans un vase dewar.

L'ensemble des circuits de mesures a été blindé et le blindage mis à la masse.

- Amenées de courant de la bobine supraconductrice

Pour récupérer les frigories des vapeurs d'hélium, nous avons brasé des chicanes en clinquant de cuivre sur le tube en acier inoxydable supportant la bobine de champ magnétique. Nous avons fixé les amenées de courant à ces chicanes en les collant à l'araldite.

- Résistance thermométrique

Pour éviter à la bobine supraconductrice de devenir normale en fin d'expérience, quand elle n'est plus plongée dans le bain d'hélium liquide, nous avons placé une résistance de carbone "ohmite" de 90Ω à la température ambiante, à 3 centimètres environ au-dessus de celle-ci. Nous avons mesuré les variations de résistances dues aux variations des échanges thermiques, au pont de Wheastone.

DEUXIEME PARTIE

- : - : - : - : -

C H A P I T R E I V

ECOULEMENT DES FILAMENTS DE FLUX

IV.1. CALCUL DE LA FORCE CREEE PAR UN COURANT S'EXERCANT SUR UN FILAMENT -

On ne tiendra compte, pour l'énergie $F(B)$, que de l'énergie de création et d'interaction des filaments. On peut écrire l'énergie libre de Gibbs sous la forme :

$$G(B) = F(B) - \frac{BH}{4\pi}$$

Cette énergie libre de Gibbs, pour des supraconducteurs réversibles, est minimale à une température donnée et à champ magnétique extérieur fixe. Pour tout échantillon, on peut toujours définir un champ thermodynamique $H(B)$, indépendant du coefficient démagnétisant et tel que :

$$H(B) = 4\pi \frac{\partial F(B)}{\partial B}$$

Si un courant circule à l'intérieur du supraconducteur, l'induction B n'est plus constante en tout point du matériau. Dans le cas de la géométrie de nos échantillons qui se présentent sous forme de ruban, ceci se traduit par la variation de l'induction magnétique (28) :

$$J_y = \frac{c}{4\pi} \frac{\partial B}{\partial y}$$

(l'axe z du champ magnétique étant perpendiculaire à l'axe x du courant) (fig. 2).

J_y représente la densité macroscopique du courant passant dans le volume de l'échantillon. (Pour le courant total

il faut tenir compte des courants de surface). Friedel et al (28) ont calculé la force due à un gradient de filament, s'exerçant sur l'unité de longueur d'un filament :

$$f = - \frac{\phi_0}{4\pi} \frac{\partial H(B)}{\partial B} \frac{\partial B}{\partial y}$$

D'autre part, lorsque le coefficient démagnétisant de l'échantillon est égal à 1, nous avons les relations:

$$H(B) = B - 4\pi M_{\perp}$$

$$\text{et } B = H_{\text{ex}} = N\phi_0$$

- M_{\perp} étant l'aimantation du supraconducteur sous champ magnétique appliqué perpendiculaire à la plaque,
- N , le nombre de filaments par cm^2
- H_{ex} , le champ magnétique extérieur appliqué.

La force moyenne exercée sur un filament par unité de longueur s'écrit :

$$f = \frac{J_v \phi_0}{c} \left(1 - 4\pi \frac{dM_{\perp}}{dH_{\text{ex}}} \right)$$

On peut calculer cette force en champ magnétique faible, et en champ magnétique fort, c'est-à-dire au voisinage de H_{c2} .

a) champ magnétique faible

Si le champ magnétique appliqué tend vers zéro, on a :

$$4\pi \frac{dM_{\perp}}{dH_{\text{ex}}} \rightarrow 1 \quad , \quad -4\pi M_{\perp} \rightarrow H_{c1}$$

La force moyenne appliquée est nulle. Nous aurons à tenir compte du terme $(1 - 4\pi \frac{dM_{\perp}}{dH})$ dans la discussion de nos

résultats. On ne peut pas le négliger.

b) champ magnétique fort

Lorsque le champ magnétique appliqué est élevé, au voisinage de H_{c2} , l'aimantation pour nos échantillons sous forme de plaque s'écrit (1) :

$$-4\pi M_L = \frac{H_{c2} - H_{ex}}{1 + \beta(2\kappa^2 - 1)}$$

- β étant une constante voisine de 1
 - κ , le paramètre de Ginsburg Landau
 soit pour la force moyenne

$$f = \frac{J_v \Phi_0}{c} \left(1 - \frac{1}{1 + \beta(2\kappa^2 - 1)} \right)$$

Si κ est très supérieur à 1, on retrouve la forme classique de la force :

$$f = \frac{J_v \Phi_0}{c}$$

Dans le cas de nos alliages, κ n'est pas grand devant l'unité et le terme correctif : $4\pi \frac{dM_L}{dH}$ ne peut pas être négligé en champ magnétique fort.

Dans ce qui suit, nous noterons :

$$\alpha = \frac{\partial H(B)}{\partial B} = 1 - 4\pi \frac{dM_L}{dH_{ex}}$$

La figure n° 9 montre l'allure des courbes représentant α en fonction du rapport $\frac{H_{ex}}{H_{c2}}$

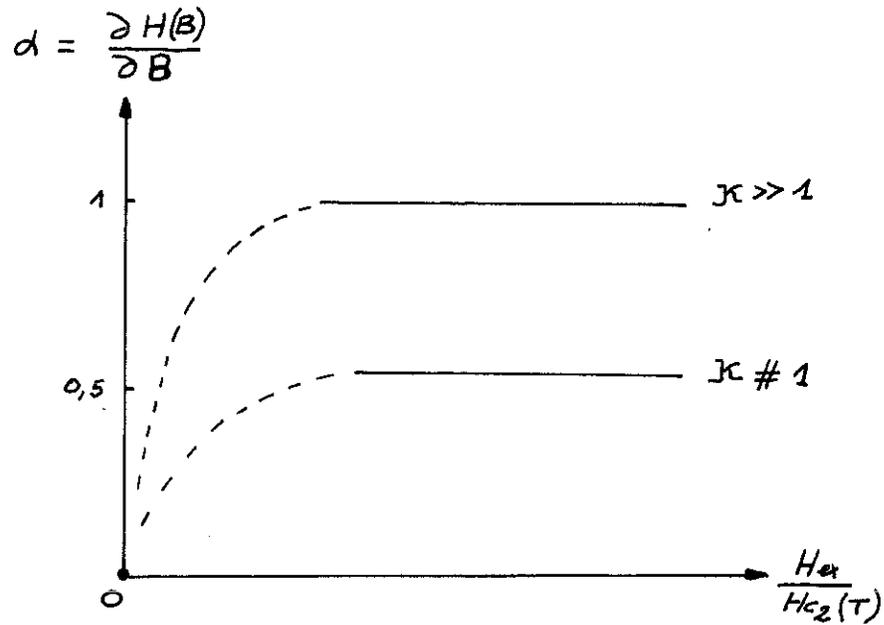


Fig. 9

IV.2. CALCUL DU CHAMP ELECTRIQUE PRODUIT PAR L'ECOULEMENT DES FILAMENTS -

Si on admet que la force d'ancrage est indépendante de la vitesse, pour le déplacement de dN filaments ayant une force d'ancrage comprise entre f_p et $f_p + df_p$, nous avons les relations

$$1) \quad f_L - f_p = \eta v_L$$

$$2) \quad dV = v_L \frac{dN \Phi_0 L}{c}$$

$$3) \quad f_L = \frac{J_v \Phi_0}{c} \alpha$$

dV étant la tension mesurée sur une longueur L
 f_p la force d'ancrage pour un filament par unité de longueur

Si on se fixe une densité de courant J telle que la force de Lorentz soit supérieure à la force maximale d'ancrage f_p max, on mesure la tension :

$$V = \int_0^N \frac{1}{\eta} \left(\frac{J_v \phi_0}{c} \alpha - f_p \right) \frac{\phi_0}{c} L dN$$

avec $\frac{J_v \phi_0}{c} \alpha > f_p \text{ max}$

$$V = \int_0^N \frac{J_v \phi_0^2}{\eta c^2} \alpha L dN - \int_0^N \frac{f_p \phi_0}{\eta c} L dN$$

comme $B = H_{\text{ex}} = N \phi_0$

et $\int_0^N f_p dN = N \bar{f}_p$

où \bar{f}_p est la force moyenne d'ancrage des filaments dans le supraconducteur.

$$V = \frac{\alpha \phi_0 L B J_v}{\eta c^2} - \frac{\bar{f}_p B L}{\eta c}$$

qui est de la forme :

$$V = \frac{B \phi_0 \alpha}{\eta c^2} \times \frac{L}{2el} (I_v - I_c)$$

avec $I_c = \frac{c \bar{f}_p}{\phi_0 \alpha} 2el = \frac{c \bar{F}_p}{B \alpha} 2el$

\bar{F}_p étant la force d'ancrage par unité de volume.

La tension mesurée doit varier linéairement en

fonction du courant dès que celui-ci est suffisamment grand.

IV.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX -

- Echantillons MA 123 - 132 - 133 - 163

Ces échantillons sont des supraconducteurs de la deuxième espèce. La figure n° 10 montre les tensions mesurées en fonction du courant à une température donnée et pour différentes valeurs du champ magnétique appliqué (I_B).

On peut diviser une courbe $V(I, H)$ en trois régions :

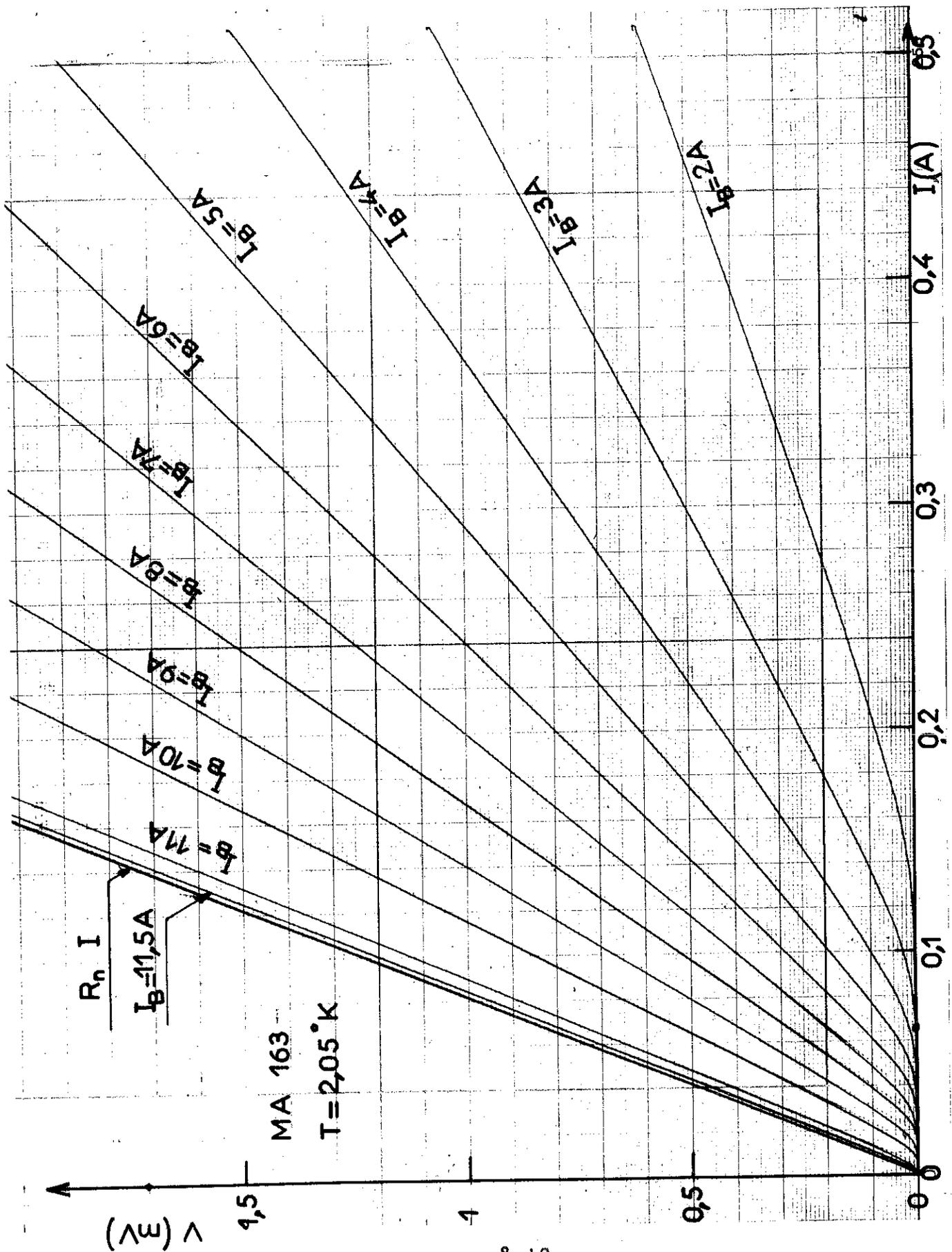
- à courant faible, la tension est nulle (à la limite de détection de l'appareillage),
- à partir d'une certaine valeur de l'intensité, une tension apparaît et croît rapidement,
- à courant suffisamment grand, la tension varie linéairement en fonction du courant.

La première région correspond à une force F_L produite par le courant, inférieure à la force minimale d'ancrage.

La deuxième région correspond au déblocage successif des filaments au fur et à mesure que le courant croît. Lorsque la force F_L est supérieure à la force maximale d'ancrage, la tension varie linéairement en fonction du courant. Il y a écoulement du flux. La vitesse des filaments est seulement limitée par les forces de viscosité. Nous nous sommes intéressés uniquement à cette dernière région dans nos expériences.

Dans cette partie linéaire, nous pouvons définir une résistance dynamique R_f due à l'écoulement des filaments, et également une résistivité dynamique ρ_f :

