

THESE

présentée par

Stéphane SANFILIPPO

Pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER GRENOBLE I

(arrêtés ministériels du 5/07/1984 et du 30/03/1992)

(SPECIALITE PHYSIQUE)

***EFFET DES PLANS DE MACLES SUR LES
PROPRIETES PHYSIQUES DU
SUPRACONDUCTEUR $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.***

*Etude sur des échantillons massifs
texturés monodomains .*

Soutenue le 10 décembre 1997 devant la commission d'examen :

COMPOSITION DU JURY :

G. CHOUTEAU :	Président
B. RAVEAU :	Rapporteur
O. FISCHER :	Rapporteur
H. RAFFY :	Examinatrice
R. GRIESSEN :	Examineur
P. MONOD :	Examineur
A. SULPICE :	Examineur

THESE PREPAREE AU LABORATOIRE EPM-MATFORMAG

25 Av. des Martyrs- CNRS Grenoble.

J'adresse tous mes remerciements à :

Monsieur R. TOURNIER pour son accueil au laboratoire EPM-MatForMag du CNRS Grenoble et pour son soutien permanent pendant ces trois ans. Il m'a donné les moyens de réaliser cette étude dans d'excellentes conditions de travail.

Monsieur A. Sulpice mon directeur de thèse, pour sa compétence, son professionnalisme, son encadrement très efficace, sa grande disponibilité et pour la confiance qu'il m'a accordée lors de ces trois années. Pour m'avoir enseigné une certaine idée du métier de chercheur, je lui en serais toujours reconnaissant.

Monsieur le Professeur G. CHOUTEAU qui m'a fait l'honneur d'être le président de mon jury de thèse,

Monsieur le Professeur O. FISCHER et Monsieur le Professeur B. RAVEAU qui m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de cette thèse,

Madame H. RAFFY, Monsieur le professeur R. GRIESSEN et Monsieur P. MONOD qui m'ont fait l'honneur de faire partie du jury de thèse.

Le travail présenté dans ce mémoire est le fruit d'une collaboration avec de nombreux chercheurs travaillant dans plusieurs laboratoires. Je tiens tout particulièrement à remercier :

Messieurs P. GAUTIER-PICARD, X. CHAUD, E. BEAUGNON de EPM - MatForMag., qui ont élaboré et ont fourni de nombreux échantillons de qualité. Sans leurs concours, les résultats présentés dans ce travail n'auraient pas pu voir le jour,

Monsieur D. BOURGAULT de EPM - MatForMag. qui m'a encadré lors des mesures de courants critiques de transport. Sa compétence et son expérience dans ce domaine ont été décisives dans l'obtention des résultats présentés au chapitre III,

Madame C. VILLARD de EPM-MatForMag. et Monsieur D. FEINBERG du LEPES (CNRS - Grenoble) pour les discussions très enrichissantes concernant la physique des vortex et l'aide qu'ils m'ont apportée concernant les résultats présentés au chapitre III,

Monsieur O. LABORDE du CRTBT (CNRS - Grenoble) avec qui j'ai travaillé pour réaliser dans son appareil, des mesures de résistivité avec un porte échantillon tournant. Sa participation et son aide ont été déterminantes pour les mesures et les interprétations présentées au chapitre V,

Madame P. AMIOT et Monsieur Th. FOURNIER du CRTBT (CNRS Grenoble) pour leurs caractérisations microstructurales au MEB et au TEM,

Messieurs Ch. SIMON, G. POUILLAIN du laboratoire CRISMAT de CAEN et Madame A. BRÛLET du laboratoire L. BRILLOUIN (CEA-CNRS SACLAY) pour m'avoir donné la possibilité d'utiliser la diffusion de neutrons et de m'avoir encadré lors de mesures,

Monsieur P. GERMI du laboratoire de cristallographie du CNRS Grenoble qui pendant ces trois ans a caractérisé les échantillons utilisés par des figures de pôles,

Enfin je remercie Madame M. D. BERNARDINI de EPM - MatForMag. pour m'avoir aidé à régler beaucoup de problèmes administratifs et avoir amélioré la présentation du mémoire.

**Ce mémoire est dédié à ma famille :
à mes grands parents, à ma maman,
à mon papa et à mon frère Gilles.**

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	9
CHAPITRE I	
<u>Généralités sur le supraconducteur $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, le piégeage des vortex et les plans de macles.</u>	15
A. Structure cristallographique d' $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.	
1 - <i>Structure cristallographique d' $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.</i>	19
2 - <i>Evolution de la structure et de la supraconductivité en fonction du taux d'oxygène</i>	19
3 - <i>Description par un modèle en couches</i>	21
B. De faibles longueurs de cohérence.	
1 - <i>Taille de ξ_0 et ses conséquences</i>	22
2 - <i>Des supraconducteurs hétérogènes</i>	23
3 - <i>Ancrage et piégeage intrinsèque</i>	25
4 - <i>Petit volume de cohérence</i>	27
C. L'aspect quasi bi - dimensionnel.	
1 - <i>Anisotropie des propriétés supraconductrices. Modèle de Ginzburg-Landau anisotrope</i>	28
2 - <i>Modulation du paramètre d'ordre, modèle de Lawrence-Doniach</i>	30
3 - <i>Influence de la structure lamellaire sur le réseau de vortex</i>	32
4 - <i>Prise en compte des effets de surface, champs H_{c3}</i>	36
D. Effet des fluctuations thermiques.	
1 - <i>Définition</i>	37
2 - <i>Fusion du réseau de vortex , liquide de vortex</i>	38
2 - <i>Verres de vortex</i>	41
3 - <i>Diagramme de phases $H(T)$</i>	43
E. Rappels sur le piégeage des vortex dans les composés texturés	
1 - <i>Divers types de piégeage</i>	43
2 - <i>Les différents centres de piégeage dans le composé $YBaCuO$ texturé autres que les plans de macles</i>	46
F. Les plans de macles dans le supraconducteur $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.	
1 - <i>Définition, formation</i>	51
2 - <i>Structure des plans de macles</i>	53
3 - <i>Présentation de l'effet des plans de macles sur les propriétés physiques d'$YBaCuO$</i>	57

CHAPITRE II

Echantillons et méthodes expérimentales.

69

A. Les échantillons.

1 - Intérêt de la texturation

73

2 - Aperçu de quelques techniques de texturation

74

3 - Elaboration des échantillons à partir d'un germe de $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$

76

B. Caractérisations microstructurales.

1 - Vérification de l'orientation par figure de pôles

78

2 - Caractérisation de microstructure au microscope électronique à balayage (MEB)

81

3 - Caractérisation au microscope à transmission (TEM)

82

4 - Microscope optique

83

C. Techniques de mesures.

1 - Mesures du courant critique en transport

84

2 - Mesures magnétiques

88

3 - Mesures de résistivité

88

4 - Diffusion et diffraction de neutrons

90

CHAPITRE III

Mesures de courants critiques de transport à T=77 K

97

et visualisation du réseau de vortex par diffusion de neutrons à T=4K.

A. Premières mise en évidence de l'effet de piégeage par des mesures de transport à 77K.

1 - Quelle est l'origine du piégeage à 77 K?

101

2 - Observation dans la configuration $I//\text{plan } ab$, H suivant c

102

3 - Interprétation avec le modèle de surface

103

B. Mesures de J_c à 77K : I selon l'axe c , B dans les plans ab .

1 - Configuration de mesures

105

2 - Variation angulaire de J_c selon l'axe c

106

3 - Accommodation des lignes de flux dans les TB

107

4 - Conclusions

115

C. Observation du réseau de vortex par diffusion de neutrons à T=4K.

1 - Introduction

115

2 - Configuration où $H//\text{plans } ab$

116

3 - Configuration où H fait un angle γ avec l'axe c

117

CHAPITRE IV

<u>Effet des plans de macles sur la ligne d'irréversibilité d'YBaCuO :</u>	123
A. Rappel sur le modèle de Bean et la ligne d'irréversibilité (IL).	
1 - <i>Modèle de Bean</i>	127
2 - <i>Ligne d'irréversibilité</i>	129
B. Effet des plans de macles sur les courbes M (H).	
1 - <i>Configuration de mesure</i>	133
2 - <i>Mesures M(H)) T=77K</i>	134
C. Effet des plans de macles sur la ligne d'irréversibilité : réduction des fluctuations thermiques.	
1 - <i>Méthodes de mesure de la ligne d'irréversibilité</i>	139
2 - <i>Anisotropie de la ligne d'irréversibilité dans les plans ab</i>	140
3 - <i>Rappels sur l'effet de localisation et le verre de Bose</i>	144
4 - <i>Interprétations des résultats expérimentaux</i>	154

CHAPITRE V

<u>Effet des plans de macles sur le liquide de vortex : Mesures de résistivité.</u>	165
A. Résistivité le long de l'axe c dans l'état normal d'YBa₂Cu₃O_{7-x} .	
1 - <i>Caractéristiques de la résistivité le long de l'axe c</i>	169
2 - <i>Résistivité transverse de nos échantillons</i>	170
B. Etude de la transition supraconductrice sous champ.	
1 - <i>Elargissement de la transition supraconductrice</i>	175
2 - <i>Transition supraconductrice dans nos échantillons</i>	177
C. Effet des plans de macles observés dans les monocristaux.	
1 - <i>Effet sur la fusion du réseau de vortex</i>	178
2 - <i>Effet de l'orientation de la force de Lorentz par rapport au plan de macles</i>	180
D. Etude sur nos échantillons.	
1 - <i>Courbes R (Φ_{ab}) à température et champ fixes</i>	182
2 - <i>Courbes R(B) à température fixe</i>	190
3 - <i>Piégeage du liquide de vortex , localisation, supraconductivité hétérogène</i>	194
CONCLUSION GENERALE	199

INTRODUCTION GENERALE

La découverte en 1987 des nouveaux supraconducteurs à haute température critique a provoqué un regain d'intérêt pour la physique de la supraconductivité et pour ses applications technologiques potentielles. L'utilisation d'une cryogénie simplifiée et moins chère (l'azote au lieu de l'hélium) a ouvert la voie à un vaste champ d'applications (câbles pour le transport de courant, paliers magnétiques auto-stables, capteurs, applications micro-électroniques...). Très vite, il est apparu que pour augmenter les performances industrielles des matériaux, notamment électriques, il fallait conjointement améliorer les procédés d'élaboration, en faisant intervenir diverses méthodes de texturation, et comprendre les caractéristiques physiques particulières que ces céramiques réunissent. Un gros effort de recherche fondamentale a donc été entrepris pour comprendre les phénomènes physiques nouveaux qui découlent des trois propriétés caractéristiques des supraconducteurs à haute température critique, à savoir :

- une structure lamellaire proche de la bidimensionnalité qui implique une forte anisotropie des propriétés électroniques et une forte influence sur les fluctuations supraconductrices du paramètre d'ordre.
- de très faibles longueurs de cohérence qui entraînent une modulation du paramètre d'ordre et qui confèrent à ces matériaux un caractère non homogène. Ceci implique aussi que les défauts présents dans le matériau jouent un rôle prédominant sur le piégeage des vortex et l'augmentation du courant critique.
- de hautes températures critiques qui, conjuguées à l'anisotropie, amplifient les effets des fluctuations thermiques par rapport aux supraconducteurs classiques et modifient considérablement le diagramme de phase. Les fluctuations thermiques discriminent l'effet de chaque type de défaut sur le piégeage des vortex.

Une conséquence directe de ces trois caractéristiques est l'existence d'une frontière entre H_{c1} et H_{c2} appelée ligne d'irréversibilité au dessus de laquelle l'ancrage des vortex n'est plus possible et la dissipation apparaît. L'origine de cette frontière est encore très controversée.

Un des objectifs essentiels de la physique des supraconducteurs à haute température critique est donc de trouver le type de défaut le plus efficace pour, dans une gamme de températures et de champs donnés, augmenter le courant critique et repousser la ligne d'irréversibilité vers les hautes températures .

L'irradiation des composés YBaCuO et des composés au Bismuth [Civale 1991, Hardy 1992, Krüsin Elbaum 1994] a démontré que l'introduction de défauts bi-dimensionnels de façon contrôlée augmentait le piégeage de manière significative. Simultanément, les travaux théoriques de plusieurs groupes, notamment ceux de Nelson et de ses collaborateurs [Nelson 1993, Hwa 1993], ont montré l'avantage du piégeage par des défauts étendus corrélés sur celui par les défauts ponctuels, surtout à haute température. Les plans de macles qui apparaissent naturellement dans le composé YBaCuO constituent une source de ce type de défauts. L'effet des plans de macles sur le piégeage des vortex a été étudié de manière intensive depuis 1987 sur les polycristaux, les monocristaux [voir par exemple Fleshler 1993] et les films minces [par exemple Villard 1996]. Diverses méthodes expérimentales ont été employées : résistivité, aimantation, susceptibilité alternative, décorations, mesures magnéto optiques, spectroscopie à effet tunnel. Les résultats restent cependant contradictoires et tout indique que l'efficacité de ces défauts dépend beaucoup de la microstructure des échantillons ainsi que du procédé de fabrication. Le laboratoire EPM-Matformag dispose d'une technique d'élaboration qui permet d'obtenir en série des échantillons texturés massifs d'YBaCuO monodomains de grandes tailles et de très grande qualité. Leur taux élevé d'inclusions de phase verte permet d'augmenter le piégeage des vortex et les transforme en candidats potentiels pour les applications. L'objectif de ce mémoire est d'étudier, dans ce matériau à microstructure particulière, l'effet des plans de macles sur le courant critique, la ligne d'irréversibilité, la résistivité sous champ et, dans un cadre plus général, l'influence de ces défauts sur le piégeage des vortex, la dissipation et l'hétérogénéité de la supraconductivité du composé YBaCuO.

Le manuscrit est organisé de la manière suivante:

Le chapitre I rappelle les trois caractéristiques essentielles des supraconducteurs à haute température critique décrites précédemment. Les conséquences des faibles longueurs de cohérence, sur le piégeage, de la structure lamellaire, sur le réseau de vortex et des fluctuations thermiques sur le diagramme de phase magnétique sont brièvement évoquées. Le chapitre offre une présentation générale du piégeage dans les composés texturés d'YBaCuO. Il présente aussi les plans de macles, leur possible structure dans le matériau et rappelle les origines possibles du piégeage des vortex par ces défauts.

Le chapitre II présente les échantillons élaborés au laboratoire à l'aide d'un germe et certaines caractéristiques microstructurales (figure de pôles, MEB, TEM, microscope optique). Il décrit aussi les méthodes de caractérisation utilisées dans cette thèse en

insistant sur les contraintes expérimentales et leur sensibilité : mesures de courant critique de transport, mesures d'aimantation, mesures de résistivité, diffusion magnétique de neutrons. Il rappelle aussi l'originalité de la configuration de mesure choisie : nous étudions les propriétés supraconductrices du composé YBaCuO suivant l'axe c avec un champ appliqué dans les plans ab.

Le chapitre III est consacré, dans une première partie, à l'effet des plans de macles sur le piégeage des vortex à l'état solide (vitreux), mis en évidence par des mesures de courants critiques de transport à 77 K. Par des mesures angulaires, nous étudions l'accommodation des vortex aux plans de macles, son effet sur la sensibilité du courant critique au champ magnétique. Dans une deuxième partie nous présentons les résultats obtenus par diffusion de neutrons aux petits angles à 4 K. L'adaptation du réseau de vortex aux plans de macles est étudiée sur un échantillon de grande taille (1 cm³).

Le chapitre IV concerne l'influence des plans de macles sur le courant critique et la ligne d'irréversibilité mesurés en aimantation. Il insiste sur l'atout principal d'un piégeage dominé par des défauts corrélés : la réduction des fluctuations thermiques et la limitation de la décroissance du courant critique avec la température.

Le chapitre V traite de l'interaction des plans de macles avec le liquide de vortex et de l'existence possible d'une supraconductivité hétérogène, phénomènes mis en évidence par des mesures de résistivité près de la température critique jusqu'à des champs de 20 T. Les observations seront confrontées aux résultats obtenus dans la littérature sur les monocristaux.

Références

- Civale 1991 : L.Civale, T.K.Worthington, J.R.Thompson, M.A.Kirk, L.Krüsin Elbaum, Y.Sun; J.R.Clem, F.Holtzberg, *Phys.Rev.Lett.* **67** (1991) 648
- Fleshler 1993 : S. Fleshler, W.K. Kwok, U. Welp, V. Vinokur, M. K. Smith, J. Downey, G. W. Crabtree *Phys. Rev. B* **47** (1993) 14 448.
- Hardy 1992 : V. Hardy, D. Groult, M. Hervieu, J. Provost, B. Raveau, S. Durcok, E. Pollert, J. C. Frison, J. P. Chaminade, M. Pouchard, *Physica C* **191** (1992) 85.
- Hwa 1993 : T.Hwa, D. R. Nelson, *Phys. Rev. B* **48** (1993) 1167.
- Nelson 1993 : D. R. Nelson, V.M. Vinokur, *Phys. Rev. B.* **48** (1993) 13 060 - 097.
- Krüsin - Elbaum 1994 : L. Krusin - Elbaum, L. Civale, G. Blatter, A.D. Marwick, F. Holtzberg, C. Fleild, *Phys. Rev. Lett.* **72** (1994) 1914.
- Villard 1996 : C.Villard, G.Koren, D.Cohen, E.Polturak, B.Thrane, D.Chateignier, *Phys.Rev.Lett.* **77** (1996) 3913

CHAPITRE I

***Généralités sur le supraconducteur
YBa₂Cu₃O_{7-δ}, le piégeage des vortex et
les plans de macles.***

Résumé

Dans ce chapitre nous présentons rapidement les caractéristiques essentielles du supraconducteur à haute T_c $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) à savoir : une structure cristallographique lamellaire, un aspect quasi bi-dimensionnel et des faibles longueurs de cohérence à basse température. A partir de celles-ci, nous dégagons quelques importantes conséquences physiques en ce qui concerne le caractère hétérogène de la supraconductivité, les propriétés de piégeage, la forme du réseau de vortex et l'effet des fluctuations thermiques. Il est rappelé trois modèles phénoménologiques (théorie de Ginzburg-Landau anisotrope, modèle de Lawrence Doniach, modèle du champ de surface H_{c3}) qui nous serviront à interpréter nos résultats expérimentaux. Le paragraphe suivant décrit les divers types de piégeage et les multiples centres de piégeage présents dans les composés texturés d'YBaCuO. Nous essayons de distinguer les effets de piégeage induits par des défauts ponctuels et par des défauts étendus corrélés. Enfin nous terminons ce chapitre introductif par une présentation des plans de macles et de leurs effets sur les propriétés supraconductrices d'YBCO. Le piégeage des vortex par une direction de plans de macles est évoqué en rappelant l'origine du puits de potentiel situé dans les plans de macles et en décrivant le modèle d'accommodation des lignes de flux proposé par Blatter.

Plan du chapitre

A - Structure cristallographique d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

1. Structure cristallographique d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$
2. Evolution de la structure et de la supraconductivité en fonction du taux d'oxygène
3. Description par un modèle en couches

B - De faibles longueurs de cohérence

1. Taille de ξ_0 et ses conséquences
2. Des supraconducteurs hétérogènes
3. Ancrage et piégeage intrinsèque
4. Petit volume de cohérence

C - L'aspect quasi bi-dimensionnel

1. Anisotropie des propriétés supraconductrices. Modèle de Ginzburg-Landau anisotrope
2. Hétérogénéité du paramètre d'ordre, modèle de Lawrence -Doniach
3. Influence de la structure lamellaire sur le réseau de vortex
4. Prise en compte des effets de surface, champ H_{c3}

D - Effet des fluctuations thermiques

1. Fusion du réseau de vortex dans YBCO
2. Verres de vortex
3. Diagramme de phases $H(T)$

E - Rappel sur le piégeage des vortex dans les composés texturés

1. Divers types de piégeage
2. Les différents centres de piégeage dans le composé $YBaCuO$ texturé autres que les plans de macles

F - Les plans de macles dans le supraconducteur $YBa_2Cu_3O_{7-8}$

1. Définition, formation
2. Structure des plans de macles
3. Présentation de l'effet des plans de macles sur les propriétés physiques d' $YBaCuO$.

A CRISTALLOGRAPHIE D' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

1 STRUCTURE CRISTALLOGRAPHIQUE D' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

La majorité des oxydes supraconducteurs possèdent une structure liée à celle de la pérovskite de type ABX_3 (Figure I-1). La maille élémentaire d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ résulte de l'empilement de trois unités perovskites : deux blocs de type BaCuO_3 séparés par un bloc de type YCuO_3 . Elle diffère de la triple pérovskite parfaite $(\text{YCuO}_3)(\text{BaCuO}_3)_2$ par l'absence de $2+\delta$ atomes d'oxygène.

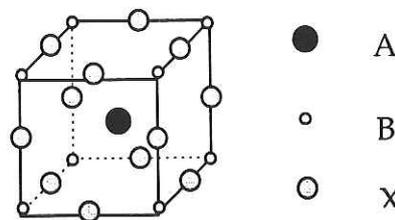


Figure I-1 : Structure de la pérovskite ABX_3

2 EVOLUTION DE CETTE STRUCTURE ET DE LA SUPRACONDUCTIVITE EN FONCTION DU TAUX D'OXYGENE

Une des caractéristiques essentielles du composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est que l'on peut modifier sa structure et contrôler la supraconductivité en faisant varier de manière réversible le taux d'oxygène $x = 7-\delta$ entre 6 et 7 [Cava 1990]. Cette modification de la stoechiométrie en oxygène peut être obtenue en refroidissant lentement le composé à partir de 1030° ou par des recuits à diverses températures sous atmosphère contrôlée. La structure d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ a été étudiée dès 1987 [Capponi 1987, Hervieu 1987 a, Raveau 1987]. Les figures I-2 a et b la représentent pour $x=6$ et $x=7$. Pour $x=6$, le composé est semi-conducteur et de structure tétragonale ($a=b < c$) (figure I-2 a). La structure se compose de plans CuO_2 en arrangement carré. Les oxygènes de quatre carrés différents forment la base d'une pyramide avec pour sommet un autre oxygène appelé oxygène apical O(4) et au centre le cuivre noté Cu(2). Au-dessus des pyramides, on trouve un réseau carré de cuivres Cu(1) qui ne contient pas d'oxygène. Lorsque x croît, l'oxygène supplémentaire vient se lier à ces sites de cuivre pour

constituer des chaînes le long de la direction b (figure I-2.b). Ces oxygènes attirent des électrons et des trous se créent dans les plans CuO_2 . Lorsque $x \sim 6.35$ il se produit une transition de phase vers une structure orthorhombique à une température qui dépend de l'atmosphère de travail ($a < b$) (figure I-3 a) . A ce taux de dopage, la supraconductivité apparaît. Cette apparition liée au transfert de charge des électrons entre les chaînes et les plans, n'est pas encore aujourd'hui élucidée. Pour $6.35 \leq x \leq 6.4$ la T_c augmente. Lorsque $x \sim 6.4$, une chaîne entièrement remplie alterne avec une chaîne vide. Pour $6.4 < x < 6.6$, toutes les chaînes restées vides se remplissent, mais la valence du cuivre dans les plans n'est pas affectée. On observe alors un plateau de température critique (figure I-3 b). Lorsque $6.6 \leq x < 6.92$, de nouveaux trous sont créés dans les plans et la T_c recommence à augmenter car les trous sautent en avant et en arrière entre les chaînes et les plans. $T_{c\text{max}}$ est atteint pour $x \sim 6.92$. Ensuite pour x compris entre 6.92 et 7, la T_c se stabilise ou décroît légèrement.

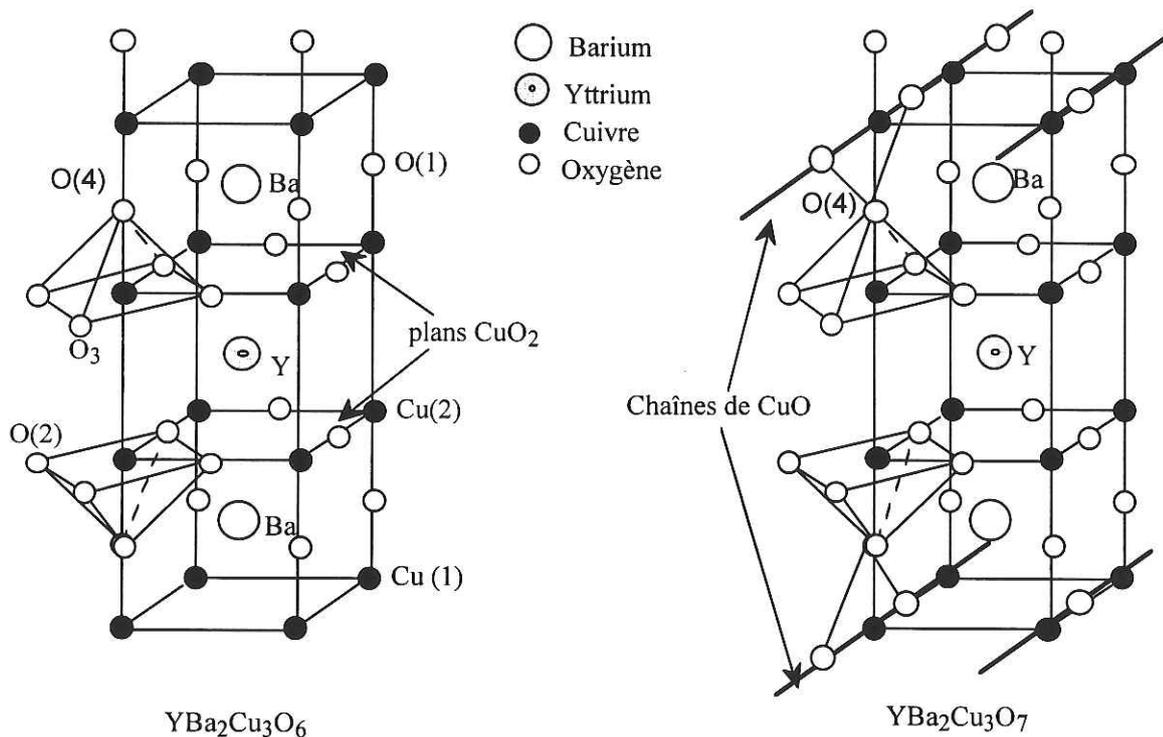
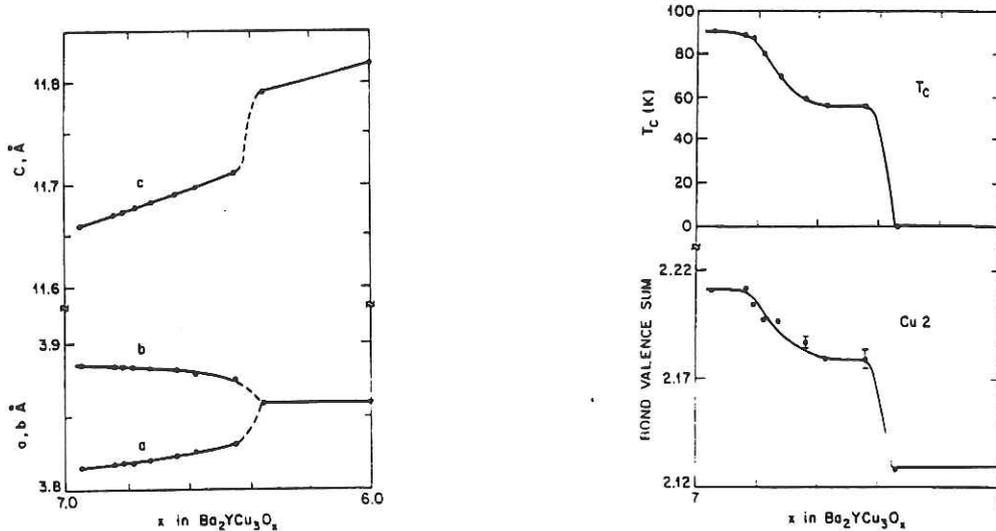


Figure I-2 : (a) Structure d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ (b): Structure d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

La présence de ces chaînes particularise le composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ vis à vis des autres supraconducteurs à haute température. Lors de l'oxydation, la diminution du paramètre de

maille a par rapport à b dans la phase orthorhombique induit l'apparition de contraintes. Pour minimiser ces contraintes des domaines orthorhombiques adjacents apparaissent avec les axes a et b inversés. Pour séparer deux domaines inversés, des défauts plans appelés plans de macles se forment [Hervieu 1987 b].



Figures I- 3 :

Figure de gauche : Variation des paramètre de maille de la structure d' YBaCuO_x en fonction du taux d'oxygène.

Figure de droite : Variation de la température critique (dessus). et de la valence du cuivre dans les plans ab en fonction du taux d'oxygène(dessous) .

On remarque que la température critique est contrôlée par la distribution de charge dans les plans CuO_2 [Cava 1990]

3 STRUCTURE EN FEUILLETS, MODELE EN COUCHES

L'observation de cette structure en couches perpendiculaires à l'axe c et de ses conséquences sur les propriétés supraconductrices permet de décrire $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ par un modèle simple utilisé d'ailleurs pour tous les cuprates supraconducteurs.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est représenté comme la succession selon l'axe c de deux types de couches (figure I-4) :

- un bloc "supraconducteur" d'épaisseur environ 3.4 \AA , constitué par les doubles plans CuO_2 que nous appellerons par la suite "plans ab" ou "plans supraconducteurs" séparés par l'atome d'yttrium,
- un bloc "normal" plus épais, constitué par les plans BaO et les chaînes CuO qui s'intercale entre deux couches supraconductrices. Il fournit la stabilité de la structure et joue le rôle de réservoir de charges pour doper les plans supraconducteurs en charges positives. Notons

que l'épaisseur de cette couche normale dans $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($\sim 8.2 \text{ \AA}$) [Wagner 1993] est voisine de la longueur de cohérence le long de l'axe c ξ_c , ce qui suggère une forte influence sur le paramètre d'ordre et le réseau de vortex.

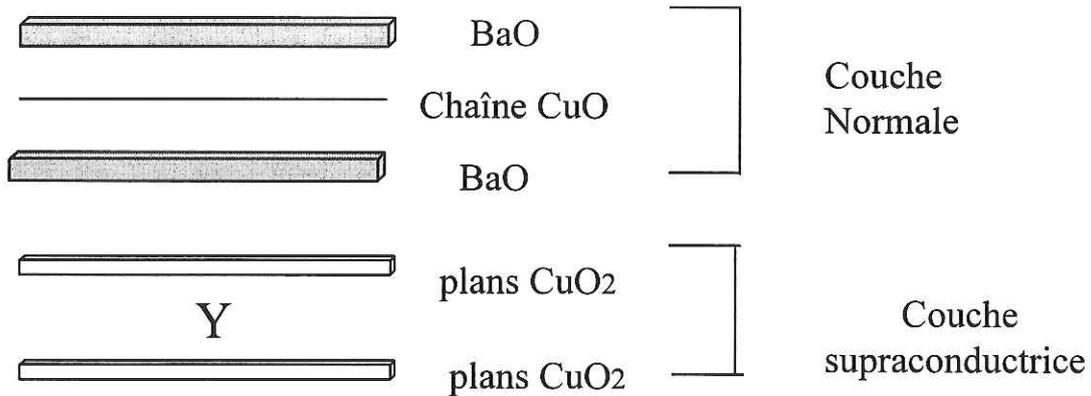


Figure I-4 : Modélisation d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ comme une succession de couches supraconductrices - couches normales le long de l'axe c .

B DE FAIBLE LONGUEURS DE COHERENCE

1 TAILLE DE ξ_0 ET SES CONSEQUENCES

Ceci constitue la première caractéristique des oxydes supraconducteurs. Les longueurs de cohérence s'étendent simplement sur quelques distances inter-atomiques (au moins pour ξ_c), soit un ordre de grandeur en dessous de celles des supraconducteurs "classiques". La faiblesse des longueurs de cohérence a une origine intrinsèque. Dans le cadre de la théorie B.C.S, ξ_0 est donnée par :

$$\xi_0 = \frac{h \cdot V_F}{\pi \cdot \Delta} \quad (\text{B.1})$$

Dans les oxydes supraconducteurs, la vitesse de Fermi V_F est faible, de l'ordre de 10^8 cm/s , à cause notamment du faible nombre de porteurs et d'une surface de Fermi contenant des singularités (singularités de Van Hove). Le gap supraconducteur Δ est beaucoup plus grand

que dans les supraconducteurs bas T_c , $2\Delta \sim 6kT_c$. ξ_0 est donc de l'ordre de quelques Å. $\xi_0(T)$ croît avec la température selon $(1-T/T_c)^{-1/2}$ et diverge à la température critique. A cause de la structure lamellaire, la supraconductivité perpendiculairement au feuillets supraconducteurs est affaiblie, les longueurs de cohérence sont donc anisotropes $\xi_c < \xi_{ab}$. Le composé $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ est un des oxydes supraconducteurs les moins anisotropes avec une anisotropie $\Gamma = \xi_{ab}/\xi_c$ autour de 5 [Theuss 1993]. Par des mesures de champs critiques $\xi_{ab}(T=0)$ est évaluée autour de 16 Å et $\xi_c(T=0)$ autour de 3 Å [Welp 1989].

Cette petite longueur de cohérence modifie profondément les propriétés des oxydes supraconducteurs [Deutscher 1990] :

- elle accroît la sensibilité du paramètre d'ordre aux perturbations de faibles étendues spatiales (impuretés chimiques, joints de grains) responsables de la destruction de la supraconductivité.
- d'un autre côté, elle autorise, sous champ magnétique, un ancrage des vortex par des défauts cristallins de petites tailles ainsi qu'un ancrage par la structure elle-même.
- elle implique un volume de cohérence $V_c \sim \xi^3$ faible.