$$R_f = \frac{\Delta V}{\Delta I} \quad \rho_f = R_f \frac{S e l}{L}$$



- Figure n° 10 -

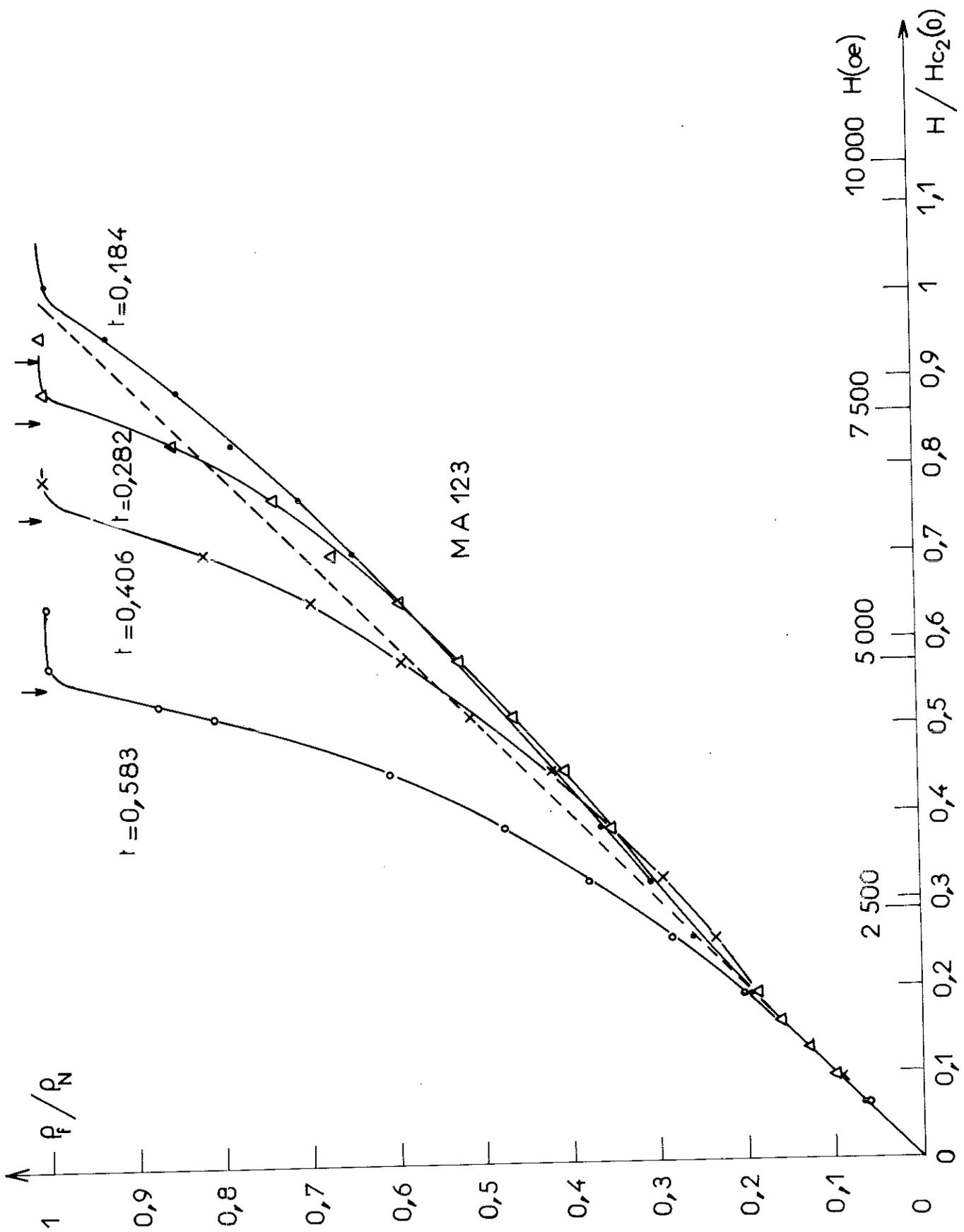


Figure n° III

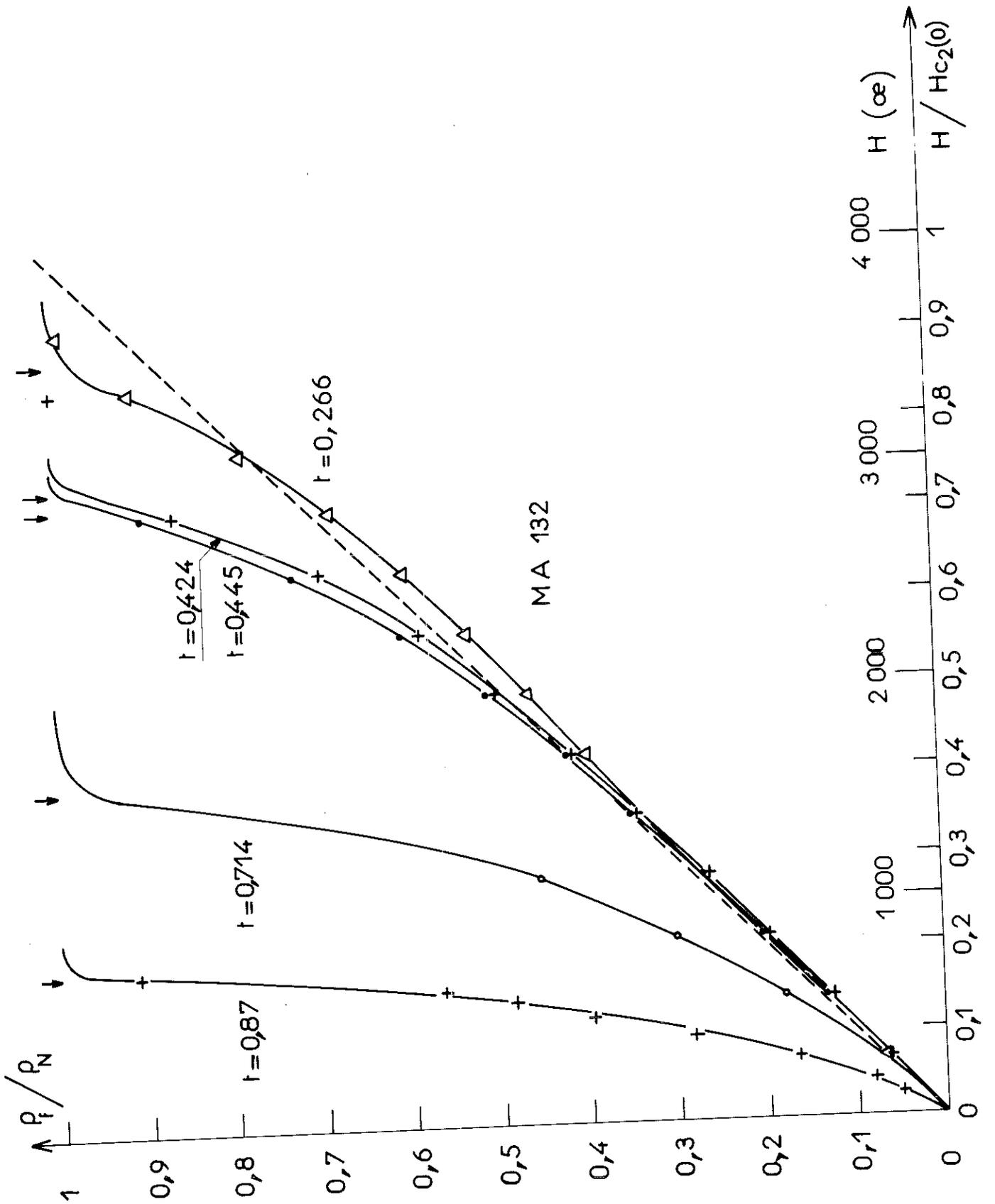


Figure n° 12 -

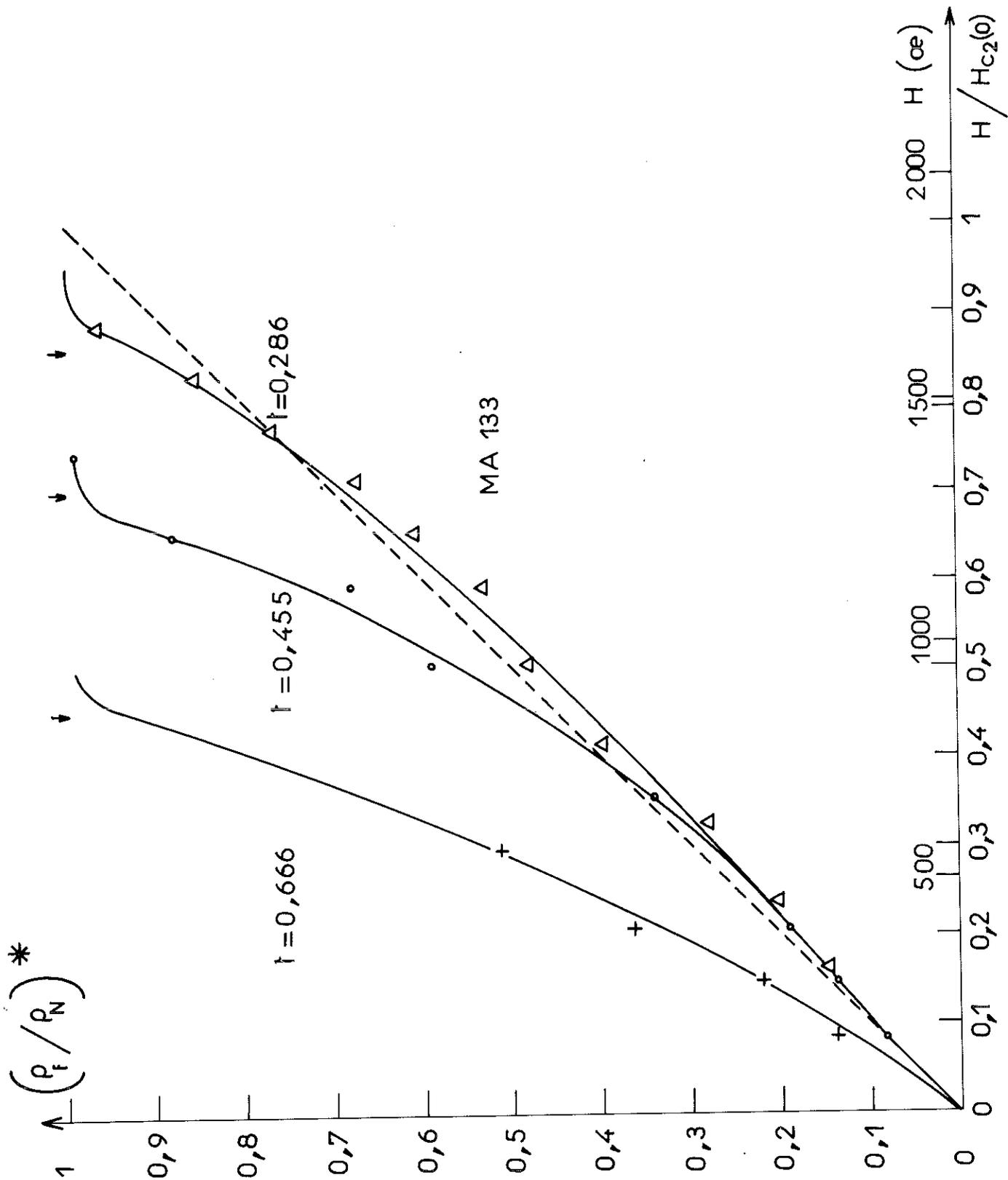
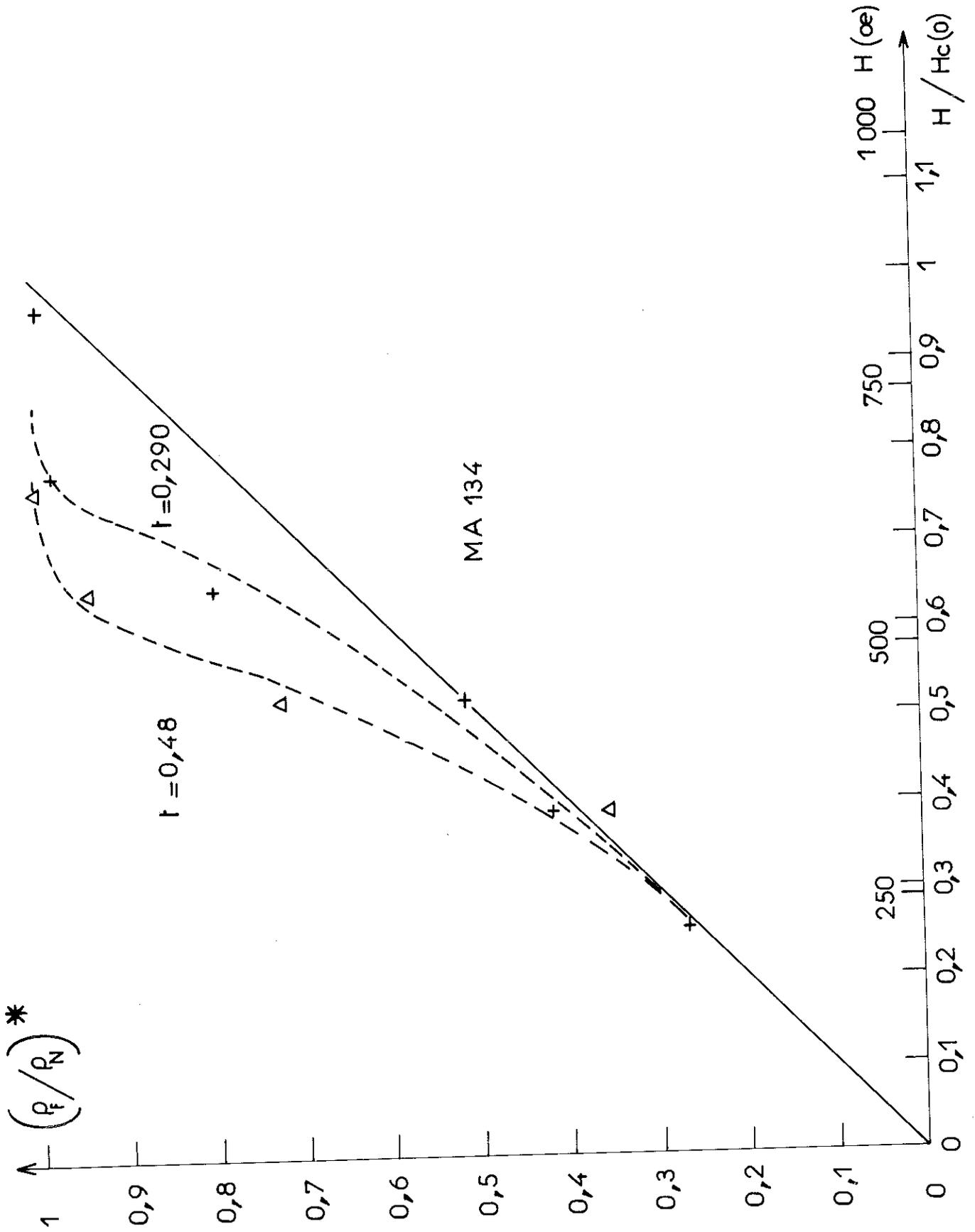
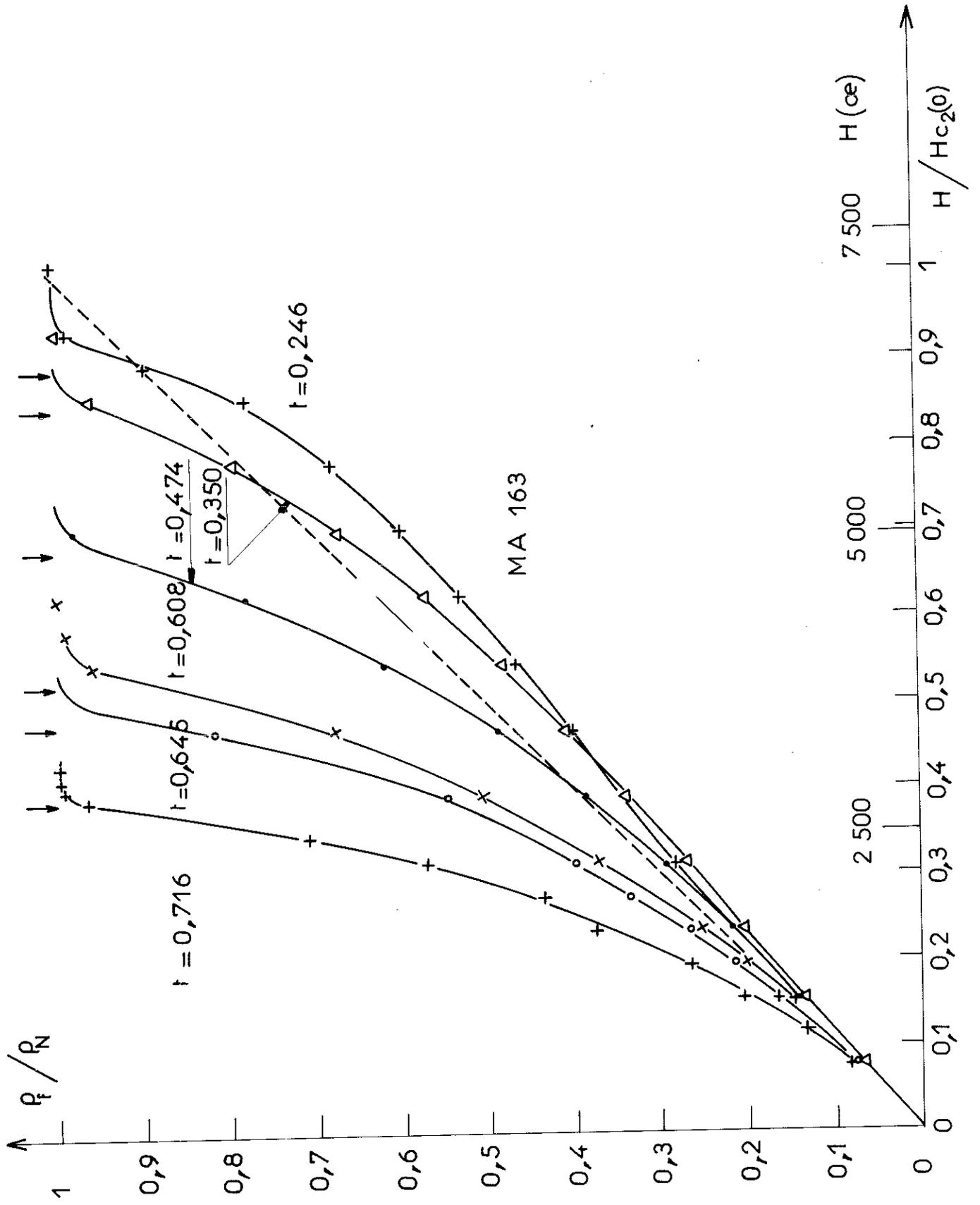


Figure n° 13



- Figure n° 14 -



- Figure n° 15 -

Nous avons normalisé ces résistances en les divisant par la résistance de l'échantillon à l'état normal.

$$\text{soit } \frac{R_f}{R_N} = \frac{\rho_f}{\rho_N}$$

où ρ_N est la résistivité de l'échantillon à l'état normal, et R_N la résistance à l'état normal.

Nous avons reporté ces résultats en fonction du champ magnétique appliqué pour différentes températures. Nous avons aussi normalisé les champs magnétiques sur une deuxième échelle en fonction de $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ (fig. 11, 12, 14, 15).

- Echantillon MA 134

L'échantillon MA 134 est un supraconducteur de la première espèce. Bien qu'il n'y ait pas de filaments à l'état intermédiaire, le déplacement des domaines normaux sous l'influence du courant extérieur crée aussi un champ électrique. Nous avons reporté les valeurs $\frac{\rho_f}{\rho_N}$ en fonction de $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ (fig. 13) bien que les mesures soient imprécises du fait des échauffements de l'échantillon, le courant critique dans cet échantillon étant très élevé.