Dans les paragraphes 2, 3, 4 suivants nous allons successivement aborder ces points.

2 DES SUPRACONDUCTEURS HETEROGENES

Les longueurs de cohérence observées, de l'ordre de la distance inter-atomique, conduisent à décrire les oxydes supraconducteurs comme des supraconducteurs granulaires hétérogènes, c'est-à-dire des supraconducteurs où l'échelle des inhomogénéités est plus grande que la longueur de cohérence car, même dans un mono-cristal de taille d , ξ est toujours plus petit que certaines inhomogénéités présentes dans le matériau, comme les plans de macles dans le cas d' $YBa_2Cu_3O_7$. En effet, la distance entre deux plans de macles est typiquement comprise entre 500 et 1000 Å, soit cinquante fois plus grande que ξ . En conséquence, dans les supraconducteurs à haute température critique, nous sommes presque toujours en limite hétérogène, c'est-à-dire que les propriétés supraconductrices seront déterminées par la nature du désordre à l'intérieur du grain supraconducteur. Même en champ nul, le paramètre d'ordre $\Delta = |\psi|^2$ ne peut plus être considéré comme constant à l'intérieur du grain supraconducteur, il va être "déprimé" près des surfaces, des interfaces et des défauts

cristallographiques de tailles atomiques [De Rango 1989, Deutscher 1995]. Cette dépression du paramètre d'ordre sur une distance b est exprimée par la condition d'interface :

$$\frac{1}{\Delta} \cdot (\nabla \Delta)_n = -\frac{1}{b} \quad (\text{B.2})$$

où b est une longueur de l'ordre de la distance inter-atomique $b \sim \xi^2(0)/a$ indépendante de la température. L'indice n indique la composante perpendiculaire à l'interface et à la constante du réseau cristallographique.

Cette relation remplace celle utilisée dans les supraconducteurs granulaires conventionnels où Δ est pratiquement insensible aux effets d'interfaces internes.

$$\frac{1}{\Delta} \cdot (\nabla \Delta)_n = 0 \quad (\text{B.3})$$

Cette dépression du paramètre d'ordre dépend de la température [Deutscher 1987]. Celle-ci sera importante surtout à des températures près de T_c (figure I-5). En effet, lorsque $b/\xi(T) \ll 1$, on aura la relation suivante entre le paramètre d'ordre près de la surface Ψ^s et le paramètre d'ordre de volume Ψ^b :

$$\left| \frac{\Psi^s}{\Psi^b} \right| \approx \frac{b}{\xi(T)} \quad (\text{B.4})$$

Lorsque $T \ll T_c$, le paramètre d'ordre est très peu modulé.

$$\left| \frac{\Psi^s}{\Psi^b} \right| \approx 1$$

Cette extrême sensibilité du paramètre d'ordre aux défauts suggère que même dans le cas d'un échantillon massif à un seul grain (échantillon texturé mono-domaine, monocristal) de nombreuses propriétés supraconductrices (température critique, cohérence, piégeage, ligne d'irréversibilité) peuvent être influencées par la présence de surfaces internes comme les plans de macles dans le cas d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Dans le cas des polycristaux, la destruction de la supraconductivité au niveau des joints de grains a pour conséquence l'existence de faibles courants critiques ($\sim 1000 \text{ A/cm}^2$ à 77 K dans $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) et une grande sensibilité aux champs magnétiques. [Mannhart 1990].

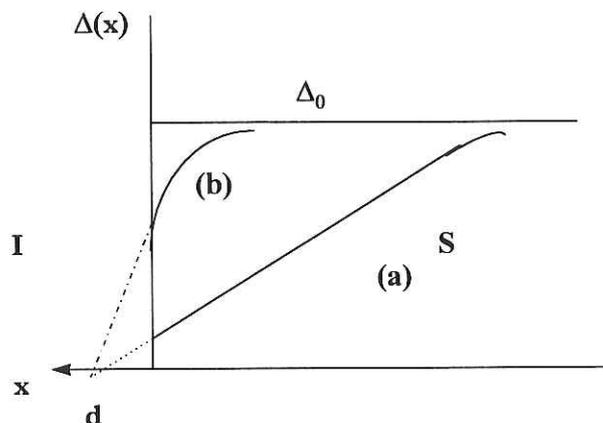


Figure I-5 : Dépression du paramètre d'ordre en fonction de la température [d'après Deutscher 1987] (a) près de T_c , (b) loin de T_c

3 ANCRAGE INTRINSEQUE ET PIEGEAGE

a) Piégeage extrinsèque

L'ancrage des vortex par les défauts est réalisé à l'échelle du cœur du vortex, ainsi, les faibles longueurs de cohérence qui contrôlent la taille du cœur favorisent le piégeage des lignes de flux par de nombreux défauts cristallins, même de petites dimensions, une efficacité maximale étant réalisée pour un volume de l'ordre de ξ^3 .

Enumérons brièvement ces types de défauts par ordre croissant d'efficacité pour le piégeage :

- les défauts ponctuels (lacunes d'oxygène)
- les défauts étendus (dislocations, macles, joints de grains)
- les défauts introduits artificiellement parmi lesquels :
 - . les inclusions de phase verte par la méthode du Melt Texturing [Murakami 1989],
 - . les défauts colonnaires introduits par irradiation par ions lourds [Hardy 1992],
 - . les défauts introduits par fission [Krüsin Elbaum 1994].

b) Ancrage intrinsèque

De plus, comme ξ_c est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur des feuillets normaux, (ou plus petite), les vortex peuvent être ancrés par la structure elle même. Ce piégeage appelé "intrinsèque" est réalisé lorsque H est parallèle aux plans ab et que les vortex, pour économiser de l'énergie de cœur, viennent se placer dans les feuillets normaux et ainsi se piéger sur toute leur longueur [Tachiki 1989]. Ce piégeage s'oppose aux mouvements des vortex (donc à la dissipation) entraînés par une force de Lorentz le long de l'axe c en

présence d'un courant dans les plans ab. Ce piégeage par la structure a reçu plusieurs évidences expérimentales : une chute de la résistivité [Kwok 1990, figure I-6 a] , un pic de courant critique mesuré en transport lorsque H est proche des plans ab [Roas 1990, Kimura 1993, Braithwaite 1993 figure I-6 b], une anomalie dans la variation angulaire du couple irréversible caractérisée par un second pic associé à l'apparition des marches d'escalier [Pugnat 1994]

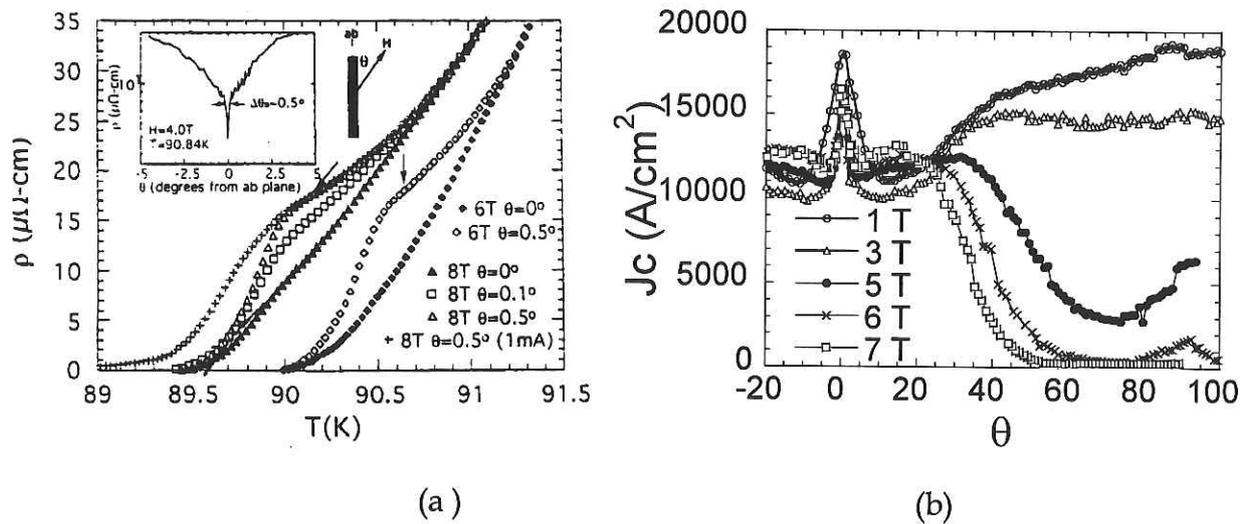


Figure I-6 : Preuves expérimentales du piégeage par la structure :

- a) Variation de la résistivité pour $I //$ plans ab et H faisant un angle θ avec les plans ab. En insertion on observe pour $T=90.84\text{ K}$ une résistivité minimale pour $\theta = 0^\circ$ [Kwok 1990]
- b) Variation du courant critique de transport pour I dans les plans ab et H faisant un angle θ avec ces plans. On remarque un pic de courant critique pour $H //$ plans ab [Braithwaite 1993]

Cet ancrage par la structure tolère un léger effet de désorientation de H par rapport aux plans ab. Pour des angles entre H et ces plans de quelques degrés, les vortex ne forment pas des marches d'escalier mais restent encore parallèles aux feuillet normaux car le gain en énergie de cœur et en énergie élastique est supérieur au coût en énergie magnétique (transition de verrouillage, "lock-in" en anglais) [Feinberg 1990].

4 PETIT VOLUME DE COHERENCE

L'existence d'un petit volume de cohérence $V_c \sim \xi^3$ a deux conséquences majeures :

a) l'existence d'une région critique en température assez large où les fluctuations thermodynamiques du paramètre d'ordre ne peuvent plus être négligées et où les approximations de champ moyen ne peuvent plus décrire la transition supraconductrice [Deutscher 1990]. En effet, l'apparition de la supraconductivité n'est pas une transition abrupte, il existe toujours une région (appelée région critique) près de T_c où la densité des paires de Cooper n'est pas uniforme et où l'on doit prendre en compte les fluctuations de l'amplitude du paramètre d'ordre. La taille de cette région et donc la force des fluctuations sont évaluées par un nombre appelé nombre de Ginzburg G_i . Il compare l'importance des fluctuations thermiques kT_c avec l'énergie nécessaire pour condenser une paire. G_i est donné par :

$$G_i = \frac{1}{2} \frac{(kT_c \cdot \mu_0 \cdot \Gamma)^2}{(4\pi \cdot \xi^3(0) \cdot B_c(0))^2} = \frac{1}{2} \left(\frac{2\pi\mu_0 k \cdot T_c \cdot \lambda^2(0) \cdot \Gamma}{\phi_0^2 \cdot \xi(0)} \right)^2 \quad (\text{B.5})$$

Comme on peut le voir dans l'équation précédente les fluctuations thermiques seront d'autant plus importantes que [Fisher 1991] :

- les hautes températures critiques sont élevées
- l'anisotropie Γ est grande
- les longueurs de cohérence sont petites
- les profondeurs de pénétration sont grandes (rigidité du réseau de vortex petite)

Dans les supraconducteurs conventionnels G_i est de l'ordre de 10^{-8} . Pour le supraconducteur YBaCuO, G_i est évaluée autour de 10^{-2} ce qui correspond à une région critique de 1 K en dessous de T_c .

b) une faible capacité à piéger les vortex près de T_c . En effet, l'énergie de piégeage d'un vortex est proportionnelle au volume de cohérence V_c , $E_p = H_c^2 \cdot V_c / 2$ où H_c est le champ critique thermodynamique. Les hautes températures critiques et les faibles V_c impliquent que près de T_c , l'énergie thermique kT est plus grande que l'énergie d'ancrage conduisant à une forte relaxation des lignes de flux. Ainsi, les vortex sont très sensibles au dépiégeage thermique par reptation du flux ("flux creep" en anglais) et sont difficilement piégés près de T_c .

C ASPECT QUASI BI-DIMENSIONNEL

Nous avons vu que l'on pouvait schématiser la structure cristallographique d'YBaCuO comme la succession le long de l'axe c de zones fortement supraconductrices et de zones où la supraconductivité est affaiblie. Cet aspect quasi bi-dimensionnel est la deuxième caractéristique des oxydes supraconducteurs et entraîne une anisotropie des propriétés supraconductrices.

1 ANISOTROPIE DES PROPRIETES SUPRACONDUCTRICES . MODELE DE GINZBURG -LANDAU ANISOTROPE

a) Anisotropie de $\xi(T)$ et de $\lambda(T)$

Nous avons parlé de la petitesse et de l'anisotropie de ξ dans le paragraphe I B-1. Au contraire, les profondeurs de pénétration du champ magnétique $\lambda(T)$ sont grandes car dans ces matériaux, qui sont des céramiques, la densité de porteurs supraconducteurs est faible. D'autre part, à basse température la profondeur de pénétration parallèle aux feuillets $\lambda_{//}(0)$ est beaucoup plus faible que celle perpendiculaire aux feuillets $\lambda_{\perp}(0)$ ce qui signifie que le champ magnétique est plus facilement écranté lorsqu'il est perpendiculaire aux couches de conduction mais pénètre le supraconducteur plus facilement lorsque les lignes de flux sont parallèles aux plans ab. Dans le composé YBa₂Cu₃O_{7- δ} , $\lambda_{//}(0)$ est de l'ordre de 1500 Å et $\lambda_{\perp}(0)$ environ 6000 Å [Iye 1992]. Ces forts λ ajoutés à une faible longueur de cohérence donnent aux oxydes supraconducteurs un caractère de type II.

b) Modèle Ginzburg -Landau anisotrope (GLA)

Cette anisotropie peut être prise en compte à partir d'un modèle de masse effective basé sur la théorie de Ginzburg - Landau [Ginzburg 1950] étendue dans le cas anisotrope où l'anisotropie de la surface de Fermi est incorporée au moyen d'un tenseur de masse effective (m_c masse effective le long de c, m_{ab} masse effective dans les plans ab) [Kogan 1988]. Le supraconducteur est alors considéré comme un supraconducteur tridimensionnel anisotrope dont l'anisotropie uniaxiale (plan ab / axe c) est caractérisée par :

$$\Gamma = \sqrt{\frac{m_c}{m_{ab}}} = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}} = \frac{H_{c2}^{ab}}{H_{c2}^{//c}} \quad (C.1)$$

c) Anisotropie des champs critiques H_{c1} , H_{c2} , dans le modèle GLA

L'anisotropie des propriétés supraconductrices se reflète directement sur les champs critiques H_{c1} et H_{c2} qui vont maintenant dépendre de l'orientation du champ appliqué par rapport aux feuillets supraconducteurs. En utilisant le modèle de Ginzburg - Landau anisotrope les dépendances angulaires de $H_{c1}(\theta)$ et de $H_{c2}(\theta)$ sont les suivantes (θ est l'angle entre H et l'axe c) :

$$H_{c1}(\theta) = \left(\frac{\phi_0}{4\pi\lambda_{ab}}\right)^2 \cdot \frac{\ln[\kappa / \varepsilon(\theta)]}{\sqrt{\cos^2 \theta + \Gamma \sin^2 \theta}} \quad (C.2)$$

$$H_{c2}(\theta) = \frac{\phi_0}{4\pi\xi_{ab}^2 \varepsilon(\theta)} \quad \text{où l'on a défini } \varepsilon(\theta) = (\cos^2 \theta + \Gamma^{-2} \sin^2 \theta)^{1/2} \quad (C.3)$$

Comme on peut le remarquer sur les schémas figure I-7 les courbes $H_{c1}(\theta)$ et $H_{c2}(\theta)$ forment une ellipse dans le plan formé par l'axe a ou b et l'axe c. Typiquement pour le composé YBaCuO on a des valeurs de l'ordre de :

$$H_{c1}^{ab}(T=0 \text{ K}) \sim 0.02 \text{ T} \quad \text{et} \quad H_{c1}^{//c}(T=0 \text{ K}) \sim 0.1 \text{ T}$$

$$H_{c2}^{ab}(T=0 \text{ K}) \sim 150 \text{ T} \quad \text{et} \quad H_{c2}^{//c}(T=0 \text{ K}) \sim 40 \text{ T}$$

On remarquera la très forte valeur de H_{c2}^{ab} : ceci est une conséquence directe des très faibles longueurs de cohérence [Welp 1989].

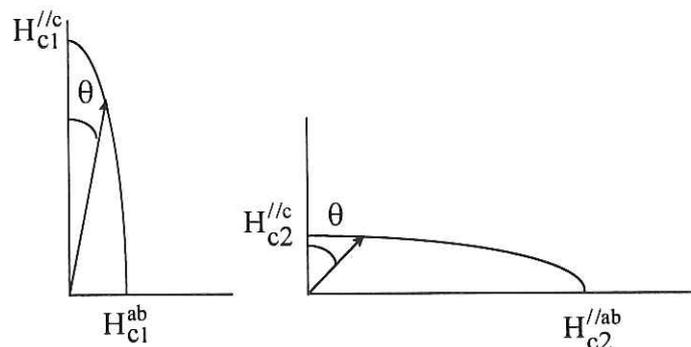


Figure I-7: Représentation schématique de la variation angulaire des champs critiques en fonction de l'angle θ entre H et l'axe c dans le cas de YBa₂Cu₃O₇ ($\Gamma=5$).

Les deux figures ne sont pas à la même échelle.

Cette approche pour modéliser la variation angulaire des champs critiques n'est à utiliser que dans le cas où l'approximation des milieux continus est satisfaite à savoir quand $\xi_c > d/\sqrt{2}$ (d = distance entre deux couches supraconductrices). Dans ce modèle de continuum on peut considérer que la modulation du paramètre d'ordre n'est pas affectée par la structure lamellaire.

2 MODULATION DU PARAMETRE D'ORDRE : MODELE DE LAWRENCE ET DONIACH (L&D)

a) Modèle de Lawrence et Doniach

Lorsque $\xi_c < d/\sqrt{2}$, la structure lamellaire a pour effet de moduler la valeur du paramètre d'ordre qui prend une valeur importante à l'intérieur des couches supraconductrices et devient très faible dans les couches normales. On utilise alors une approche beaucoup plus générale proposée par Lawrence et Doniach [Lawrence 1971], où le paramètre d'ordre supraconducteur $\Psi(x,y,z)$ devient discret le long de l'axe c . A chaque plan supraconducteur d'indice n et de cote z est associée une valeur Ψ_n du paramètre d'ordre définie par :

$$\Psi_n(x,y) = \Psi(x,y,z=nd)$$

Le couplage entre les plans est alors modélisé par un couplage Josephson S/I/S (supra-insolant-supra) ou par un couplage S/N/S (supra-normal-supra) (Figure I-8).

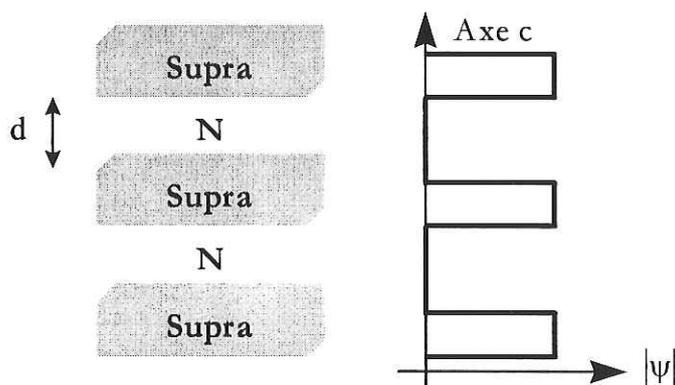


Figure I- 8 : Modèle de Lawrence et Doniach pour un supraconducteur lamellaire. Le paramètre d'ordre est nul dans les couches normales et prend une valeur Ψ_n dans les plans supraconducteurs.

b) Extension 3D du modèle de Lawrence et Doniach : régimes dimensionnels

Cette description, tenant compte de l'effet de la structure lamellaire, a été étendue dans le cas où $\xi_c > d/\sqrt{2}$ pour définir un régime qui ressemble au modèle Ginzburg Landau anisotrope appelé régime "quasi 3D" [Ettouhami 1994]. Il existe alors une température T^* définissant un cross-over dimensionnel séparant le régime quasi 3D pour $T \geq T^*$ à couplage fort, et un régime quasi-2D pour $T < T^*$ où les plans ab sont découplés. Ce régime quasi-3D n'est pas un vrai régime tridimensionnel car si l'on peut définir une longueur de cohérence effective ξ_{\perp} le long de l'axe c, elle ne représente pas l'extension du paramètre d'ordre le long de l'axe c, dans le modèle L&D, celui-ci restant toujours nul dans les couches normales. ξ_{\perp} représente plutôt la longueur minimale sur laquelle la suite $\psi_n, \psi_{n-1}, \psi_{n-2} \dots$ subit une dépression le long de l'axe c. Le champ critique parallèle aux couches s'écrit donc :

$$H_{c2}^{//ab} = \frac{\phi_0}{4\pi\xi_{ab}\xi_{\perp}} \text{ pour } T > T^* \quad (\text{C.4})$$

On retrouve la même forme que dans le cas de la formulation Ginzburg Landau anisotrope. Lorsque $T < T^*$ on a l'expression :

$$H_{c2}^{//ab} = \frac{\phi_0}{\gamma d^2 \cdot \sqrt{1 - \frac{d^2}{\xi_{\perp}^2}}} \text{ pour } T < T^* \quad (\text{C.5})$$

(γ étant l'anisotropie définie comme la racine carrée du rapport entre l'énergie cinétique d'une paire et l'énergie de couplage entre deux couches adjacentes).

Dans le cas de supraconducteurs très anisotropes comme les composés au bismuth ($\Gamma > 100$) T^* est près de T_c et le cross-over est difficilement observable. Pour le composé YBaCuO, $d \sim 8.5 \text{ \AA}$ et le cross-over doit avoir lieu pour T^* autour de 80 K.

3 INFLUENCE DE LA STRUCTURE LAMELLAIRE SUR LE RESEAU DE VORTEX

a) *Forme du réseau de vortex pour $Hc_1 < H \ll Hc_2$ lorsque l'on ne tient pas compte de la modulation du paramètre d'ordre.*

Lorsque $H // c$, les vortex sont des vortex d'Abrikosov avec un coeur normal circulaire, la forme du réseau est tridimensionnelle, isotrope et triangulaire [Abrikosov 1957] (figure I-9). Lorsque H s'éloigne de l'axe c d'un angle θ , le réseau triangulaire se déforme avec des lignes de flux approximativement alignées dans la direction de H . Les vecteurs de la base du triangle b_1, b_2 deviennent :

$$\frac{b_2}{b_1} = \frac{1}{2 \cos \beta} \quad \text{avec} \quad \tan \beta = \frac{\sqrt{3}}{\varepsilon(\theta)}$$

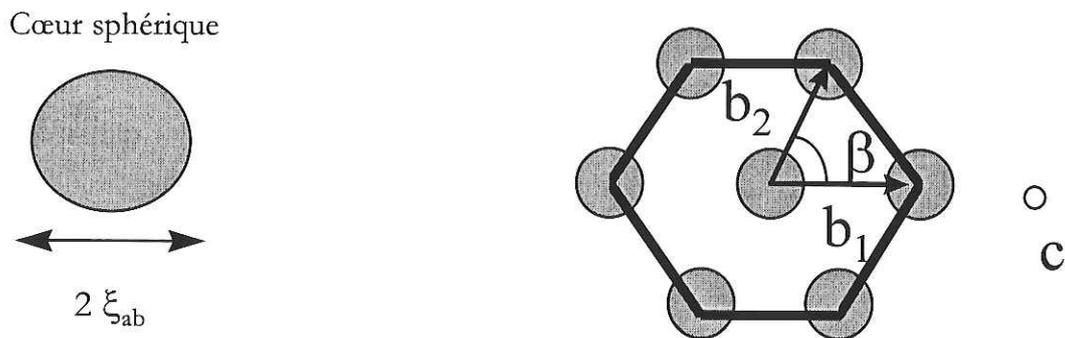


Figure I-9 : Cœur et réseau de vortex pour $H //$ l'axe c

Lorsque H est parallèle aux plans ab la déformation est maximale, le coeur des vortex prend une forme elliptique de section ξ_{ab}, ξ_c allongée dans la direction des feuillet. Le réseau de vortex est tridimensionnel mais très comprimé dans la direction c et très dilaté dans les plans ab (figure I-10).

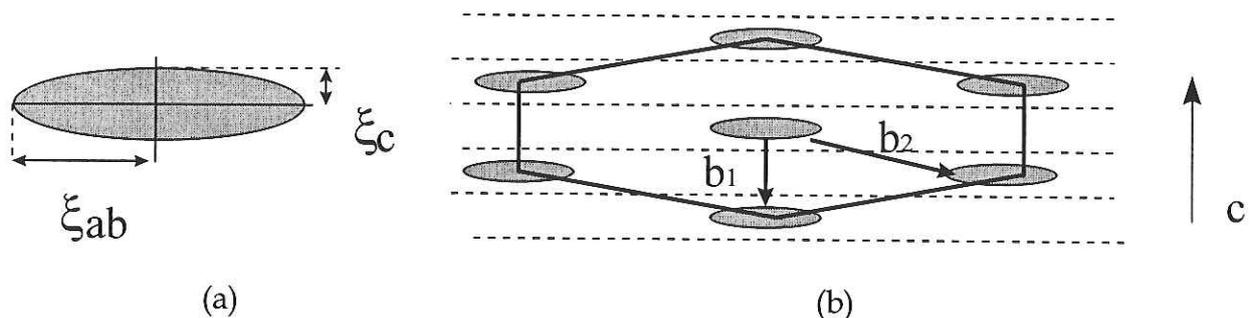


Figure I-10 : Cœur du vortex (a) et réseau de vortex pour H aligné dans les plans ab (b).

En fait, pour H proche des plans ab , différentes structures du réseau de vortex correspondant à des énergies libres très proches ont été proposées en remplacement du réseau d'Abrikosov déformé. Citons la possibilité d'un réseau de vortex décomposé en deux sous réseaux orthogonaux, l'un parallèle aux plans ab , l'autre dirigé selon l'axe c suggéré par Ivlev et ses collaborateurs [Ivlev 1991].

b) Nature des vortex en tenant compte de l'aspect lamellaire

(i) $H//$ plans ab

Dans le cas d'un régime quasi 3 D la description à l'aide du modèle L&D se ramène au modèle Ginzburg Landau anisotrope. Le vortex comporte un coeur elliptique où le paramètre d'ordre qui s'étend sur plusieurs couches supraconductrices est fortement diminué [Carton 1991], (figure I-11a).

Dans le cas d'un couplage faible $T \ll T^*$, le coeur d'extension inférieure à d selon z se met entre deux plans supraconducteurs voisins, dans la zone non supraconductrice. La supraconductivité est alors peu perturbée (figure I-11 b).

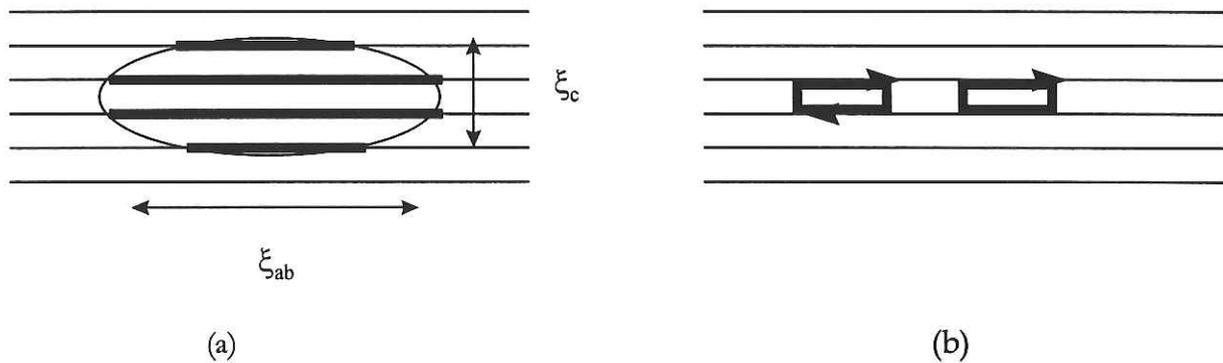


Figure I- 11 : Vortex pour $H//$ plans ab dans le modèle L&D :

- (a) Pour $T > T^*$, le coeur du vortex est délimité par la surface de l'ellipse $\xi_{ab} \cdot \xi_c$
- (b) Pour $T \ll T^*$, les plans supraconducteurs sont découplés et les vortex sont des vortex Josephson sans coeur.

(ii) $H//$ l'axe c

Dans le cas quasi 3 D on retrouve la structure décrite par le modèle de Ginzburg-Landau. Dans le régime quasi 2D l'effet de la structure lamellaire morcelle le réseau de vortex en

vortex crêpes 2D (vortex pancakes) situés dans les plans supraconducteurs qui forment un réseau triangulaire (Fig I-12)

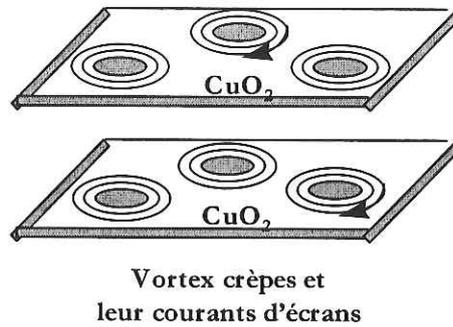


Figure I-12 : Nature schématique des vortex selon l'orientation du champ $H//c$, dans le régime quasi-2D ($T < T^*$) de L&D

(iii) - Effet de la structure lamellaire sur les vortex lorsque H fait un angle θ avec l'axe c

C'est surtout dans le cas où le champ est incliné d'un angle θ par rapport à l'axe c que l'effet de la structure lamellaire sur les vortex est importante. Elle conduit à un arrangement des lignes de flux totalement différent de celui décrit par le modèle Ginzburg Landau anisotrope. On trouvera une description complète de cette situation dans les articles de L. Bulaevskii et de D. Feinberg [Bulaevskii 1990, Feinberg 1992].

Lorsque $\theta < \theta_b = \arctg \Gamma$, les lignes de flux sont obliques et formées par l'alignement de vortex crêpes 2D qui s'attirent magnétiquement d'un plan supraconducteur à l'autre et se repoussent dans un même plan (figure I-13). Pour le composé YBaCuO, $\Gamma \sim 5$ et $\theta_b \sim 79^\circ$.

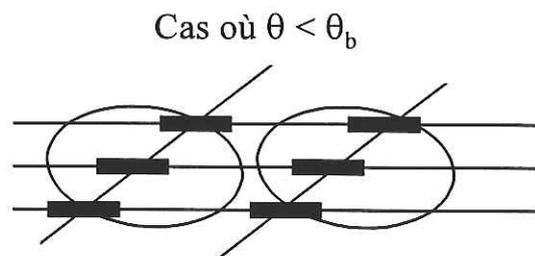


Figure I-13 : Ligne de flux déformée par la structure lamellaire dans le modèle L&D, lorsque H est proche de l'axe c ($\theta < \theta_b$) d'après Ettouhami [Ettouhami 1994]. Les vortex crêpes sont couplés magnétiquement d'un plan supraconducteur à un autre.

Pour des angles $\theta > \theta_b$, dans le cas quasi-3D, la modulation de Ψ le long de l'axe c incite les vortex à se courber et à former des marches d'escaliers. La ligne de flux se compose de vortex "crêpes" d'extension le long de c , $L_M = \Gamma \xi_{ab}$ situés dans les plans supraconducteurs et de vortex Josephson dans les plans ab piégés dans les couches normales et d'extension $d \cdot \tan \theta$. Dans le cas d'un régime 2 D les vortex s'ajustent aussi à la structure lamellaire de la même manière mais la taille des vortex crêpes est réduite à $L_M = \Gamma d$ (figure I-14). La prise en compte de cette structure en marche d'escalier est un des avantages de la description type L&D dans le cas d'un champ incliné. Si l'on suppose que les deux sortes de vortex se déplacent indépendamment, la force du piégeage intrinsèque va bloquer les mouvements selon c et la dissipation sera due essentiellement aux déplacements des vortex dans la direction des plans ab . Lorsque H est proche des plans ab , beaucoup de quantités physiques dépendront alors de la composante du champ le long de l'axe c , $H \cos \theta$. Dans les composés au bismuth Bi2212 la résistivité, le courant critique et l'aimantation irréversible [Kes 1990, Raffy 1991, Labdi 1992] obéissent à cette loi d'échelle bidimensionnelle en $H \cdot \cos \theta$.

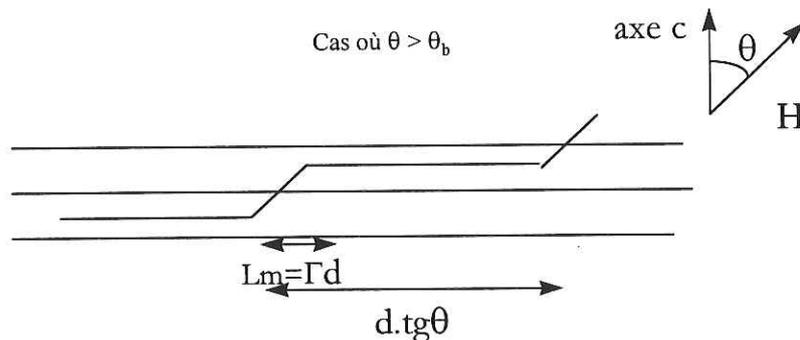


Figure 14 : Ligne de flux déformée par la structure lamellaire en marche d'escalier lorsque H s'éloigne de la direction c ($\theta > \theta_b$). Pour les composés anisotropes beaucoup de propriétés dépendent de la composante du champ le long de l'axe c , $H \cdot \cos \theta$.

(iv) Cas d'YBaCuO

Le composé YBaCuO a une anisotropie assez faible et beaucoup de phénomènes observés près de T_c peuvent être décrits dans le cadre du modèle de Ginzburg-Landau anisotrope. Certaines caractéristiques du réseau de vortex en champ incliné (coefficients élastiques, résistivité, courants critiques) peuvent être déduites à partir des propriétés du réseau de vortex isotrope au moyen d'une loi d'échelle utilisant la fonction $\epsilon(\theta)$ définie à la page 21 [Blatter 1992]. Cependant on retrouve l'influence de l'aspect lamellaire à plus basse

température (autour de 77 K) et pour des champs proches de la direction des plans ab (transition de lock-in). Dans ce cas l'approche L&D doit être utilisée.

4 PRISE EN COMPTE DES EFFETS DE SURFACES INTRINSEQUES, CHAMP H_{c3}

Dans le cas de matériaux fortement désordonnés où le piégeage est important, l'anisotropie peut être renforcée localement dans certaines directions grâce au piégeage par des défauts étendus comme par exemple les plans de macles dans YBaCuO. Dans ce cas, on observe des déviations à la description utilisant la loi d'échelle tridimensionnelle. Pour en tenir compte, R.Tournier a proposé que la forte modulation du paramètre d'ordre entraînait la nucléation d'une supraconductivité hétérogène près de ces surfaces. Le deuxième champ critique est alors renforcé par l'existence d'une supraconductivité de surface, à l'image de ce qui a été prédit et observé dans les supraconducteurs de type II classiques [St James 1963] et qui gouverne les courants critiques en champ intense [Barbut 1994]. Ces surfaces intrinsèques peuvent être les interfaces entre le bloc supraconducteur et le bloc normal lorsque H est proche du plan ab ou bien les plans de macles lorsque H est dirigé suivant c.

Soit θ l'angle entre la direction de H et le plan ab. Pour des surfaces intrinsèques parallèles aux plans ab, la dépendance angulaire du champ critique est décrite par un champ critique de surface $H_{c3}(\theta)$ lorsque $2^\circ < \theta < \theta_{ab} = 68^\circ$, défini par :

$$H_{c3}^{ab}(\theta) = \frac{H_{c3}^{s//ab}}{\sigma_{ab}(\theta)} \quad \text{où} \quad \sigma_{ab}(\theta) = \sin(\theta) + \cos(\theta) \cdot \frac{\xi_c}{\xi_{ab}} \cdot \sqrt{1 - \frac{2}{\pi}} \quad (\text{C.6a})$$

Lorsque $\theta > \theta_c = 68^\circ$, les surfaces intrinsèques sont constituées par les plans de macles. La dépendance angulaire du champ critique s'écrit :

$$H_{c3}^c(\theta) = \frac{H_{c3}^{s//c}}{\sigma_c(\theta) + \sigma_0} \quad \text{où} \quad \sigma(\theta) = \cos(\theta) + \sin(\theta) \cdot \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} \cdot \sqrt{1 - \frac{2}{\pi}} \quad (\text{C.6b})$$

σ_0 est un décalage qui tient compte de l'angle entre les plans de macles et le courant de mesure.

On définit alors les variables de champs réduites $h_{ab}(\theta) = \frac{H}{H_{c3}^{s//ab}} \sigma_{ab}(\theta)$ et $h_c(\theta) = \frac{H}{H_{c3}^{s//c}} \sigma_c(\theta)$.

Les champs critiques $H_{c3}^{s//ab}$ $H_{c3}^{s//c}$ (ici à 77 K) sont déterminés par les conditions de normalisation respectives : pour $\theta = \theta_{ab}$ ($\theta = \theta_c$), h_{ab} (h_c) tend vers 1.

L'étude sur plusieurs échantillons effectuée par J.M.Barbut indique que $H_{c3}^{s//ab}$ et $H_{c3}^{s//c}$ correspondent expérimentalement respectivement à environ $H_{c2}^{//ab}/1.7$ et $1.5 \cdot H^{*//c}$. $H_{c2}^{//ab}$ désigne le champ critique suivant les plans ab et $H^{*//c}$ le champ d'irréversibilité suivant l'axe c.

Si la variation angulaire du courant critique est gouvernée par ces phénomènes de surfaces, la force de piégeage réduite doit être une fonction unique de h_{ab} et h_c . J.M. Barbut a montré dans sa thèse (figure I-15) que les points représentant la force de piégeage réduite $J_c \cdot h_{ab}$ et $J_c \cdot h_c$ se rassemblent dans une courbe unique pour presque toute la gamme angulaire $2^\circ < \theta < 90^\circ$.

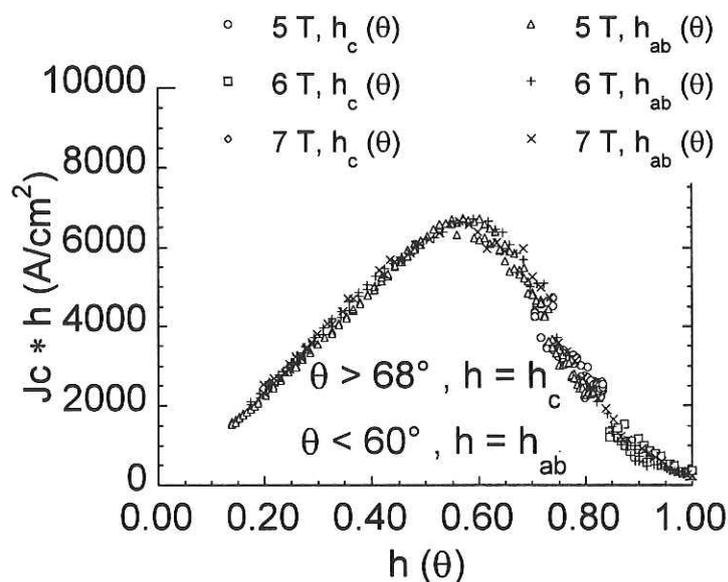


Figure I-15 : Force de piégeage normalisée en fonction successivement de la variable d'échelle h_{ab} et h_c pour θ compris entre 2° et 90° et pour des champs de 5, 6 et 7 teslas.

D IMPORTANCE DES FLUCTUATIONS THERMIQUES

1 DEFINITION

La troisième particularité des oxydes supraconducteurs est l'existence d'importants effets thermiques qui provoquent de larges fluctuations des positions des vortex et un dépiégeage thermique prononcé des lignes de flux. Les trois raisons essentielles de ces effets thermiques "géants" sont :

- les hautes températures de travail
- les grandes longueurs de pénétrations λ qui provoquent un affaiblissement des coefficients élastiques. Ce ramollissement du réseau de vortex est accentué par l'anisotropie Γ .
- la faiblesse de ξ qui rend le potentiel de piégeage proche de l'énergie thermique kT .

L'effet de dépiégeage est très important dans les oxydes supraconducteurs car il est essentiellement relié à la portée de la force de piégeage ($\sim \xi$) qui est faible. Ceci explique pourquoi des défauts étendus sur plusieurs ξ comme les plans de macles restent efficaces pour piéger les vortex à haute température alors que les défauts ponctuels sont inopérants.

En ce qui concerne l'influence des effets thermiques sur la position des vortex, Brandt a évalué le déplacement quadratique moyen des lignes de flux à cause de la température [Brandt 1991] :

$$\langle u^2 \rangle = kT\mu_0 \left(\frac{4\pi}{B\Phi_0^3} \right)^{1/2} \lambda_{ab} \lambda_c \quad (E.1)$$

Comme on peut le voir sur la formule ci-dessus, les hautes températures et les grands λ favorisent les fluctuations thermiques de la position du réseau de vortex.

2 FUSION DU RESEAU DE VORTEX, LIQUIDE DE VORTEX

a) Observations expérimentales

On peut comprendre aisément que lorsque l'amplitude de vibration des lignes de flux $\langle u^2 \rangle^{1/2}$ devient trop grande, les vortex ne sont plus solides mais forment une phase fluctuante appelée "liquide de vortex". La fusion du réseau de vortex doit apparaître lorsque l'amplitude moyenne de la vibration $\langle u^2 \rangle^{1/2}$ excède 10 % de la distance inter-vortex [Nelson 1989]. L'application de ce critère donne une ligne de fusion $H(T_m)$ bien en dessous de la ligne $H_{c2}(T)$ [Houghton 1989]. Suite à la découverte de la ligne d'irréversibilité par K.A Müller et al [Müller 1987] ligne qui sépare des états où l'aimantation est réversible et irréversible, l'existence d'un liquide de vortex a été mis en évidence par des mesures d'oscillateurs vibrant à une fréquence de l'ordre du kHz [Gammel, 1988]. Il a été observé un amortissement du mouvement de l'oscillateur à une température $T_m(H)$ dépendant du champ. Une autre évidence expérimentale a été apportée par des mesures de résistivité sur des monocristaux d'YBCO très purs et non macclés effectuées par plusieurs groupes pour

H// plans ab et H// l'axe c [Charalambous 1992, Safar 1992, Kwok 1992]. La fusion du réseau de vortex à $T_m(H)$ se caractérise en résistivité par un "genou" dû à une brusque chute de la résistance vers zéro à environ 10% de la résistance normale. (figure I-16 a, I-16 b). Il s'accompagne d'une hystérésis thermique d'amplitude très faible $\Delta T \sim 20$ mK sur les courbes $R(T)$ à un champ de fusion H_m , caractéristique d'une transition du premier ordre. Plus récemment, cette fusion du réseau de vortex a été mise en évidence par une discontinuité de l'aimantation à T_m [Welp 1996] et par l'existence d'anomalies dans la chaleur spécifique lorsque l'on traverse la ligne de fusion $H_m(T)$ [Junod 1997, Billon 1997] (figure I-16 c, I-16 d). Il est maintenant admis qu'à cause des fluctuations thermiques la ligne de deuxième champ critique $H_{c2}(T)$ est remplacée par un cross-over vers un liquide de vortex et que la vraie transition de phase vers l'état mixte se situe bien en dessous, au niveau de la ligne de fusion $H_m(T)$ et le passage vers des vortex solides.

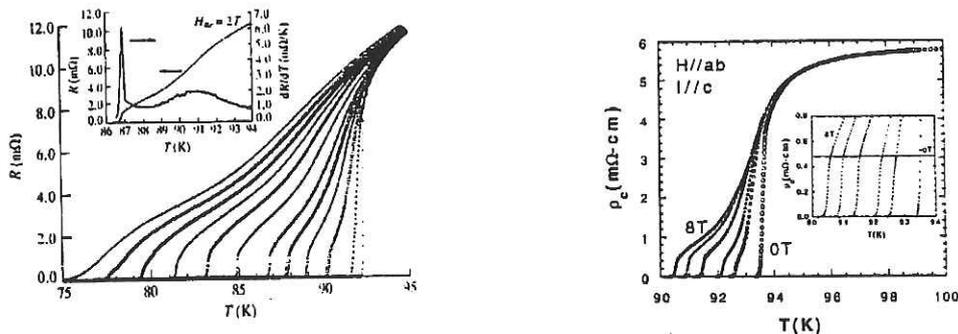
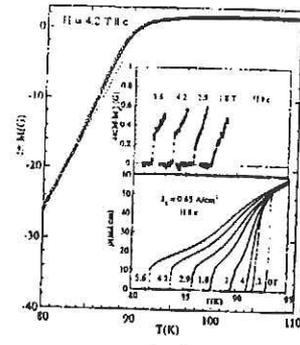
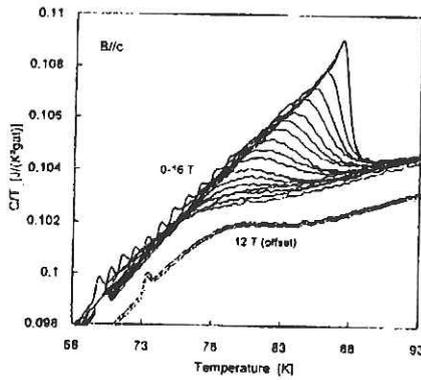


Figure I-16 : Différentes manifestations de la fusion du réseau de vortex dans des monocristaux d'YBaCuO très purs

- (a) Mesures de résistivité avec $I //$ plan ab et H dirigé suivant c [Kwok 1992]
- (b) Mesures de résistivité avec $I //$ l'axe c et $H //$ plans ab [Charalambous 1992]

Dans les deux cas on remarque "un genou" à environ 10% de la transition résistive



- (c) Anomalie de la chaleur spécifique (petit pic observé à gauche de la figure) à T_m [Junod 1997].
- (d) Discontinuité de l'aimantation observée à T_m pour $H//$ l'axe c : Pour comparer les courbes $R(T)$ pour $H//$ l'axe c [Welp 1996].

Il est aussi établi que cette transition de phase est du premier ordre dans le cas de monocristaux d'YBaCuO avec peu de désordre et qu'elle est remplacée par une transition du second ordre lorsque le taux de désordre est élevé. En effet, pour un taux de désordre faible, le liquide de vortex sera très faiblement piégé tandis que le réseau de vortex solide le sera fortement. A la fusion on s'attend donc à une forte réduction des forces de piégeage marquée par le genou en résistivité et une transition très raide pour $T < T_m$. Dans le cas d'un fort piégeage, des vortex dans un état de "liquide visqueux" peuvent déjà être piégés, la transition se fera de manière plus graduelle. Le groupe de Kwok [Kwok 1992, Fendrich 1995] a remarqué, par des mesures de résistivité, que les plans de macles ou des défauts introduits par irradiation d'électrons obscurcissent l'observation de la fusion (Figure I-17).

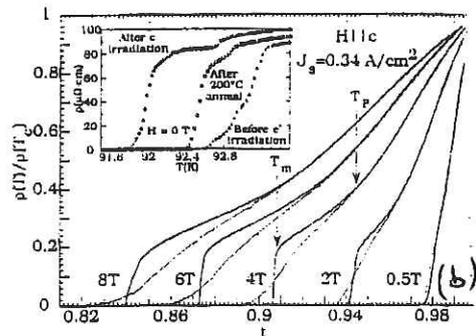
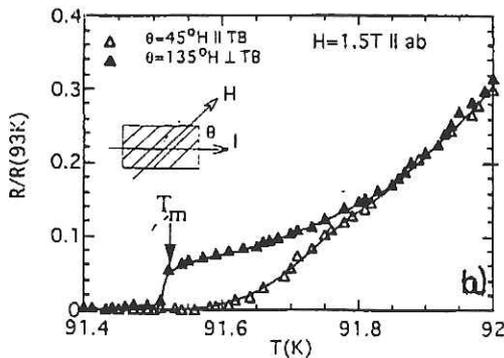


Figure I-17 : Fusion du réseau de vortex masqué par le taux de désordre dans l'échantillon :

- (a) effet des plans de macles : dans les deux configurations I// plans ab : H aligné ou à 45° d'une direction de plans de macles. La suppression du genou à T_m est évidente [Kwok 1992]
- (b) effet des défauts artificiels : le genou est supprimé après irradiation [Fendrich 1995]

b) Nature du liquide et de la fusion

Malgré de nombreuses études la nature et les propriétés du liquide de vortex restent encore peu claires. Il semble néanmoins que l'on peut distinguer deux types de liquides (figure I-18) : le liquide de vortex enchevêtrés ("entangled vortex liquid") où les lignes de flux sont des sortes de "spaghettis" enchevêtrés [Nelson 1988]. Il peut aussi exister un état où le liquide est non enchevêtré ("disentangled vortex liquid"), on a alors à faire à un fluide composé de petits segments qui glissent les uns par rapport aux autres [Moore 1994]. Il est possible que l'on observe l'une et/ou l'autre configuration selon le type de défaut responsable du piégeage. La position de la ligne de fusion $H_m(T)$ dans le diagramme de phase est encore une question ouverte. Dans quel cas se confond-t-elle avec la ligne d'irréversibilité ? Quel est l'état des vortex en dessous de cette ligne ?

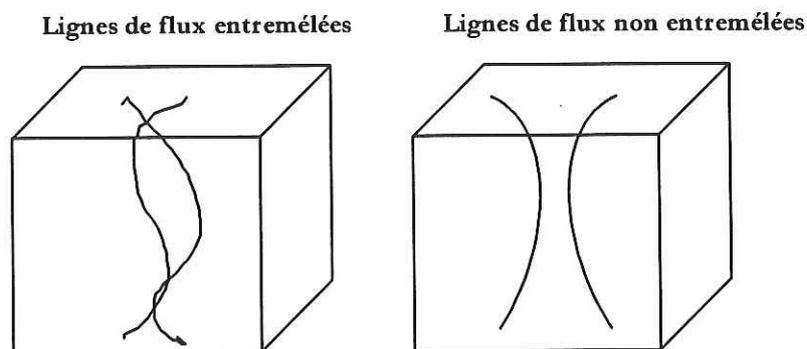


Figure I- 18 : Différentes possibilités pour les lignes de flux dans l'état liquide.

3 VERRES DE VORTEX

Il semble que pour cette dernière question le problème soit en partie résolu. Là encore, le taux de désordre présent dans le cristal a une influence déterminante. Dans le cas d'un monocristal non maclé et avec peu de défauts, la phase de vortex solide est le réseau d'Abrikosov avec un ordre dans les trois directions et une cohérence de phase à longue distance où l'interaction dominante est la répulsion inter-vortex [Lopez 1996].

Lorsque le taux de désordre est important, les vortex sont piégés de manière aléatoire sur les défauts et le liquide de vortex est gelé en une sorte de verre dont la forme est déterminée par la compétition entre l'interaction inter-vortex et le détail des impuretés dans le matériau. [Fisher 1989, Huse 1992]. Cet état de verre est différent de l'état mixte des supraconducteurs classiques. Dans le cas d'un réseau de vortex d'Abrikosov piégé par des impuretés, le réseau de vortex n'existe que dans des domaines de taille caractéristique L_c et au delà de L_c l'ordre à longue distance est perdu. Sous l'effet des fluctuations thermiques les domaines contenant plusieurs vortex franchissent une barrière d'activation thermique et se dissipent indépendamment les uns des autres [Larkin 1979]. Par contre, le verre de vortex est une phase caractérisée par le gel des vortex dans leur position. Les vortex sont emprisonnés dans un état spécifique avec des barrières d'activation infinies. Dynamiquement, cette phase se manifeste par une résistivité DC nulle lorsque le courant est infiniment petit. Elle se distingue aussi de la phase obtenue dans les traditionnelles théories de pinning collectif par le fait que la cohérence de phase est maintenue sur une distance plus grande que la longueur L_c . En principe, le verre de vortex peut être mis en évidence expérimentalement par des mesures $V(I)$ très fines. Koch et ses collaborateurs [Koch 1989], en utilisant un voltmètre à SQUID pour obtenir une grande sensibilité à très faibles courants, ont mis en évidence une température de gel T_g séparant deux des courbes $V(I)$ suivant les lois d'échelles attendues. Pour $T > T_g$, le comportement est ohmique à bas courant, tandis que pour $T < T_g$ $E(I)$ suit une loi de puissance (figure I-19).

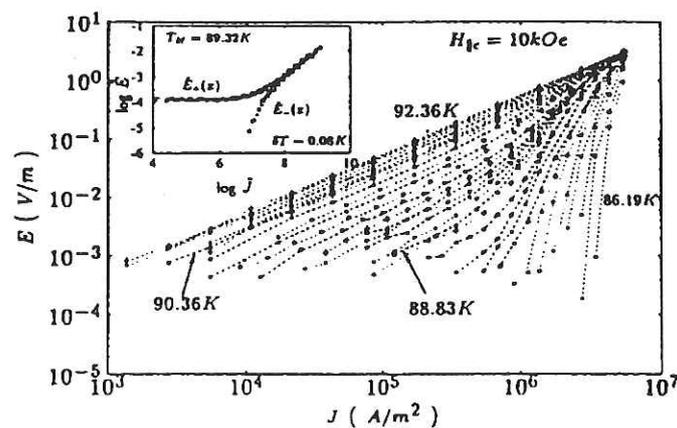


Figure I-19 : Courbes $E(I)$ à différentes températures : le passage d'une loi linéaire à une loi de puissance définit T_g [Koch 1989].

4 DIAGRAMME DE PHASE H(T)

Par conséquent, l'effet des fluctuations thermiques modifie sensiblement le diagramme de phase de l'YBaCuO par rapport à celui d'un supraconducteur basse température. La figure I-20 en donne une description très simplifiée. Comme nous le verrons au cours de ce mémoire, le type de défaut (corrélé ou non) peut changer lui aussi le diagramme de phase.

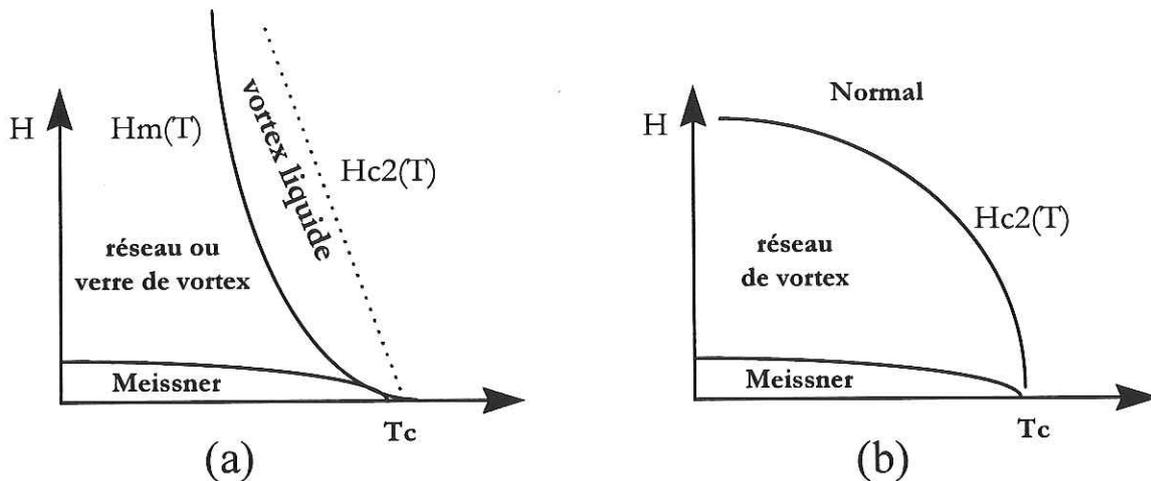


Figure I-20 : Diagramme de phase magnétique très schématisé d'YBaCuO (a) comparé au diagramme H en fonction de T pour les supraconducteurs à bas Tc (b).

E RAPPELS SUR LE PIEGEAGE DES VORTEX

1 LES DIVERS TYPES DE PIEGEAGE

Le but de cette partie est d'essayer d'évaluer quel type de piégeage sera dominant sur nos échantillons texturés.

a) le piégeage par effet de coeur

Le coeur du vortex vient se piéger sur des régions normales dans des zones où le paramètre d'ordre est naturellement déprimé. Il gagne ainsi de l'énergie de condensation $(B_c^2/2\mu_0)*V$ (où V est le volume du coeur placé sur le défaut). L'énergie de piégeage sera proportionnelle à $(B_c^2/2\mu_0)*V$ pondérée par η l'efficacité du piège. L'origine de la dépression locale du paramètre d'ordre peut être due à une zone où la température critique est plus faible (δT_c pinning), où la portée λ des courants d'écrans varie ($\delta \kappa$ pinning) ou à l'existence de régions non supraconductrices de compositions différentes (pinning par des précipités). Dans ce

dernier cas le paramètre d'ordre peut être complètement détruit selon la taille du précipité, auquel cas $\eta=1$.

b) Piégeage par les défauts ponctuels et par les défauts étendus corrélés

Les défauts ponctuels non corrélés sont des défauts ponctuels distribués aléatoirement dans l'échantillon. Pour être piégée de manière efficace, la ligne de flux doit zigzaguer à travers de nombreux sites pour ancrer son cœur sur toute sa longueur et diminuer ainsi l'énergie de condensation. Le gain net en énergie devra tenir compte de l'énergie élastique dépensée pour déformer la ligne de flux. Dans le cas de défauts étendus corrélés, la situation est tout autre. Lorsque B est aligné parallèlement à ces défauts, chaque vortex pourra confiner son cœur sur toute sa longueur sans augmenter son énergie élastique. De plus, la force de piégeage globale qui agit sur toute la longueur du vortex ne sera pas la conséquence d'une sommation aléatoire de forces de piégeage élémentaires agissant sur une petite portion de ligne comme dans le cas des défauts répartis au hasard. Cette sommation statistique entraîne une résultante globale réduite et une énergie de piégeage proportionnelle à la racine carrée de la longueur piégée L. Dans le cas des défauts étendus corrélés l'énergie de piégeage est proportionnelle à L.

c) Piégeage collectif-piégeage fort

Lorsque les centres de piégeage sont petits et leur densité élevée, la ligne de flux peut être piégée sur une partie de sa longueur par l'action collective de ces défauts. Pour minimiser son énergie, le vortex se déforme et s'adapte aux centres de pinning sur un volume de corrélation V_c . V_c est défini comme le volume limite au-dessus duquel les déformations de la ligne excèdent la distance inter-vortex. Pour $V > V_c$, l'ordre à longue distance est perdu. Cette théorie proposée par Larkin et Ovchinnikov [Larkin 1979] repose sur la balance entre les forces de piégeage et l'énergie dépensée par la ligne à se déformer. Ce type de piégeage sera d'autant plus efficace que la densité de centre est élevée, la force de piégeage et les modules élastiques sont faibles. Pour calculer la force de piégeage totale F_p , on ne peut plus effectuer la somme directe des forces élémentaires induites par chaque centre, les forces f_n induites par des défauts de densité n_p sont statistiquement moyennées sur le volume V_c . La force de piégeage agissant sur le réseau de vortex dans un volume V a une amplitude proportionnelle à $(n_p V_c \langle f_p^2 \rangle)^{1/2}$.

Le courant critique sera alors défini par : $J_c B = (W/V_c)^{1/2}$ où $W = n_p \langle f_p^2 \rangle$ [Manuel 1994]

Lorsque la densité de piégeage est faible et que l'énergie de piégeage est grande par rapport à l'énergie élastique le piégeage n'est plus considéré comme aléatoire. La force de piégeage F_p pour un volume V est obtenue en effectuant une somme directe sur les n_p centres par unité de volume. La densité de courant critique se déduit alors de la relation : $J_c \cdot B = n_p \cdot \langle f_p \rangle$.

d) piégeage de surface

La surface d'un échantillon peut représenter un site de piégeage si il existe une barrière de potentiel à franchir pour le vortex pour entrer ou sortir de l'échantillon. Cette barrière est appelée barrière de Bean Livingston [Bean 1964] et se décompose en deux termes : un vortex à une distance x par rapport à la surface est soumis à un terme répulsif en $\exp(-x/\lambda)$ causé par les courants de surface qui ont tendance à pousser les vortex vers le centre de l'échantillon. A ce terme se superpose un terme attractif en $K_1(2x/\lambda)$ (où K_1 est la fonction de Bessel) qui est dû à un effet de vortex image maintenant le vortex près de la surface. Il en résulte pour l'entrée des vortex une barrière de potentiel de portée λ dont le maximum d'intensité se situe à une distance ξ ; ceci provoque un retard à la pénétration du flux. Il a été montré sur des monocristaux avec des surfaces très propres, que cet effet peut être très important dans les oxydes supraconducteurs. Il semble par exemple que les effets de surface gouvernent la ligne d'irréversibilité des composés $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_3\text{O}_8$ jusqu'à 77 K [Majer 1995]. Cet effet de surface diminue très vite lorsque la surface est rugueuse, sale, ou contient beaucoup de défauts. Cependant des surfaces internes comme les plans de macles dans $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ peuvent théoriquement exercer ce type de piégeage [Abrikosov 1988].

e) Piégeage par la structure ou piégeage intrinsèque

Nous avons déjà évoqué ce type de piégeage dans le paragraphe D. Il a pour origine l'existence combinée d'une structure en feuillets et de la faible longueur de cohérence le long de l'axe c . Lorsque H est orienté dans la direction des plans ab , les vortex ont avantage à venir se piéger par effet de coeur dans les feuillets normaux, là où le paramètre d'ordre est affaibli. En choisissant une variation du paramètre d'ordre sinusoïdale suivant l'axe c , Tachiki et Takahachi ont calculé la force de piégeage maximale d'un vortex situé dans un feuillet normal :

$$f_p = \eta \cdot \frac{B_c^2}{8\pi} \cdot 2\pi d \cdot \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} \quad (\text{E.1})$$

où l'efficacité du piégeage η est une fonction de la modulation du paramètre d'ordre et du rapport $\xi_c(T)/d$, d distance entre deux plans CuO_2 .

Le courant critique s'écrit alors [Tachiki 1994] :

$$J_c = \eta \cdot \frac{d}{\xi_c} \cdot \frac{3\sqrt{3}}{8} \cdot \left(1 - \frac{B}{Bc_2}\right) \cdot J_{DP} \quad (E.2)$$

où J_{DP} est le courant de depairing. Le terme $(1-B/Bc_2)$ a été rajouté pour tenir compte de la dépression du paramètre d'ordre en champ intense. Le courant de depairing étant de l'ordre de 10^9 A/cm^2 , on voit que le courant critique résultant du piégeage intrinsèque peut être très élevé, surtout à basse température. L'efficacité de ce piégeage est augmenté par le fait que le courant circule de manière hétérogène dans l'échantillon à cause de la structure en couche. Il est beaucoup plus élevé dans les plans conducteurs et plus faible dans les plans normaux. Les forces de Lorentz qui s'exercent sur les vortex situés dans ces plans seront donc plus faibles.

Théoriquement ce type de piégeage n'est effectif que lorsque la dimension du coeur selon c ξ_c , est inférieure à la distance inter-plans CuO_2 , c'est à dire dès que $T < T^*$. Dans YBaCuO , T^* est estimée autour de 80 K. En fait, il se pourrait que ce potentiel intervienne aussi un peu pour $T > T^*$: Kwok et ses collaborateurs ont observé à 88 K une diminution de la résistivité avec H situé dans une faible plage angulaire proche du plan ab [Kwok 1991]. Ettouhami dans sa thèse [Ettouhami 1994] a proposé une évolution réaliste de la barrière d'ancrage induite par les feuillet normaux avec la température pour $T > T^*$. Celle-ci ne disparaît pas brutalement à $T = T^*$ mais diminue avec T progressivement comme $(d/\xi_c(T))^2$ avec $\xi_c(T) = \xi_c(0)/(1-T/T_c)^{1/2}$. Néanmoins on peut constater que le piégeage par la structure ne peut jouer un rôle déterminant qu'assez loin de T_c . De plus il intervient lorsque la force de Lorentz qui agit sur les vortex est dirigée suivant l'axe c . En effet dans ce cas, les vortex pour se déplacer devront franchir une barrière de potentiel constituée par les bi-plans supraconducteurs CuO_2 .

En conclusion, on peut dire que pour des températures supérieures ou voisines de T^* (~ 80 K), le piégeage pour H dans les plans ab sera dominé par celui des défauts extrinsèques. La densité de défauts et leur nature (corrélés ou non) détermineront si le piégeage est collectif ou individuel.

2 LES DIFFERENTS CENTRES DE PIEGEAGE DANS LES COMPOSES D'YBCO TEXTURES (AUTRES QUE LES PLANS DE MACLES)

Le piégeage des vortex par les plans de macles (TB) sera d'autant plus visible que le potentiel d'attraction des autres défauts est affaibli. Cette partie présente donc brièvement les divers

centres de piégeage présents dans les composés texturés d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ autres que les TB. Dans la plupart des cas l'énergie de piégeage E_P et la force de piégeage par unité de volume F_P est rappelée. La densité de courant critique J_c est déduite à partir de la relation $J_c = F_P / B$. Pour plus de détails nous renvoyons le lecteur aux articles de revue publiés par Murakami en 1994 [Murakami 1994], Manuel en 1994. [Manuel 1994] et Sandiumenge en 1997 [Sandiumenge 1997].