IV.4. PRECISION DES RESULTATS -

Nous devons tenir compte de deux sources d'incertitude :

La première provient des appareils de mesures, des étalonnages et du dépouillement. La seconde fait intervenir les échauffements lorsque la puissance dissipée dans l'échantillon devient importante. Dans ce dernier cas, la température de l'échantillon n'est plus constante, elle est liée à la valeur du courant :

$$R_f \neq \frac{\Delta V}{\Delta I}$$

- Incertitude de mesure

A champ magnétique constant et à température du bain fixe, en tenant compte dans le dépouillement des résultats de :

- la classe et la non-linéarité des appareils,
- l'incertitude dans le relevé graphique des points. Nous avons :

$$\frac{\Delta\left(\frac{\rho_L}{\rho_N}\right)}{\frac{\rho_L}{\rho_N}} \leq 2\%$$

les incertitudes du champ magnétique et de la température du bain d'hélium liquide sont négligeables.

- incertitude due à l'échauffement de l'échantillon

Cette incertitude est très importante pour les échantillons à forte densité de courant (chapitre V) donc pour les échantillons MA 134 et MA 133. Les mesures de ρ_L/ρ_N sont imprécises, même lorsque la température du bain d'hélium est en dessous du point λ où les échanges thermiques sont meilleurs.

Pour ces deux échantillons, nous n'avons pas pu vérifier la linéarité de la tension en fonction du courant, lorsque la force de Lorentz devient supérieure à la force maximale d'ancrage. Néanmoins, nous avons relevé la pente des courbes $V(I, H)$ vers 0,5 mV, les tensions variant alors linéairement pour les échantillons MA 132, MA 123, MA 163. Nous avons ensuite dépouillé les résultats comme précédemment. Nous avons noté ces résultats $(\rho_L/\rho_N)^*$.

14.5. DISCUSSION DES RESULTATS -

Actuellement, il n'y a pas de théorie permettant de calculer ρ_L/ρ_N en fonction des différents paramètres caractérisant un supraconducteur.

En examinant les différentes courbes $\frac{P_I}{P_N}$ tracées en fonction du champ réduit $\frac{H}{H_{c2}(0)}$, on constate beaucoup de similitudes entre les différents échantillons.

- le rapport $\frac{P_I}{P_N}$ pour une température donnée est une fonction croissante du champ magnétique,
- $\frac{P_I}{P_N}$ tend vers zéro lorsque le champ magnétique tend vers zéro.
- $\frac{P_I}{P_N}$ tend vers 1 lorsque le champ magnétique devient supérieur à H_{c2} .

Ces résultats sont en bon accord avec ceux trouvés dans des études similaires (29). Néanmoins, nos résultats présentent quelques différences avec ceux-ci et apportent quelques informations supplémentaires quant aux phénomènes étudiés:

- Coefficient de viscosité

Si on connaît expérimentalement $\frac{P_I}{P_N}$, on peut déduire pour chaque valeur $\frac{P_I}{P_N}$ la valeur du coefficient de viscosité η . En effet, on a :

$$\frac{P_I}{P_N} = \frac{H_{ex} \phi_0}{P_N \eta c^2} \alpha$$

Ce paramètre η est fonction de la température, du champ magnétique et du supraconducteur.

Pour des températures réduites $\frac{T}{T_c}$ inférieures ou égales à 0,70, nous avons trouvé que le rapport $\frac{P_I}{P_N}$ varie linéairement en fonction du champ magnétique H , lorsque H tend vers zéro. A la précision des mesures près, nous avons :

$$\left(\frac{d(P_I/P_N)}{dH_{ex}} \right)_{H_{ex}=0} = \frac{1}{H_{c2}(0)}$$

Par contre, pour des températures proches de la température critique, c'est-à-dire $\frac{T}{T_c}$ voisin de 1, nous n'avons pas trouvé expérimentalement cette pente initiale. En effet, les mesures de ρ_f devant être faites sous champ magnétique de plus en plus faible, les courants restant relativement importants, les échauffements rendaient l'échantillon prématurément normal.

La détermination de la pente à l'origine nous a permis de déduire pour le coefficient de viscosité η la relation empirique suivante :

$$\eta = \frac{H_{c2}(0) \phi_0 \alpha}{\rho_N c^2}$$

Cette expression de η diffère des valeurs empiriques données par certains auteurs (29,30). En effet, nous avons tenu compte dans le calcul de la force de Lorentz, du terme $\frac{\partial H(B)}{\partial B}$.

Il est par contre difficile de comparer cette expression de η aux calculs des différents auteurs, car on ne peut pas calculer de façon simple la valeur de l'aimantation M_{\perp} en fonction du champ magnétique appliqué H_{ex} , ni celle de la dérivée $\frac{dM_{\perp}}{dH_{ex}}$.

D'autre part, pour écrire, cette expression de η , il faut supposer que les courants de surface en champ magnétique faible sont nuls.

- Effets de surface

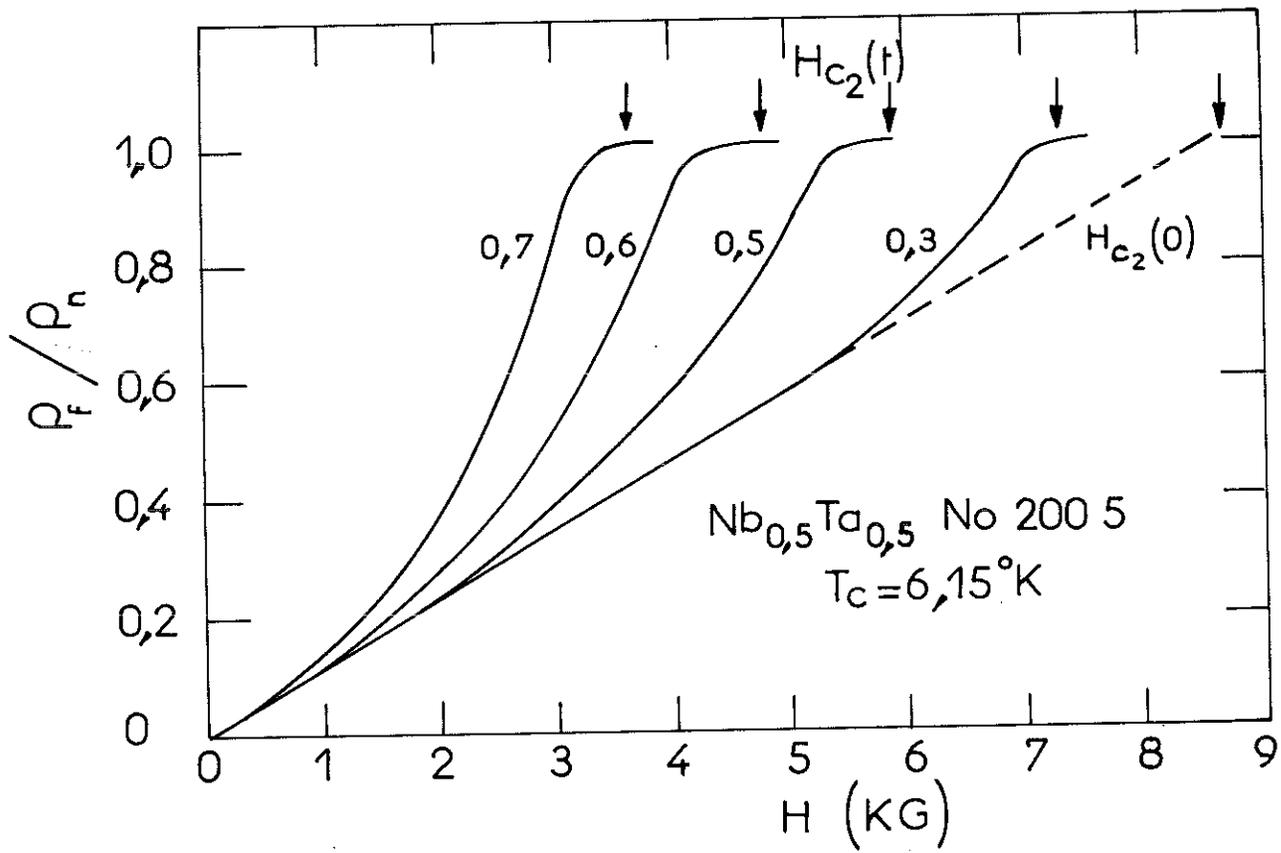
Bien que les échantillons soient sous forme de ruban et que le champ magnétique appliqué soit perpendiculaire à la surface de l'échantillon, le supraconducteur n'est pas entièrement normal au champ $H_{c2}(T)$. Le rapport ρ_f/ρ_N , à $H_{c2}(T)$, atteint des valeurs allant de 0,95 à 0,85 suivant les échantillons et les températures. Nous attribuons ce retard du passage

à l'état normal, à la supraconductivité de surface, les rubans de supraconducteurs ont en effet les surfaces latérales parallèles au champ magnétique appliqué. Ces courants de surface s'annulent pour des valeurs du champ magnétique dont la valeur maximale est H_{c3} (31).

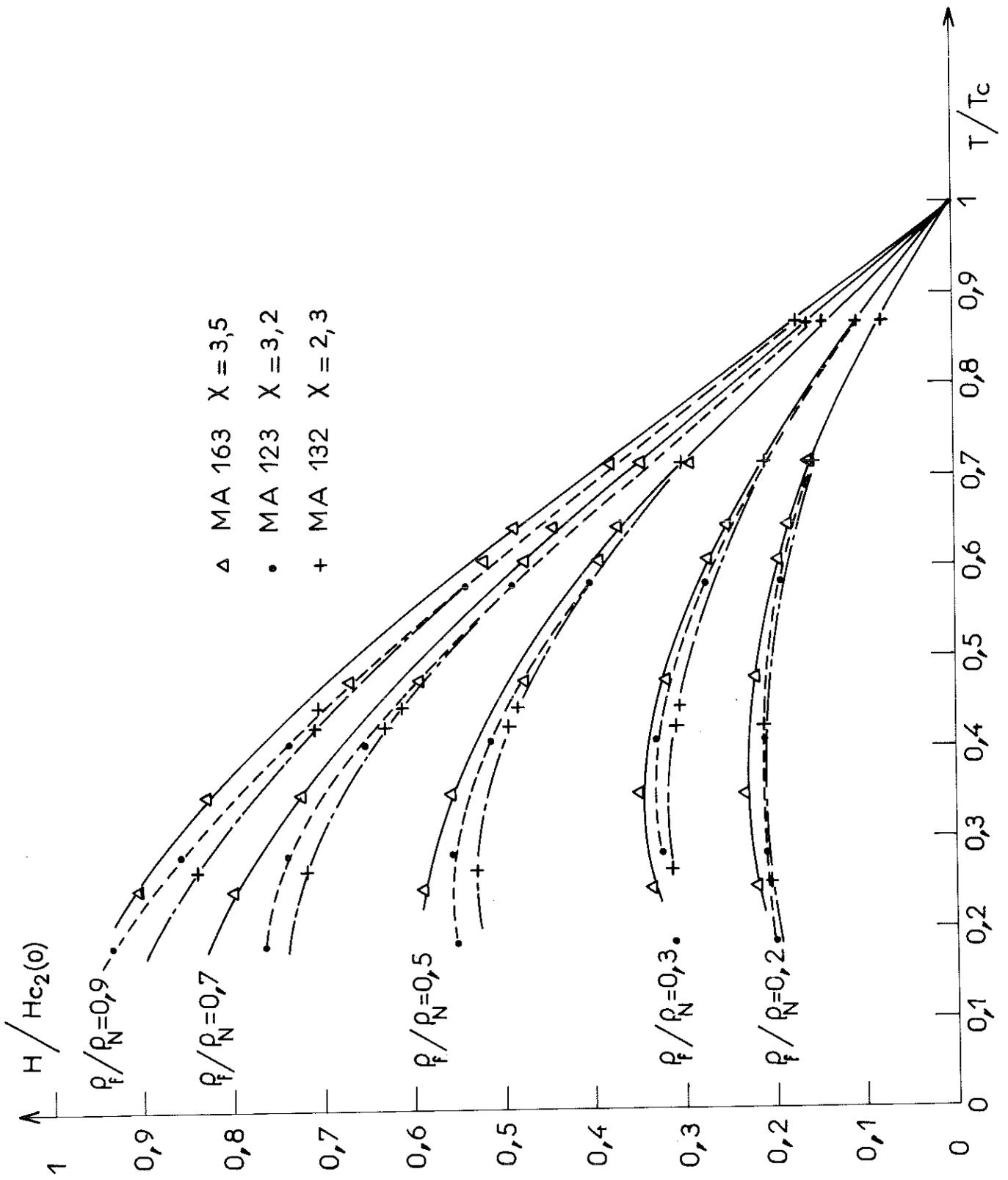
Dans cette région de champ, ($H_{ex} > H_{c2}$), on peut encore définir une résistance de surface dynamique ; la tension est encore une fonction linéaire du courant lorsque celui-ci est suffisamment grand (voir figure n° 10 lorsque $I_B = 11,5$ A).

On peut très bien concevoir qu'à des valeurs du champ magnétique inférieures ou égales à H_{c2} , ces courants de surface ne sont pas nuis, donc l'influence de la résistance de surface doit jouer encore un rôle et elle intervient dans le rapport des résistivités ρ_L/ρ_N .

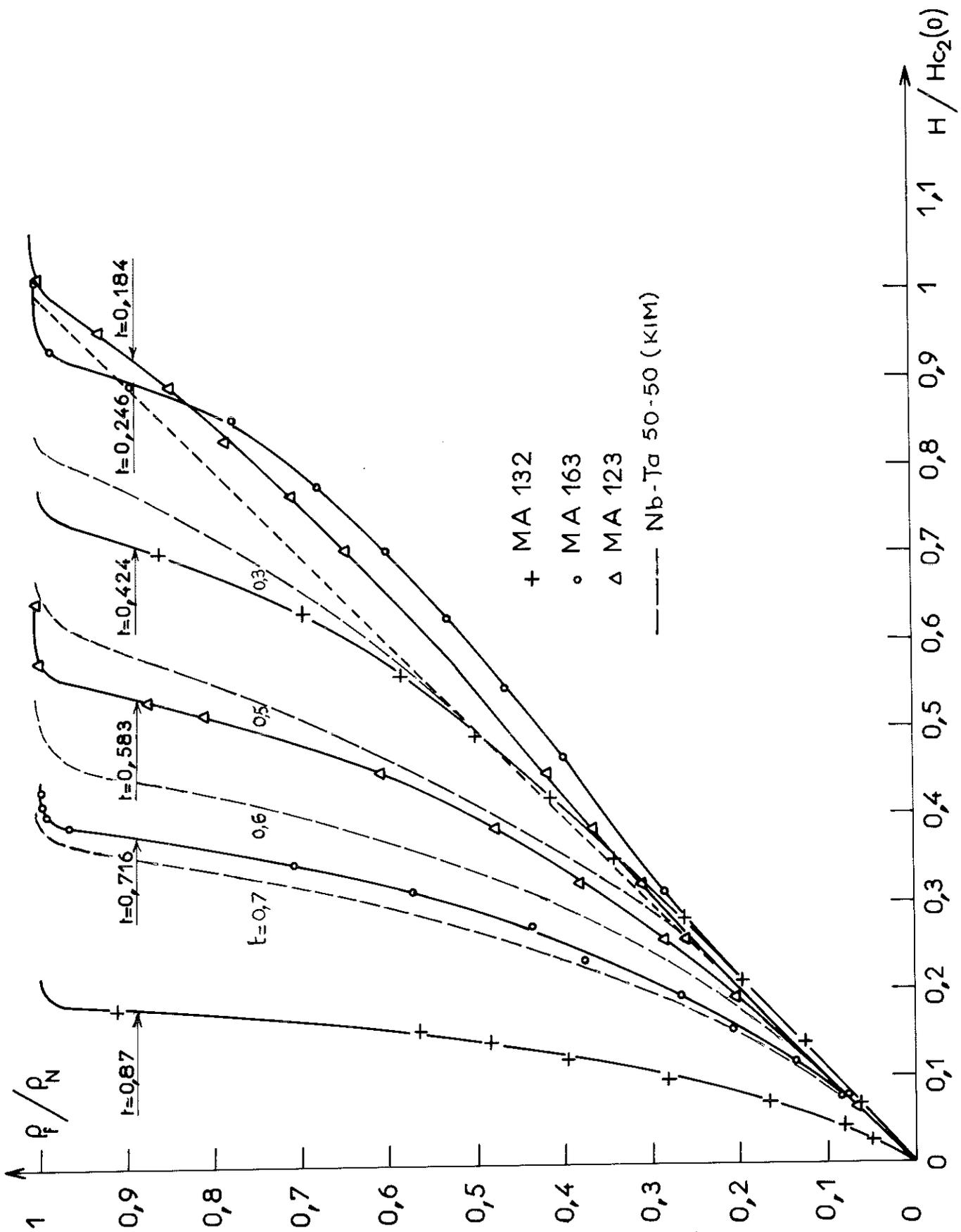
Nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus principalement par Kim sur un alliage Niobium - Tantale 50 % - 50 % (29) (fig. 16). Dans nos mesures, il ressort que la différence $\frac{\rho_L}{\rho_N} - \frac{H}{H_{c2}(0)}$ décroît, passe par un minimum puis croît lorsque le champ magnétique augmente. Il n'en est pas de même dans les résultats de Kim où le rapport $\frac{\rho_L}{\rho_N}$ est, initialement, égal à $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ pour croître ensuite plus rapidement et atteindre la valeur 1 au champ magnétique $H_{c2}(T)$. Dans tous nos alliages étudiés, ce phénomène ($\frac{\rho_L}{\rho_N} - \frac{H}{H_{c2}(0)} < 0$) est général, mais est plus ou moins accentué suivant les échantillons. En caractérisant chaque échantillon par le paramètre de Ginsburg Landau κ qui sera estimé par la suite (chapitre IV), on a tracé (fig. 17) $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ en fonction de $\frac{T}{T_C}$ pour $\frac{\rho_L}{\rho_N}$ constant. On voit que cette anomalie est d'autant plus forte que κ est plus grand. Toutefois, compte tenu de la précision de nos résultats expérimentaux, nous ne pouvons pas conclure que le paramètre κ intervient dans la détermination de ρ_L/ρ_N .