Notations : on désignera par n_P la densité volumique de défauts et par a_0 le pas du réseau de vortex.

a) Les lacunes d'oxygène

Les lacunes d'oxygène présentes dans les bi-plans CuO_2 et dans les chaînes Cu-O peuvent piéger les vortex par une modification locale de la longueur de cohérence (δk pinning). La densité de lacunes est élevée dans les oxydes supraconducteurs. La ligne de flux est alors piégée par l'action collective d'un nombre de défauts $N_P = n_P V_c$ contenus dans un volume de corrélation V_c , chaque lacune produisant une force élémentaire $\langle f_p^2 \rangle^{1/2}$ qui agit sur une portée ξ avant de changer de manière aléatoire. L'énergie de piégeage et la force de piégeage par unité de volume induite dans le volume V_c sont obtenus en utilisant la théorie du piégeage collectif :

$$E_P \approx \xi \cdot \left(\frac{n_P \langle f_p^2 \rangle}{V_c} \right)^{1/2} \quad (\text{E.3})$$

$$F_P \approx \left(\frac{n_P \langle f_p^2 \rangle}{V_c} \right)^{1/2} \quad (\text{E.4})$$

La densité de courant critique aura pour expression :

$$J_c \approx \frac{\left(\frac{n_P \langle f_p^2 \rangle}{V_c} \right)^{1/2}}{B} \quad (\text{E.5})$$

Ce type de piégeage est assez efficace dans les monocristaux ($\eta \sim 0.5$), la fluctuation de concentration de ces lacunes est suspectée être à l'origine de l'effet papillon (Fish-tail effect) dans les courbes $J_c(B)$ [Daümling 1990]. Dans les matériaux texturés, l'augmentation des courants critiques observés par rapport aux monocristaux impliquerait un nombre de lacunes trop élevé. De plus ces défauts sont efficaces surtout à basse température à cause de

leur sensibilité aux effets thermiques. A 77 K ils contribuent certainement au piégeage sous forme de « bruit de fond » [Matsushita 1990].

b) Les défauts d'empilements

Ces défauts apparaissent fréquemment dans les échantillons obtenus par texturation. Ces fautes d'empilement sont généralement des plans CuO_2 supplémentaires adjacents au plan contenant les chaînes Cu-O. Il en résulte l'apparition locale d'une phase $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ qui est un composé supraconducteur mais à une température critique plus basse. Le paramètre d'ordre est localement déprimé lorsque ces régions sont encore normales et le vortex est ancré par effet de cœur. Le piégeage causé par ce type de défaut est très anisotrope. Son efficacité est maximale lorsque B est aligné parallèlement à lui et que la force de Lorentz lui est perpendiculaire (B// ab, I // ab). Lorsque B ou I est aligné suivant c l'efficacité des défauts d'empilement est réduite. L'énergie de piégeage E_P pour un vortex aligné dans les plans ab parallèle à une faute d'empilement d'épaisseur t et d'extension L est la suivante :

$$E_P = \eta \cdot \frac{B_c^2}{\mu_0} \cdot t \cdot \xi_{ab} \cdot L \quad (\text{E.6})$$

La force de piégeage élémentaire est E_P/t . Pour calculer la force de piégeage totale par unité de volume il faut tenir compte du nombre de vortex interceptés par les défauts : $n_P (L / a_0)$

$$F_P = \eta \cdot \frac{B_c^2}{\mu_0} \cdot \xi_{ab} \cdot L^2 \cdot n_P \cdot \sqrt{\frac{B}{\phi_0}} \quad (\text{E.7})$$

La densité de courant critique causée par le piégeage par les défauts d'empilement variera en fonction du champ comme $B^{-1/2}$.

c) Les microfissures

Elles apparaissent pendant la préparation à cause d'un mauvais compactage, lors d'une texturation avec une descente en température trop rapide, au cours de la transition orthorhombique-quadratique, pendant les prises d'oxygène ou encore lors de chocs thermiques. Elles sont rares suivant l'axe c, elles apparaissent surtout dans la direction des plans ab. Les microfissures ne peuvent contribuer qu'indirectement au piégeage car leur taille est voisine du micron. Elles peuvent être efficaces lorsque B est aligné dans leur direction et lorsque I circule dans les plans ab [Matsushita 1988]. Cependant leur nombre

dans les échantillons est souvent trop faible pour avoir une réelle influence sur le piégeage. De plus l'ajout de phase verte en excès diminue l'apparition de ces fissures.

d) Les dislocations

Les dislocations peuvent constituer un site de piégeage directionnel très efficace car ce sont des défauts linéaires étendus qui peuvent piéger les lignes de flux sur toute leur longueur lorsque B est aligné le long de la dislocation [Mannhart 1992, Selvamanickam 1993]. Une dislocation peut être considérée comme une ligne où le paramètre d'ordre est déprimé dans la région contrainte de taille s près du défaut. Pour des lignes de flux alignées parallèlement au défaut de longueur L, le potentiel de piégeage E_P peut s'écrire :

$$E_P = \eta \cdot \frac{B_c^2}{\mu_0} \cdot s^2 \cdot L \quad (E.8)$$

La force de piégeage élémentaire est $E_P / \langle \xi \rangle$ où $\langle \xi \rangle$ est la longueur de cohérence moyenne perpendiculaire à la ligne. Si l'on suppose que chaque dislocation peut piéger une ligne de flux le calcul de la force de piégeage volumique est donnée par $F_P = n_P f_P$:

$$F_P = \eta \cdot \frac{B_c^2}{2\mu_0} \cdot n_P \cdot \frac{s^2}{\langle \xi \rangle} \cdot L \quad (E.9)$$

La variation de J_c en fonction de B dépendra du nombre de vortex qui interagissent avec la dislocation. Si chaque dislocation piège un seul vortex J_c variera comme $1/B$.

Si la dislocation piège plusieurs vortex alors il faut tenir compte du nombre de vortex interceptés n_P (L/a_0) et J_c dépend de B comme $B^{-1/2}$.

Les dislocations apparaissent pour relaxer les contraintes qui naissent lors du refroidissement à cause des contractions thermiques et de la différence entre les coefficients d'expansion de la phase 211 et 123. Les inclusions de phase verte provoquent un réarrangement de celles-ci et leur empilement parallèlement aux plans (100) et (110). L'influence des dislocations dans le piégeage pour les matériaux texturés a été mise en évidence en comparant pour des matériaux uniaxialement déformés les courants critiques obtenus avant et après un recuit sous oxygène à 900°C qui diminue la densité de dislocation. La chute brutale du courant critique après recuit montre l'importance de ce type de défaut pour le piégeage des vortex.

e) Effet des inclusions de phase verte (211) sur le piégeage

Les inclusions de 211 jouent un rôle majeur dans le piégeage des vortex. Une très nette augmentation du courant critique sous champ a été constatée sur des échantillons contenant des particules de 211 de petites tailles (quelques μm) et très dispersées [Lee 1992]. Cependant un mécanisme de piégeage par effet de cœur est peu probable car la taille des centres de piégeage est beaucoup plus grande que la longueur de cohérence [Murakami 1992]. En fait, il semble que le potentiel de piégeage soit causé par le gradient du paramètre d'ordre qui est maximum aux interfaces 211/123. Les vortex sont piégés principalement à l'interface entre les régions normales et supraconductrices. L'énergie de piégeage E_P par des inclusions de taille d est :

$$E_P = \eta \cdot \frac{B_c^2}{\mu_0} \cdot \pi \xi^2 d \quad (\text{E.10})$$

la force de piégeage élémentaire est E_P/ξ . Pour calculer F_P il faut tenir compte du nombre de vortex interagissant avec les particules : $n_P (d/a_0)$:

$$F_P = \eta \cdot n_P \cdot \frac{B_c^2}{2\mu_0} \cdot \pi \xi d^2 \sqrt{\frac{B}{\phi_0}} \quad (\text{E.11})$$

On a donc une densité de courant critique qui varie en fonction du champ comme $B^{-1/2}$.

On remarquera que la F_P et donc J_c varie comme $n_P \cdot d^2$. Ce terme correspond au rapport V_{211}/d entre la fraction de 211 en volume $V_{211} (n_P \cdot d^3)$ dans l'échantillon et la taille d . Ce rapport est une mesure de l'aire formée par les interfaces 211/123.

Le type de désordre structural qui prend naissance près des particules de 211 prises dans la matrice de 123 et l'origine de sa formation commencent à être compris [Wang 1993, Kim 1997]. Il semble que l'interface 211/123 pourrait être un site de la nucléation pour des défauts plans parallèles aux plans ab comme des fautes d'empilement et des plaquettes de BaCuO.

f) Conclusions

En conclusion de ce paragraphe il faut souligner :

- a) les deux grandes différences de piégeage entre celui induit par des défauts ponctuels (comme les lacunes d'oxygène) et celui provoqué par un défaut étendu comme par exemple les dislocations, les défauts d'empilement. Dans le premier cas le piégeage est isotrope et l'énergie de piégeage croît en racine carrée de la longueur du vortex piégé (formule E.3). Dans le deuxième cas le piégeage est directionnel, et lorsque la ligne de flux est parallèle au défaut, l'énergie de piégeage a un caractère extensif : elle croît linéairement avec la longueur piégée (E.6, E.8).
- b) le piégeage par les inclusions de 211 est d'autant plus efficace que le nombre d'interfaces 211/123 est élevé. Ce type de piégeage pourra être important dans nos échantillons.
- c) le piégeage par un défaut étendu ou par les interfaces 211/123 donne une dépendance en champ en $B^{-1/2}$. Bien entendu lorsque B est élevé il faut rajouter à ces expressions le terme $(1-B/Bc_2)$ pour tenir compte de la décroissance du paramètre d'ordre à fort champ.

F LES PLANS DE MACLES

1 DEFINITION, FORMATION

Le maillage représente la formation de deux régions monocristalines (une macle et son parent) avec des structures cristallographiques reliées par une opération de symétrie. Le plan de macles est le plan cristallographique qui sépare la macle et son parent. Généralement le maillage est associé à l'apparition d'un axe de symétrie C_2 ou d'un centre d'inversion absent dans le cristal de départ. Ce plan de macles provoque une rupture de l'invariance par translation qui n'est conservée que dans la direction des plans de macles. [Khlyustikov,1987]. Les plans de macles sont remplis par des atomes situés dans la continuité des plans cristallographiques où, en première approximation, les distances inter-atomiques sont conservées. De ce fait, les distorsions créées par l'apparition des deux domaines sont minimales et décroissent rapidement lorsque l'on s'éloigne des plans de macles. L'énergie nécessaire pour créer ces plans de macles est donc très basse.

Dans le cas d'YBaCuO, les plans de macles apparaissent lors de la transition tétragonale ($a=b < c$)-orthorhombique ($a < b < c$) et relaxent les contraintes lors de la transition. L'abrupte réduction de volume s'accompagne de la création aléatoire de paires de macles (une macle et son parent) qui sont deux régions contenant une orientation donnée d'axes a et b, images l'une de l'autre par rapport au plan miroir qui les sépare, le plan de macles [Van Tendeloo 1987]. Le plan basal d'YBaCuO est donc constitué par la juxtaposition de domaines supraconducteurs séparés entre eux par deux familles de plans de macles parallèles à l'axe c et de trace $[110]$ et $[1-10]$ dans les plans ab (figures I-21, I-22) [Hervieu 1987 b]. On appelle "domaine maclé" une région comprenant l'ensemble des paires de macles provenant d'une direction de maillage.

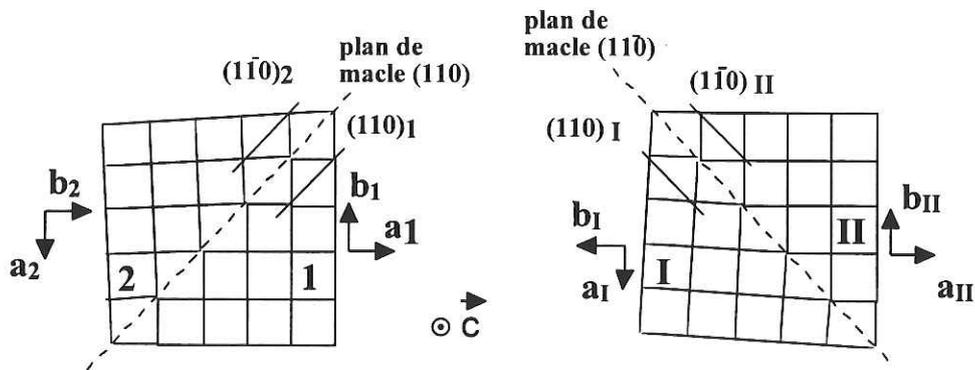


Figure I-21 : coupe schématique suivant le plan ab d'une macle et de son parent séparés par un plan de macles.

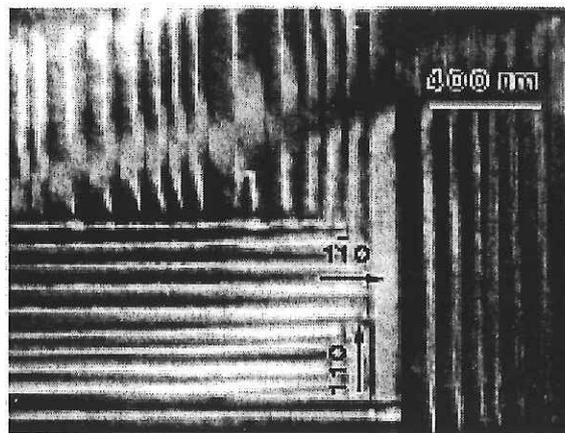


Figure I-22 : Image au microscope électronique à transmission des deux directions de plans de macles dans un monocristal d'YBa₂Cu₃O₇ [King 1993].

2 STRUCTURE DES PLANS DE MACLES

a) Cas des monocristaux

Plusieurs modèles de structures de plans de macles dans les monocristaux ont été proposés depuis 1987 sans vraiment que l'on puisse trancher. On peut principalement les diviser en deux catégories :

Dans la première catégorie (figure I-23a) les chaînes Cu-O selon la direction b sont cassées au niveau du plan de macles et repartent dans le domaine adjacent avec un angle de $90^\circ - \varepsilon$ ou ε

$= \arcsin \frac{(b^2 - a^2)}{(b^2 + a^2)}$ [Hodeau 1988]. Ceci implique que la stoechiométrie en oxygène au niveau

du plan de macles est O_6 tandis qu'elle est O_{6+x} à l'intérieur du domaine maculé. Dans ce cas, les plans de macles sont des parois semi-conductrices séparant deux domaines supraconducteurs.

A l'inverse, dans la deuxième catégorie, les cations Cu présents dans les plans de macles sont entourés par 4 oxygènes arrangés en un tétraèdre distordu. Ici, le taux d'oxygène ne varie pas au niveau du plan de macle (figure I-23b). La figure I-23c montre un autre modèle où le taux d'oxygène est conservé mais qui suppose de larges déplacements d'atomes d'oxygène.

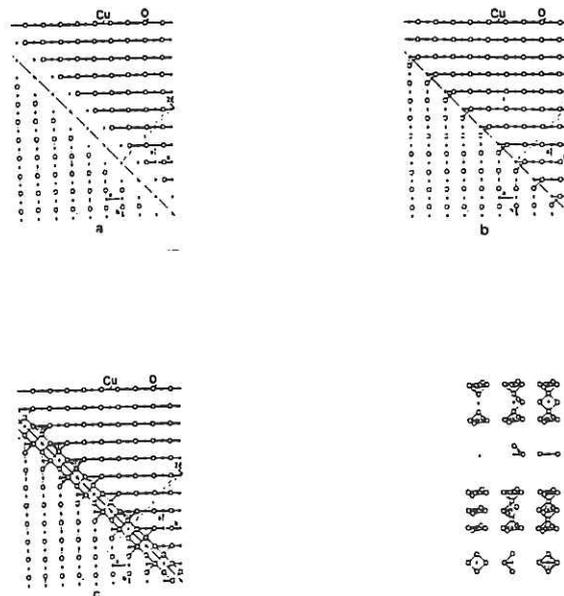


Figure I-22 : Différents modèles de plan de macles correspondant à (a) jonction avec une stoechiométrie O_6 (b) et (c) jonctions avec une stoechiométrie O_7 (d) La coordination du cuivre au niveau du plan de macles dans les trois cas. [d'après Hodeau 1988]

Théoriquement la distance inter-plans de macles d_{TP} peut être déterminée par l'équilibre énergétique entre la réduction de l'énergie de contrainte et l'énergie nécessaire pour former un plan de macle. d_{TP} dépend de la taille de la région transformée G , de la valeur de la contrainte de cisaillement et de l'énergie de formation du plan de macle γ .

d_{TP} peut être évaluée à l'aide de la formule [Zhu 1990] :

$$d_{TP} = \sqrt{\frac{\gamma \cdot G}{MS^2}} \quad (F.1)$$

où M est le module de cisaillement et S mesure la contrainte reliée aux paramètres a et b , $S=2*(b-a)/(a+b)$, G représentant la taille de la région transformée dans la direction du plan de macles.

b) . Cas des matériaux texturés

Dans le cas de matériaux texturés avec un taux de phase verte élevé le problème est plus complexe que dans les monocristaux. Cet effet a été expliqué clairement dans l'article de Müller et Freyhardt [Müller 1996]. L'introduction d'inclusions de phase verte (211) modifie considérablement la distance d_{TP} , en agissant sur la taille d des domaines transformés par une direction de maclage et sur l'énergie de formation γ .

(i) effet sur la taille des domaines séparés par les plans de macles

La taille de ces domaines d est fixée lors de la transformation tétragonale-orthorhombique et, comme la nucléation est hétérogène, d diminue lorsque l'on augmente le nombre de sites de nucléation. Le procédé de nucléation du maclage est déterminé par la capacité de diffusion de l'oxygène à travers le cristal pour former à partir de la phase tétragonale des phases orthorhombiques. Or, autour des inclusions de 211 se forment des défauts plans (défauts d'empilements, dislocations) qui facilitent le transport de l'oxygène. Les régions entourant les inclusions de 211 sont donc mieux oxygénées que les autres et constituent des sites potentiels de nucléation de macles. D'après les observations au microscope électronique à transmission de Müller et Freyhardt, d est diminuée au moins par trois dans les échantillons texturés (1 à 10 μm). L'introduction de platine contribue indirectement à cet effet puisqu'elle diminue la taille de la phase verte mais augmente leur nombre.

(11) Influence sur l'énergie d'interface γ

Dans la formule F.1 il faut remplacer G par la taille moyenne du domaine maclé d , ce qui correspond à peu près à la distance moyenne entre deux particules de 211. Les études effectuées par Shaw et ses collaborateurs [Shaw 1989], Roy et Mitchell [Roy 1991] et Müller et Freyhardt [Müller 1994] sur des monocristaux et des échantillons texturés confirment la dépendance de d_{TP} avec $d^{1/2}$ (Figure I-23). On peut observer nettement une différence de pente pour les droites dans les deux cas. Cet écart traduit l'existence d'un γ plus faible dans le cas des matériaux texturés. Le tableau figure I-24 indique quelques valeurs de γ^I (monocristaux) et γ^{II} (texturés) [Xu 1989, Khachaturyan 1983, Roy 1991, Mitchell 1991, Barsh 1987].

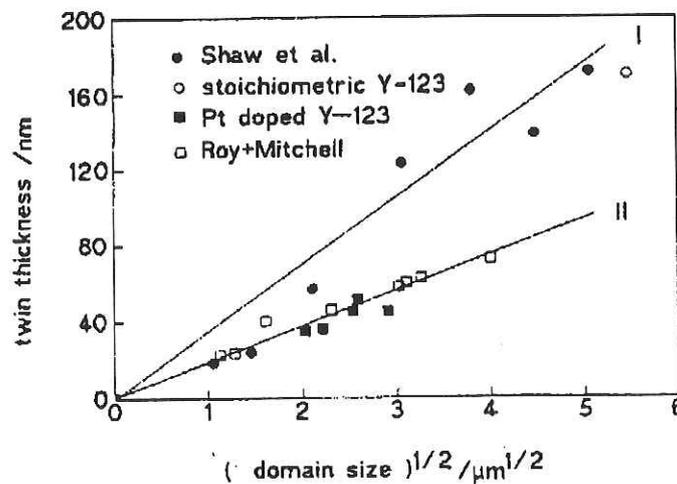


Figure I-23 : $d_{TP}/2$ en fonction de la taille d du domaine maclé pour des monocristaux et des échantillons texturés [Müller 1996]. L'indice I correspond au cas des monocristaux et II au cas des matériaux texturés.

Les différences de pentes dans les deux cas sont liées à l'existence d'une plus faible énergie de formation γ pour les matériaux texturés.

Twin-boundary interface energy.

Reference	c	γ^I mJ m ⁻²	γ^{II} mJ m ⁻²
Welch, cited by Xu <i>et al.</i> (1989)	1	17	5.2
Khachaturyan (1983)	1	17	5.2
Roy and Mitchell (1991)	0.5	8.5	2.6
Mitchell and Hirth (1991)	$1/\pi=0.32$	5.44	1.66
Barsch <i>et al.</i> (1987)	0.27	4.59	1.196

γ^I and γ^{II} are the interface energies which belong to fit I with the higher slope and fit II with the smaller slope in fig. 3 respectively.

Figure I-24 : Tableau représentant les énergies γ déterminées pour des monocristaux γ^I et des composés texturés γ^{II} [d'après Müller 1996].

La formule D.1 doit donc être remplacée par :

$$d_{TP} = \sqrt{\frac{\gamma^{II} \cdot d}{MS^2}} \quad (F.2)$$

En prenant $M=2 \cdot 10^7$ N.cm⁻², $\gamma^{II} \sim 1.66 \cdot 10^{-3}$ J/m², $S \sim 1.7 \cdot 10^{-2}$, et $d \sim 10 \cdot 10^{-6}$ m (distance moyenne évaluée expérimentalement au microscope optique dans nos échantillons) on obtient $d_{TP} \sim 1694$ Å, ce qui correspond à l'ordre de grandeur de la valeur d_{TP} mesurée expérimentalement au MET (voir chapitre II).

Les valeurs de d_{TP} mesurées dans les monocristaux de 123 stoechiométriques sont de l'ordre de 3400 à 4000 Å [Müller 1996].

(iii) Effet sur les intersections entre les deux directions de plans de macles

Les observations effectuées au microscope optiques montrent que dans nos échantillons, il existe beaucoup de zones d'intersections entre deux directions de plans de macles. Cette particularité est peut être liée aux contraintes provoquées par les inclusions de phase verte. Elle a été déjà mise en évidence par Mironova et ses collaborateurs sur des échantillons texturés où l'on applique des contraintes uniaxiales variables [Mironova 1995]. Ces zones d'intersections sont des sites où le désordre est important. Ces points d'intersections peuvent donc jouer un rôle significatif sur le piégeage des vortex [Oussena 1995].

3 PRESENTATION DE L' EFFET DES PLANS DE MACLES SUR LES PROPRIETES PHYSIQUES D'YBACUO

Les plans de macles entrent dans la catégorie des défauts plans étendus corrélés. Ils sont étendus car dans deux directions ils peuvent piéger les vortex sur une grande partie de leur longueur. Le plan de macles est un défaut corrélé car il est équivalent à la somme sur une ligne de plusieurs défauts ponctuels dont l'action des forces de piégeage élémentaires s'ajoute de manière cohérente.. Ici nous allons rappeler très brièvement l'effet de ces défauts sur les propriétés supraconductrices d'YBaCuO en précisant qu'il n'y a pas, pour l'instant, de consensus au sujet du rôle des plans de macles sur la supraconductivité.

a) Supraconductivité localisée induite par les plans de macles

Dans les supraconducteurs traditionnels comme Tl ou Nb, les plans de macles augmentent la température critique $\Delta T_c = T_{c_p} - T_{c_0}$ ($\Delta T_c = 0.003$ K pour Tl, $\Delta T_c = 0.11$ K pour Nb) [Khlyustikov 1981, Dolgin 1986]. Le mécanisme responsable de cette supraconductivité par les plans de macles n'a pas été complètement compris. Il est peut-être relié à l'existence de nouvelles branches de phonons bi-dimensionnelles ou à des états électroniques localisés à l'intérieur des plans de macles. Quoiqu'il en soit, il est prédit que la région où l'appariement des paires de Cooper est plus favorable ne s'étende que sur quelques distances atomiques du plan de macles, on parle alors de supraconductivité localisée induite par les plans de macles. A des températures $T_{c_0} < T < T_{c_p}$, la supraconductivité peut se propager par effet de proximité entre les plans de macles supraconducteurs et le reste de l'échantillon normal. Un paramètre important est donc la distance comprise entre deux plans de macles.

Dans le cas d'YBaCuO trois éléments importants doivent être pris en compte :

- l'existence d'une supraconductivité localisée va dépendre de l'arrangement entre atomes Cu-O et du taux de lacunes d'oxygène près des plans de macles. Nous avons vu que, selon le modèle, le taux d'oxygène était proche de 6 ou de 7.
- la longueur de cohérence est petite ($\xi \sim 15 \text{ \AA}$), et est de l'ordre de l'épaisseur du plan de macles (10-50 Å) d'après des études en diffraction électronique [Zhu 1989].
- la distance inter-plans de macles d est grande devant ξ . Donc les plans de macles interagiront très faiblement entre eux et la différence de température critique sera très faible.

Quelques résultats expérimentaux sont compatibles avec l'existence d'une supraconductivité localisée : une dépendance particulière du champ critique $H_{c2} \sim (T_c - T)^{1/2}$ [Fang 1988]; deux pics de chaleur spécifique distants de 4 K [Inderhees 1988]. Cependant ces mesures ont été effectuées à une époque où la synthèse d'YBaCuO était peu maîtrisée et il est probable que ces résultats soient liés à l'existence de phases parasites à l'intérieur de l'échantillon.

b) Attraction des vortex et piégeage par une direction de plans de macles

(i) Attraction des vortex par dépression du paramètre d'ordre

Aujourd'hui la tendance générale est de considérer que les plans de macles sont des zones isolantes qui créent une interface avec la région supraconductrice et donc une zone où le paramètre d'ordre est fortement déprimé [Deutscher 1987]. Cette réduction du paramètre d'ordre va faciliter l'attraction des vortex dans ces défauts, car un vortex localisé dans cette zone voit son énergie de cœur diminuer proportionnellement à l'énergie de condensation qu'il doit dépenser pour détruire la supraconductivité. Le plan de macles se comportera donc comme un puits de potentiel d'énergie U_{TP} dont l'origine est le gain en énergie de ligne que le vortex obtient lorsqu'il se positionne au voisinage du défaut. Comme nous l'avons évoqué au paragraphe B-2 le puits de potentiel créé par le plan de macles doit être important surtout à haute température où la dépression du paramètre d'ordre est plus importante

Le puits de potentiel créé par la dépression du paramètre d'ordre ψ au niveau de l'interface entre la partie supraconductrice et le plan de macles, qui est considérée comme une région normale d'épaisseur e_{TP} , a été modélisé par Blatter et ses collaborateurs [Blatter 1991]. On considère que cet effet d'interface crée une zone de dépression de largeur L qui dépend de la température et dont l'effet est amplifié par l'existence de faibles longueurs de cohérence. Le potentiel d'attraction qui en résulte sera proportionnel au paramètre $\delta \sim [1 - |\psi_{TP}|^2 / |\psi|^2]$ qui mesure cet affaiblissement de la supraconductivité et au gain en énergie de condensation ($B_c^2 / 2\mu_0$). Plus précisément, pour un vortex aligné parallèlement à TB et placé à une distance x , le gain en énergie par unité de longueur $\varepsilon_{TP}(x)$ s'écrit :

$$\varepsilon_{TP}(x) \sim (B_c^2 / 8\pi) L \delta \int dy [1 - |\psi(x,y)|^2] \quad (F.3)$$

$$\text{c'est-à-dire } \varepsilon_{TP}(x) \sim \left[\frac{\Phi_0}{4\pi\lambda} \right]^2 \cdot \frac{L \cdot \delta}{\Gamma \sqrt{x^2 + L^2}}, \quad x < \Gamma\lambda \quad (F.4)$$

La largeur L de la région où le paramètre d'ordre est supposé être supprimé est généralement estimée à $\sqrt{2}\xi_{ab}$. Cette suppression est donc faible à basse température $\delta \ll 1$ mais devient beaucoup plus importante lorsque l'on s'approche de T_c ($\delta \sim 1$), à cause de la divergence de ξ_{ab} .

(ii) Cas où B fait un angle Φ avec une direction de plans de macles. Modèle d'accommodation des lignes de flux aux plans de macles

Nous présentons ici brièvement le modèle proposé par G. Blatter et ses collaborateurs [Blatter 1991] quant à l'accommodation des lignes de flux à une direction de plans de macles lorsque B fait un angle Φ avec une direction de plans de macles. La configuration utilisée est B et J dans les plans ab avec une force de Lorentz dirigée vers l'axe c (figure I-24). L'accommodation des lignes de flux est le résultat d'un équilibre énergétique entre l'énergie de ligne gagnée par le vortex lorsqu'il est attiré par le puits de potentiel créé par le plan de macles et le coût en énergie élastique dépensée pour déformer la ligne de flux.

i Accommodation d'une ligne de flux

Soit r la longueur piégée dans le plan de macle, s la partie hors des plans de macles (figure I-24). Appelons ϵ_{TP} le gain en énergie de ligne par unité de longueur pour un vortex piégé dans le plan de macle, ϵ_l l'énergie de ligne par unité de longueur de la partie non piégée et ϕ l'angle entre B et TB.

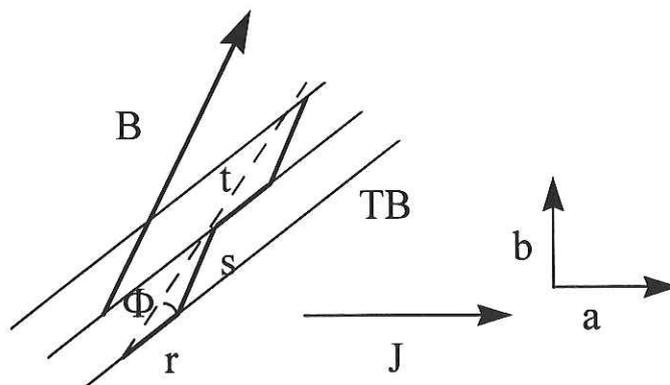


Figure III-1 : Accommodation d'une ligne de flux à un réseau d'une famille de plans de macles (TB) d'après [Blatter 1991]

Le gain en énergie dû au piégeage par un plan de macle est $r \cdot \epsilon_{TP}$.

La variation en énergie élastique peut être décrite comme le produit de l'énergie de ligne par la modification totale de longueur de la ligne ($r+s-t$). Il nous faut donc minimiser par rapport à r l'expression :

$$\varepsilon(\Phi) = (r+s-t) \varepsilon_{l-r} \varepsilon_{TP} \quad (F.5)$$

Pour cela on exprime s et t en fonction de Φ , r et de la distance inter plan de macle d_{TP} :

$$t = d_{TP} / \sin\Phi \text{ et } s = [d_{TP}^2 + (d_{TP} / \tan\Phi - r)^2]^{1/2} \quad (F.6)$$

En utilisant l'approximation aux petits angles ($\tan\Phi \sim \Phi$) on obtient l'expression de la longueur piégée par TB à angle constant Φ :

$$r(\Phi) \sim d_{TP} (1/\Phi - 1/\Phi_t) \Theta[\Phi - \Phi_t] \quad (F.7)$$

où Θ est la fonction de Heavyside et Φ_t est l'angle de trapping défini par :

$$\Phi_t = [2\varepsilon_{TP} / \varepsilon_L]^{1/2} \quad (F.8)$$

Pour $\Phi < \Phi_t$, le vortex se déforme pour diminuer son énergie tout en gardant une direction moyenne parallèle au champ comme sur la figure I-24. Pour $\Phi > \Phi_t$, le vortex reste droit $r(\Phi > \Phi_t) = 0$ et suit la direction du champ.

En insérant $r(\Phi)$ dans l'expression $\varepsilon(r, \Phi)$ on obtient :

$$\varepsilon(r(\Phi), \Phi) = -\frac{1}{2} \varepsilon_l d_{TP} \frac{(\Phi_t - \Phi)^2}{\Phi} \Theta \cdot (\Phi_t - \Phi) \quad (F.9)$$

ii Cas des champs élevés. Interaction inter-vortex

Dans les cas où le champ appliqué est élevé, il faut tenir compte de l'interaction inter-vortex et de la relaxation de l'ensemble du réseau. Appelons a_0 le pas du réseau de vortex, $f = a_0 \Gamma / d_{TP}$ la fraction de vortex piégée dans les plans de macle dans les plans ab et c_{44}'' le coefficient de déformation de la ligne de flux. L'équilibre énergétique entre le coût en énergie élastique et le gain en énergie de ligne peut s'écrire :

$$1/2 c_{44}''(k) \Phi_t^2 \sim (\varepsilon_{TP} / a_0^2) \cdot f \quad (F.10)$$

Pour les champ élevés le vecteur d'onde qui exprime la limite des fluctuations transverses des vortex est $k_{\perp} \sim (\pi/d_{TP})$.

L'expression de c_{44}'' se réduit alors à :

$$c_{44}'' \sim \frac{H^2}{4\pi} \frac{1}{(\lambda_c k_{\perp})^2} \quad [\text{Brandt 1991}] \quad (\text{F.11})$$

On obtient pour Φ_t une expression un peu plus compliquée :

$$\Phi_t \sim [2\varepsilon_{TP} / \varepsilon_L]^{1/2} [\ln(\kappa \Gamma)]^{1/2} [a_0 \sqrt{\Gamma} / d_{TP}]^{3/2} \quad (\text{F.12})$$

Elle indique que l'angle critique de trapping doit diminuer avec le champ comme $B^{-3/4}$.

Il existe peu d'information expérimentale sur le rapport $\varepsilon_{TP}/\varepsilon_L$. Vinikov et ses collaborateurs [Vinikov 1990] ont estimé par des mesures de décorations à 4 K pour $H \sim 40$ gauss aligné le long de c , une valeur de 0.002 pour le rapport $\varepsilon_{TP}/\varepsilon_L$.

(iii) Origine du piégeage des vortex par les plans de macles.

Les plans de macles attirent non seulement les vortex mais peuvent les piéger en limitant leur déplacement sous l'effet de la force de Lorentz. L'origine du piégeage des vortex par les plans de macles a au moins trois origines :

- i) les plans de macles sont le siège d'impuretés ou de lacunes d'oxygène qui contribuent au piégeage des lignes de flux.
- ii) les plans de macles en tant que zones normales peuvent piéger les vortex par effet de cœur. Ils bloquent ainsi le déplacement transversal des lignes de flux (perpendiculaire au plan).
- iii) la troisième origine de piégeage est intrinsèque car elle est reliée à la nature même de ces défauts. En effet en tant que défauts plans étendus et corrélés, ils réduisent à haute température l'effet du dépiégeage thermique en limitant la diffusion des lignes de flux. Le potentiel de piégeage U_{TP} diminue moins vite lorsque T augmente que le potentiel de piégeage induit par les défauts ponctuels. Les vortex dépiégés hors des autres défauts viennent alors s'ancrer dans les plans de macles. Les vortex localisés pourraient alors geler à basse température pour former un nouveau type de verre : le verre de Bose [Nelson 1992]. Nous développerons cet aspect au chapitre IV

(iv) Importance des diverses origines de piégeage

Lorsque l'on constate le piégeage des vortex par les plans de macles il est difficile de discerner quel phénomène intervient majoritairement. Il est probable que les trois participent en même temps à l'ancrage. De même il n'est pas facile de donner une limite en température ou en champ de l'influence de ces défauts sur le piégeage. Pour répondre à cette question il faudrait évaluer l'ampleur de la réduction δ du paramètre d'ordre avec la température et il semble que ceci dépende de la nature du plan de macles (structure, épaisseur). Nous pouvons tout de même faire les remarques suivantes :

- le piégeage décrit en (i) est relativement faible et contribue essentiellement à bloquer les vortex lorsque ceux ci sont incités à se déplacer parallèlement aux plans de macles (force de Lorentz parallèle au plan de macles).
- le piégeage par effet de cœur n'induit qu'un piégeage transverse. En effet il ne brise pas l'invariance par translation le long du plan. De plus, il est très efficace lorsque la taille du cœur du vortex contrôlée par ξ est proche de l'épaisseur du plan de macles. Pour une épaisseur de 35 Å ceci se produit à une température T proche de $T_{dp} = 60-70$ K (chapitre IV). De même il est difficile de faire intervenir uniquement ce type de piégeage à forts champs lorsque le nombre de vortex est élevé par rapport aux plans de macles. Cette forme de piégeage interviendra plutôt pour $T < T_{dp}$ et lorsque la force de Lorentz n'est pas parallèle au défaut.
- le piégeage par la réduction des fluctuations thermiques évoqué en (iii) sera prépondérant à haute température, en tout cas pour $T \gg T_{dp}$. La réduction de la diminution du potentiel de piégeage par les fluctuations thermiques bloquera les vortex longitudinalement et transversalement car ce phénomène dépend simplement de la dimensionnalité du système. Un vortex piégé dans un plan de macles correspond à une situation bi-dimensionnelle (2 degrés de liberté pour les vortex) avec un courant critique J_c qui décroît moins vite avec T , algébriquement et non exponentiellement (dans le cas 3D) (voir chapitre IV). Remarquons cependant que cet effet dépend de la capacité de piégeage des autres sites, il diminuera d'autant plus vite que le potentiel de piégeage des autres défauts augmente au fur et à mesure que la température baisse. Pour des matériaux très désordonnés il ne sera probablement efficace que sur un intervalle pas trop éloigné de T_c .

Les chapitres III, IV, V de ce mémoire mettront en évidence le piégeage des vortex (sous forme liquide ou dans l'état vitreux) par les plans de macles. Nous tenterons d'expliquer l'origine des effets observés sur le courant critique, la ligne d'irréversibilité et la résistivité en faisant intervenir selon les configurations et les conditions expérimentales les phénomènes décrits précédemment.

Références chapitre I

Abrikosov 1957 : A.A. Abrikosov, Zh. Eksperim. i. Théor. Fiz **32** (1957), 1442

Abrikosov 1988 : A.A. Abrikosov, A. I. Buzdin, M.L. Kubic, D.A. Kuptsov, Int.J.Mod.Phys. B **1** (1988), 1045

Barbut 1994 : J. M. Barbut, Thèse U. J. F. Grenoble 1 (1994).

Barsch 1987 : G. R. Barsch, B. Horovitz, and J. A Krumhansl, Phys. Rev. Lett., **59** (1987), 1251.

Bean 1964: C.P. Bean. Phys. Rev. Lett **12** (1964), 14

Billon 1997: B. Billon, M. Charalambous, J. Chaussy, R. Koch, R .Liang, Phys. Rev. B **55** (1997) 1

Blatter 1991 : G. Blatter, J. Rhyner, V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **43** (1991), 7826

Blatter 1992 : G. Blatter, V. B. Geshkenbein, I. Larkin, Phys. Rev. Lett., **68**, (1992), 875

Braithwaite 1993: D. Braithwaite, D. Bourgault, A. Sulpice, J.M .Barbut, R. Tournier, I. Monot, M.Lepropre, J. Provost, G. Desgardin, J.Low.Temp.Phys.**91** (1993), 1

Brandt 1991: E. H. Brandt, Int. J. Mod Phys. B., **5** (1991), 751

Bulaevskii 1990: L. Bulaevskii, Int. J. Mod Phys. B; **4** (1990), 1849

Capponi 1987: C. Capponi, C. Chaillout, A. W. Hewat, P. Lejay, M. Marezio, N. Nguyen, B. Raveau, J. L. Soubeyroux, J. L. Tholence, R. Tournier , Europhys. Lett., **2** (1987), 1301

Carton 1991 : J. P. Carton, J. Phys. I Cond. Matt., **1** (1991), 113.

Cava 1990 : J. Cava, A. W. Hewat, B. Batlogg, M. Marezio, K. M. Rabe, J. J. Krajewski, W. F. Peck, L. M. Ruff, Physica C, **165** (1990); 419.

Charalambous 1992: M. Charalambous, J.Chaussy and P. Lejay, Phys. Rev., B **44** (1992), 5091

Daümling 1990 : M. Daümling, J.M. Seuntjes, D.C. Larbalestier, Nature **46** (1990), 332.

Deutscher 1987: G. Deutscher, K. A. Müller, Phys. Rev. Lett., **59** (1987), 1745

Deutscher 1990: G. Deutscher in "Earlier and Recent Aspect of Superconductivity" from G. Bednorz and K. A. Müller , edition Springer Verlag (1990), 175

- Deutscher 1995 : G. Deutscher in "Coherence in High. Tc Superconductors" from G. Deutscher and A. Revcolevschi, World Scientific (1996), 3
- De Rango 1989 : P. De Rango, B. Giordanengo, A. Sulpice, R. Tournier, J. Chaussy, G. Deutscher, J-L. Genicon, P. Lejay, R. Retoux, B. Raveau, J. Phys. France **50** (1989), 2857
- Dolgin 1986 : A. M. Dolgin and V. Z. Bengus, Sov. J. Low. Temp. Phys., **12** (1986), 718.
- Ettouhami 1994: thèse U. J. F. Grenoble 1, 1994.
- Fang 1988 : M. M. Fang, V. G. Kogan, D. K. Finnesmore, J. R. Clem, L. S. Chumbley, D. E. Farrell, Phys. Rev., B **37**, (1988), 2334
- Feinberg 1990: D. Feinberg and C. Villard, Phys. Rev. Lett., **65** (1990), 919
- Feinberg 1992: D. Feinberg Physica C, **194** (1992), 126
- Fendrich 1995 : J. A. Fendrich, W. K. Kwok, J. Giapintzakis, C. J. Van der Beek, Phys. Rev. Lett., **74** (1995), 1210.
- Fisher 1989: M. P. A. Fisher, Phys. Rev. Lett., **62** (1989), 1415
- Fisher 1991: D. S. Fisher, M. P. A. Fisher and D. A. Huse, Phys. Rev., B **43** (1991), 130
- Gammel 1988: P. L. Gammel, L. F. Schneemeyer J. V. Waszczak and D. J. Bishop, Phys. Rev. Lett., **61**(1988), 1666
- Ginzburg 1950 : V.L. Ginzburg, L.D. Landau, Zh. Eksperim. i. Théor. .Fiz **20** (1950), 1064
- Hardy 1992 : V. Hardy, J. Prevost, D. Groult, M. Hervieu, B. Raveau, S. Durak, E. Pollert, J. C. Frison, J. P. Chamanade, M. Ponchard, Physica C, **191** (1992), 85.
- Hervieu 1987 a : M. Hervieu, B. Domenges, C. Michel, B. Raveau, Europhys. Lett., **4** (1987), 205.
- Hervieu 1987 b : M. Hervieu, B. Domenges, C. Michel, G. Heger, J. Provost, B. Raveau, Phys. Rev. B, **67** (1987), 3920.
- Hodeau 1988 : J. L. Hodeau, P. Bordet, J. J. Capponi, C. Chaillout, M. Marezio, Physica C, **153-155** (1988), 582.
- Houghton 1989 : A. Houghton, P. A. Pelcovits and A. Sudbo, Phys. Rev. B **40** (1989), 6763
- Huse 1992: D. A. Huse , Science 1992

- Inderhess 1988 : S. E. Inderhess, M. B. Salomon, N. Goldenfeld, J. P. Rice, B. G. Pazol, D. M. Ginsberg, J.Z. Liu and G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett., **60** (1988), 1178.
- Ivlev 1991 : B. I. Ivlev, R. S. Thompson, Phys. Rev. B, **44** (1991), 12628.
- Iye 1992: Y. Iye, Comments.Condens. Mat. Phys., **16** (1992), 89
- Junod 1997: A. Junod, M. Roulin, J. Y. Genoud, B. Revaz, A. Erb, and E. Walker, Physica C, **275** (1997), 245
- Kachatouryan 1983 : A. G. Kachatouryan, Theory of Structural Transformation in Solids (New York: Wiley).
- Kes 1990 : P. H. Kes, J. Aarts, V. M. Vinokur, C. J. Vander Beek, Phys. Rev. Lett., **64** (1990), 1063.
- Khlyushkov 1981 : I. N. Khlyushkov and M. S. Khaikin, JETP Lett., **34** (1981), 198
- Khlyushkov 1987 : I. N. Khlyushkov and A. I. Buzdin, Adv. in Phys., **36** (1987), 271
- Kim 1997 : C.J.Kim, Y.S.Lee, H.S.park, I.H.Kuk, T.H.Sung, J.J.Kim, G.W.Hong, Physica C **276** (1997), 101
- Kimura 1993 : K. Kimura, M. Morita M. Tanaka, S. Takebayashi, L. Trouilleux, K. Cryogenics, **33** (1993) 506
- King 1993 : A. H. King, Y. Zhu, Phil. Mag. A, **67** (1993), 1037.
- Koch 1989 : R. H. Koch, V. Foghetti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta, M. P. Fisher, Phys. Rev. Lett., **63** (1989), 1511.
- Kogan 1988: G. Kogan and J. R. Klem, Phys. Rev. B, **38** (1988),2497
- Krusin Elbaum 1994 : L. Krusin Elbaum, L. Civale, J. R. Thompson, U. Welp, G. W. Crabtree, V. M. Vinokur, Phys; Rev. Lett., **75** (1994), 3942.
- Kwok 1990 : W. K. Kwok, U. Welp, G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett., **64** (1990), 966
- Kwok 1992 : W. K. Kwok, S. Fleshler, U. Welp, V. M. Vinokur, J. Downey, G. W. Crabtree and M. M. Miller, Phys. Rev. Lett., **69** (1992), 3370
- Kwok 1994 : W. K. Kwok, T. Fendrich, S. Fleshler, U. Welp, J. Downey and G. W. Crabtree and Phys. Rev. Lett., **72** (1994), 1092
- Labdy 1992 : S. Labdy, H. Raffy, O. Laborde, P. Monceau, Physica C ,**197** (1992), 274

- Larkin 1979 : A. I. Larkin and Yu. N. Ovchinnikov, *J. Low, temp. Phys* **34**, (1979) 409.
- Lawrence 1971: W .E. Lawrence and S. Doniach, *Proc of the 12th Int Conf of Low Temp Phys, Kyoto (1971)*, 361
- Lee 1992 : D. Lee, V. Selvamanickam, K. Salama, *Physica C*, **202** (1992), 83
- Lopez 1996: D. Lopez, E. F. Righi, G. Nivea and F. de la Cruz, *Phys. Rev. Lett.*, **76** (1996), 4034
- Majer 1995 : D. Majer, E. Zeldov, M. Konczykowski, *Phys. Rev. Lett.* **75** (1995) 1166.
- Mannhart 1990: A. J. Mannhart in "Earlier and Recent Aspect of Superconductivity" from G. Bednorz and K. A. Müller , edition Springer Verlag (1990),175
- Mannhart 1992 : J.Mannhart, D.Anselmetti, J.G.Bednorz, A.Catana, K.A.Müller, D.G. Schlom, *Z. Phys. B* **86** (1992), 177
- Manuel 1994 : P. Manuel, *J. Phys. III France* **4** (1994), 209.
- Martinez 1995 : B. Martinez, X. Obradors, A. Gou, V. Gomis, S. Pinol J. Fontcuberta, *Appl. Phys. Lett.* **66** (1995) 772-774.
- Matsushita 1988: T.Matsushita, *Jpn.J.App.Phys*, **27** (1988), L1712
- Matsushita 1990 : T.Matsushita, *Cryogenics* **30** (1990), 817
- Mironova 1995 : M.Mironova, D.F.Lee, V.Selvamanickam, K.Salama, *Philos. Mag .A* **71** (1995) 855
- Mitchell 1991 : T. E. Mitchell, and J. P. Hirth, *Acta metall. mater.*, **39** (1991), 1711
- Moore 1994: M. A. Moore and N. K. Wilkins, *Phys. Rev. B*, **50** (1994), 7219
- Müller 1987: K.A.Müller, M.Takashige, J.G.Bednorz, *Phys. Rev. Lett*, **58** (1987), 1143
- Müller 1994 : D. Müller, M. Ullrich, K. Heinemann, and H. C. Freyhardt, *Critical Currents in Superconductors, Proceeding of the international Workshop on Critical Currents in Superconductors*, edited by H. W. Weber (Singapore: World Scientific) (1994), 443.
- Müller 1996 : D.Müller, H.C. Freyhardt, *Philos. Mag .Letters* **73** (1996) 63
- Murakami 1989: M. Murakami, M. Morita, K. Dol and R. Miyamoto, *Jap. J. Appl. Phys.*, **28** (1989), 1189
- Murakami 1992 : M. Murakami, Miyamoto, M. Hashimoto, K. Watanabe, S. Awaji, N. Katayashi, *Cryogenics*, **33** (1992), 506.

Murakami 1994 : M. Murakami, Prog. in Materials Science **38** (1994) 311.

Nelson 1988: D. R. Nelson, Phys. Rev. Lett., **60** (1988), 1973

Nelson 1989 : D. R. Nelson and S. Seung, Phys. Rev. Lett., **76** (1989), 4034

Nelson 1992 : D. R. Nelson and V. M. Vinokur, Phys. Rev. Lett., **68** (1992), 2398.

Oussena 1995 : M.Oussena, P.A.J.De Groot, S.J.Porter, R.Gagnon, L.Taillefer, Phys. Rev. Lett.,**51** (1995), 1389.

Pugnat 1994: P. Pognat thèse U. J. F. Grenoble 1 1994.

Raffy 1991 : H. Raffy, S. Labdy, O. Laborde, P. Monceau, Phys. Rev. Lett., **66** (1991), 2515.

Raveau 1987 : B. Raveau, M. Hervieu, C. Michel, J. Provost Int. J. Mod. Phys. B, **1** (1987), 733.

Roas 1990 : B. Roas, L. Shultz and G. Saemann - Ischenko, Phys. Rev. Lett., **64** (1990), 479

Roy 1991 : T. Roy, and T. E. Mitchell, Phil. Mag. A, **63** (1991), 225.

Safar 1992: H. Safar, P. L. Gammel, D. A. Huse, D. J. Bishop, J. P. Rice and D. M. Ginsberg; Phys. Rev. Lett., **69** (1992), 824

Sandiumenge 1997 : F. Sandiumenge, B. Martinez, X. Obradors, Supercond. Scien. Tech **10 A** (1997) p.93

Selvamanickam 1993 : V. Selvamanickam, M. Mironova, S. Son, K. Salama, Physica C **208** (1993) 238.

Shaw 1989 : T. M. Shaw, S. L. Shinde, D. Dimos, R. F. Cook, R. P. Duncombe and C. Kroll, J. Mater. Res. **4** (1989), 248

St James 1963 : D.St James, P. G. De Gennes, Phys. Lett. **7** (1963), 306

Tashiki 1989: Tachiki and Takahashi, Solid State Commun **72** (1989),1093

Tashiki 1994 : M. Tashiki and S. Takahashi, Applied Supercond. **2** (1994) 305.

Theuss 1993: H. Theuss, Physica C, **208** (1993), 155

Van Tendeloo 1987 : G. Van tendeloo, H. W. Zandbergen, S. Amelnclex, Solid State Commun, **63** (1987), 389.

Vinikov 1990 : L. Ya. Vinikov, V. Grigoreva, L. A. Gurevich and A. E. Koshelev, Supercond. Phys. Chem. Technol **3** (1990) 1121.

Wagner 1993: J. L. Wagner, P. G. Radaelli, D. G. Hinks, J. D. Jorgensen, J. F. Mitchell, B. Dabrowski, G. S. Knapp and M. A. Beno, Physica C, **210** (1993), 447

Wang 1993 : Z.L.Wang, A.Goyal, D.M.Kroeger, Phys. Rev. B. **47** (1993) 5373

Welp 1989 : U. Welp, M. Grimsditch, H. You, W. K. Kwok, M. M. Fang, G. W. Crabtree, J. Z. Liu, Physica C, **161** (1989), 1

Welp 1996 : U. Welp, J. A. Fendrich, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, B. W. Veal, Phys. Rev. Lett, **76** (1996), 4809.

Xu 1989 : Y. Xu, M. Suenaga, J. Taftø, R. L. Sabatini, A. R. Moodenbaugh, and P. Zolliker, Phys. Rev. B, **39** (1989), 6667.

Zhu 1989 : Y. Zhu, M. Suenaga, Youwen Xu, R. L. Sabatini, A. R. Moodenbaugh, Appl. Phys. Lett., **54** (1989), 374.

Zhu 1990 : Y. Zhu, M. Suenaga and Y. Xu J. Mater. Res., **5** (1990), 1380.

CHAPITRE II

***Echantillons et méthodes
expérimentales.***

Résumé

Ce chapitre s'articule en trois parties :

La première concerne l'élaboration des échantillons utilisés dans la thèse. Nous commençons par un rappel sur l'importance de la texturation pour pouvoir obtenir des composés massifs d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ exploitables industriellement. Quelques techniques de texturation sont ensuite passées en revue, notamment celle utilisant un germe, technique développée au laboratoire pour réaliser les échantillons.

Dans la seconde, nous décrivons brièvement les caractéristiques des barrettes utilisées pour les mesures (taille, forme, oxygénation) et les quelques analyses effectuées (figure de pôles, MEB, TEM, microscope optique) pour comprendre leur microstructure.

La troisième traite des moyens expérimentaux utilisés pour caractériser l'influence des plans de macles sur les propriétés physiques d' YBaCuO et la forme du réseau de vortex: courant critique de transport, aimantation, résistivité et diffusion de neutrons.

Plan du chapitre

A - Les échantillons

1. Intérêt de la texturation
2. Aperçu de quelques techniques de texturation
3. Elaboration des échantillons à partir d'un germe de $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$

B - Caractérisations microstructurales

1. Vérification de l'orientation par figure de pôles
2. Caractérisation de la microstructure au microscope électronique à balayage (MEB)
3. Caractérisations au microscope à transmission (TEM)
4. Microscope optique

C - Techniques de mesures

1. Mesures de courant critique en transport
2. Mesures magnétiques
3. Mesures de résistivité
4. Diffusion et diffraction de neutrons

A. LES ECHANTILLONS

1. INTERET DE LA TEXTURATION

De nombreuses applications potentielles de ces supraconducteurs nécessitent d'avoir des matériaux d'une assez grande longueur et pouvant supporter à 77 K des courants critiques supérieurs à 10^4 A/cm² sous 1 ou 2 T. La méthode d'élaboration utilisée au départ pour synthétiser des céramiques d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ a été le frittage, c'est-à-dire le soudage de poudres monocristallines réalisé en élevant la température. Les composés obtenus sont des polycristaux, généralement assez poreux, dont le courant critique ne dépasse guère les 10^3 A/cm² et qui chute très rapidement sous champ magnétique. L'existence de joints de grains "sales" (joints faibles) et de joints de grains désorientés (des grains désorientés de plus de 5° entraînent une chute sévère du courant critique [Dimos 1988]) sont essentiellement responsables de ces faibles performances. Très vite il est apparu qu'il était nécessaire d'induire une orientation cristallographique préférentielle lors de la synthèse. La texturation à partir d'une zone fondue [Barbut 1994, Porcar 1997] basée sur une solidification dirigée d' YBaCuO à partir d'un liquide conduit à [Desgardin 1997] :

- orienter les cristaux suivant la direction présentant les meilleures caractéristiques supraconductrices
- améliorer la connectivité entre grains en densifiant la structure
- diminuer le nombre de joints de grains et fabriquer des joints propres

L'utilisation de ces méthodes de texturation permet d'améliorer considérablement le courant critique de transport d' YBaCuO avec des courants critiques supérieurs à 10^4 A/cm² pour $B = 1\text{T}$ (figure II-1).

Les composés texturés contiennent de nombreux défauts, des défauts ponctuels comme des lacunes d'oxygène ou des particules de phases secondaires, des défauts linéaires comme les dislocations, ou des défauts bi-dimensionnels comme les plans de macles qui augmentent les propriétés de piégeage. Pour améliorer encore les performances le piégeage peut être augmenté en créant du désordre artificiellement en rajoutant au départ des additifs [Lee 1992], par irradiation avec des ions lourds, des neutrons ou protons et par fission [Bourgault 1989, Civalé 1991, Hardy 1992, Krüsin Elbaum 1994] .

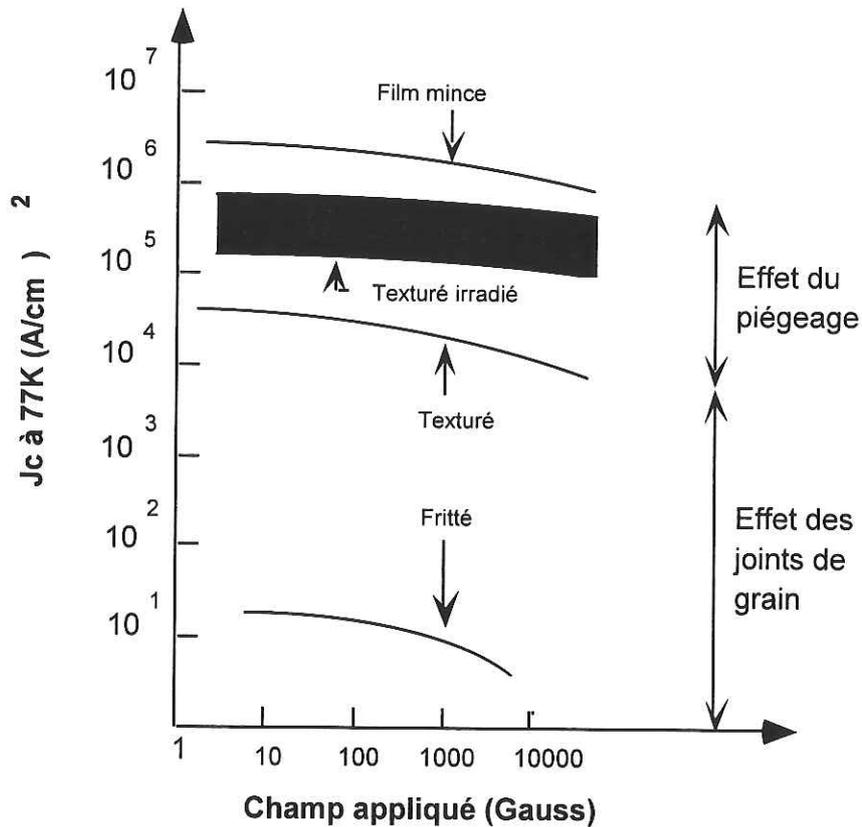
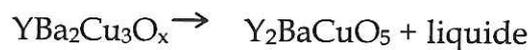


Figure II-1 : Courant critique de transport sous champ selon la méthode d'élaboration utilisée [Jin 1991]

2. APERCU DE QUELQUES TECHNIQUES DE TEXTURATION

Ces méthodes ont généralement deux points en commun :

- par un chauffage rapide, un passage en phase liquide au-dessus de la température de transformation péritectique d' $YBaCuO$ (1015°C)



Y_2BaCuO_5 (211) est un composé isolant appelé phase verte à cause de sa couleur. Le liquide est riche en Ba et Cu.

- un refroidissement lent (0.5 à 1 °C/h) autour de la température de recombinaison péritectique (en général entre 1015°C et 900°C) pour permettre la croissance des grains d'YBaCuO.

Pour contrôler la croissance et améliorer l'alignement des grains plusieurs méthodes sont utilisées :

- la solidification peut être dirigée par un gradient thermique qui fixe le taux de refroidissement. La solidification s'effectue par plaquettes avec les plans ab dans la direction du gradient. Cette méthode a permis d'obtenir des grains de 2 cm² par 0.15 cm et d'atteindre des courants critiques de 10⁴ A/cm² à 77 K pour B=1T [Morita 1990].

- la solidification directionnelle peut être améliorée en utilisant un champ magnétique intense. Cette méthode qui a vu le jour dans le groupe de R. Tournier à Grenoble permet en plus de contrôler l'orientation des plaquettes le long de l'axe c. Elle utilise le fait que la susceptibilité paramagnétique d'YBaCuO est plus élevée le long de l'axe c, ainsi le couple magnétique aligne les grains avec les plans ab perpendiculaires à la direction du champ. Cette méthode a permis d'obtenir des grains de tailles importantes (2 à 3 cm de diamètre) et de bonnes performances en force de lévitation (>30 N pour un aimant de NdFeB de 22 mn) [Chaud 1996].

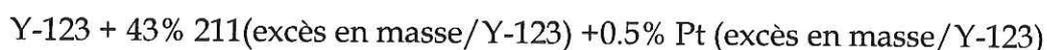
- la croissance des grains peut être dirigée en utilisant un cristal dont la température de fusion est supérieure à la température de décomposition d'YBaCuO. Cette méthode de croissance à partir d'un germe à base de terre rare combinée avec un cycle de texturation conventionnel a permis d'obtenir des grains d'YBaCuO de 8 cm de diamètre [Morita 1991]. Cette technique a été employée pour élaborer les échantillons utilisés dans les mesures.

3. ELABORATION DES ECHANTILLONS A PARTIR D'UN GERME DE $\text{SmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (Sm123)

a) Protocole d'élaboration

Les échantillons d'YBaCuO (Y-123) ont été élaborés par l'équipe P. Gautier-Picard, X. Chaud, E. Beaunon au laboratoire Matformag. Le germe utilisé est un monocristal de Sm123 dont la structure cristallographique est proche d'YBaCuO mais dont le point de fusion est plus élevé (1060°). La solidification d'YBaCuO s'effectue par nucléation sympathique à partir du germe, l'orientation du cristal est contrôlée par le germe.

Des pastilles de tailles variables (diamètre de 2 à 7 cm) sont préparées à partir de la composition suivante :



- la poudre de Y-123 est une poudre commerciale ,
- la phase verte (211) rajoutée en excès permet de garder la forme de l'échantillon lors du passage en phase liquide en créant un squelette de particules solides et améliore le piégeage du flux magnétique,
- le platine favorise la nucléation de nombreuses particules de 211 (site de piégeage), réduit leurs tailles à quelques μm et rend leur distribution dans l'échantillon plus homogène.

Après mélange et compactage des poudres le germe est déposé à la surface avant la texturation. Le cycle thermique de texturation est classique avec un passage rapide dans l'état liquide (0.5 h autour de 1060°C) pour fondre la phase Y-123, puis un refroidissement lent (1°C/h) pour assurer la croissance du monodomaine de Y-123 qui s'effectue de manière homothétique jusqu'à une forme carrée de côtés parallèles aux axes a et b. Cette technique (éventuellement modifiée à l'aide d'un gradient de température) permet d'obtenir des pastilles monodomaines d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ (un seul grain) pouvant aller jusqu'à 7 cm de diamètre et 0.8 cm d'épaisseur (le long de c) [Gautier-Picard 1997].

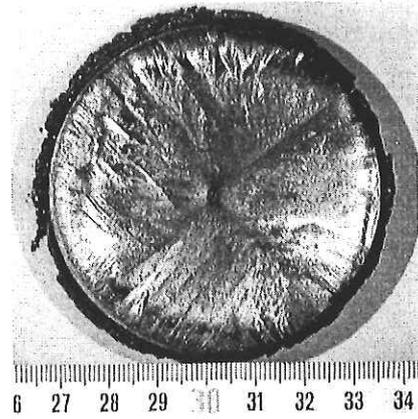
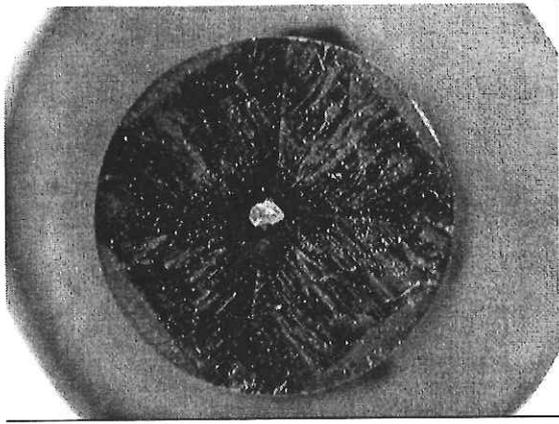


Figure II-2 : Photos de deux pastilles monodomaines d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ vues de dessus
diamètre $\varnothing=2$ cm et épaisseur 0.8 cm diamètre $\varnothing=7$ cm, épaisseur 0.8 cm
Au centre de la pastille on distingue le germe de Sm-123

b) Taille et forme des échantillons

Les échantillons utilisés pour les mesures sont des barrettes coupées dans les pastilles monodomaines de diamètre 2 cm. Pour la plupart, ces barrettes sont coupées avec leur plus grande longueur le long de l'axe c de manière à pouvoir effectuer des mesures de transport directes dans cette direction. Typiquement les barrettes ont une longueur de 2 à 3 mm et la section (plan ab) mesure environ 0.4 mm^2 . Les échantillons sont découpés de telle manière que l'axe a ou b soit parallèle aux côtés de l'échantillon. Les deux directions de plans de macles seront donc situés à 45° de la section (figure II-3).

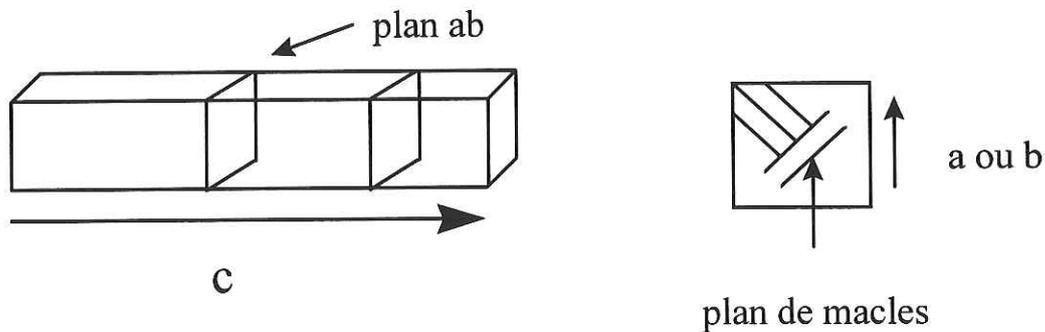


Figure II-3 : Allure schématique de nos échantillons

c) Oxygénation

L'oxygénation est un paramètre fondamental en ce qui concerne les performances du composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ texturé. Dans la plupart des cas, nous avons utilisé des échantillons avec un taux d'oxygène proche de l'optimum. Le monodomaine de départ subit un traitement thermique d'oxygénation comprenant un palier de 48h à 500°C puis à 420°C sous air. Ensuite les barrettes extraites sont réoxygénées pendant 72 h à 420° sous balayage d'oxygène. Le taux d'oxygène a été évalué en déterminant le paramètre de maille c (mesure effectuée par P. Germi au laboratoire de Cristallographie de Grenoble) et la température critique T_c . En comparant les résultats ($T_c \geq 92$ K, $c \sim 11.68 \text{ \AA} \mp 0.005 \text{ \AA}$) avec ceux obtenus dans la littérature pour les monocristaux [Osofsky 1992], ce traitement thermique donne un taux d'oxygène voisin de 6.89 ∓ 0.03 .

B. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE

Ce paragraphe développe quelques caractérisations ponctuelles menées sur les échantillons pour vérifier leur orientation et comprendre plus en détail l'influence de la microstructure sur les plans de macles.

1. VERIFICATION DE L'ORIENTATION PAR FIGURE DE POLES

L'analyse de la texture a été effectuée à partir de figures de pôles réalisées au laboratoire de Cristallographie du CNRS par P. Germi. Ces figures de pôles sont obtenues en utilisant la méthode de réflexion de Schulz. Le principe est de faire diffracter des rayons X pour un angle θ de Bragg fixé, c'est-à-dire pour un ensemble de plans cristallographiques (hkl) fixé. L'échantillon est fixé sur un goniomètre classique de diffraction X avec une de ses faces confondue avec le plan défini par l'axe du goniomètre et le faisceau de rayons X . On fait ensuite tourner ce goniomètre $(\theta, 2\theta)$ pour l'amener en position de Bragg pour une famille de plans cristallins $\{hkl\}$. Cet angle θ_{hkl} étant fixé, on fait tourner l'échantillon grâce à un dispositif adapté autour de 2 axes, l'un perpendiculaire à la surface de l'échantillon (axe φ), l'autre défini par l'intersection du plan d'incidence et de la surface de l'échantillon (axe χ). La position de l'échantillon est repérée par les angles χ et φ , les pas en χ et φ sont choisis suivant la précision que l'on

souhaite obtenir. L'intensité obtenue pour la position (χ, φ) est proportionnelle au volume de cristallites dont les plans (hkl) ont l'orientation $(-\chi, -\varphi)$ dans un repère OXYZ lié à l'échantillon. Ainsi en parcourant tout l'espace délimité par χ compris entre 0 et 72° et φ compris entre 0 et 360° , on peut avoir accès à la distribution de l'orientation des plans cristallographiques (hkl) par rapport à la surface de l'échantillon. Les intensités $I(\chi, \varphi)$ sont représentées par une projection stéréographique, le plan de projection étant celui de l'échantillon étudié.