- Figure n° 16 -



- Figura nº 17 -



- Figure n° 18 -

Ces légères différences entre nos résultats et ceux de Kim peuvent être expliquées par la supraconductivité de surface qui dérive une partie du courant total à la surface des échantillons et conduit à des valeurs de $\frac{P_L}{P_H}$ plus faibles.

Néanmoins, la forme géométrique de nos échantillons étant identique et les dimensions ayant approximativement les mêmes valeurs, on peut considérer que pour les alliages étudiés, le rapport $\frac{P_L}{P_H}$ tracé en coordonnées réduites $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ est identique, quelque soit la composition des alliages, ceci à quelques pourcents près. (fig. 18).

IV.6. ECOULEMENT DES FILAMENTS DE FLUX POUR LES ECHANTILLONS RECUITS SOUS UNE PRESSION PARTIELLE D'AZOTE -

Pour l'échantillon (MA 123), nous avons effectué trois recuits sous pression partielle d'azote, pour modifier les forces d'ancrage des filaments dans le supraconducteur. Dans les deux premiers recuits à 2000°C sous 10^{-6} et 10^{-5} torr d'azote, nous n'avons observé aucune variation des grandeurs étudiées : $\frac{P_L}{P_H}$ et courant critique.

Après le troisième traitement thermique à 1500°C, sous 10^{-3} torr, les forces d'ancrage ont été considérablement augmentées, les tensions $V(I, H)$ ont été modifiées. Les courants critiques ont augmenté, et nous n'avons pas pu atteindre un courant tel que la tension varie linéairement en fonction du courant, les échauffements étant beaucoup trop importants. Comme nous l'avons déjà signalé, il est probable qu'il y a eu formation de nitrures au cours du recuit. Une étude plus complète, en faisant des recuits plus progressifs donnerait peut-être des résultats quantitatifs sur l'évolution des forces d'ancrage.

CHAPITRE V

COURANTS CRITIQUES

V.1. DEFINITION -

Nous avons plusieurs possibilités pour définir le courant critique à partir des mesures de l'écoulement du flux.

1°/ La méthode classique consiste à prendre le plus petit courant pour lequel on mesure la première apparition de tension. Mais cette méthode présente un inconvénient majeur : la détermination expérimentale de ce courant dépend de la sensibilité des appareils de mesure.

Ce courant critique a évidemment un grand intérêt pour les applications technologiques des matériaux supraconducteurs. Il correspond au mouvement des premiers filaments dont la force d'ancrage est minimale.

2°/ On peut prendre la valeur du courant pour lequel l'échantillon redevient entièrement normal. Les intensités ainsi trouvées auraient été grandes et auraient dépendu alors des échanges thermiques entre l'échantillon et le bain d'hélium.

3°/Si on extrapole la partie linéaire de la tension en fonction du courant à champ magnétique donné, on peut définir le courant critique comme étant l'intensité du courant pour laquelle la droite $V(I)$ coupe l'axe des intensités. C'est cette valeur que nous avons prise pour le courant critique.

Ce courant critique ainsi défini est relié directement à la valeur moyenne des forces d'ancrage des filaments.

$$I_c = \frac{\overline{F_p}}{H} \times \frac{ze l}{\alpha}$$

Il est donc préférable d'étudier ce courant critique afin d'en tirer des renseignements sur la force moyenne d'ancrage.

V.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX -

Nous avons relevé graphiquement les courants critiques, des caractéristiques $V(I, H)$. La figure n°19 montre les variations du courant critique de l'échantillon MA 163 en fonction du champ magnétique appliqué pour différentes valeurs de la température.

Les valeurs relevées graphiquement ont une incertitude relative :

- de 5% en champ magnétique faible, c'est-à-dire pour les fortes intensités critiques.

- de 50% en champ magnétique fort, vers $H_{c2}(T)$ c'est-à-dire pour les faibles intensités critiques. La précision du dépouillement graphique est médiocre dans cette gamme de champ.

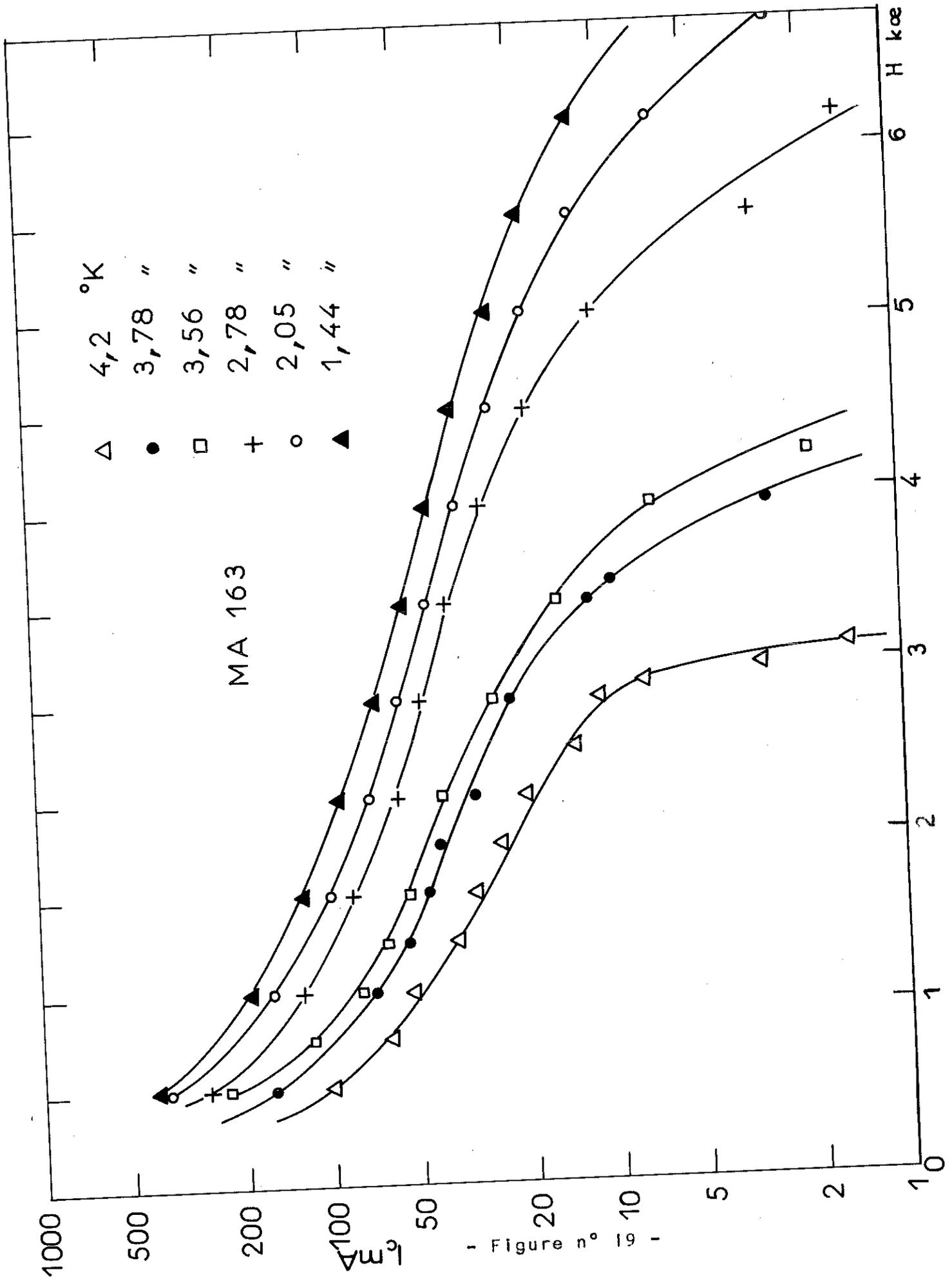
Nous avons tracé ces intensités critiques en fonction du rapport $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$. Nous voyons qu'en première approximation, et pour nos échantillons du système Niobium-Tantale, le courant critique dépend principalement du rapport $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$ (fig.20).

La température joue néanmoins un rôle, car pour un rapport $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$ donné, le courant critique croît légèrement lorsque la température diminue. La figure n°21 montre que pour l'échantillon MA 132 les courants critiques relevés à 4,2°K, c'est-à-dire pour une température réduite $\frac{T}{T_C}$ égale à 0,87, sont plus faibles qu'à température plus basse.

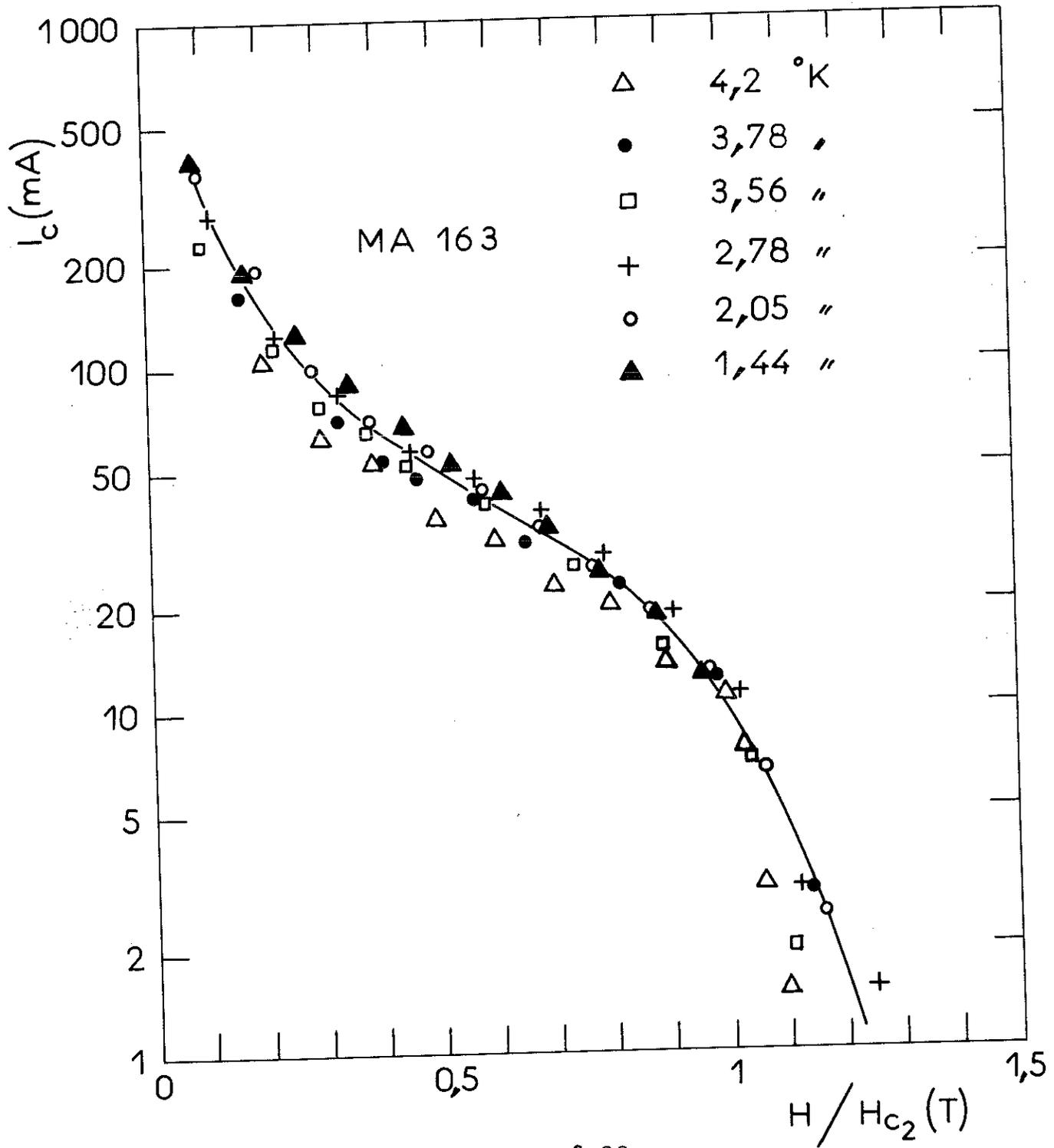
Nous remarquons aussi que les courants critiques ne s'annulent pas au champ magnétique H_{c_2} , mais décroissent très fortement à partir de cette valeur. Comme nous l'avons vu précédemment, nous attribuons ces courants à la supraconductivité des surfaces parallèles au champ magnétique. Les courants critiques s'annulent lorsque l'échantillon redevient entièrement normal, c'est-à-dire lorsque $\rho_L/\rho_N = 1$. Le rapport $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$ varie alors suivant les échantillons et les températures de 1,2 à 1,3.

Pour connaître les variations de la force d'ancrage moyenne en fonction du champ magnétique appliqué, nous avons tracé $I_c \frac{H}{H_{c_2}(T)}$ en fonction de $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$.

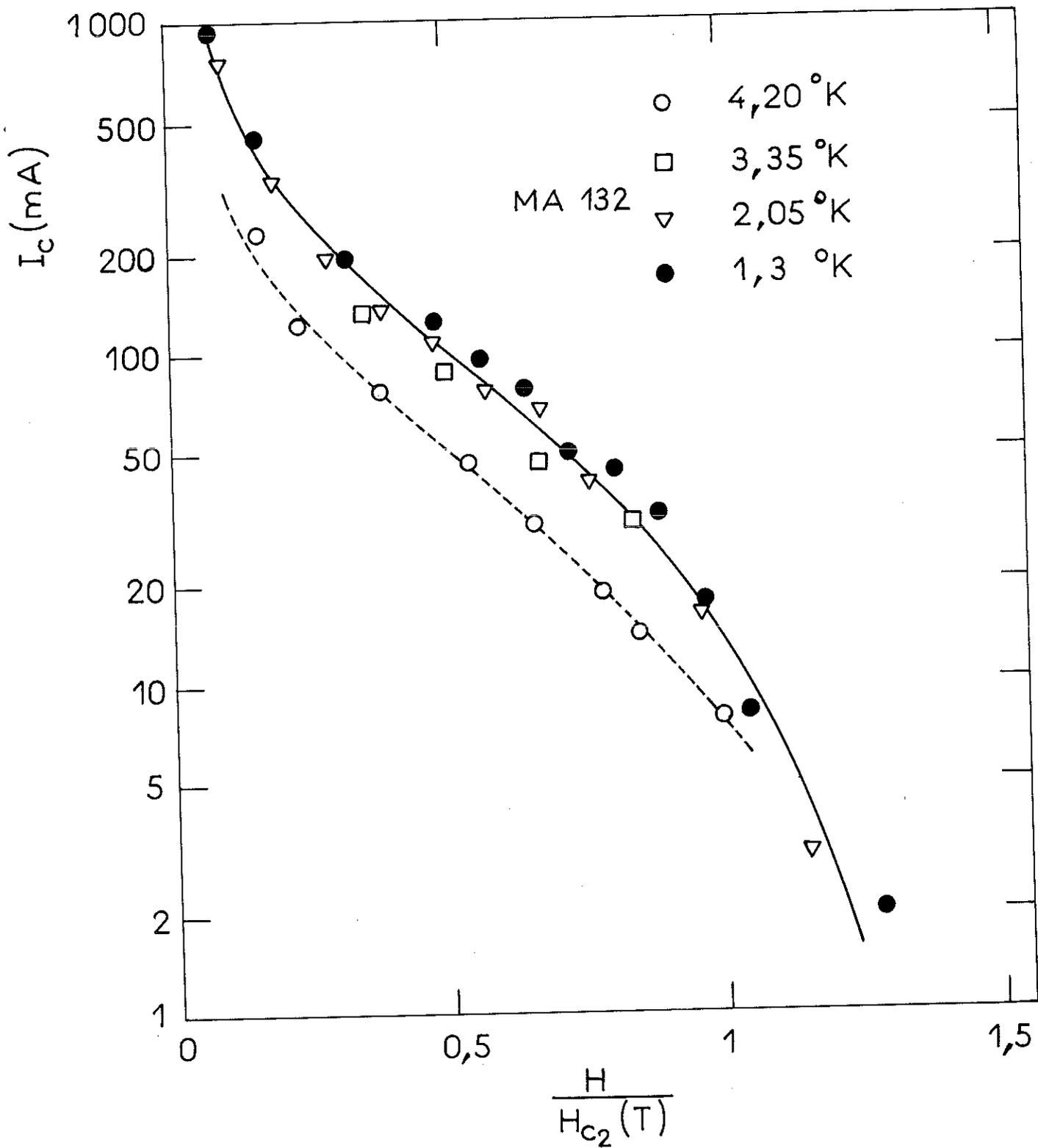
La figure n°22 montre les variations $I_c \times \frac{H}{H_{c_2}(T)}$ en fonction de $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$ pour les échantillons supraconducteurs de la deuxième espèce étudiés. Cette quantité décroît en fonction de $\frac{H}{H_{c_2}(T)}$.