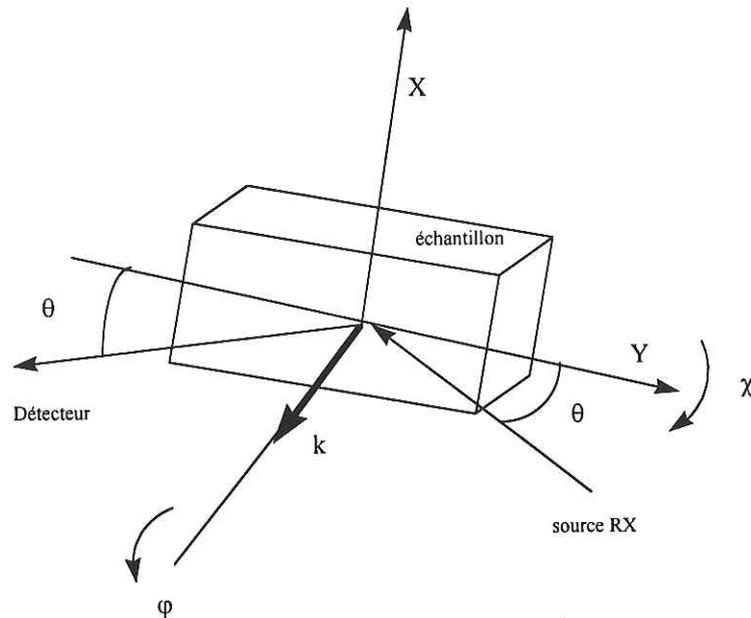


Figure II-4 : Géométrie dite par réflexion introduite par Schulz utilisée pour obtenir les figures de pôles.

Pour confronter les résultats de l'analyse sur une même face de l'échantillon, 2 ou 3 figures de pôles sont enregistrées. Par exemple les figures (200), (103) et (102) sont très instructives lors des études sur l'YBaCuO. Les analyses ont été effectuées sur les surfaces extérieures des barrettes devant contenir les plans (ac) ou (bc). Ici est représentée la figure multipôles typique d'une barrette coupée dans la direction c .

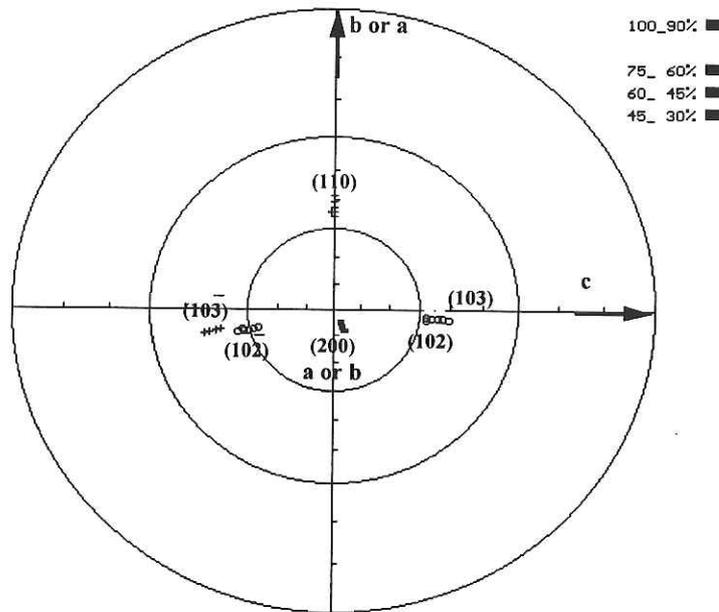


Figure II-5 : Figure multipôles sur une barrette allongée le long de c. La surface analysée est le plan (ac) ou (bc).

Le pôle (200) centré sur (0,0) révèle que l'axe a ou b est perpendiculaire à la surface analysée. La position des pôles (110) et (103) situés à 45° de la surface (ac) ou (bc) analysée indique que l'axe c se situe bien dans la grande dimension du barreau. Les pôles (102) situés à des angles ($\chi=45^\circ$ et $\phi=30^\circ$) confirment que les axes a ou b sont parallèles aux côtés de l'échantillon. La précision de la mesure est évaluée à $\pm 2^\circ$. Ces figures de pôles sont bien sûr des analyses de surfaces mais elles indiquent la bonne orientation cristallographique de nos barrettes et surtout nous permettent de confirmer la position des plans de macles dans les échantillons. Pour être sûr que dans le volume de l'échantillon ces orientations ne sont pas trop différentes de celles obtenues sur la surface, il est de coutume de faire une analyse de texture sur une autre face du parallélépipède. Pour nos échantillons, la texture initiale a presque toujours été confirmée par l'étude sur la deuxième face. Ceci laisse penser que la texturation en volume est assez homogène.

2. CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)

Certains échantillons sélectionnés au préalable au microscope optique ont été observés au MEB JEOL JM8 40 A en collaboration avec P. Amiot du CRTBT. Tous les échantillons observés ont été polis avec de la pâte diamantée jusqu'à $1\mu\text{m}$. L'observation de la phase verte a été malgré tout plus aisée en mode électrons secondaires (SEI) qu'en mode électrons rétrodiffusés qui permet d'obtenir une image de composition chimique. En effet les numéros atomiques moyens d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ et de la phase 211 sont très proches donc la distinction entre ces deux phases est rendue difficile.

Le contraste assez important observé en SEI (figure II-6) est sûrement d'origine électrique et provoqué par l'importante différence de conduction électrique entre les deux phases : la phase isolante (211) apparaît en blanc sur les clichés.

La figure II-6 présente deux clichés en mode secondaire (SEI) à différents grossissements d'une zone pour un échantillon typique observé selon les plans ab.

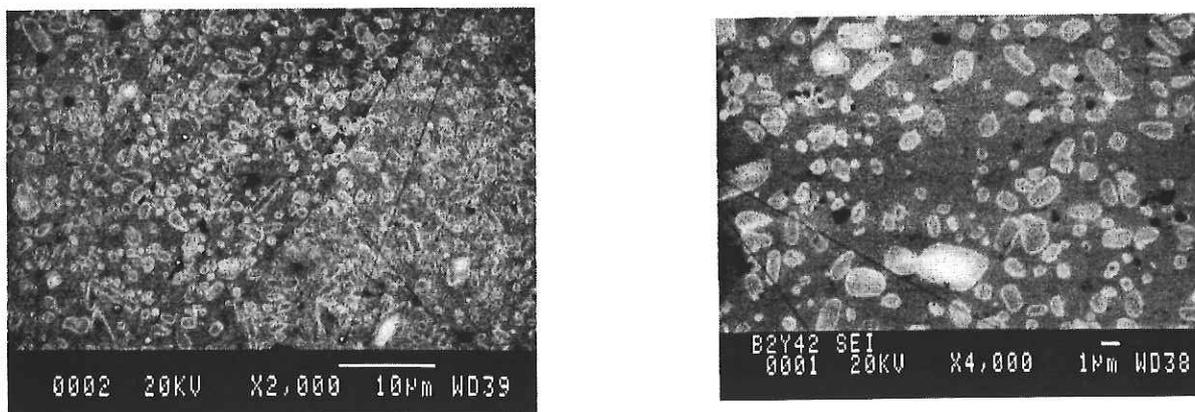


Figure II-6 : Deux clichés pris au MEB en mode secondaire représentant les différentes phases présentes dans un échantillon texturé poli dans les plans ab : en blanc les particules de 211, en gris la matrice d' YBaCuO , en noir les trous.

L'étude met en évidence les points suivants :

- une faible porosité (points noirs sur les photos)
- une répartition homogène de la phase verte.

Par des mesures complémentaires au SQUID le pourcentage de phase 211 par rapport à la phase 123 est compris entre 30 et 40%.

- une taille de particule de 211 d'environ quelques microns.
- aucune forme préférentielle pour ces inclusions de 211.

3. CARACTERISATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION (TEM)

Les mesures au microscope électronique à transmission ont été effectuées au laboratoire de cristallographie par T. Fournier (CRTBT-CNRS Grenoble). L'étude a été réalisée sur un microscope PHILIPS CM 300 possédant une tension accélératrice de 300 kV et muni d'un étage goniométrique de ($\mp 40^\circ$). Les barrettes sont broyées dans l'alcool et déposées sur une grille de cuivre recouverte d'une membrane de carbone. Des clichés de diffraction et des images moyenne résolution ont été effectués (photos II-7). Nous avons pu évaluer ainsi la distance moyenne entre deux plans de macles dans les plans ab. De nombreux clichés situent d_{TP} entre 800 et 1000 Å. Ceci n'est en fait qu'une approximation grossière car d_{TP} peut dépendre localement de la microstructure et de l'histoire thermique de l'échantillon. Par certains endroits nous avons pu observer des distances de 500 ou de 2000 Å. Cependant, pour la suite nous prendrons comme distance la valeur observée la plus fréquente : c'est-à-dire d_{TP} autour de 1000 Å.

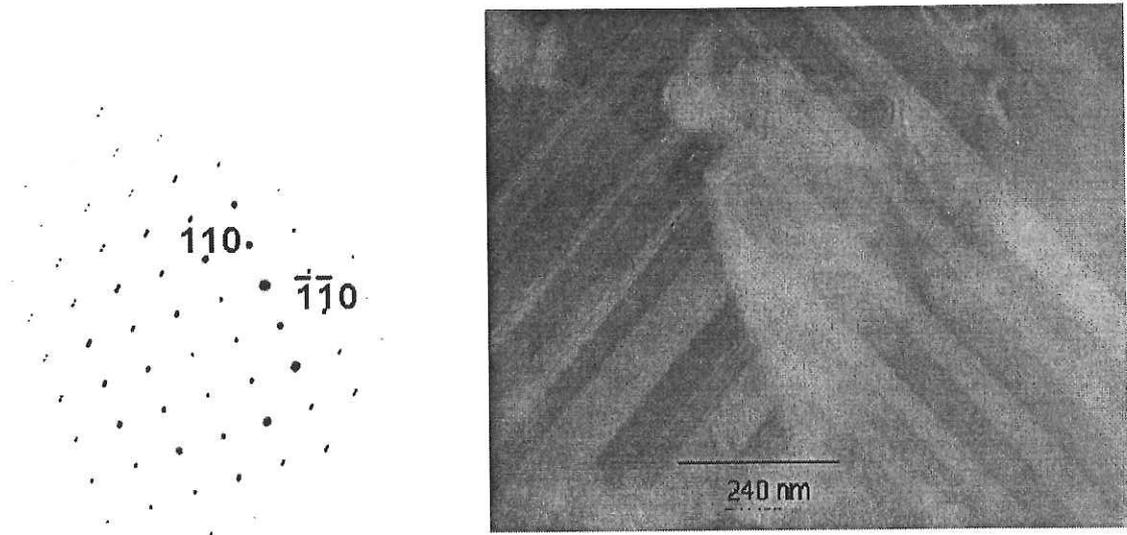


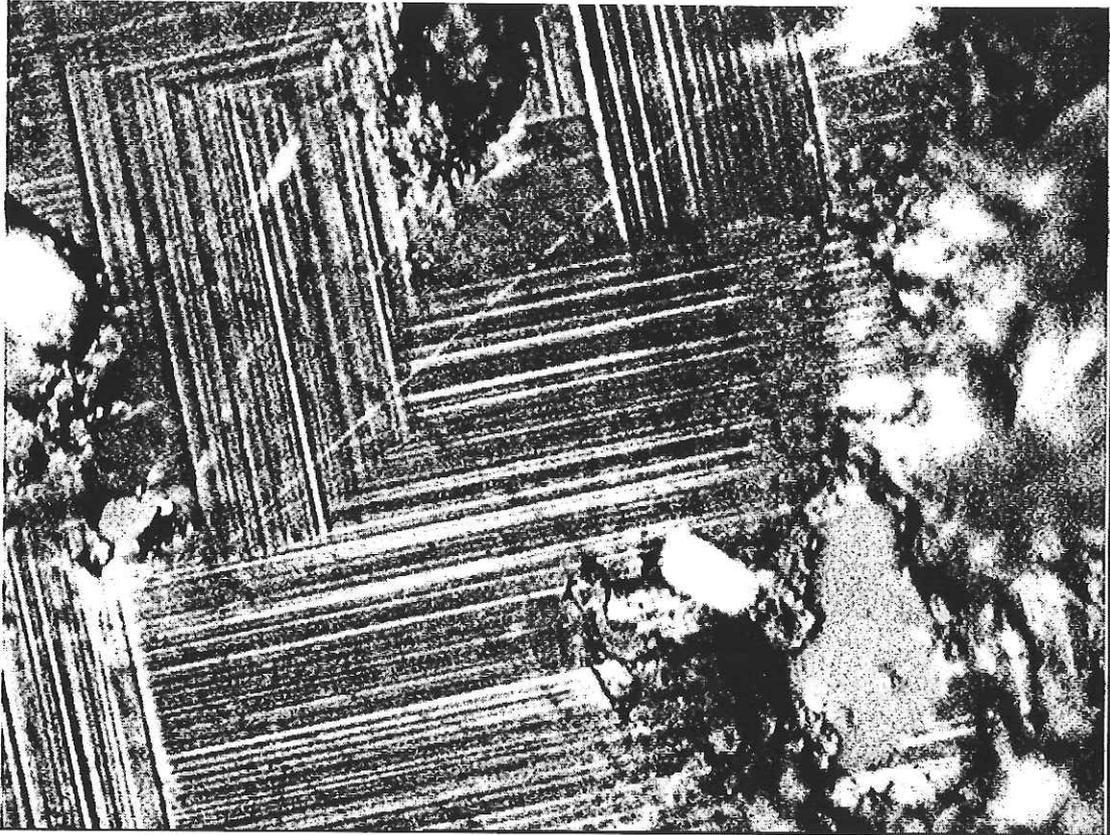
Figure II-7 :

A gauche : cliché de diffraction [001] pris sur un de nos échantillons. L'éclatement des réflexions $hk0$ met en évidence l'existence de domaines maclés.

A droite : image moyenne résolution en fond clair représentant l'intersection de deux directions de plans de macles. Les zones claires et sombres représentent un domaine avec une direction donnée d'axe a et b. La distance inter-plans de macles correspond à l'épaisseur des parties claires ou sombres.

4. OBSERVATIONS AU MICROSCOPE OPTIQUE

Les plans de macles et la taille des domaines maclés ont été observés grâce à un microscope à lumière polarisée Zeiss avec des grossissements de 200 et 500. Dans les plans ab on observe des "stries" à la surface de l'échantillon dont la réflexion peut être éteinte lorsque l'on fait tourner l'échantillon vis à vis des polariseurs croisés. Ces stries apparaissent selon les deux directions orthogonales (110) et (1-10) et sont reliées aux deux directions de maclage (figure II-8). Ce qu'elles représentent n'est pas encore totalement compris car la distance observée entre deux stries est beaucoup plus grande ($\sim 0.5 \mu\text{m}$) que la distance entre deux plans de macles.



Echelle : 1 cm = 4 μm

Figure II-8 : Image au microscope optique en lumière polarisée des deux directions de plans de macles (grossissement 200).

. La taille du domaine avec une direction de maillage est comprise entre 10-15 μm .

C. TECHNIQUES DE MESURES

1. MESURES DE COURANTS CRITIQUES EN TRANSPORT

a) Dispositif

Pour étudier la dépendance angulaire du courant critique sous champ magnétique de nos barrettes un dispositif conçu au MATFORMAG par J.M. BARBUT, D.

BRAITHWAITE et D. BOURGAULT (figure II-9) a été utilisé. Dans l'azote liquide, et jusqu'à un champ de 8 T, il permet de mesurer un courant critique pouvant atteindre 1000 A tout en faisant tourner l'échantillon par pas angulaire de 0.2 degrés entre $\mp 150^\circ$ par rapport à la position de référence. Le détecteur est un amplificateur de signal à très bas niveau de bruit dont le seuil de détection est réglable de 100 nV à 1 mV. Le bruit de mesure en champ nul est inférieur à 100 nV, en champ et courant maximum inférieur à 10 μ V. Typiquement le critère de détection choisi est 10 μ V/cm c'est-à-dire une différence de potentiel de 1 μ V pour des contacts distants de 1 mm. L'ensemble est relié à un PC qui permet d'effectuer automatiquement la mesure, la rotation et d'enregistrer les données.

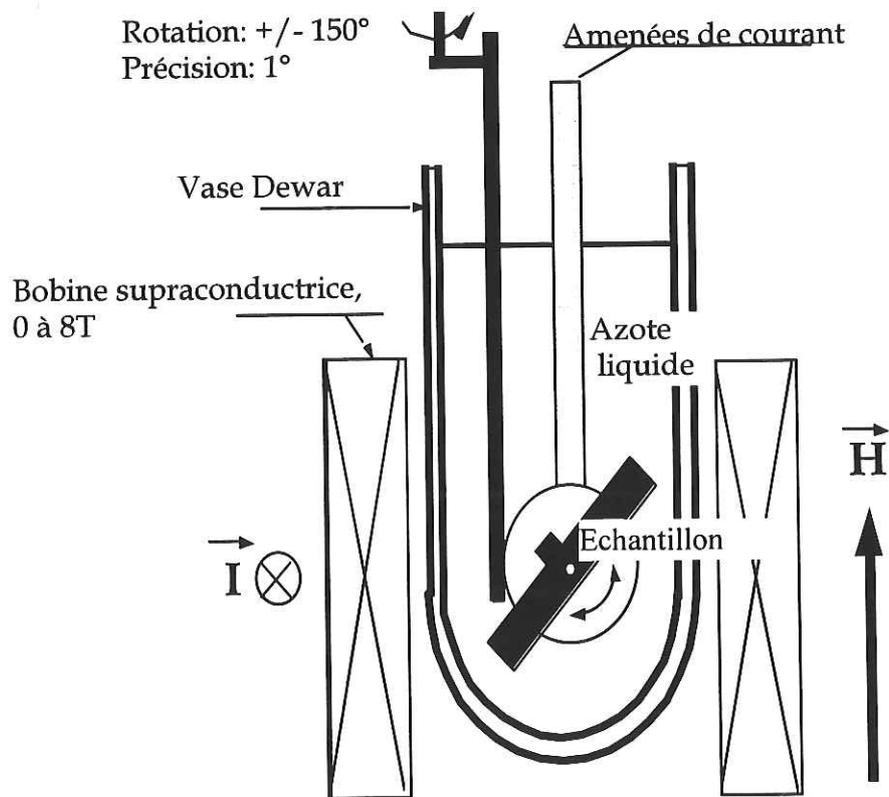


Figure II-9 : Représentation schématique du dispositif permettant d'effectuer les mesures de courants critiques de transport en rotation sous champ.

L'échantillon est placé sur une plaque en fibre de verre, il peut tourner à l'aide d'une tige filetée entraînée par un moteur pas à pas. La canne de mesure est placée dans un dewar plein d'azote. Le tout est introduit dans le trou de champ d'une bobine 8 T.

b) Méthode de mesure et configuration

La méthode de mesure utilisée est une méthode quatre points. La distance entre les contacts de tension est de l'ordre de 1 mm. Les contacts sont réalisés par un dépôt de peinture d'argent recuit à 900°C pendant 30 mn. Les fils de contacts sont des fils d'argent de diamètre 0.127 mm. Ce type de traitement thermique pour les contacts s'est révélé très performant. Sur des échantillons identiques des courants de 90 A ont pu circuler le long des plans ab sans observer de dissipations thermiques causées par les contacts [Lees 1992]. Si l'on applique le courant suivant les plans ab, l'échantillon doit être suffisamment mince pour éviter de dépasser un courant de 90 A. Lorsque le courant circule le long de l'axe c, le courant injecté ne dépasse pas 26 A pour nos échantillons. La résistance surfacique de contact est de l'ordre de $1 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$. Pour des sections de l'ordre de 0.4 mm^2 , la surface d'échange entre l'échantillon et l'azote est environ $1.56 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2$. Pour un courant de 26 A, la puissance dissipée au niveau des contacts est autour de 40 mW ce qui correspond à une puissance par unité de surface de 2 W/cm^2 . Une bonne partie de la puissance s'évacue dans le bain d'azote grâce à la bonne conduction thermique de l'argent. La valeur de la tension mesurée est donc peu perturbée par les effets de chauffage.

Les configurations choisies sont les suivantes :

a) sur des barrettes coupées suivant les plans ab le courant circule suivant les plans ab et le champ effectue progressivement une rotation de l'axe c vers les plans ab en maintenant H perpendiculaire à I (figure II-10 a).

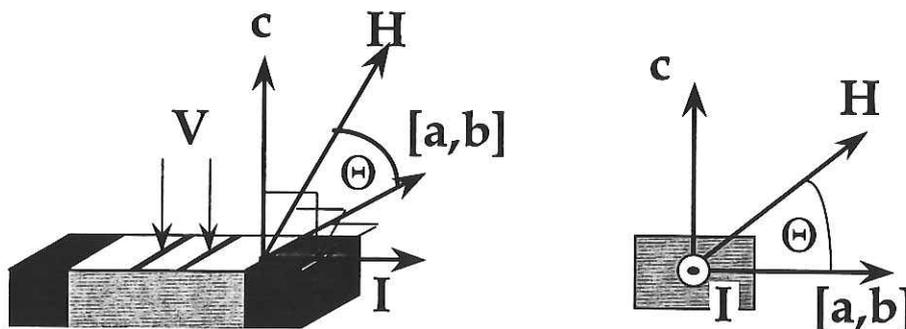


Figure II-10 a : Configuration de mesures pour la dépendance angulaire du courant critique selon ab. Θ désigne l'angle entre H et les plans ab .

b) sur nos barrettes, coupées le long de l'axe c, le courant circule le long de cette direction et le champ est appliqué suivant les plans ab, effectuant un angle variable θ entre B et l'axe a ou b. La direction des plans de macles se trouve le long des diagonales de la section donc à $\theta = \mp 45^\circ$. Pour toute la mesure, le champ magnétique est appliqué perpendiculairement au barreau donc au courant. La force de Lorentz macroscopique est donc maximale et constante. Un angle Φ est défini comme l'angle entre H et une direction de plans de macles. (Figure II-10 b).

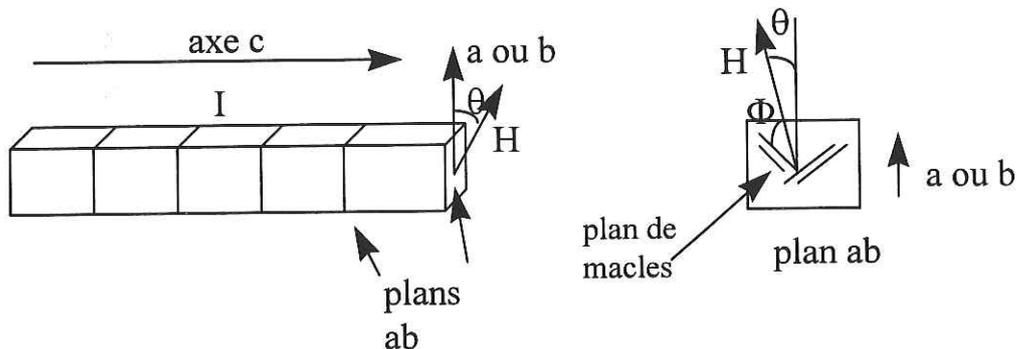


Figure II-10b : Configuration de mesures pour la dépendance angulaire du courant critique selon c. Φ désigne l'angle dans les plans ab entre H et une direction de plans de macles. $\Phi = \pi/4 - \theta$.

A notre connaissance aucune mesure de transport avec cette configuration n'a jamais été publiée. Elle présente notamment les difficultés suivantes :

Expérimentalement il est très délicat d'obtenir une barrette de bonne qualité (sans fissures apparentes, sans amas de phase verte) de 2 à 3 mm de long le long de l'axe c. En effet YBaCuO est très fragile le long de l'axe c et les échantillons se clivent le long des plans ab de manière naturelle ou sous l'effet d'une légère contrainte. Un grand nombre d'échantillons se clivent lors de la découpe, de la pose des contacts, par effet thermique lorsqu'ils sont plongés dans l'azote ou soulevés sous l'effet de la force de Lorentz. (en effet ici I est toujours perpendiculaire à B).

Du point de vue de l'interprétation, l'écueil majeur est l'existence de deux familles de plans de macles orthogonales. Elles forment un maillage du plan ab dans deux directions et rendent la compréhension du mouvement des vortex et de leur adaptation aux défauts assez difficiles.

2. MESURES MAGNETIQUES

Les courbes d'aimantation et de lignes d'irréversibilité présentées dans cette thèse ont été réalisées à l'aide d'un magnétomètre à SQUID. Cet appareil peut effectuer des mesures d'aimantation jusqu'à 7 T et a une sensibilité de l'ordre de 10^{-7} uem à faibles champs et 10^{-6} uem à forts champs. La longueur de l'extraction est de 4 cm et le champ appliqué est homogène à 0.1 %. Les mesures en fonction de l'angle entre H et une direction de plans de macles dans les plans ab ont été réalisées grâce à un porte-échantillon orientable. L'orientation de l'échantillon se fait à l'extérieur du magnétomètre avant chaque expérience. La position est repérée au microscope optique grâce à un système de graduation sur le porte-échantillon. La précision angulaire est de l'ordre de 2 degrés. Les échantillons sont les mêmes que pour les mesures précédentes. La configuration de mesure utilisée pour les courants critiques est conservée : H est appliqué dans les plans ab et fait un angle variable Φ avec une direction de plans de macles.

3. MESURES DE RESISTIVITE

Les mesures de résistivité ont été effectuées dans deux appareils différents. Certaines ont été réalisées à l'aide d'un dispositif mis au point par J.M. BARBUT lors de sa thèse au MATFORMAG (Figure II-11). Le dispositif contient une canne de mesure formée par un tube d'inox plongé dans un cryostat d'hélium. Le cryostat contient une bobine supraconductrice pouvant produire des champs de 4.5 T. Dans la canne, le porte-échantillon peut contenir jusqu'à six échantillons. Il est composé d'une plaque de saphir et d'une plaque de thermal-clad qui servent à thermaliser les fils de mesures à la température de régulation. Le porte-échantillon est en contact avec une plaque de cuivre sur laquelle sont fixées les résistances de chauffage et les thermomètres (platine, carbone-glass), l'ensemble est entouré d'un écran en cuivre doré. La thermalisation est réalisée par une source froide constituée par un bloc de laiton en contact avec l'hélium et par une fuite thermique comprenant deux fils de cuivre reliant la source froide et le porte-échantillon. La température est régulée par un Ohmètre-Régulateur Barras

Provence sous licence CRTBT. La mesure de résistance est réalisée par un pont quatre fils à une fréquence de 33 Hz. Le courant de mesure est de 1 mA pour rester dans le régime $V(I)$ linéaire. Des barrettes coupées le long de l'axe c ou dans les plans ab ont été mesurées. La reproductibilité de la mesure est de 2 à 3 mK à 100 K et la sensibilité est de l'ordre du $\mu\Omega$ à 4.5 T. Pour des courants de l'ordre du mA, la sensibilité en tension est de l'ordre du nanovolt.

D'autres mesures de résistivité ont été réalisées à peu près dans les mêmes conditions chez O. Laborde (CRTBT). Pour des courants autour de 1 mA, l'incertitude relative de la résistivité sous champ $\Delta R/R$ est voisine de 10^{-4} . Autour de 100 K, la dérive en température est de quelque mK pour nos temps de mesures. En utilisant un porte-échantillon tournant monté sur une canne (détection angulaire de résolution quelques dixièmes de degrés), nous avons pu étudier la variation de la résistivité en fonction de l'angle Φ entre H dans les plans ab et une direction de plans de macles que nous noterons TB (figure II-12).

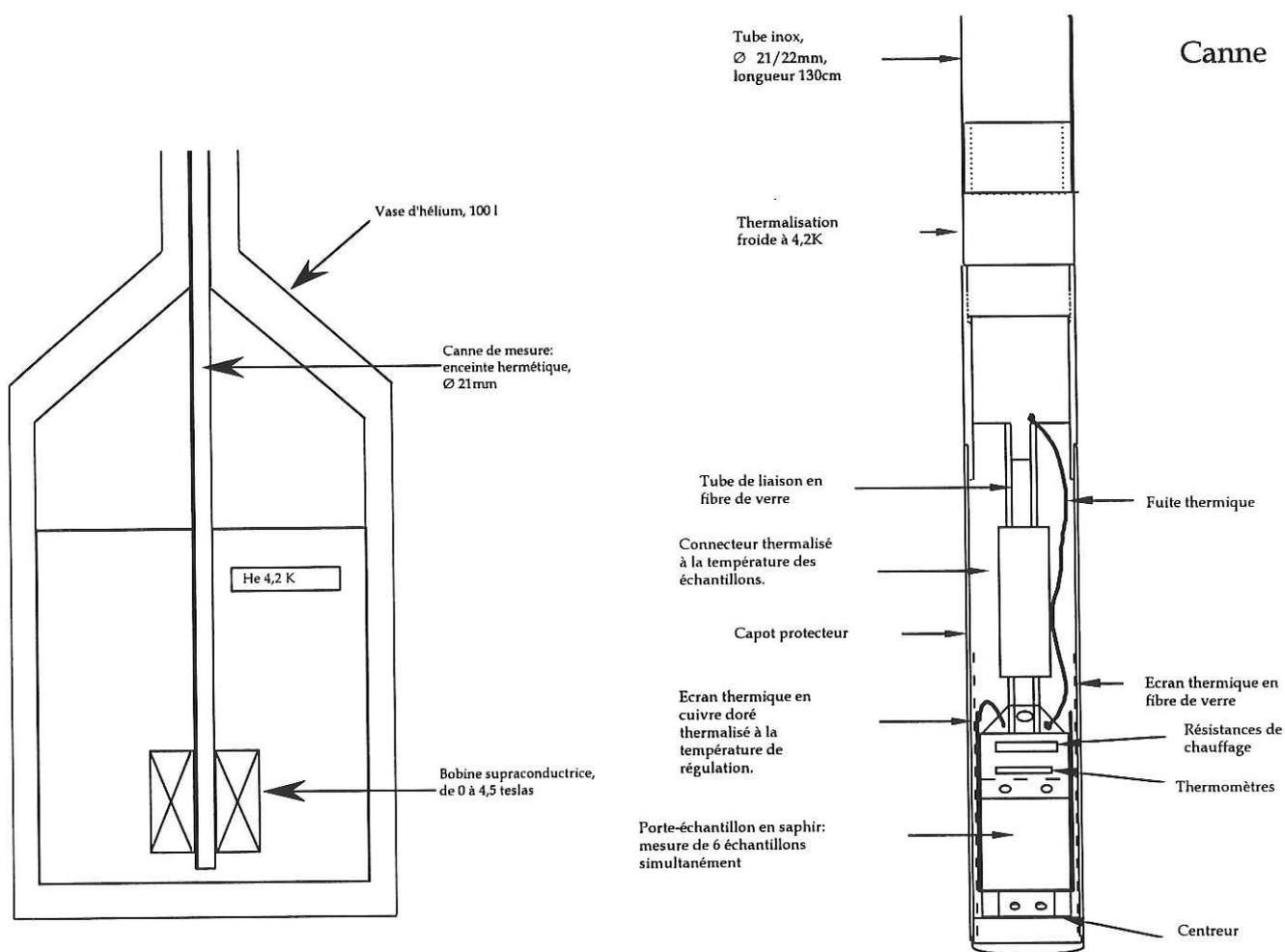


Figure II-11 : (a) dispositif de mesure, (b) canne de mesure [Barbut 1994]

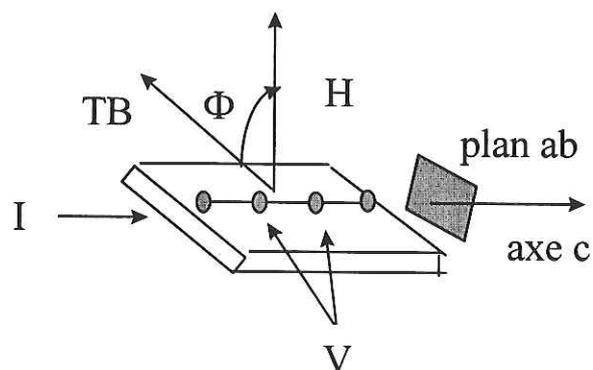


Figure II-12 : Configuration de mesure : I circule suivant c , H dans les plans ab, $\Phi =$ angle (H,TB).

4. DIFFRACTION ET DIFFUSION DE NEUTRONS

a) Appareillage

Des mesures de diffraction et de diffusion de neutrons aux petits angles ont été effectuées sur un spectromètre PAXY au CEA-CNRS-Saclay dans le cadre d'une collaboration avec C. Simon du laboratoire CRISMAT (CAEN) et de Annie Brûlet du LLB-CEA-CNRS-Saclay. La diffusion de neutrons aux petits angles permet d'observer les variations spatiales du champ magnétique et la distribution des lignes de flux dans l'échantillon car le moment magnétique du neutron va interagir avec la variation du champ provoquée par l'organisation des lignes de flux. Les spectres de diffraction obtenus peuvent ainsi nous renseigner sur l'influence des défauts microstructuraux sur la structure du réseau de vortex. Lorsque le faisceau de neutrons a traversé l'échantillon, le faisceau transmis est atténué car une partie du rayonnement a été absorbé, mais aussi à cause de la diffusion survenue dans un domaine angulaire voisin du faisceau transmis (autour de 5°). Pour cela on appelle cette technique "diffusion aux petits angles". Le montage utilisé pour l'observation est très lourd et complexe, nous ne présentons ici qu'une description simplifiée (figure II-13). Le faisceau de neutrons (généralement de grande longueur d'onde $\lambda \sim 10 \text{ \AA}$ et de résolution $\delta\lambda/\lambda$ autour de 10%) se propage guidé dans un guide à neutrons puis dans un collimateur composé de plusieurs diaphragmes (7.6-22-16-28 mm de diamètre) situés dans une enceinte sous vide de 7 m de long. L'échantillon est placé sur un berceau goniométrique pouvant tourner, installé à l'extrémité d'une canne. La canne est introduite dans un cryostat situé lui-même dans un électro-aimant pouvant produire des champs jusqu'à 1 T. Le multi-

détecteur placé derrière est un compteur proportionnel à trifluorure de bore. Il a une surface utile de $64 \times 64 \text{ cm}^2$ et se compose de 15500 cellules de $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

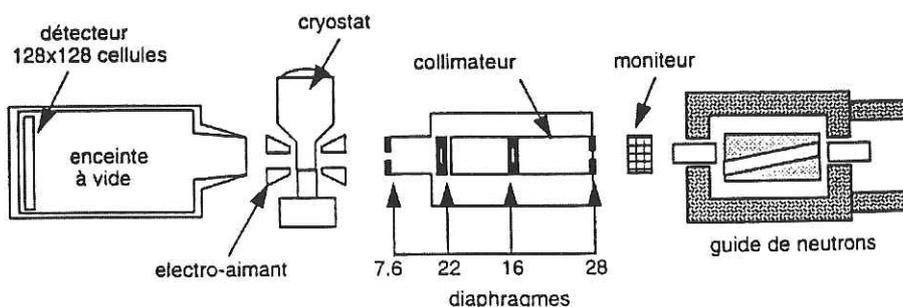


Figure II-13 : Description schématique du montage utilisé pour la diffusion aux petits angles [Delamare 1996].

b) Configuration de mesure pour la diffusion de neutrons

L'échantillon utilisé est un cube d'YBaCuO de taille centimétrique extrait d'une pastille de diamètre 20 mm. Pour observer le réseau de vortex, l'échantillon est refroidi sous champ en dessous de la température critique (généralement à 4 K pour minimiser le bruit de fond). Deux géométries complémentaires sont généralement utilisées : Le champ B est appliqué parallèlement ou perpendiculairement au faisceau de neutrons incident n . Dans les deux cas, l'échantillon peut tourner autour d'un axe vertical par rapport au faisceau de neutrons incident à l'aide d'une table de rotation placée sous l'électro-aimant. L'angle de diffusion est compris entre 0 et 60° . Nous avons utilisé deux configurations de mesure en maintenant toujours le faisceau de neutrons parallèle à B :

a) l'échantillon est placé initialement avec B suivant l'axe c et nous avons effectué des spectres pour divers angles θ entre l'axe c et le champ (fig II-14).

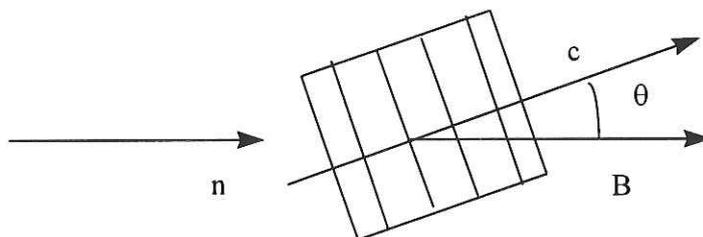


Figure II-14 : l'échantillon est placé avec B et n faisant un angle variable avec l'axe c .

b) L'échantillon est placé avec B dans les plans ab. L'échantillon peut alors tourner autour de l'axe c, B faisant un angle variable avec l'axe a ou b (figure II-15).

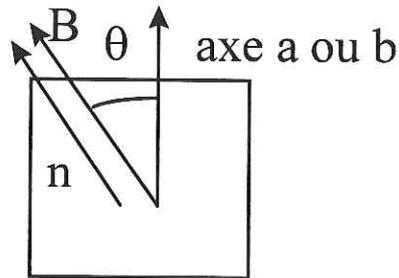


Figure II-15 : l'échantillon est placé avec les neutrons dans les plans ab. B et n font un angle variable θ avec l'axe a ou b.

Les résultats de ces mesures seront discutés dans le chapitre III.

c) Caractérisation de la texture par diffraction de neutrons

La diffraction de neutrons est aussi une méthode efficace pour analyser en volume la texture de gros échantillons de taille centimétrique. Nous l'avons utilisée pour observer le nombre de domaines texturés existant dans le matériau avant d'effectuer sur l'échantillon une diffusion aux petits angles et essayer d'observer le réseau de vortex. La longueur d'onde utilisée est 4.5 \AA . Le cliché de diffraction figure II-16 est obtenu sur un de nos échantillons pour la raie (001). Il montre clairement que l'échantillon est monodomaine à 90 % (tache principale). Deux autres taches mettent en évidence l'existence de deux petits cristaux qui occupent moins de 10% de l'échantillon.

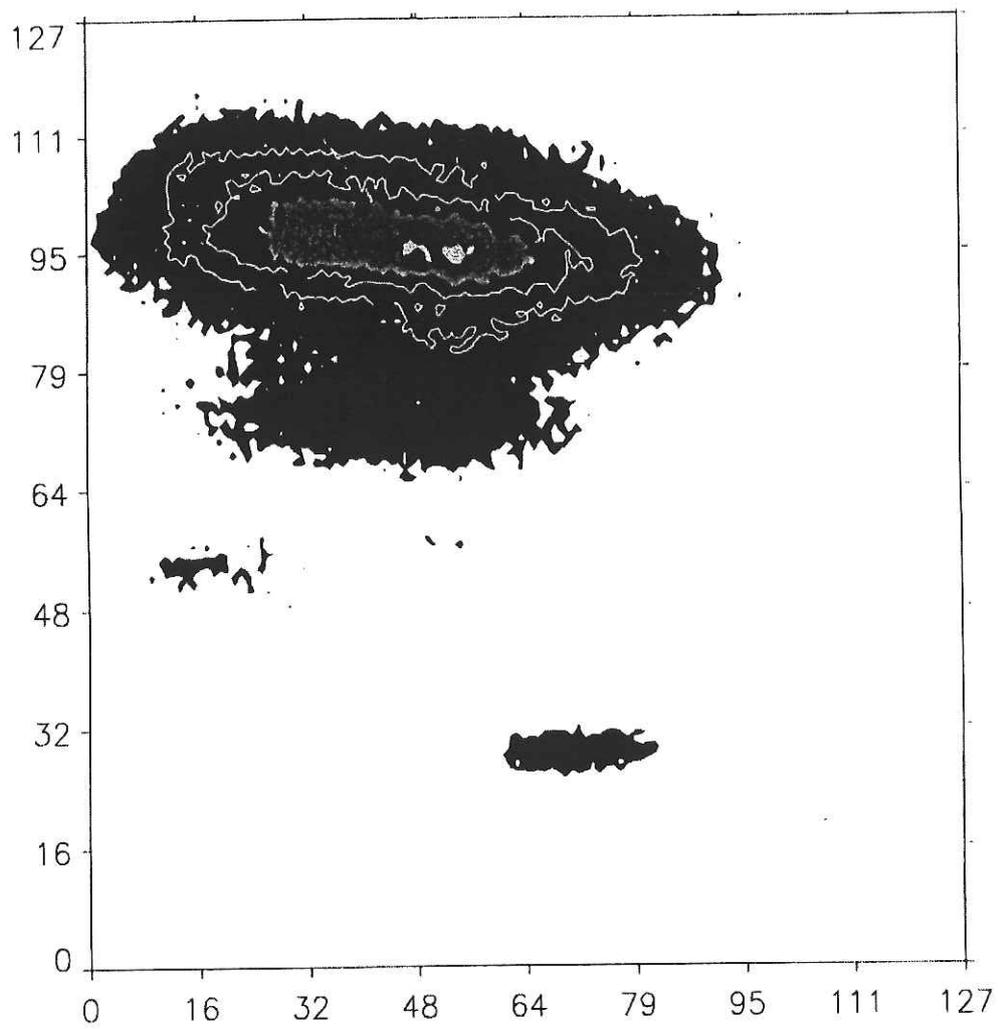


Figure II-16 : Cliché de diffraction de neutrons pour la raie (001) qui montre que l'échantillon est monodomaine à 90%.

Références chapitre II

Barbut 1994 : J. M. Barbut, Thèse U. J. F. (Grenoble) 1994

Bourgault 1989 : D.Bourgault, D.Groult, S.Bouffard, J.Provost, F.Studer, N.Nguyen, B.Raveau, M.Toulemonde, Phys.Rev.B **39** (1989) , 6549.

Bourgault 1994 : D.Bourgault, J.M. Barbut, J.Ayache, D.Chateignier, R.Tournier, F.J.Gotor, P.Germi, C.Bahezre, M.Pernet, M²S-HTSC-IV Physica C **235-240** (1994), 567.

Chaud 1996 : X. Chaud, Thèse U.J. F. (Grenoble) 1996.

Civale 1991 : L. Civale, A. D. Marwick, M. W. Mc Elpesh, A. P. Malozemoff and F. Holtzberg, IBM Research Report. 1991.

Delamare 1996 : MP.Delamare, Thèse université de CAEN (1996)

Desgardin 1997 : G. Desgardin and I. Monot 4^{eme} journées d'Etudes SEE à CAEN (1997)

Dimos 1988 : D. Dimos, P. Chaudhari, J. Mannhart, F. K. Le Goues, Phys. Rev. Lett. **61** (1988) 219.

Gautier-Picard 1997 : P. Gautier - Picard, E. Beaugnon, R. Tournier Physica C **276** (1997), 35.

Hardy 1992 : V. Hardy, D. Groult, M. Hervieu, J. Provost, B. Raveau, S. Durcok, E. Pollert, J. C. Frison, J. P. Chamenade, M. Pouchard, Physica C **191** (1992) 85.

Jin 1991 : S. Jin and J. E.Graebner, Material Science and Engineering B **7** (1991) 243.

Krusin Elbaum 1994 : L. Krusin Elbaum, L. Civale, J. R. Thompson, U. Welp, G. W. Crabtree, V. M. Vinokur, Phys; Rev. Lett., **75** (1994), 3942.

Lee 1992 : D. Lee, V. Selvamanickam, K. Salama, Physica C **202** (1992) 83.

Lees 1992 : M. R. Lees, D. Bourgault, D. Braithwaite, P. de Rango, P. Lejay, A. Sulpice, R. Tournier, Physica C **194** (1992) 171.

Morita 1990 : M. Morita, K. Miyamoto, K. Doi, M. Murakami, K. Samano, S. Matsuda, Physica C **172** (1990) 383.

Morita 1991 : M. Morita, S. Takehayashi, M. Tanaka, T. Susaki, K. Kemura, S. Takebagashi, M. Kamura, K. Miyamoto, Jpn. J. Appl. Phys. **30** Pt2 (1991) L. 1157.

Osofsky 1992 : M. S. Osofsky, J. L. Cohn, E. F. Skelton, M. M. Miller, R. J. Soulen, S. A. Wolf, T. A. Vanderak, Phys. Rev. B **45** (1992) 4916.

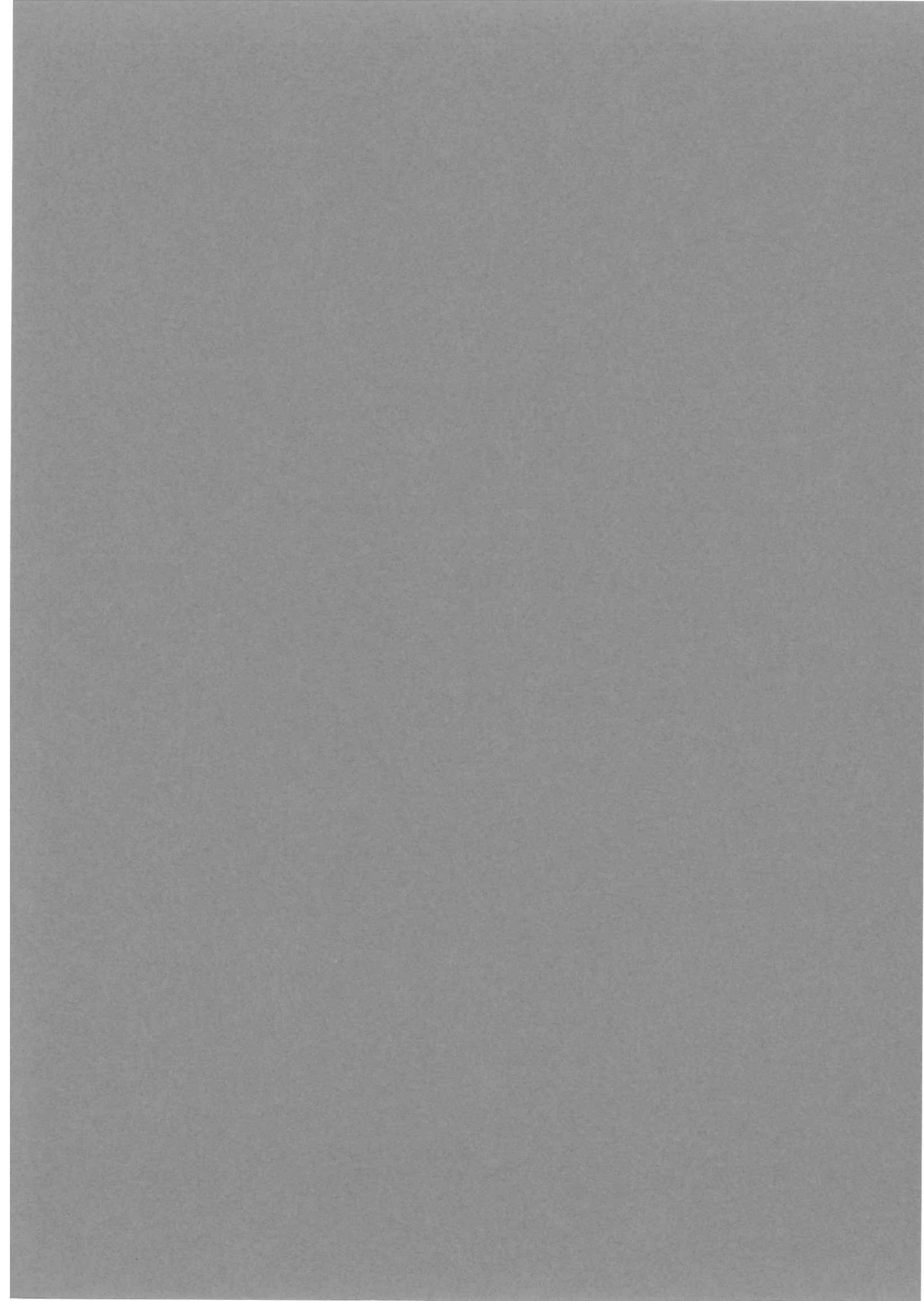
Porcar 1997 : L.Porcar, D.Bourgault, J.M.Barbut, M.Barrault, P.Germi, R.Tournier, Physica C **275** (1997), 293.

CHAPITRE III

***Mesures de courants critiques de
transport à $T=77\text{K}$***

&

***Visualisation du réseau de vortex
par diffusion de neutrons à $T= 4 \text{ K}$.***



Résumé

Ce chapitre a pour objectif de mettre en évidence le piégeage des vortex par une direction de plan de macles et par des mesures de courant critique de transport à 77 K et à 4 K par diffusion de neutrons.

Nous présentons d'abord les premières preuves expérimentales par des mesures de J_c en transport avec I dans les plans ab . Le paragraphe C présente des mesures de courant critique en utilisant une configuration originale, beaucoup plus appropriée, pour voir l'effet de chaque type de plans de macles à 77 K : I circule suivant c et B varie dans les plans ab . Les mesures montrent indiscutablement une forte influence des TB sur l'ancrage des lignes de flux alignées dans leurs directions, conforme au modèle de Blatter pour $B > 1T$. A bas champ il semble que les plans de macles dominant totalement le piégeage quelle que soit la direction de B et le réseau de vortex semble se décomposer en deux sous réseaux orthogonaux. Une spectaculaire invariance de J_c avec B a été observée jusqu'à 8 T lorsque $B // TB$. Ceci est compatible avec un courant critique dominé par le courant circulant autour de ces surfaces intrinsèques.

Dans cette configuration de mesure ($H //$ plan ab) nous n'avons pas pu confirmer le double réseau de vortex par diffusion de neutrons car tout le signal est dominé par le bruit de fond (signal nucléaire). La visualisation des vortex a été possible à 4 K et pour H faisant un angle γ avec l'axe c compris entre 0 et 60°. Nos résultats indiquent une accommodation du réseau de vortex aux plans de macles sur une plage angulaire importante autour de 50°.

Plan du chapitre

A - Premières mises en évidence de l'effet de piégeage par des mesures de transport à 77 K

1. Quelle est l'origine du piégeage à $T=77$ K
2. Observation dans la configuration $I //$ plan ab , H suivant c
3. Interprétation avec le modèle de surface

B - Mesures de J_c à 77 K : I selon l'axe c , B dans les plans ab

1. Configuration de mesures
2. Variation angulaire de J_c selon l'axe c
3. Accommodation des lignes de flux dans les TB
4. Conclusions.

C - Observation du réseau de vortex par diffusion de neutrons à T=4 K

1. Introduction
2. Configuration où H// plans ab
3. Configuration où H fait un angle γ avec l'axe c

A. PREMIERES MISES EN EVIDENCE DE L'EFFET DE PIEGEAGE PAR DES MESURES DE TRANSPORT A 77 K

1. QUELLE EST L'ORIGINE DU PIEGEAGE A T=77 K?

A cause de la dépression du paramètre d'ordre, nous avons vu que les vortex viennent ancrer leur cœur dans les plans de macles mais ceci ne signifie pas obligatoirement qu'ils restent piégés dans les défauts (voir discussion fin du chapitre I). A 77 K il est difficile de cerner l'origine du piégeage car le dépiégeage par effet thermique est réduit mais existe toujours. De plus un piégeage des vortex par effet de cœur n'est efficace que lorsque la force de Lorentz n'est pas parallèle aux TB car autrement les vortex glissent le long de ces défauts.

Les deux configurations que nous allons décrire présentent des situations où la force de Lorentz qui s'exerce sur les lignes de flux n'est pas parallèle au plan de macles. L'origine du piégeage observé pourrait donc être aussi un ancrage des vortex par effet de cœur.

2. OBSERVATION DANS LA CONFIGURATION I// PLAN AB, H FAISANT UN ANGLE θ AVEC L'AXE C

Avant nos mesures le long de l'axe c, l'augmentation du courant critique de transport due au piégeage des vortex par les plans de macles a été observée par quelques groupes dont [Lee 1992],[Braithwaite 1993]. La configuration de mesure utilisée est la suivante : le courant est dirigé suivant les plans ab et le champ magnétique B effectue une rotation progressive des plans ab($\theta=0$) vers l'axe c ($\theta=90^\circ$). Lorsque $\theta=90^\circ$, les mesures montrent nettement un pic de courant critique qui pourrait être associé au piégeage des vortex par les plans de macles. Nous avons reproduit cette mesure sur nos échantillons monodomains texturés. Comme on peut le voir sur la figure III-1 de droite, il apparaît à B=5T un pic de courant critique pour $\theta=90^\circ$. L'effet des plans de macles n'est visible qu'en champ intense et subsiste encore à 8 T (figure III-2). On notera sur la figure III-1 le pic principal pour B// plan ab, signature du piégeage des vortex par la structure.

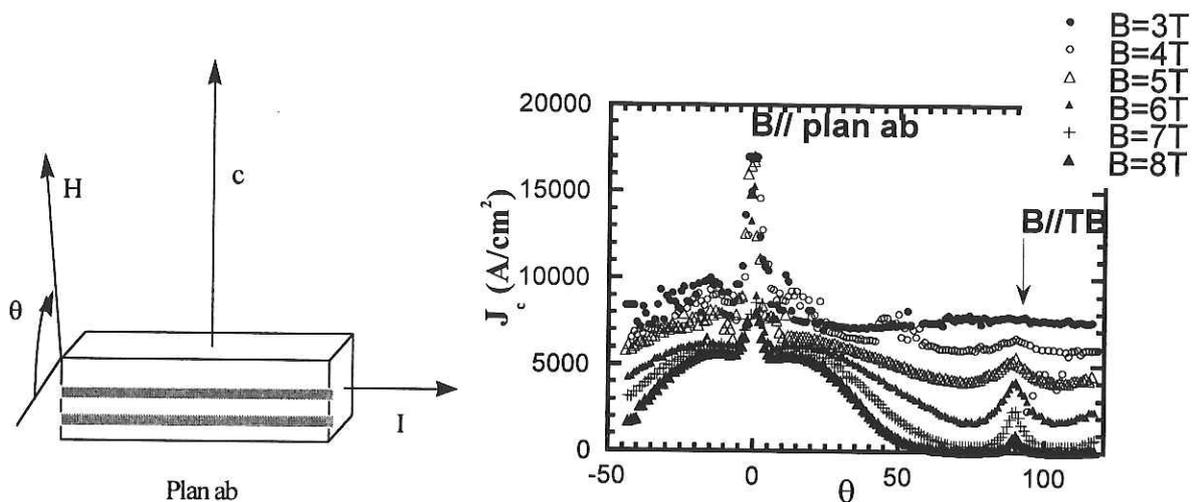


Figure III-1 : Piégeage des vortex par les plans ab (piégeage intrinsèque) et par les plans de macles ($B // TB$) sur un échantillon monodomaine texturé observé par des mesures de courant critique de transport.

A gauche : rappel de la configuration de mesure. A droite, sont représentées les courbes de transport $J_c(\theta)$ sous champ.

Comme on peut le voir sur la figure III-2, l'augmentation du courant critique due aux plans de macles est observée pour des angles à partir d'un angle critique θ_0 proche de 75° .

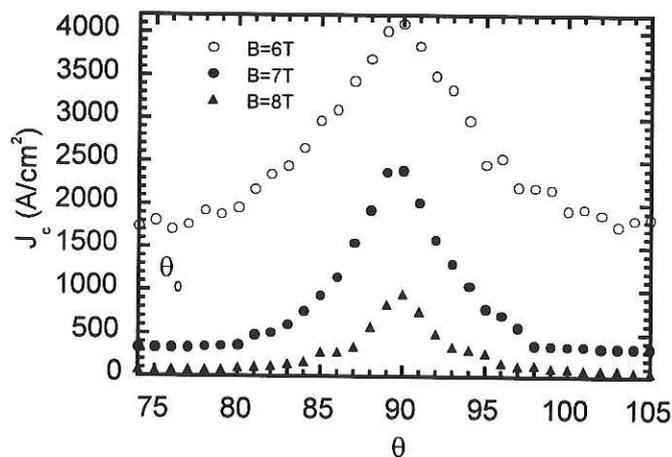


Figure III-2 : Courbes $J_c(\theta)$ pour $B = 6, 7, 8T$ dirigé proche de la direction c ($\theta = 90^\circ$). Pour $\theta > \theta_0$, on observe une augmentation du courant critique.

3. INTERPRETATION EN TENANT COMPTE DU MODELE DE SURFACE

Expérimentalement la situation ne correspond pas au modèle d'accommodation des vortex aux plans de macles proposé au chapitre I car celui-ci ne tient pas compte de l'aspect tri-dimensionnel du réseau de vortex près de l'axe c. J.M Barbut a dans sa thèse tenté d'interpréter ces observations en termes de surfaces en se référant aux plans de macles pour les pics observés lorsque H est dirigé suivant l'axe c. A bas champ et à 77 K le piégeage est dominé par les défauts de volume et la supraconductivité est homogène. Lorsque B est supérieur au champ d'irréversibilité le long de l'axe c et que $\theta > \theta_0$ (proche de 70°), la supraconductivité de volume disparaît pour n'exister que dans un mince feuillet d'épaisseur ξ_{ab} proche des plans de macles. Le courant critique est gouverné par une supraconductivité de surface qui prend naissance près de surfaces intrinsèques le long de c (les plans de macles) et qui induit une augmentation de J_c par rapport à celui du volume.

Cette supraconductivité hétérogène en champ intense peut être décrite par le modèle de champ de surface présenté au chapitre I pour les plans ab (partie C 3 p 24) . Pour des surfaces intrinsèques le long de l'axe c, le champ de surface H_{c3} s'écrit [Barbut 1994] :

$$H_{c3}(\theta) = \frac{H_{c3}^{//c}(\theta = \theta_0)}{\sigma(\theta) + \sigma_0} \quad \text{et} \quad \sigma(\theta) = \sin(\theta) + \cos(\theta) \cdot \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} \cdot \sqrt{1 - \frac{2}{\pi}}$$

La normalisation de $h_c(\theta)$ pour $\theta = \theta_0 = 75^\circ$ impose $H_{c3}(\theta = \theta_0) = 5.2$ T. Nous avons déterminé par des mesures magnétiques le champ d'irréversibilité le long de l'axe c à 77 K. Il se situe pour nos échantillons entre 4 et 5 T. Donc on obtient :

$$H_{c3}(\theta = \theta_0) \sim 1.2 B^{//c}$$

Le décalage σ_0 a pour origine l'angle α entre le courant et les plans de macles (ici $\alpha \sim 30^\circ$). En effet l'existence de α décale l'angle pour lequel les surfaces de nucléation de la supraconductivité (les plans de macles) "voient" le champ H [Barbut 1994]. L'étude des mesures indiquent qu'il faut prendre $\sigma_0 = -2.5$.

Pour vérifier le modèle nous avons tracé la force de piégeage réduite $J_c \cdot h_c(\theta)$ en

fonction de la variable réduite $h_c(\theta) = \frac{H}{H_{c3}^{//c}(\theta = \theta_0)} (\sigma_c(\theta) + \sigma_0)$ pour B=6, 7, 8 T.

On constate qu' en traçant la courbe $J_c * h_c(\theta)$ en fonction de $h_c(\theta)$ pour $\theta > \theta_0$ (figure III-3), tous les points se rassemblent sur une même courbe pour $B=6, 7, 8$ T.

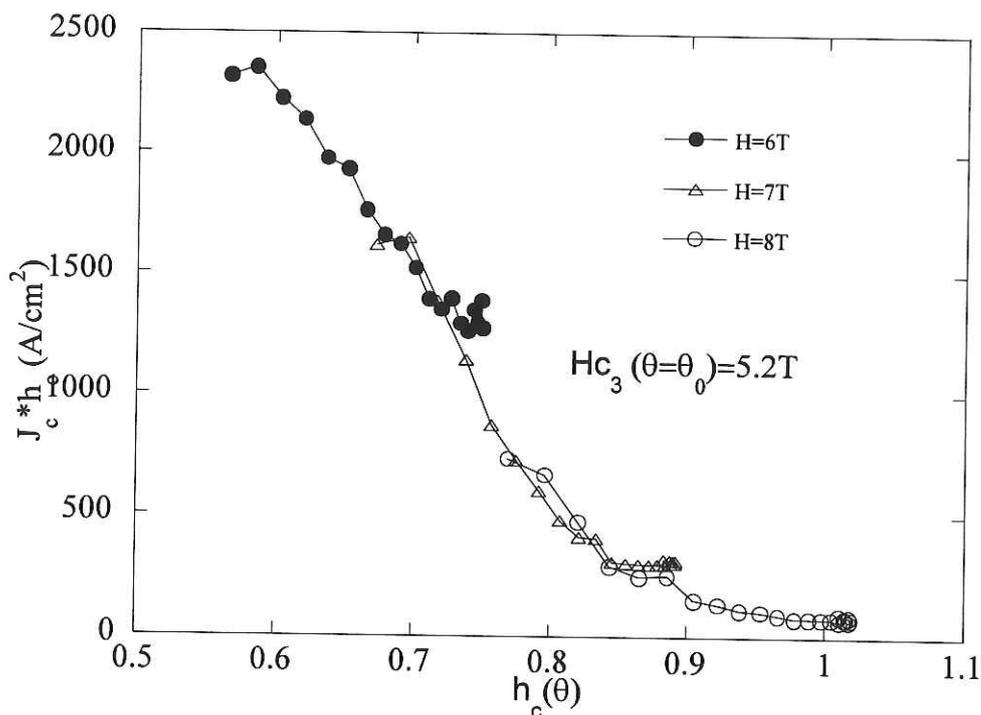


Figure III-3 : $J_c * h_c$ représentée en fonction de la variable réduite $h_c(\theta)$ pour tous les points de mesures entre 75 et 90°, pour les champs 6, 7, 8 T. $J_c(\theta)$ pour les mêmes valeurs de H est représenté figure III-2.

Cette configuration (I// ab, H variant entre le plan ab et l'axe c n'est pas idéale pour étudier l'effet des plans de macles :

- elle ne permet pas de séparer l'effet de chaque famille de plans de macles
- l'effet de piégeage est masqué par l'anisotropie entre les plans ab et l'axe c dû à la structure en feuillets ($\Gamma \sim 5$).

Nous avons donc utilisé une autre configuration de mesure pour mettre en évidence par des mesures directes de courant critique l'effet de piégeage à 77 K.

B. MESURES DE COURANTS CRITIQUES A 77 K: I// L'AXE C ET B DANS LES PLANS AB.

1. CONFIGURATION DE MESURES

Voici la configuration utilisée pour les mesures de courants critiques de transport à 77 K réalisées sur des barrettes monodomaines d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ bien oxygénées ($x \sim 7$) et maclées dans les deux directions (TB1 et TB2). Comme on peut le voir sur la figure III-4, I circule le long de l'axe c et B est situé dans les plans ab. Il effectue un angle variable Φ avec une direction de plan de macle TB1. La méthode de mesure et les échantillons utilisés sont décrits dans le chapitre II.

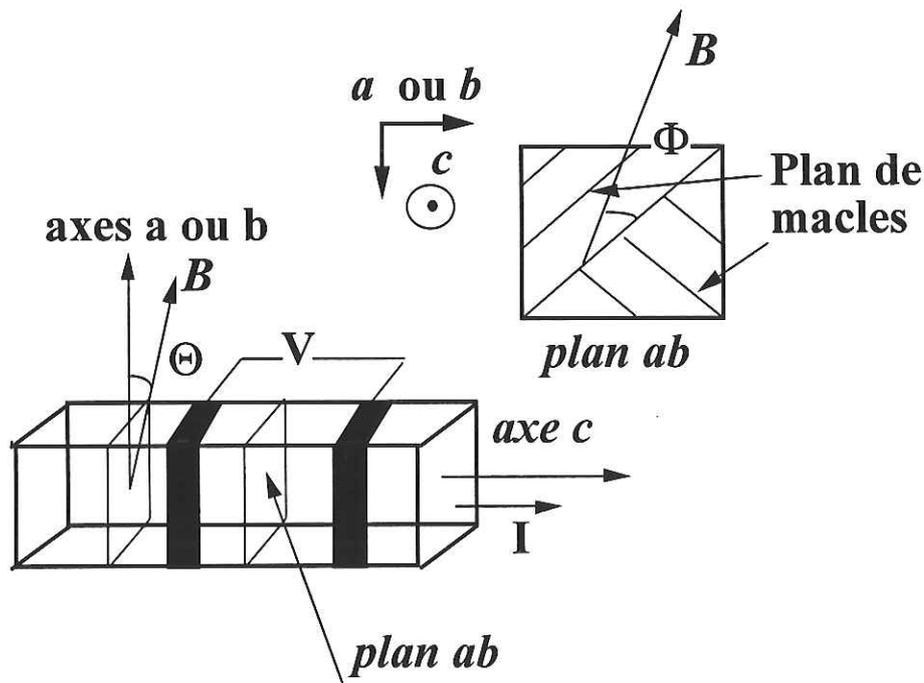


Figure III-4 : Configuration de mesure choisie : I circule suivant l'axe c, B reste dans les plans ab et fait un angle variable Φ avec TB1 (une direction de plan de macle). Θ représente l'angle entre B et l'axe a ou b ($\Theta = \pi/2 - \Phi$).

2. VARIATION ANGULAIRE DE J_c SELON L'AXE C

La figure III-5 montre les mesures de J_c en transport le long de c effectuées à 77 K en fonction de l'angle Φ entre une direction de plan de macle (TB1) et B appliqué dans les plans ab .

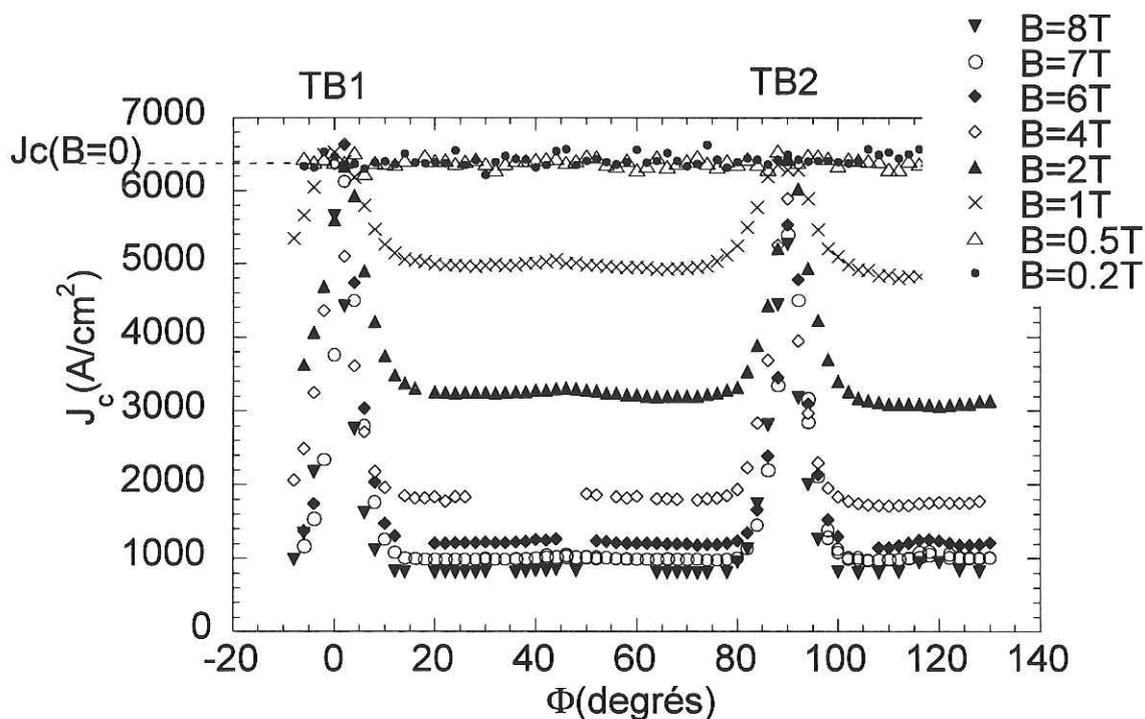


Figure III-5 : Courant critique selon l'axe c à 77 K en fonction de l'angle entre B appliqué dans les plans ab et les plans de macles.