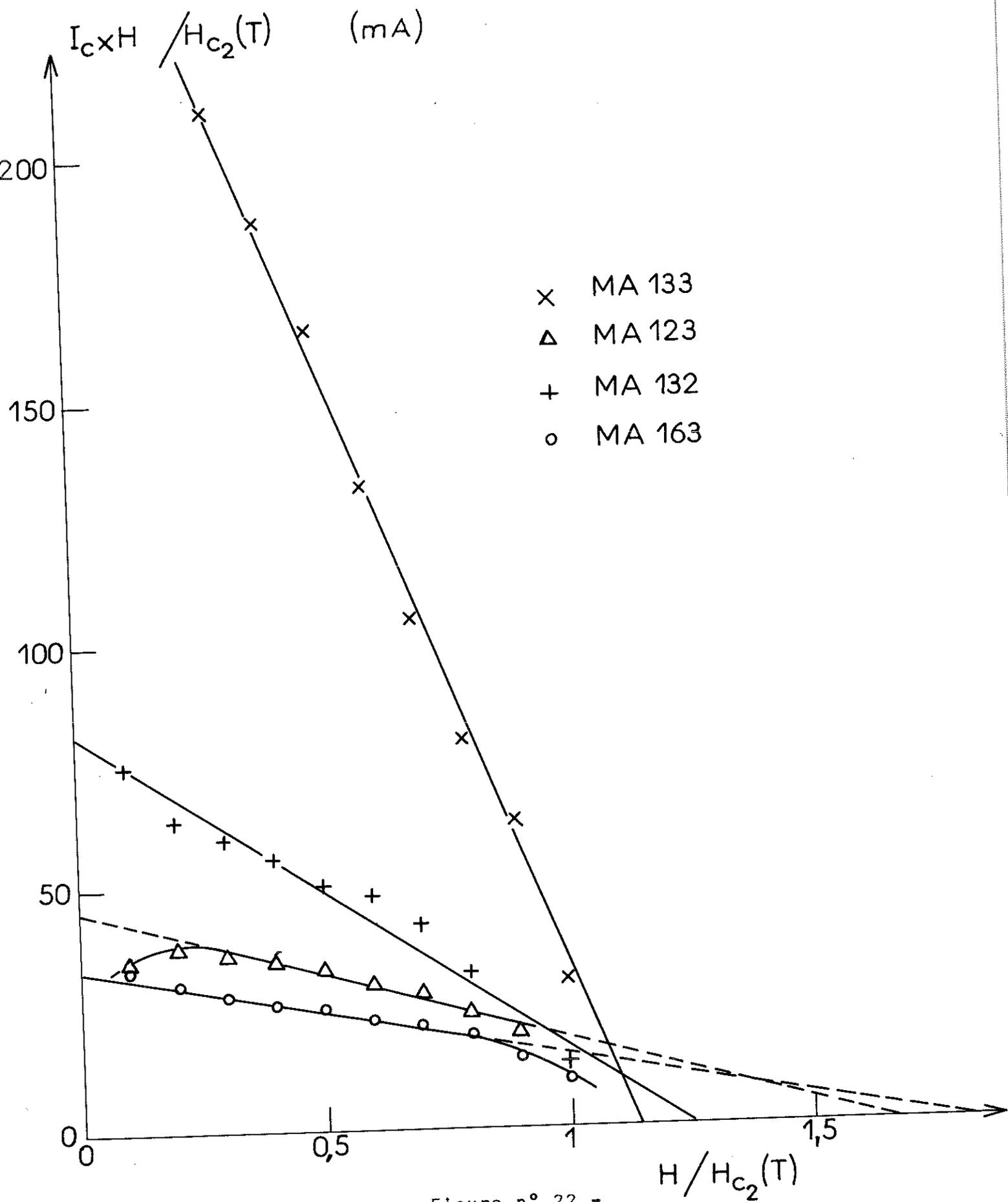
- Figure n° 19 -



- Figure n° 20 -



- Figure n° 21 -



- Figure n° 22 -

Les échantillons ayant à peu près les mêmes dimensions géométriques, on voit les grandes variations du courant critique d'un échantillon à l'autre.

V.3. LOI EMPIRIQUE DES DENSITES DE COURANT CRITIQUE -

Pour pouvoir comparer les intensités critiques des différents échantillons, nous avons cherché une loi analytique simple en fonction du paramètre principal $\frac{H}{H_{c2}(T)}$, donnant une représentation correcte des courants critiques dans les gammes des températures et des champs magnétiques les plus vastes possibles. Nous avons donc d'une part, éliminé la courbe de courant critique déterminée à une température proche de T_c pour l'échantillon MA 132, et d'autre part, exclu les courants critiques correspondant à $\frac{H}{H_{c2}(T)}$ supérieur à 1.

Nous avons pris une loi linéaire correspondant à la droite moyenne des courbes $\frac{H}{H_{c2}(T)} \times I_c$ en fonction de $\frac{H}{H_{c2}(T)}$, soit :

$$I_c \times \frac{H}{H_{c2}(T)} = a - b \frac{H}{H_{c2}(T)}$$

La loi empirique pour la densité de courant critique J_c est donc de la forme :

$$J_c = A \left(\frac{H_{c2}(T)}{H} - \frac{1}{n} \right)$$

J_c dépend de deux paramètres : le coefficient A homogène à une densité de courant, et le nombre sans dimension n . n représente l'abscisse du point d'intersection de la droite représentant $I_c \frac{H}{H_{c2}(T)}$ en fonction de $\frac{H}{H_{c2}(T)}$.

Il est difficile de donner un sens à n . On peut seulement dire que si le courant critique s'annulait rigoureusement pour $H_{c2}(T)$, donc si on n'avait pas, entre autres, de courants de surface, on aurait $n = 1$. Pour les échantillons considérés n varie relativement peu, de 1,14 à 1,8.

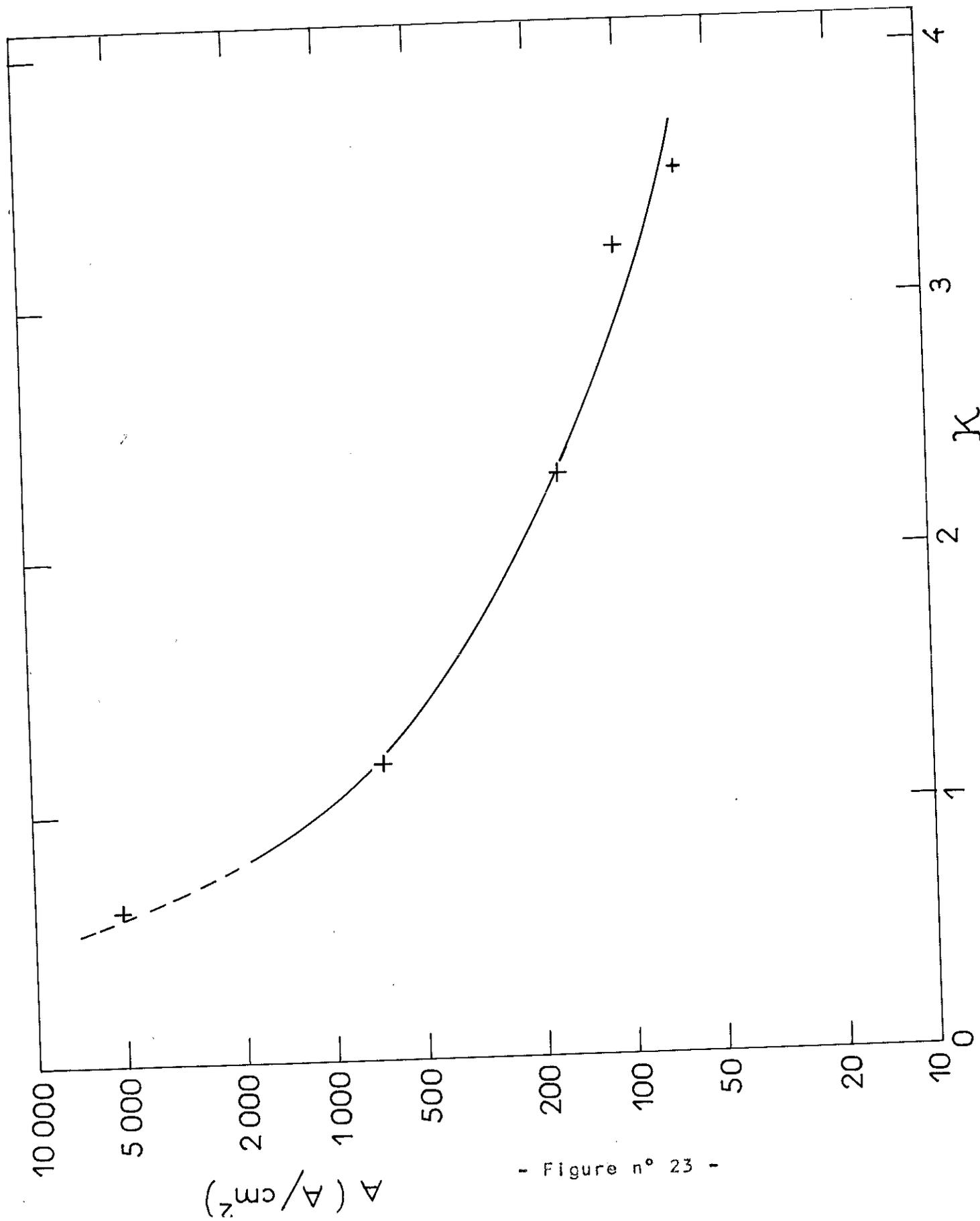
Le coefficient A caractérise bien, par contre, la densité de courant critique pour un échantillon. Il varie considérablement d'un échantillon à l'autre. Nous avons tracé A en fonction du paramètre de Ginsburg Landau K (fig. N°23). On constate que les densités de courant critique sont une fonction décroissante de K .

Remarque :

Nous avons aussi cherché une loi des courants critiques pour le supraconducteur de première espèce MA 134. Nous avons mis la densité de courant critique sous la forme :

$$J_c = A \left(\frac{H_c(T)}{H} - \frac{1}{n} \right)$$

L'imprécision des mesures, due aux échauffements nous a seulement permis de déterminer l'ordre de grandeur de A . A est très grand par rapport aux autres valeurs de A déterminées dans le cas des supraconducteurs de la deuxième espèce.



- Figure n° 23 -

V.4. DISCUSSION DES RESULTATS -

Nous avons comparé les courants critiques mesurés à ceux déduits des mesures magnétiques (voir chapitre VI). Pour cela nous avons admis que l'irréversibilité des alliages supraconducteurs se décompose en deux parties : une irréversibilité de surface et une irréversibilité de volume soit :

$$\Delta M = \Delta M_s + \Delta M_v$$

ΔM étant la différence des aimantations en champ magnétique croissant et décroissant pour une induction B donnée -

ΔM_v la contribution due aux forces d'ancrages en volume.

ΔM_s la contribution des courants de surface irréversibles.

De même pour le courant mesuré nous écrivons :

$$I_T = I_s + I_v$$

I_T étant le courant total mesuré
 I_s le courant de surface
 I_v le courant de volume.

Nous avons entre les différentes grandeurs les relations suivantes :

$$4 \pi \Delta M_s = 4 \pi J_s$$

où J_s est la densité de courant superficiel par unité de longueur.

$$I_s = J_s \times 2e$$

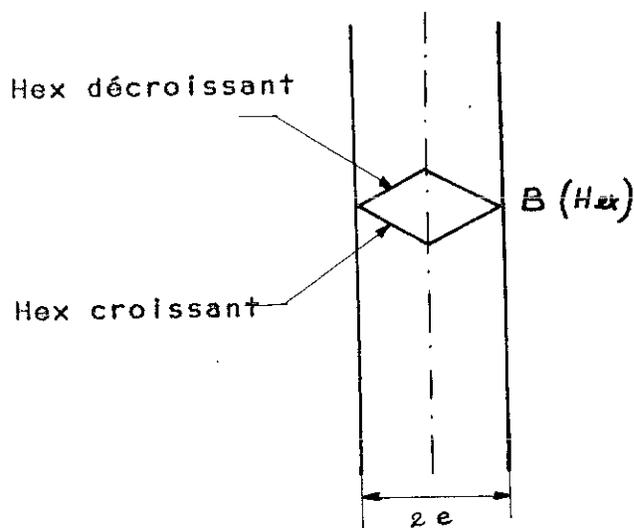
$$I_v = \frac{F z e l}{B \frac{\partial H(B)}{\partial B}}$$

(voir chapitre IV)

Pour connaître la relation entre la force d'ancrage F et l'irréversibilité en volume ΔM_v nous allons estimer ΔM_v au cours d'un cycle magnétique (32).

- Evaluation de la force d'ancrage en mesure d'aimantation

Dans le cas d'une plaque d'épaisseur $2e$ dont les surfaces sont parallèles au champ magnétique appliqué (figure 24) on peut écrire :



$$B = B(H_{ex}) + \varepsilon(\alpha)$$

d'autre part on a (28)

$$F = \frac{B}{4\pi} \frac{\partial H(B)}{\partial B} \frac{\partial B}{\partial \alpha}$$

Si l'irréversibilité n'est pas trop élevée, ce qui est le cas dans nos échantillons, on peut écrire :

$$F = \frac{B}{4\pi} \frac{\partial H}{\partial B} \frac{\partial \varepsilon}{\partial \alpha}$$

Fig. 24

donc

$$\frac{d\varepsilon}{d\alpha} = \frac{4\pi F}{B \frac{\partial H}{\partial B}}$$

B variant peu, F et $\frac{\partial H}{\partial B}$ peuvent être considérés comme constants, d'où :

$$\varepsilon = \frac{4\pi F}{B \frac{\partial H}{\partial B}} \times \alpha$$

$$\bar{\mathcal{E}} = \frac{4\pi F}{B \frac{\partial H}{\partial B}} \frac{e}{2}$$

$\bar{\mathcal{E}}$ étant la valeur moyenne de \mathcal{E} .

Comme les mesures d'aimantation sont faites en champ croissant puis décroissant, la différence des aimantations ΔM_v s'écrit donc :

$$4\pi \Delta M_v = \frac{4\pi F}{B \frac{\partial H}{\partial B}} e$$

De ces relations nous pouvons déduire les équations suivantes :

$$\Delta M = J_s + \frac{F \cdot e}{B \frac{\partial H}{\partial B}} = J_s + \frac{I_v}{2l}$$

$$I_T = J_s \times 2e + \frac{F \cdot 2e \cdot l}{B \frac{\partial H}{\partial B}} = J_s \times 2e + I_v$$

Soit pour les courants de surface et de volume:

$$I_v = \frac{I_T - \Delta M \times 2e}{1 - e/l} \quad \# \quad I_T - \Delta M \times 2e$$

$$I_s = \frac{(2\Delta M l - I_T) \cdot e}{l - e} \quad \# \quad 2e \Delta M$$

En examinant ces équations, on voit que tout se passe comme si l'irréversibilité totale était due principalement à l'irréversibilité de surface, ceci est confirmé expérimentalement : nous n'avons observé aucun flux gelé (à la précision près des manipulations) donc ΔM_v est très faible par rapport à ΔM_s , d'autant plus que dans ces mesures magnétiques, la largeur de nos échantillons est très petite par rapport aux surfaces parallèles au champ magnétique.

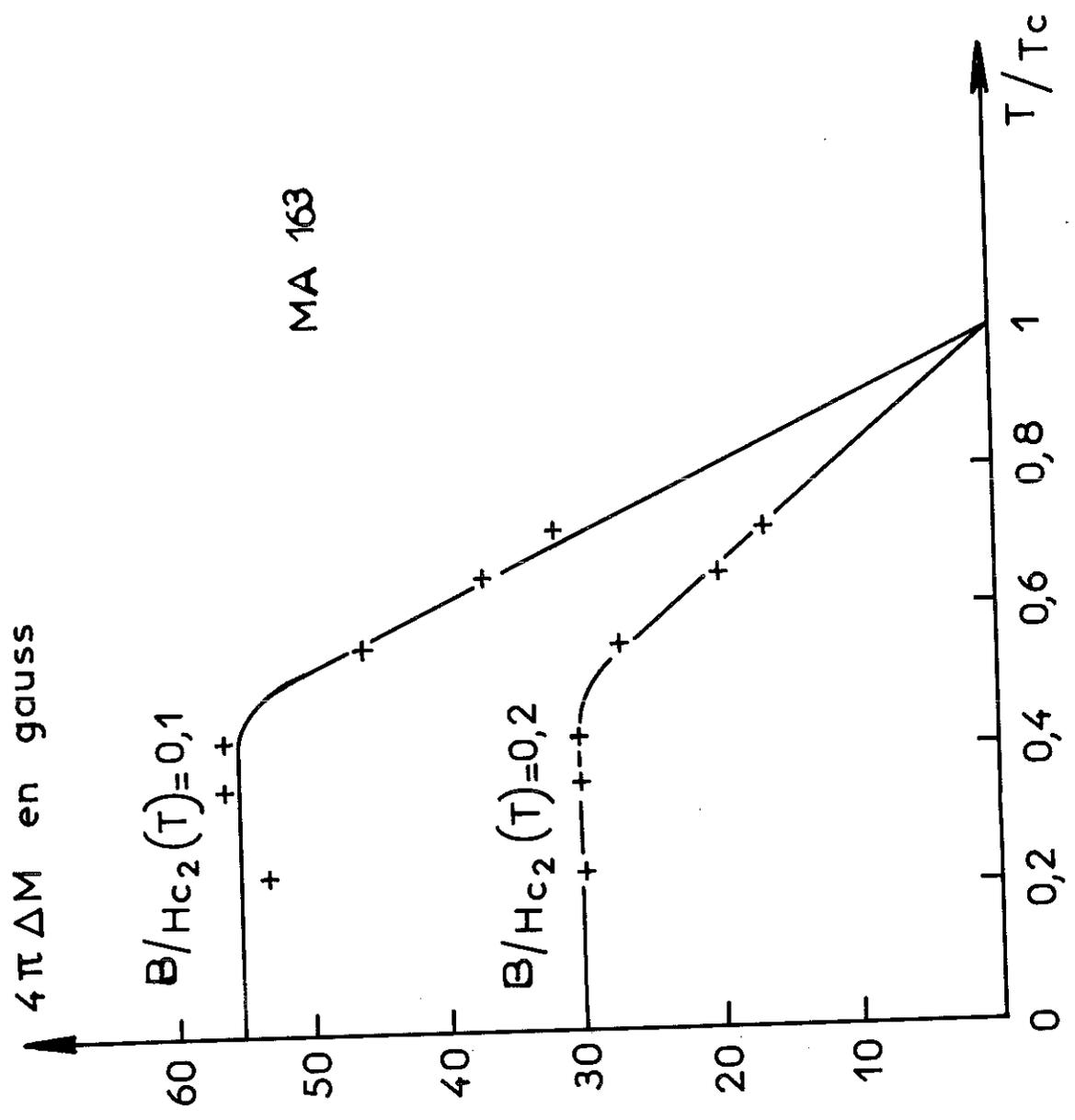
Pour calculer les courants de surface et les courants de volume à partir de ce modèle, nous avons cherché, pour un rapport de champ $\frac{H}{H_{c2}(T)}$ donné, la valeur $4\pi \Delta M$. Nous avons tracé sur la figure n°25 $4\pi \Delta M$ en fonction de la température réduite $\frac{T}{T_c}$ pour l'échantillon MA 163. Pour une température réduite $\frac{T}{T_c}$ inférieure à 0,5 $4\pi \Delta M$ est constant pour un rapport de champ donné. Nous avons admis que pour les autres échantillons $4\pi \Delta M$ variait de la même façon. Nous avons ainsi pu comparer au zéro absolu donc dans les mêmes conditions, les courants de surface et les courants de volume.

	I_T mA	I_s mA	I_v mA	I_s/I_T
MA 133	1100	300	800	27%
MA 132	320	100	220	45%
MA 123	190	150	40	79%
MA 163	150	100	50	67%

Tableau n°2

Le tableau n°2 donne les valeurs de I_s et I_v calculées à partir de nos résultats expérimentaux pour $\frac{H}{H_{c2}(T)} = 0.2$. Avec ce modèle, il semble que les courants de surface sont d'autant plus importants que k est élevé, ce qui est en accord avec l'hypothèse selon laquelle l'anomalie des courbes f/f_n est due aux courants de surface.

Ces conclusions sont en accord avec des études récentes. Bertman et al (33) par exemple ont montré qu'une



- Figure n° 25 -

partie fort importante de l'hystérésis magnétique d'un échantillon de Niobium peut être supprimée en le plaquant de plomb. Cette hystérésis de surface peut être rétablie en enlevant le plomb. D'autres études (34) ont montré la diminution du courant critique en plaquant les échantillons avec du cuivre.

Toutefois, nous ne pouvons pas tirer de ce modèle des valeurs quantitatives : en effet, nous devrions trouver avec les mesures d'aimantation un courant nul au champ magnétique $H_{c_2}(T)$ alors qu'il n'en est rien.

V.5. FORCE D'ANCRAGE -

Bien que les échantillons aient été recuits dans les mêmes conditions (température, pression résiduelle, temps) pour éliminer tous les défauts, nous ne pouvons pas affirmer que nos échantillons présentent des défauts identiques jouant le même rôle pour l'ancrage et l'écoulement des filaments de flux.

Néanmoins, nous avons comparé, pour les différents échantillons, les forces d'ancrage déduites des courants critiques.

Nous avons les relations :

$$J_T = A \left(\frac{H_{c_2}(T)}{H_{ex}} - \frac{1}{n} \right)$$

et
$$J_V = \frac{F}{B \frac{\partial H}{\partial B}}$$

d'autre part, nous avons $I_S = \Delta M \times 2e$, or si la température réduite T/T_C est inférieure à 0,5, ΔM ne varie qu'en fonction de $H/H_{c_2}(T)$ et reste fini quand le champ magnétique tend vers

zero d'où :

$$J_v = A \left(\frac{H_{c_2}(T)}{H_{ex}} - \frac{1}{n} \right) - \frac{\Delta M}{\ell}$$

et

$$F = A \frac{\partial H}{\partial B} H_{c_2}(T) - \left(\frac{A}{n} + \frac{\Delta M}{\ell} \right) \frac{\partial H}{\partial B} H_{ex}$$

la force d'ancrage est donc de la forme :

$$F = A \frac{\partial H}{\partial B} H_{c_2}(T) - f(H_{ex})$$

où $f(H_{ex})$ est une fonction positive qui dépend de H_{ex} et $H_{c_2}(T)$.

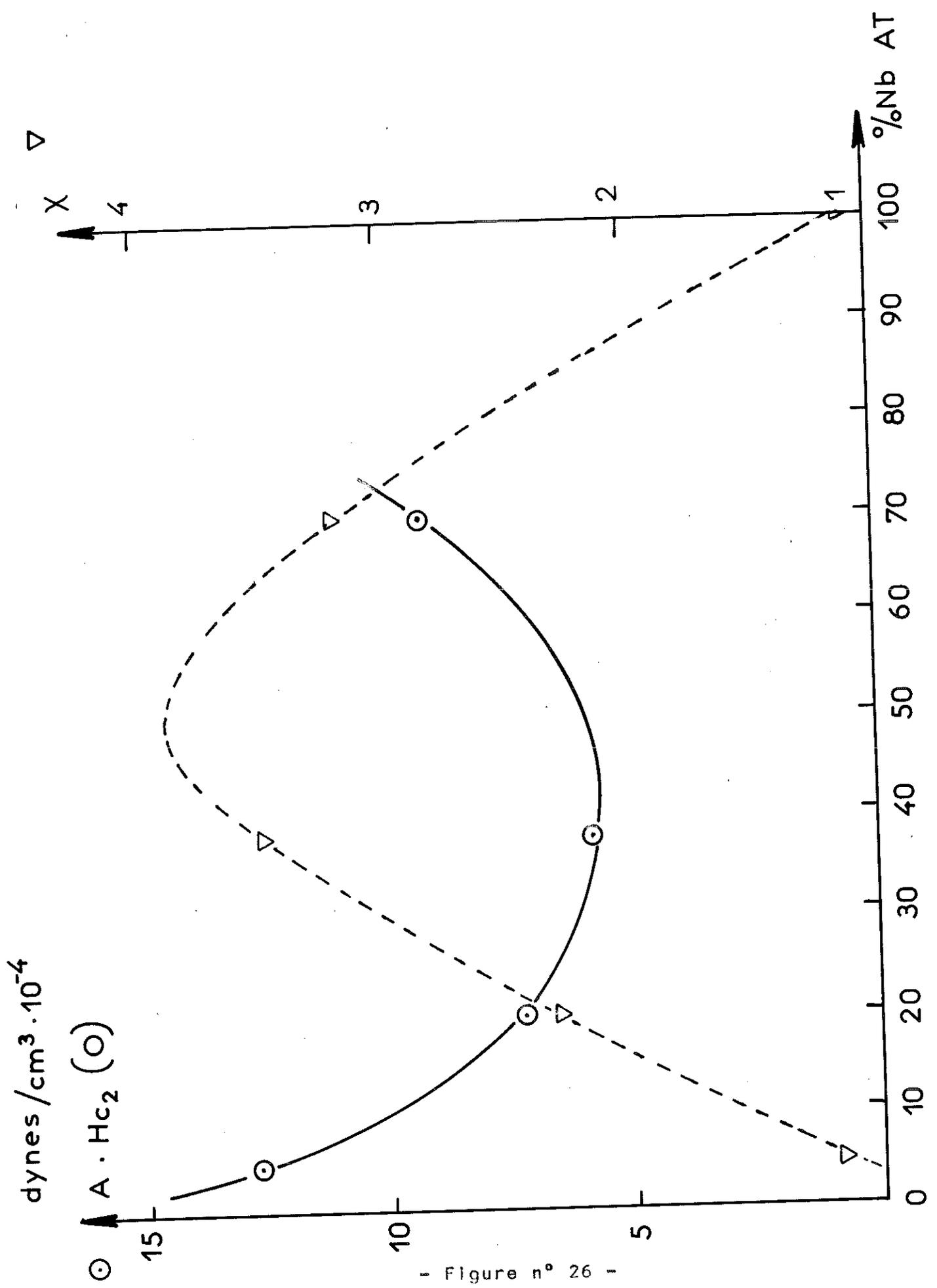
Comme un des paramètres principaux qui déterminent $H_{c_2}(T)$ est ξ^{-2} et que H_{ex} est proportionnel à d^{-2} , d étant la distance entre filaments, on peut dire que les forces d'ancrage dépendent très fortement de ces deux paramètres.

Pour déterminer l'ordre de grandeur de la force d'ancrage nous avons tracé sur la figure n°26 $A \times H_{c_2}(0)$ en fonction de la concentration en Niobium. Nous trouvons que la force d'ancrage est minimale pour k le plus élevé, c'est-à-dire pour la concentration voisine de 50 % 50 %.

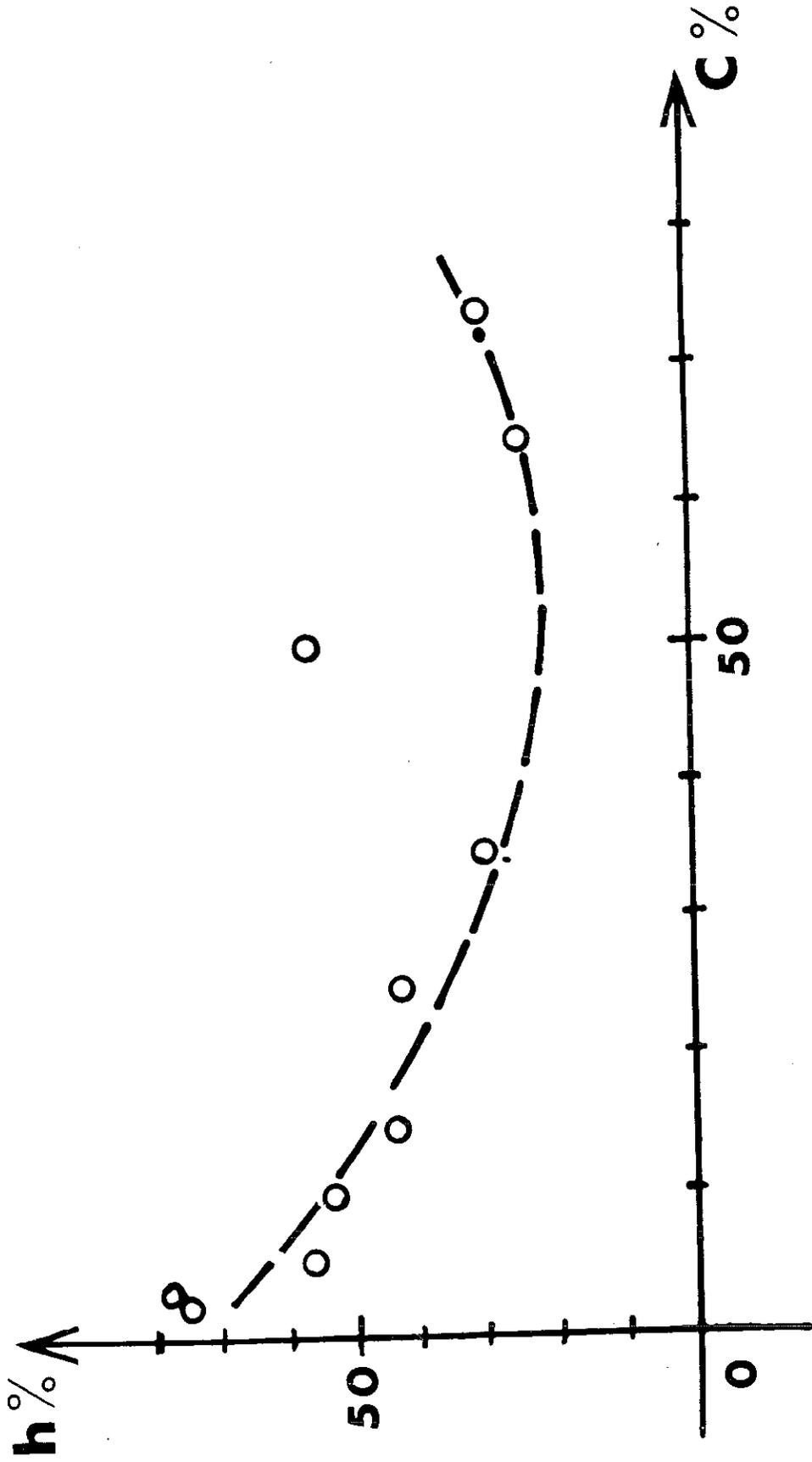
Ce résultat a aussi été constaté en mesure d'aimantation sur des alliages Plomb-Thallium par G. Bon Mardion (1,35); Voir figure n°27 où h % représente l'irréversibilité d'une courbe d'aimantation :

$$h\% = \frac{\int M_2(H) dH - \int M_1(H) dH}{\int M_0(H) dH}$$

Comme dans ces échantillons Plomb-Thallium, la surface extérieure est faible par rapport au volume total



- Figure n° 26 -



- Figure n° 27 -

(ce qui n'est pas le cas pour nos échantillons en mesure d'aimantation) l'irréversibilité magnétique est directement liée aux forces d'ancrages en volume. D'autre part $h\%$ est indépendant de la température, pour un échantillon donné.

Il est probable que les forces d'ancrage proviennent des fluctuations de concentration dans les alliages supraconducteurs⁽⁸⁾. Ces fluctuations peuvent être faibles mais conduisent à des forces d'ancrage d'autant plus fortes que les paramètres du supraconducteur varient fortement en fonction de la concentration. Ceci expliquerait le minimum de la force d'ancrage pour les concentrations voisines de 50% 50%, c'est-à-dire pour k le plus élevé. Il semble aussi normal que la distance entre filaments joue un rôle important dans l'efficacité de ce défaut qui produit la force d'ancrage : à champ magnétique faible, les filaments sont très éloignés les uns des autres, et ils peuvent se placer en des points où leur énergie propre est minimale, par contre à champ magnétique fort, l'interaction entre filaments est très forte, ceux-ci ne peuvent plus se placer de telle manière que leur énergie propre dans le réseau, soit minimale. La force d'ancrage due aux fluctuations de concentration est modifiée.

C H A P I T R E VI

COMPORTEMENT MAGNETIQUE

Nous devons mesurer l'aimantation de nos alliages aux différentes températures pour déterminer principalement le champ critique supérieur $H_{c2}(T)$ et, en extrapolant la courbe $H_{c2}(T)$ à $0^{\circ}K$, connaître $H_{c2}(0)$.

VI.1. APPAREILLAGE EXPERIMENTAL -- Réalisation

Nous nous sommes servis du montage cryogénique, réalisé par G. Bon Mardion (35).

Nos échantillons ayant des dimensions géométriques très petites, la masse de supraconducteur était très petite, et les déviations obtenues au galvanomètre balistique étaient beaucoup trop faibles. Nous avons donc employé la méthode mise au point par J.R. Keyston. Nous avons amplifié la tension obtenue aux bornes de la bobine de mesure, au cours d'une extraction, puis nous l'avons enregistrée.

La tension induite est proportionnelle à la variation de flux, donc à la valeur de l'aimantation de l'échantillon, et à la vitesse d'extraction. Le système d'extraction automatique de ce montage permet d'extraire l'échantillon à une vitesse reproductible d'une mesure à l'autre pendant une série de mesures. Nous nous sommes servis d'un amplificateur Sefram "Amplispot" et d'un enregistreur Graphispot.

- Bruit de fond

Ce dispositif de mesure est très sensible et bien que l'Amplispot ait une bande passante faible, toute variation de flux, même rapide perturbait les mesures. Une des sources principales de bruit de fond du système de mesure provenait des vibrations de la bobine de détection dans le champ magnétique appliqué. Nous avons fixé le plus rigidement possible la bobine de mesure au cryostat. Nous avons aussi fixé mécaniquement le système d'extraction à la tête de vase.

Pendant l'extraction, le niveau d'hélium variant légèrement, des tensions d'origine thermoélectrique et d'effet Peltier étaient détectées.

- Mesures et corrections

Nous avons utilisé un porte-échantillon en plexiglass pour éviter les courants de Foucault créés dans les pièces métalliques. L'aimantation due au porte-échantillon n'était pas détectable compte tenu du bruit de fond de notre appareillage. Nous l'avons donc négligée.

Nous avons appliqué le champ magnétique parallèlement aux surfaces des échantillons. Le supraconducteur MA 134 était de première espèce. Nous avons donc pu déduire des mesures d'aimantation, le coefficient démagnétisant D de cet échantillon.

$$D = \frac{1,5}{100}$$

Nous avons admis que le coefficient démagnétisant avait la même valeur pour les autres échantillons, car les supraconducteurs étant de la deuxième espèce, une détermination directe de D n'était pas possible.

VI.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX -

Les résultats sont rassemblés dans le tableau n° 3.

- Réversibilité

La figure n° 28 montre une des courbes d'aimantation de l'alliage MA 163. Le comportement magnétique de ce supraconducteur est presque parfaitement réversible. Nous avons défini la réversibilité d'un supraconducteur par le rapport de l'aire aller sur l'aire retour des courbes d'aimantation au cours d'un cycle. En planimétrant les courbes d'aimantation, les réversibilités varient, suivant les échantillons, de 72 % à 83 % (tableau n° 3). D'autre part, à la précision près de nos mesures, nous n'avons pas mesuré de flux gelé en champ magnétique nul comme nous l'avons déjà signalé.

Nous pouvons donc considérer que nos échantillons ont un comportement magnétique très réversible.

- Champ critique thermodynamique

A partir des mesures des aires des cycles aller et retour des courbes d'aimantation, nous pouvons définir, pour une température donnée, deux valeurs du champ critique thermodynamique $H_c(T)$.

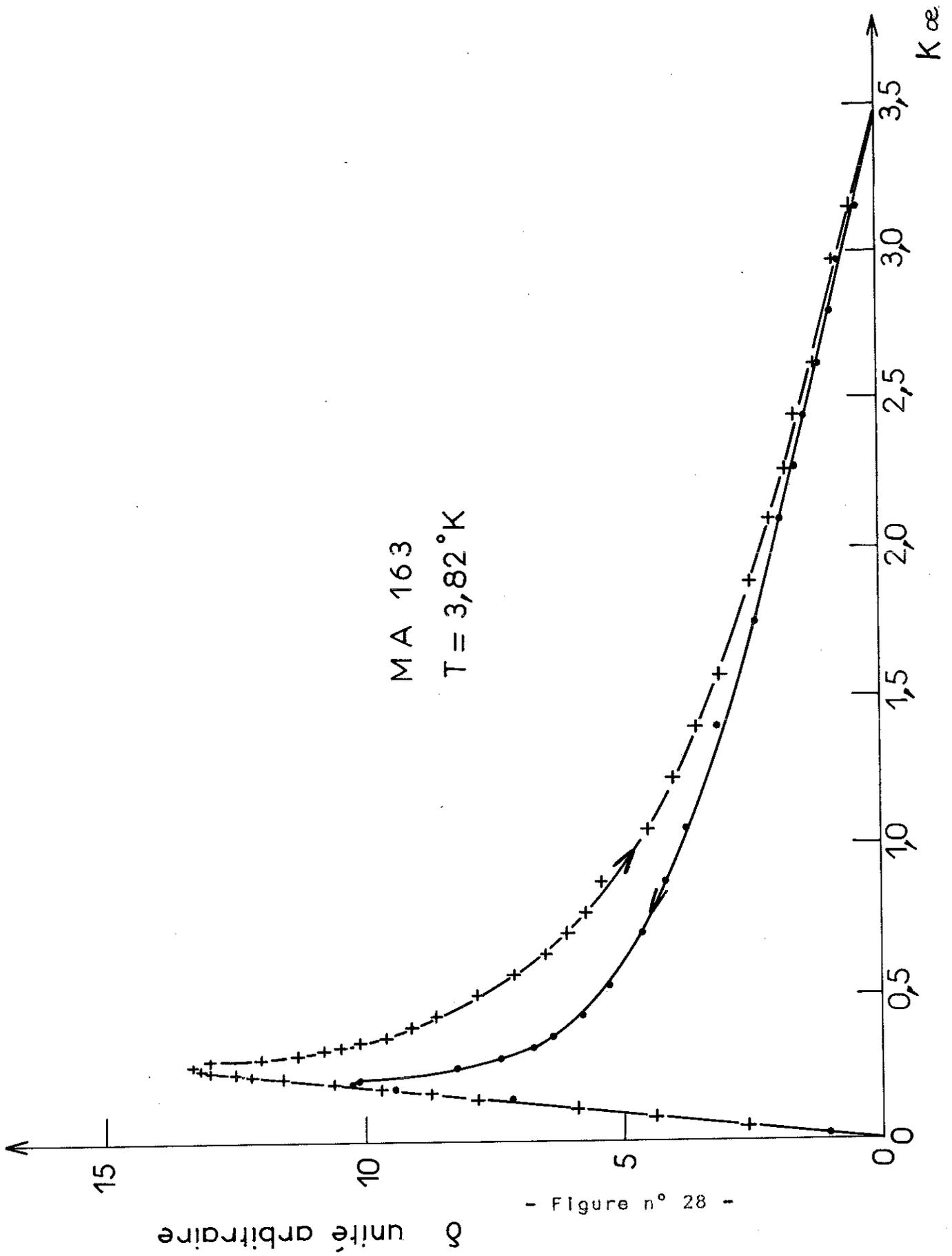
Nous avons en effet :

$$\frac{H_c^2(T)_{max}}{8\pi} = - \int_0^{H_{c2}(T)} M_{aller}(H_{ex}) dH_{ex}$$

et

$$\frac{H_c^2(T)_{min}}{8\pi} = - \int_0^{H_{c2}(T)} M_{retour}(H_{ex}) dH_{ex}$$

La valeur réelle de $\frac{H_c^2(T)}{8\pi}$ est comprise entre ces deux valeurs limites ; nous avons donc pris comme valeur



- Figure n° 28 -

TABLEAU n° 3

	Pourcentage atomique en Niobium mesuré par activation	Hc(O) moyen en Oe	Hc ₂ (O) en Oe	Tc °K	Réversibilité Aire retour / Aire Aller
MA 134	0,8 %	867 ± 9	/	4,49 ± 0,02	# 100 %
MA 133	5,32 %	877 ± 9	1 895 ± 20	4,56 ± 0,02	77 %
MA 132	19,40 %	906 ± 9	4 000 ± 40	4,84 ± 0,02	73 %
MA 163	37,80 %	1 117 ± 12	7 200 ± 140	5,86 ± 0,04	83 %
MA 123	66,88 %	1 450 ± 15	8 735 ± 90	7,06 ± 0,02	72 %

du champ critique thermodynamique $H_c(T)$ la moyenne des deux :

$$H_{c \text{ moyen}}(T) = \frac{H_{c \text{ max}}(T) + H_{c \text{ min}}(T)}{2}$$

et comme incertitude absolue

$$\Delta H_c(T) = \frac{H_{c \text{ max}}(T) - H_{c \text{ min}}(T)}{2}$$

A cette incertitude, nous devons ajouter celle due aux erreurs de mesure et de planimétrie qui est de 1 %. Nous avons pu définir $H_c(T)$ avec une incertitude totale de 8,5 % à 4,5 % suivant les échantillons.

En portant $H_c(T)$ en fonction de la température élevée au carré, nous avons déterminé $H_c(0)$ en extrapolant la droite représentative de H_c à 0°K.

Remarques

1) l'incertitude sur H_c est trop forte pour que l'on puisse vérifier l'écart à la loi de variation parabolique de H_c en fonction de T^2 .

2) en extrapolant $H_c(T)$ vers zéro, nous pouvons déterminer la température critique. Cette valeur est déterminée avec peu de précision sauf dans le cas de l'échantillon MA 134 dont la température critique est très proche de 4,2°K.

3) nous avons vérifié sur un échantillon seulement, que le rapport $\frac{H_{c \text{ max}}}{H_{c \text{ min}}}$ restait constant quelle que soit la température. Nous avons admis que ce rapport restait constant pour les autres échantillons.

- Champ critique supérieur $H_{c2}(T)$

Nous n'avons pas pu trouver expérimentalement la valeur exacte du champ critique supérieur $H_{c2}(T)$ en cherchant le champ magnétique pour lequel l'aimantation s'annule. En effet, le bruit de fond augmentait avec le champ magnétique extérieur appliqué ; par contre, l'aimantation, donc la tension mesurée, diminuait. Nous avons obtenu $H_{c2}(T)$ en extrapolant linéairement la courbe d'aimantation aller et la courbe retour au voisinage de $H_{c2}(T)$. Dans les cas les plus défavorables, nous avons eu une incertitude maximale de 1 %.

Nous avons utilisé deux méthodes pour déterminer $H_{c2}(0)$.

- Si la température critique d'un alliage n'est pas connue, on trace en échelle log-log H_{c2} en fonction de T . On ajuste ensuite une loi théorique donnée $h_2(t) = \frac{H_{c2}(T)}{H_{c2}(0)}$ avec les points expérimentaux, t représentant la température réduite $\frac{T}{T_c}$. On peut déterminer ainsi d'une part $H_{c2}(0)$ et d'autre part, la température critique T_c . Nous avons employé cette méthode pour l'alliage MA 163. Nous avons estimé l'incertitude à 2 % pour $H_{c2}(0)$ et à $4/100^\circ K$ pour la température critique.

- Si on connaît la température critique, on calcule pour chaque valeur de $H_{c2}(T)$ $\frac{H_{c2}(t)}{h_2(t)} = H_{c2}(0,t)$. Si la loi théorique $H_2(t)$ est exacte pour le supraconducteur considéré, $H_{c2}(0,t)$ est constant pour toute température t . S'il y a un écart à la loi théorique, $H_{c2}(0,t)$ tend vers une valeur limite $H_{c2}(0,0)$ que l'on prend pour $H_{c2}(0)$, $H_{c2}(0)$ est déterminé par cette méthode avec plus de précision, nous l'estimons à 1 %.

Nous avons utilisé cette méthode pour les alliages MA 123, MA 133, MA 132.

Pour dépouiller nos résultats, nous avons utilisé la loi théorique $h_2(t)$ de Maki ⁽³⁶⁾ calculée par Goodman ⁽³⁷⁾. Cette courbe théorique a été calculée dans le cas des couplages faibles ($l \ll \xi_0$).

A partir des valeurs de $H_{c_2}(0)$ déterminées par l'une des deux méthodes, nous avons calculé et tracé (fig. 29)

$h_2(t) = \frac{H_{c_2}(T)}{H_{c_2}(0)}$. Nous obtenons un très bon accord avec la courbe théorique de Maki.

Remarque

En déterminant $H_{c_2}(0)$ avec une autre loi théorique $h'_2(t)$ la valeur $H_{c_2}(0, t)$ tend pratiquement vers la même limite lorsque t tend vers 0.

VI.3. DETERMINATION DE $K_1(t)$ et $K_2(t)$

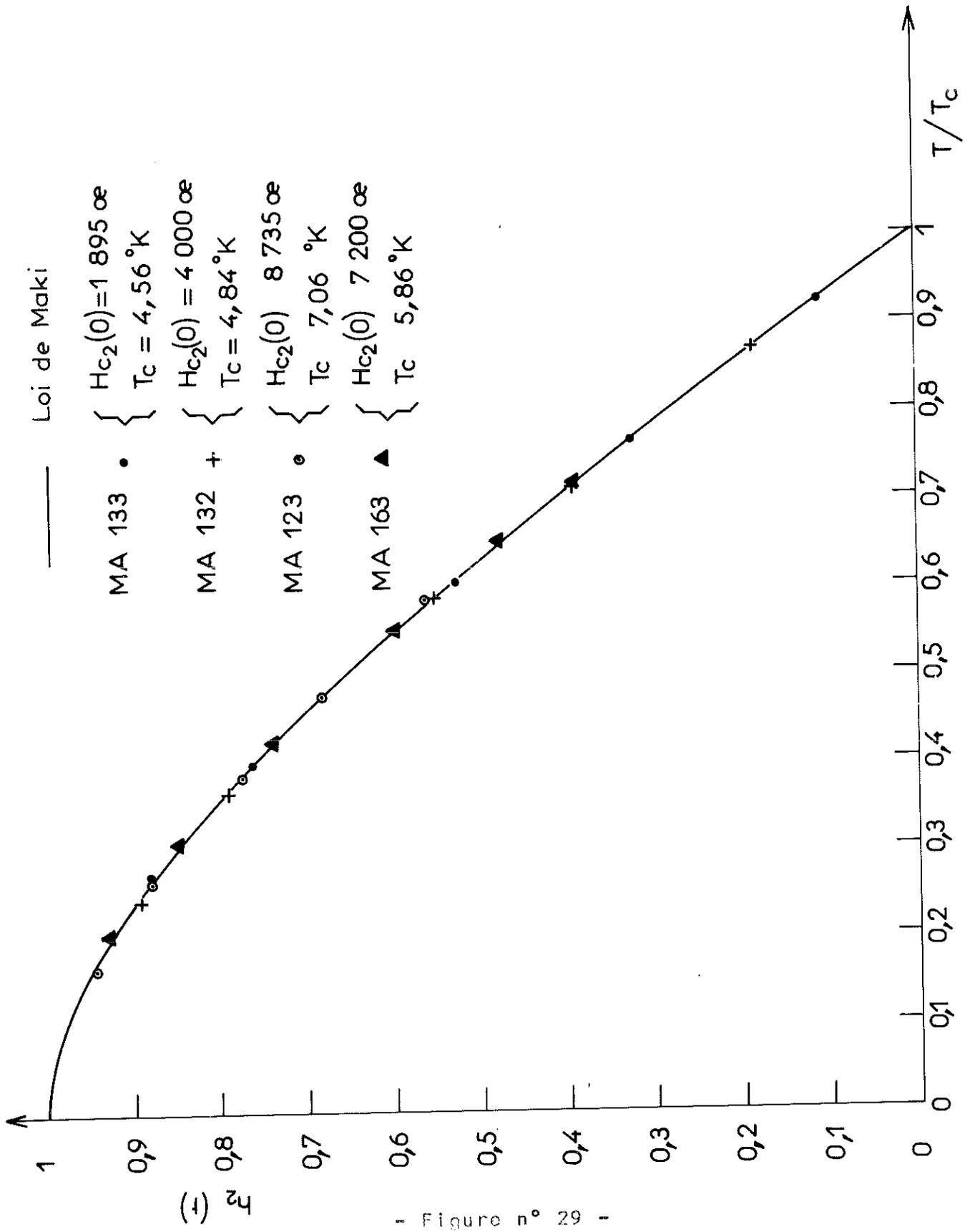
Le paramètre K peut être déterminé de différentes façons, lorsqu'on généralise à toutes les températures les équations de Ginsburg - Landau (1, 38)

$$1) \quad K_1(t) = \frac{H_{c_2}(t)}{\sqrt{2} H_c(t)}$$

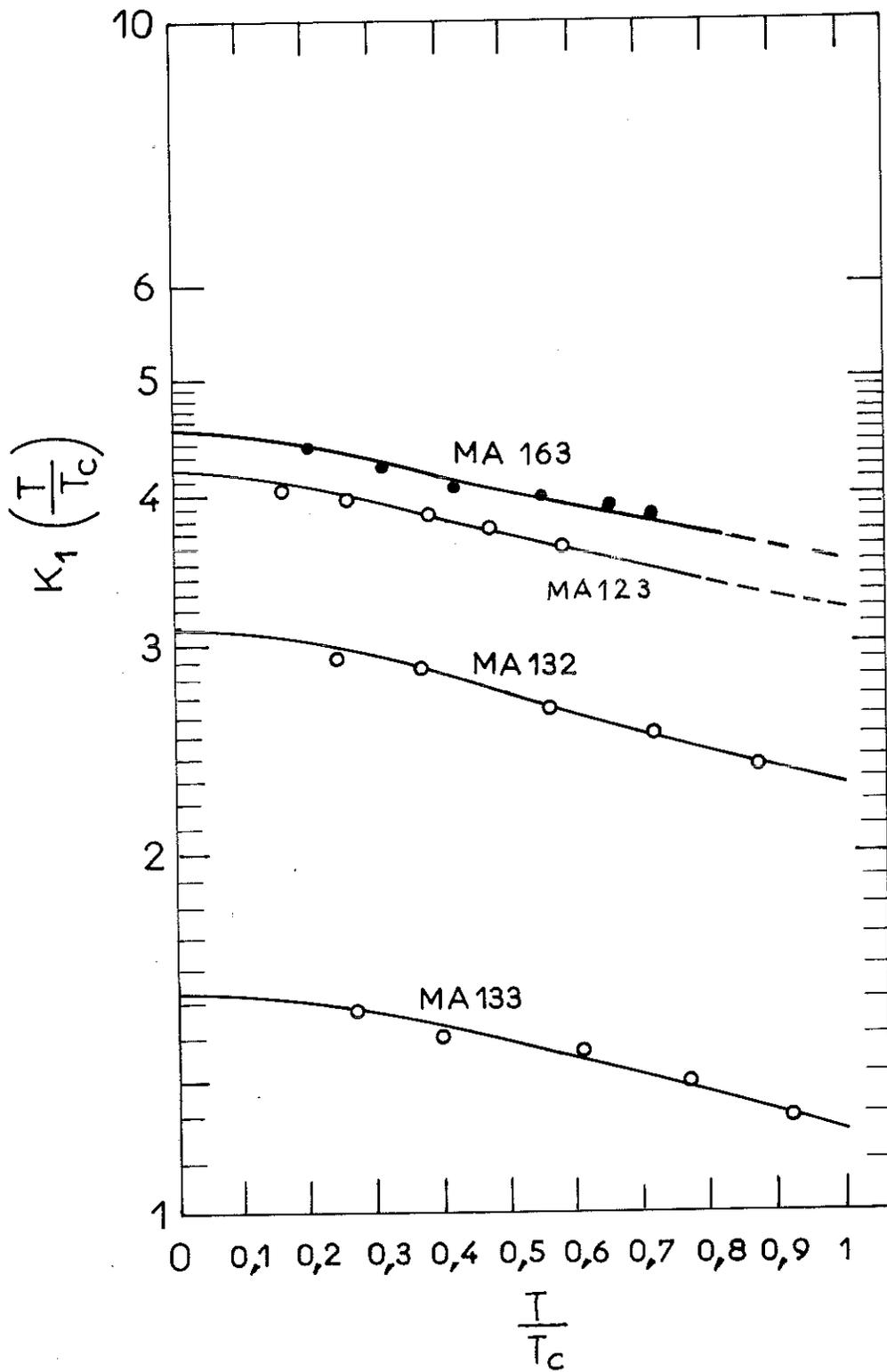
$$2) \quad \left(\frac{dM}{dH} \right)_{H_{c_2}} = \frac{1}{4\pi\beta [2K^2(t) - 1]}$$

$$3) \quad \frac{H_{c_1}(t)}{H_c(t)} = \frac{\ln K_3(t)}{\sqrt{2} K_3(t)}$$

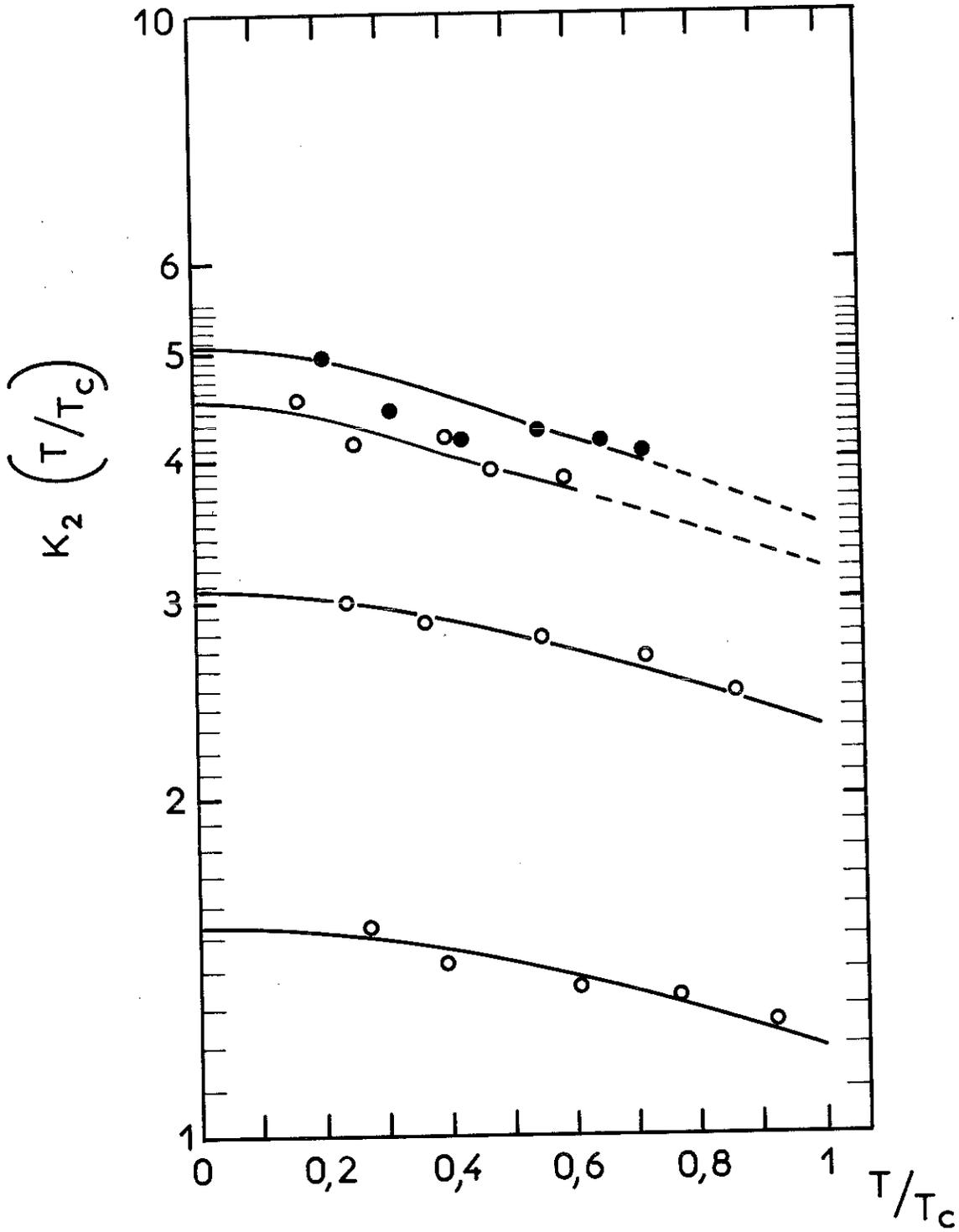
La valeur $K_3(t)$ ainsi déterminé à partir de H_{c_1} n'est valable que pour les valeurs très élevées de K , $K \gg 1$; ce qui n'est pas le cas pour nos alliages. D'autre part, la



- Figure n° 29 -



- Figure n° 30 -



- Figure n° 31 -

détermination expérimentale exacte de H_{c1} , est incertaine si on n'a pas à faire à des supraconducteurs parfaitement réversibles. Nous nous sommes donc intéressés uniquement aux paramètres \mathcal{K}_1 et \mathcal{K}_2 .

- Détermination de $\mathcal{K}_1(t)$

A partir des valeurs trouvées pour $H_c(T)$, nous pouvons définir deux valeurs $\mathcal{K}_1(t)$ une valeur maximale et une valeur minimale correspondant à $H_{c \max}$ et $H_{c \min}$. Nous avons reporté sur la figure n° 30 $\mathcal{K}_1(t)_{\text{moyen}} = \frac{H_{c2}(t)}{\sqrt{2} H_{c(t)}_{\text{moyen}}}$

Pour extrapoler les valeurs de $\mathcal{K}_1(t)$ lorsque la température réduite t tend vers 0, nous avons calculé $\mathcal{K}_1(0)$ à partir des valeurs trouvées pour $H_{c2}(0)$ et $H_c(0)$. Lorsque t tend vers 1, il est possible d'extrapoler \mathcal{K}_1 pour les alliages dont la température critique est voisine de 4,2°K (MA 133, MA 132) cette température limitant les mesures d'aimantation dans l'appareillage employé. Pour les autres échantillons MA 123, MA 163, nous avons admis que $\mathcal{K}_1(0)/\mathcal{K}_1(1)$ suivait la même loi que les deux autres échantillons. Nous en avons déduit $\mathcal{K}(1)$.

Nous trouvons pour les deux échantillons à \mathcal{K} faible que le rapport $\mathcal{K}_1(0)/\mathcal{K}_1(1)$ est égal à 1,3. Cette valeur est supérieure à celle calculée par Maki ($\frac{\mathcal{K}_1(0)}{\mathcal{K}_1(1)} = 1,2$)

- Détermination de $\mathcal{K}_2(t)$ (fig. 31)

Des courbes d'aimantation, nous avons relevé la pente $(\frac{dM}{dH})_{H_{c2}}$, puis nous avons calculé \mathcal{K}_2 à partir de ces valeurs. Pour certains échantillons, cette pente n'était pas la même pour les mesures d'aimantation faites en champ magnétique croissant et décroissant. Nous avons pris alors la valeur moyenne de la pente pour calculer $\mathcal{K}_2(t)$.

Pour les échantillons MA 132 et MA 133 $\chi_1(t)$ et $\chi_2(t)$ sont identiques à la précision des résultats près. Par contre, pour les deux autres échantillons (MA 123 et MA 163) il semble que le rapport $\chi_2^{(1)}/\chi_2^{(0)}$ soit supérieur à 1,3. Ces résultats expérimentaux sont en contradiction avec la théorie de Maki.

C O N C L U S I O N

Cette étude sur l'écoulement des filaments de flux dans les alliages supraconducteurs Niobium-Tantale a permis de confirmer et de préciser certains points :

1) le rapport de la résistivité dynamique sur la résistivité à l'état normal ρ_d/ρ_N ne dépend que de la température réduite $\frac{T}{T_C}$ et du rapport des champs magnétiques $\frac{H}{H_{c2}(0)}$. Ce rapport est indépendant du supraconducteur étudié à quelques pourcents près. Nous avons attribué les légères différences aux courants de surface.

La pente initiale des courbes représentatives de ρ_d/ρ_N tracées en fonction de $\frac{H}{H_{c2}(0)}$ est égale à 1 pour les températures réduites $\frac{T}{T_C}$ inférieures à 0,70.

2) Les densités de courants critiques dépendent par contre du supraconducteur étudié. Nous avons mis en évidence pour nos échantillons la forte décroissance du courant en fonction du paramètre de Ginsburg-Landau K . Nous avons donné une loi empirique de la forme :

$$J_c = A \left(\frac{H_{c2}(T)}{H} - \frac{1}{n} \right)$$

En comparant les courants critiques mesurés à ceux déduits de l'hystérésis magnétique nous avons pu les séparer par un modèle simple, en courants de surface et courants de volume. Le rapport du courant de surface au courant total est d'autant plus important que K est plus élevé.

Nous avons aussi déterminé, à partir des courants critiques, la force d'ancrage moyenne. Cette force est fonction du champ magnétique appliqué. Il semble qu'elle soit liée à des fluctuations de concentration.

3) L'étude du comportement magnétique nous a permis de montrer que les alliages supraconducteurs Niobium-Tantale suivent bien la loi de Maki pour $H_{c2}(T)$; par contre K_1 et K_2 sont en contradiction avec cette théorie.

- B I B L I O G R A P H I E -

I - ARTICLES OU OUVRAGES GENERAUX :

- P.G. DE GENNES - Superconductivity of Metals and Alloys.
W.A. Benjamin Inc. Publishers (1966)
- B.B. GOODMAN - Reports on Progress in Physics - Vol. XXIX
Part II p 445 (1966)
- G. BON MARDION, B.B. GOODMAN and A. LACAZE - J. Phys. Chem.
Solids (1965) Vol. 26 p II43
- 2 - A-A. ABRIKOSOV - J. Exptl - Theoret. Phys. 32 (1957) I442
B.B. GOODMAN - I.B.M. J. Research. Develop. 6 (1962) 63.
- 3 - C. CAROLI, P.G. DE GENNES and J. MATRICON - Phys. Letters
9, 307 (1964)
- 4 - A.B. PIPPARD - Proc. Roy. Soc. London, A 203 (1950) I064
- 5 - A.B. PIPPARD - Rep. Progr. 23, I8I-93 (1960) (London
Physical Society).
- 6 - J. MATRICON - Phys. Letters, 1964 - 9, p 289
- 7 - D. GRIBIER, B. JACROT, L. MADHAV RAO and B. FARNOUX,
Phys. Letters 9, I06, 1964.
- 8 - ANDERSON P.W. 1962 - Phys. Rev. Letters, 9, 309
- 9 - B.B. GOODMAN ET J. MATRICON - 1966, J. Phys., France
- 10 - R.H. ROMER - Phys. Letters, I7, 223 (1965)
- II - KIM Y.B. HEMPSTEAD C.F. and STRNAD A.R. 1963 -
Phys. Rev. I3I, 2486

- I2 - KUHN G. C.R. Acad. Sci. (Paris) 255 2923 (1962)
- I3 - M.R. WERTHEIMER (1967) Thèse Dr. es Sciences -
Université de Grenoble.
- I4 - VALLIER J.C. 1965 - Phys. Letters, 19, 83
- I5 - ANDERSON P.W., KIM Y.B. 1964 - Rev. Mod. Phys. 36, 39
- I6 - M. TIMKHAM, Phys. Rev. Letters 13, 804 (1964)
- I7 - J. VOLGER, F.A. STAAS, A.G. VAN VIJFEIJKEN,
Phys. Letters, 9, 303 (1964)
- I8 - N.J. STEPHAN and J. BARDEEN - Phys. Rev. Letters, 14 II2 (1965)
- I9 - A.K. NIESSEN and F.A. STAAS - Phys. Letters 15, 26 (1965)
- 20 - HANSEN, M. Constitution of Binary Alloys Mc. GRAW-HILL.
- 21 - HEATON, J.W. and ROSE-INNES (1964) - Cryogenics, 4 85
- 22 - R.P. ELIOTT, Constitution of binary alloys Mc GRAW-HILL.
- 23 - E. GEBHARDT, E. FROMIN, D. JACOB, Z. Metallkole,
55, 8, (1964), 423 - 431
- 24 - E. GEBHARDT, H.D. SEGHEZZI, E. FROMIN, Z. Metallkole,
52, 7 (1961) 464-476
- 25 - D. BROCHIER, Thèses Université de Grenoble, à paraître.
- 26 - CALVERLEY A. and ROSE INNES A.C., Proc. Roy. Soc.
A 225, 267 (1960)
- 27 - B. BONIN, Thèses Université de Grenoble, 1965.
- 28 - J. FRIEDEL, P.G. DE GENNES, J. MATRICON, Applied. Phys.
Letters, Vol. 2 n°6, 1963.
- 29 - A.R. STRNAD, C.F. HEMPSTEAD and Y.B. KIM - Phys. Rev. Letters,
Vol. 13 n°26, 1964.
- 30 - KIM Y.B., HEMPSTEAD C.F., and STRNAD A.R., 1965
Phys. Rev. 139, A. II63.
- 31 - D. SAINT-JAMES, P.G. DE GENNES, Phys. Letters, 7 306, 1963
G. BON MARDION, B.B. GOODMAN, A. LACAZE, Phys. Letters,
8, 15 (1964)

- 32 - D. BROCHIER - P. CARDINNE, M. RENARD, à paraître.
- 33 - BERTMAN B, SCHWEITZER, D.G., LIPSCHULTZ, F.P.
Phys. Letters, 21, 260 (1966)
- 34 - SWARTZ, P.S. HART, H.R. Jr et FLERSCHER,
Appl. Phys. Letter, 4, 71 (1964)
A.R. STRNAD, C.F. HEMPSTEAD, and Y.B. KIM -
Physical Review Letters, Vol. 13 n°26 (1964)
- 35 - G. BON MARDION - Thèses Université de Grenoble, 1964.
- 36 - MAKI, K. Physics (1964) I - 2I.
- 37 - B.B. GOODMAN - Communication privée.
- 38 - GINSBURG, V.L. et LANDAU, L.D. Zh, EKSPERI, i Teor. Fiz.
(U.S.S.R.) 20, 1064 (1950).

VU

Grenoble, le

Le Président de la thèse

VU

Grenoble, le

Le Doyen de la Faculté des Sciences

VU, et permis d'imprimer,

Le Recteur de l'Académie de Grenoble