De ces courbes on peut déduire les observations suivantes :

- a) Clairement, $J_c(\Phi)$ présente deux comportements différents selon que B est plus faible ou plus fort qu'un champ B_Φ compris entre 0.5 T et 1 T. Dans le régime $B \geq B_\Phi$, J_c présente deux pics de largeur d'environ 12° et distants de 90° , correspondant à un piégeage des vortex par l'une ou l'autre des deux variantes quasi-orthogonales du réseau de macles. Les amplitudes des deux pics sont identiques et correspondent à un courant critique de 6500 A/cm^2 . Cette valeur est tout fait compatible avec celles évaluées en aimantation (mesures de ΔM) par plusieurs groupes sur des échantillons texturés [Salama 1992, Fujimoto 1993].

Dans le régime $B < B_{\Phi}$, $J_c(\Phi)$ est maximum (6500 A/cm^2), indépendant de la direction et de la valeur du champ appliqué B .

- b) On remarque que pour B aligné dans la direction des plans de macles ($\theta=0^\circ$, $\theta=90^\circ$) J_c est invariant avec l'intensité du champ jusqu'à $B=8\text{T}$. Le courant critique conserve sa valeur mesurée en champ propre (6500 A/cm^2).
- c) A l'intersection de TB1 et TB2 on peut remarquer un petit pic de densité de courant critique.

3. ACCOMMODATION DES LIGNES DE FLUX DANS LES TB

a) Etude à fort champ (régime des pics)

Dans ce régime de champ, la dépendance angulaire du courant critique par rapport aux plans de macles est conforme au modèle d'accommodation, proposé par Blatter et ses collaborateurs, adapté à notre configuration. En effet lorsque B fait un angle Φ inférieur à un angle de trapping Φ_t ($\approx 12^\circ$), J_c décroît en suivant une loi d'échelle 2D en $B \cdot \sin\Phi$ (fig III-6). Cette loi a déjà été observée dans les composés au Bismuth [Labdi 1992], dans les super-réseaux [Adrian 1991] et dans les films minces [Tomé Rosa 1990] pour illustrer le piégeage intrinsèque. Elle indique que les lignes de flux adoptent une configuration en zig zag de manière à conserver un maximum de longueur piégée dans les plans ab (voir chapitre Généralité & C4). En transposant cette image dans le cas des plans de macles suivant le modèle proposé par Blatter (voir chapitre I de la thèse & F.3 B (ii)), les lignes de flux adoptent aussi une configuration en zig zag et avancent "en crabe" en glissant le long des plans de macles sous l'action de la force de Lorentz créée par la composante du champ perpendiculaire à TB.

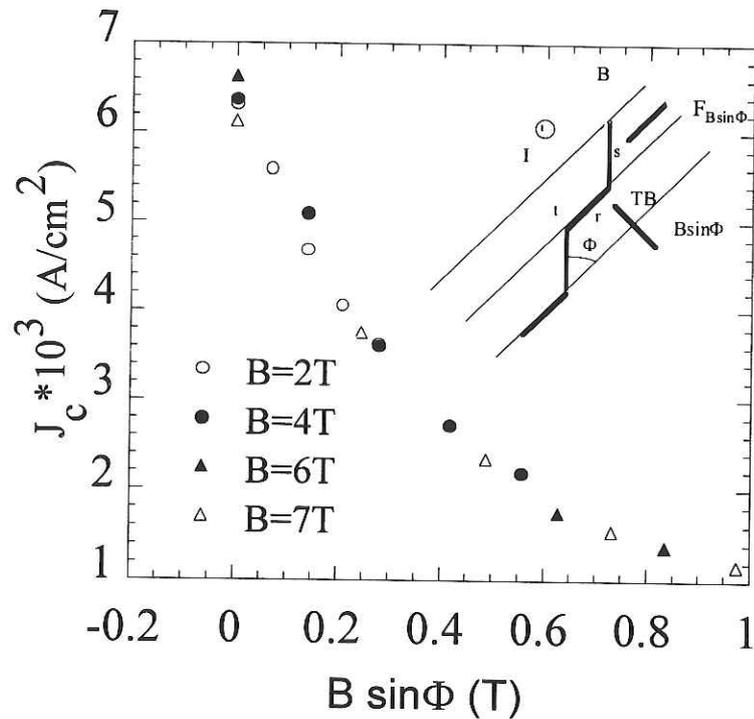


Fig III-6 : Loi d'échelle pour J_c pour différents B en fonction de la composante de B perpendiculaire au TP $B \sin \Phi$.

En insertion l'accommodation d'une ligne de flux par rapport à TB. Le vortex glisse suivant TB sous l'action de la force de Lorentz créée par la composante du champ $B \sin \Phi$.

L'angle de trapping est expérimentalement évalué autour de 12° pour $B=1T$ et la largeur moyenne à mi-hauteur du pic semble diminuer comme $B^{-1/2}$, un peu moins vite que prévu dans le modèle de Blatter (équation A.19). En utilisant la définition de Φ_t donnée par le modèle d'accommodation on peut évaluer le rapport à 77 K : $\epsilon_{TP} / \epsilon_I \sim 0.06$

Lorsque $\Phi > \Phi_t$, le coût en énergie élastique est trop élevé pour maintenir une partie des lignes de flux dans les plans de macles. Conformément au modèle, le vortex se dépiège et s'aligne sur le champ. J_c est minimum et isotrope, caractérisé par un piégeage de volume relatif à l'intersection des lignes de flux obliques et des TP et des autres défauts du matériaux. J_c suit une loi en B^α avec α proche 1, caractéristique d'un piégeage où interviennent tous les défauts de volume (lacunes, dislocations, défauts d'empilement...) (figure III-7).

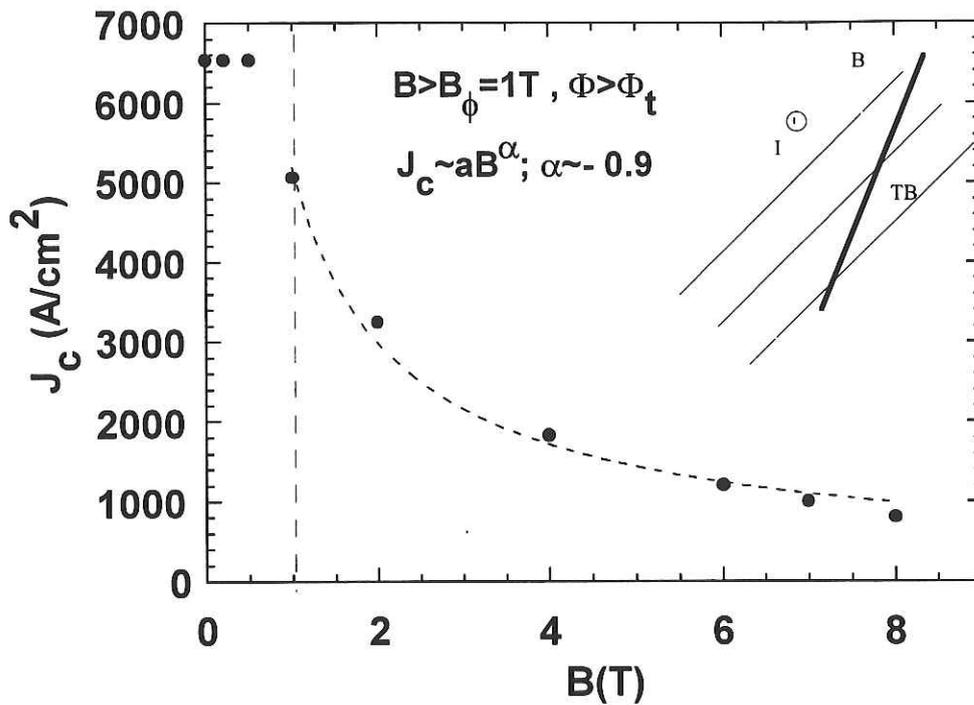


Figure III-7 : Variation de J_c en fonction du champ pour $B > 1T$ et $\Phi > \Phi_t$. La ligne pointillée qui relie les points expérimentaux représente un ajustement avec la loi B^α avec $\alpha \sim -0.9$.

b) Etude en faible champ $B < 1T$, décomposition du réseau de vortex

Dans le régime $B < B_\phi$, $J_c(\Phi)$ est maximum (6500 A/cm^2), indépendant de la direction et de la valeur du champ appliqué B .

Cette isotropie du courant critique peut se comprendre de deux manières :

- 1) On peut considérer qu'à faible champ, le piégeage est dominé par les effets d'interfaces 123/211. Ce type de piégeage est isotrope et, dans cette gamme de température et de champ, il pourrait être aussi fort que le piégeage induit par des défauts corrélés [Martinez 1995]. Ceci est pourtant peu compatible avec l'égalité du courant critique observée à bas champ pour le plateau et à fort champ pour les pics.
- 2) Même à bas champ le piégeage est totalement dominé par les plans de macles, quelle que soit la direction de B , les vortex se piègent dans l'une ou l'autre direction de plans de macles. Ceci suggère un "lock-in" complet du réseau de vortex dans les plans de macles pour des valeurs de B telles que le nombre de lignes de flux soit

inférieur au nombre de plans de macles. La comparaison du pas du réseau de vortex $(\Gamma\phi_0/B)^{1/2}$, (Γ : anisotropie =5) avec la distance inter plans de macles déterminée expérimentalement au TEM ($\sim 1000 \text{ \AA}$) montre que cette condition est vérifiée pour $B < B_\phi$. On peut concevoir cet ancrage des lignes de flux de trois manières différentes :

a) tout d'abord la ligne de flux peut zig zager le long des deux directions de plans de macles (Figure III-8 a) d'un domaine maclé vers un autre. Cette hypothèse n'est pas réaliste car le coût en énergie pour plier les lignes de flux à l'échelle du domaine maclé (plusieurs microns dans les plans ab) serait énorme. En effet le domaine étant supérieur à λ , c'est dans ce cas la composante non locale du coefficient élastique qui entre en jeu et elle augmente comme B^2 [Brandt 1991].

b) la deuxième possibilité est de considérer un zig zag à l'intérieur d'un même domaine de plans de macles (Figure III-8 b). Cette configuration pose un problème à l'intersection de deux domaines. En effet, dans chaque domaine, sous l'effet de la force de Lorentz les lignes de flux vont glisser le long des plans pour se rencontrer à l'intersection de chaque domaine.

c) la troisième possibilité est de toujours considérer que, comme pour le régime à fort champ, le piégeage pour $B < B_\phi$ est déterminé par une seule direction de plans de macles à la fois. Mais, pour économiser l'énergie magnétique d'interaction entre les lignes de flux, le réseau de vortex se décompose en deux sous réseaux orthogonaux, chacun dirigé dans une direction de plans de macles (fig III-8 c). Une telle forme du réseau de vortex a déjà été suggérée dans la littérature [Daemen 1993, Bulaevskii 1992]. Feinberg et Ettouhami ont étudié le piégeage conjugué des vortex par les plans ab et des défauts colonnaires le long de l'axe c lorsque B fait un angle γ avec l'axe c [Feinberg 1993]. Ils ont montré que pour B inférieur au champ de matching correspondant aux défauts colonnaires et $\gamma < 20^\circ$, le réseau de vortex se reconstruit en un réseau de vortex combiné formé par un sous réseau ancré dans les plans ab et un autre ancré dans les défauts colonnaires. Cette plage angulaire est limitée par l'anisotropie Γ ($\Gamma \sim 5$) entre les plans ab et l'axe c qui favorise la nucléation de marches et l'ajustement du réseau aux défauts colonnaires. En transposant ce cas aux deux familles de plans de macles dans le plan ab où l'anisotropie est très faible, il est possible que cette décomposition se produise sur une plage angulaire plus grande, voisine de 45° . Expérimentalement, l'effet des plans de macles sur la forme du réseau de vortex n'a pu être observé, par diffusion de neutrons aux petits

angles, que lorsque B est dirigé selon c [Hethiraj 1993, Simon 1997a, la deuxième partie de ce chapitre]. Dans le cas où B est dans les plans ab, le bruit de fond masque totalement l'observation des vortex (voir fin du chapitre). Des trois configurations représentées figure III-8, la décomposition en deux sous réseaux nous semble la plus probable .

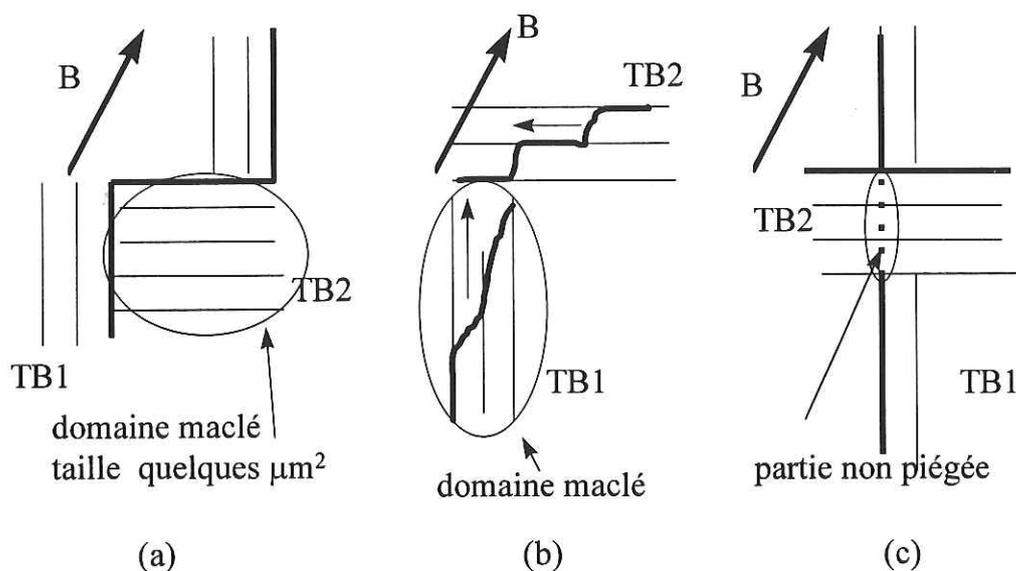


Figure III-8 : Adaptation des lignes de flux aux familles de plans de macles TB1 et TB2
 (a) La ligne de flux suit TB1 et TB2 en passant d'un domaine maclé d'une direction à l'autre
 (b) Les lignes de flux effectuent des zigzag à l'intérieur de chaque domaine de plans de macles. Elles se déplacent en glissant le long de TB1 et TB2
 (c) Décomposition de la ligne en deux sous réseaux orthogonaux, chacun piégé par une direction de plans de macles. A l'intersection des deux familles une partie du vortex n'est pas piégée (en pointillée).

Vérifions que la décomposition du réseau du vortex est compatible avec l'indépendance angulaire de J_c observée à bas champ. Nous allons supposer que chaque famille de plan de macles (TB1 et TB2) piège la moitié de la longueur de la ligne de flux $L/2$. Soit F_P et F_L la force de piégeage et de Lorentz par unité de volume.

Effectuons une projection dans la direction TB1.

$$F_L \cdot \cos \Phi \cdot (L/2)^3 = F_P \cdot N \cdot L/2 \quad (\text{A.21})$$

où N est le nombre de ligne de flux par unité de longueur contenu dans un cube de coté L/2 (figure III-9).

$$N = B \cos \Phi (L/2)^2 / \phi_0 \quad \text{et} \quad F_L = J_c B \quad (\text{A.22})$$

$$\text{d'où} \quad J_c \sim F_P / 2 \phi_0 \quad (\text{A.23})$$

A faible champ la décomposition de la ligne de flux en deux sous réseaux est bien compatible avec une densité de courant critique indépendante du champ.

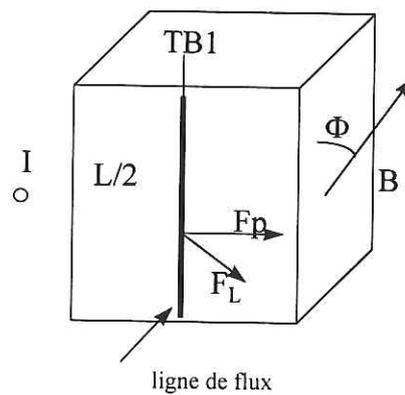


Figure III-9 : Représentation schématique d'une ligne de flux de longueur L/2 piégée le long de TB1 lorsque B fait un angle Φ avec TB1.

Pour résumer voici un diagramme de phase grossier (B, Φ) (figure III-10) qui indique l'influence des plans de macles (TB1, TB2) sur la forme du réseau de vortex à 77 K.

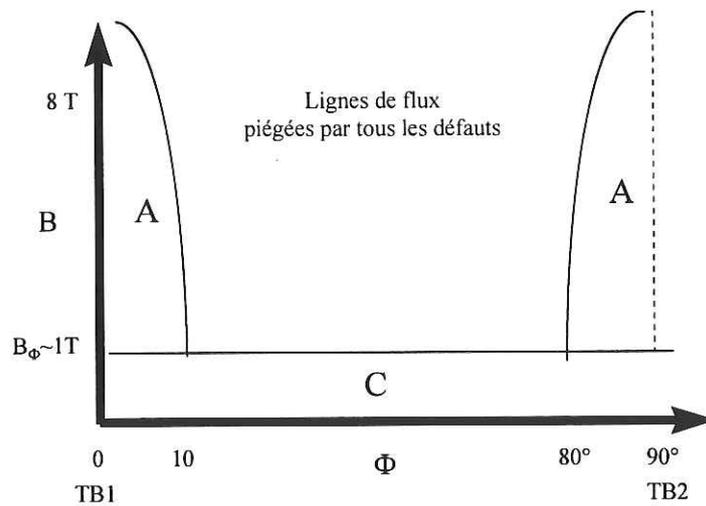


Figure III-10 : Diagramme de phase expérimental montrant grossièrement la région où le réseau de vortex se reconstruit en un réseau combiné (C) et où les lignes de flux s'accommodent à une direction de plans de macles (A).

c) Invariance du courant critique avec le champ, effet des surfaces intrinsèques

L'invariance de J_c sous champ jusqu'à 8 T lorsque B est dans la direction des plans de macles montre clairement que le piégeage des vortex par les TB ne se limite pas aux premiers voisins car, à forts champs, seule une fraction des vortex est piégée dans les plans de macles. Jusqu'à présent nous n'avons pas pu trouver d'explication vraiment convaincante pour ce phénomène, mais nous pouvons néanmoins proposer deux hypothèses :

- a) Dans le régime supérieur au champ d'accommodation les interactions inter-vortex deviennent prédominantes et des paquets de vortex peuvent être piégés collectivement par la rigidité du réseau. Nous discuterons de cet effet appelé "effet de cage" dans le chapitre suivant. Remarquons cependant que dans ce cas, J_c doit suivre une loi en $B^{1/4}$ caractérisant le passage à un piégeage collectif [Blatter 1994], ce qui n'est pas observé.
- b) L'invariance de J_c peut aussi s'expliquer par l'existence d'effets de surfaces provoqués par les plans de macles lorsque B est aligné dans leur direction. Un piégeage magnétique analogue aux barrières de Bean Livingston concentrerait les vortex près des plans de macles. Cette concentration des vortex peut être

une conséquence de la forte anisotropie du mouvement des vortex près des TB. L'étude de ces mouvements a été effectuée par imagerie magnéto-optique par plusieurs groupes [Vlassov 1994, Welp 1994, Safar 1996, Wijgaardeen 1997]. Wijgaardeen et ses collaborateurs ont notamment étudié par une technique magnéto-optique à haute résolution le déplacement des vortex sur des échantillons contenant deux plans de macles orthogonaux lorsque $B=1T$ est aligné selon l'axe c . Ils concluent que les plans de macles constituent des directions privilégiées pour la pénétration du flux, augmentant la densité de flux localement près des TB et réduisant l'entrée des vortex dans les régions adjacentes. Cependant les TB constituent une barrière pour les déplacements des vortex qui préfèrent quitter l'échantillon dans d'autres directions. Par des mesures au STS (Scanning Tunneling Spectroscopy), le groupe d'Ø. Fischer a observé la position des vortex près d'un plan de macles jusqu'à des champs de 6 T [Fischer 1997]. A $T=4K$ et pour B le long de l'axe c ils ont observé que les vortex s'empilaient d'un côté du plan de macles laissant de l'autre côté une région pauvre en vortex. L'empilement se produit sur deux ou trois pas du réseau de vortex. Cet effet de compression crée une distribution de courant hétérogène qui circule en boucle autour du plan de macles (Figure III-11) et est très élevé à 4 K, de l'ordre du courant de depairing H_c/λ . Le courant critique pourrait donc être gouverné par ces courants circulant autour des surfaces, produisant une force de Lorentz localement non homogène qui agit principalement sur les vortex piégés près des TB [Feinberg 1996]. Les vortex interstitiels seraient donc peu perturbés par la force de Lorentz, ce qui pourrait expliquer l'invariance de J_c jusqu'à 8T.

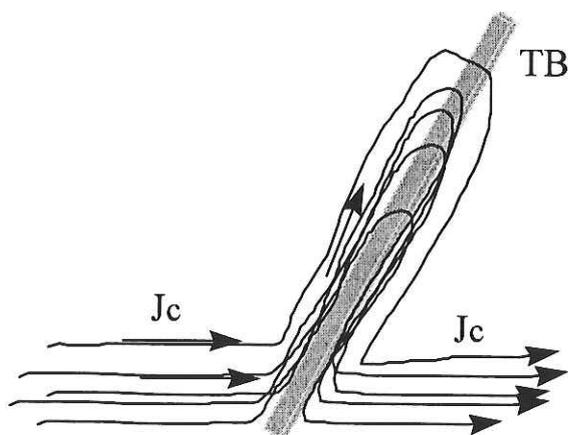


Figure III-11 : Distribution du courant critique près d'un plan de macles. Le courant circule le long des surfaces selon des boucles autour de TB [d'après Vlasov 1994]

4. CONCLUSIONS

L'étude des courants critiques de transport selon l'axe c pour H dans les plans ab montre à 77 K un fort effet de piégeage des vortex par les plans de macles.

A bas champ ($H < 1T$), les plans de macles semblent dominer complètement l'ancrage des lignes de flux produisant une densité de courant critique isotrope et maximale. Le réseau de vortex pourrait se décomposer en deux sous réseaux orthogonaux, chacun piégé par une direction de plans de macles.

L'effet des TB persiste et augmente même à fort champ jusqu'à 8 T, lorsque le nombre de vortex est supérieur au nombre de TB. Une nette augmentation du courant critique est observée lorsque $H // TB$. Ce phénomène est consistant avec le modèle d'accommodation proposé par G. Blatter.

Enfin une invariance du courant critique sous champ est observée jusqu'à 8 T lorsque $H // TB$. Cette invariance pourrait s'expliquer par la rigidité du réseau provoquée par les interactions inter-vortex ou bien par un effet de surface intrinsèque (les TB) induisant une hétérogénéité de la densité de courant à l'intérieur de l'échantillon.

C. OBSERVATION PAR DIFFUSION DE NEUTRONS

1. INTRODUCTION

La diffusion de neutrons est une technique efficace pour observer comment s'arrangent les vortex dans le volume de l'échantillon. Le moment magnétique du neutron interagit avec la modulation de champ due à l'organisation des lignes de flux. On peut donc visualiser la position des vortex dans l'échantillon en recueillant le résultat de la diffusion. En principe, pour B dirigé dans la direction de l'axe c , les vortex s'organisent pour minimiser leur énergie de répulsion en un réseau hexagonal qui se déforme petit à petit lorsque l'on s'éloigne de cette axe à cause de l'anisotropie (voir chapitre I de la thèse). Cependant, les premières observations par diffusion de neutrons sur $YBaCuO$ ont montré l'existence d'un réseau carré lorsque H est suivant l'axe c [Forgan 1991, Yethiraj 1993, Keimer 1993, Keimer 1994]. Plus récemment ces résultats ont été confirmés par Ch. Simon et ses collaborateurs sur des monodomains maclés contenant du CeO_2 avec une distance inter-plans de macles d_{TP} d'environ 500 Å [Simon 1997a]. Ils ont mis en évidence un angle de trapping γ_t entre B et l'axe c au dessus duquel le réseau de vortex devient hexagonale L'origine de la forme carrée pour $\gamma=0$ pourrait être l'adaptation des lignes de flux aux plans de macles. Pour étudier la forme du réseau de

vortex dans nos échantillons, nous avons entrepris une collaboration avec Ch..Simon de l'ISMRA de Caen et A.Brûlet du laboratoire Leon Brillouin (Saclay). Les objectifs étaient les suivants :

- essayer de visualiser la décomposition du réseau de vortex proposée au paragraphe précédent en appliquant le champ et les neutrons dans les plans ab parallèlement ou non à une direction de plans de macles (configuration b présentée au chapitre II pages 81-82).
- avec la configuration classique de mesure c'est - à - dire les neutrons parallèles à l'axe c et H faisant un angle γ avec l'axe c (configuration a), confirmer l'adaptation du réseau de vortex aux plans de macles pour $\gamma < \gamma_t$ pour un matériau avec des phases différentes (pas de cérium dans le notre mais plus de phases 211) et observer si l'angle de "trapping" γ_t dépend de d_{TP} .

L'appareillage de mesure est celui présenté au chapitre II. La longueur d'onde utilisée est $\lambda=10 \text{ \AA}$. La divergence du faisceau de neutrons incident (0.15 degrés) permet de se placer dans les conditions de diffraction de Bragg. Plusieurs pics peuvent être observés sans rotation de l'échantillon.

Rappelons le protocole expérimental :

- Un premier enregistrement est effectué à $T=100 \text{ K}$ pour obtenir le signal de diffusion nucléaire
- L'échantillon est refroidi à 5 K sous un champ de 0.5 T puis un autre enregistrement est effectué.
- Le spectre analysé est la soustraction des deux enregistrements.
- La manipulation se répète pour chaque angle entre H et une direction de plan de macles (configuration a) ou chaque angle γ entre H et c (configuration b).

2. SPECTRE OBTENU POUR B DANS LES PLANS AB

L'importance du bruit de fond continu dans cette configuration ne nous à pas permis d'observer les vortex. Nous ignorons si ils sont bien présents dans cette configuration ou si ils pénètrent principalement dans l'échantillon le long des parties normales (bloc normaux entre les plans CuO_2 , plans de macles).

3. SPECTRE OBTENU POUR B FAISANT UN ANGLE VARIABLE AVEC L'AXE C

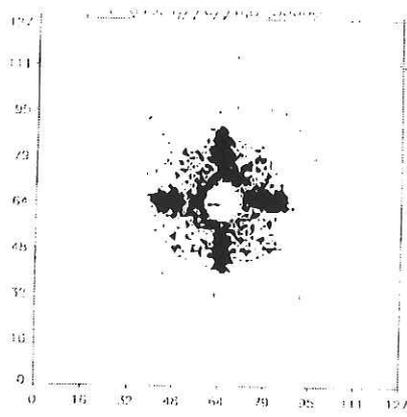
La figure III-13 montre les spectres de diffusion obtenus après soustraction des deux enregistrements lorsque $\gamma = 0^\circ$ (14.a), $\gamma = 15^\circ$ (14.b), $\gamma = 20^\circ$ (14.c), $\gamma = 30^\circ$ (14.d), $\gamma = 40^\circ$ (14.e) et $\gamma = 60^\circ$ (14.f).

Ce panneau indique clairement l'évolution de la forme du réseau de vortex avec γ .

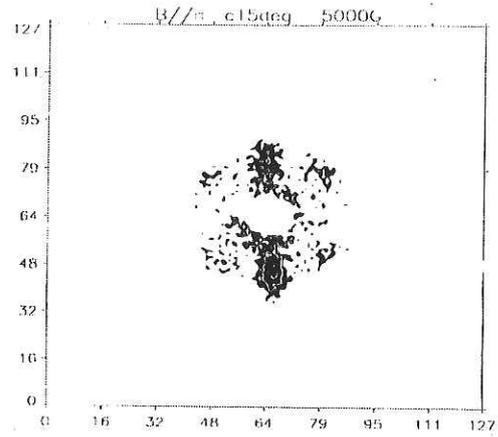
Lorsque $\gamma = 0$ on observe quatre taches le long des directions TB1, TB2. Cette observation confirme les résultats des groupes cités en introduction à savoir que le réseau de vortex semble avoir une forme carré car il s'adapte aux deux directions de plans de macles.

Lorsque $\gamma = 15^\circ$ on observe la disparition des deux taches horizontales le long de TB2. Cette disparition est reliée à l'accrochage des vortex le long de TB1 et TB2. Cependant il apparaît quatre autres taches, situées approximativement à 45° de TB1, à savoir dans les directions a ou b. L'origine de ces taches n'est pas encore bien comprise. Il se pourrait qu'elles reflètent le piégeage des vortex par les intersections ponctuelles entre TB1 et TB2 qui constituent une ligne le long de l'axe c.

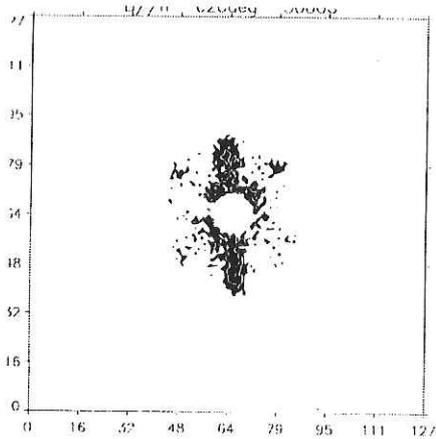
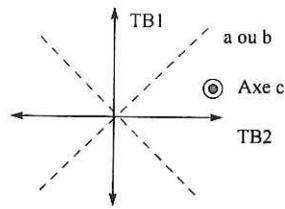
Au fur et à mesure que l'angle γ augmente, l'effet des plans de macles diminue. Ce dépiégeage progressif se traduit par un élargissement des taches secondaires et une augmentation de leur intensité. Le réseau s'allonge dans les plans ab et devient hexagonal pour γ compris entre 40 et 60° (figure III-14 c,d,e,f).



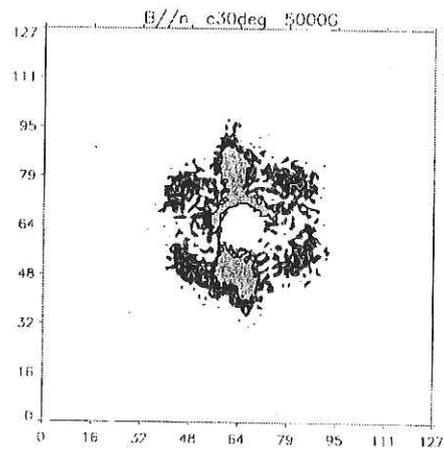
(a)



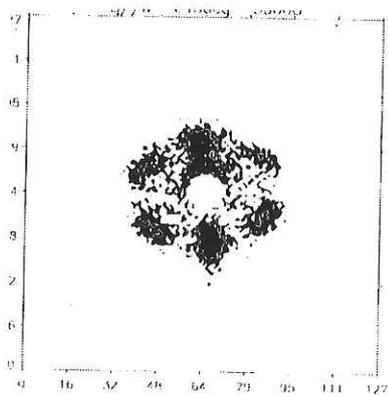
(b)



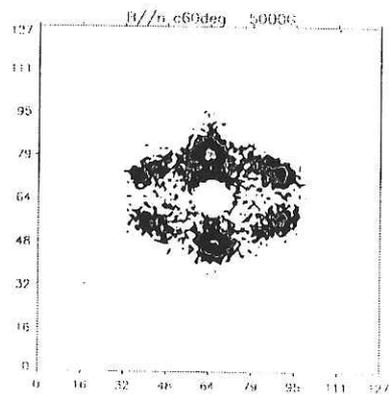
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure III-13 : Spectre de diffusion de neutrons pour $n//B$ et B faisant un angle γ avec l'axe c .

L'évolution de la forme du réseau de vortex avec l'angle γ est similaire à ce qui a été observé par le groupe de Caen en décembre 1996 avec des échantillons contenant de l'oxyde de cérium. Le résultat essentiel est l'existence d'un effet d'accommodation du réseau de vortex aux plans de macles sur une large gamme angulaire par rapport à l'axe c. Ceci suggère que le phénomène de piégeage induit par les plans de macles dépend peu des phases présentes et du mode d'élaboration de l'YBaCuO. Dans notre cas nous estimons l'angle de dépiégeage γ_t compris entre 40 et 60°. Cet angle limite autour de 50°, bien que toujours très élevé par rapport à la valeur prévue par le modèle de Blatter, semble dépendre par contre de la microstructure de l'échantillon. Toutefois une relation directe avec la distance inter-plans de macles ne semble pas évidente (voir tableau ci-dessous).

	Echantillon texturé Caen [Simon 1997 a]	Echantillon texturé Matformag	Monocristal Keimer [Keimer 1993]	Monocristal Yethiraj [Yethiraj 1993]
d_{TP} (en Å)	autour de 500	autour de 1000	900±30	?
γ_t (en degrés)	35	50	70	30

Tableau III-14 : Angle de dépiégeage γ_t et distance d_{TP} pour des mesures de diffusion de neutrons effectuées à basses températures ($T \leq 11$ K).

Cependant une constatation s'impose : l'angle de dépiégeage est beaucoup plus élevé que celui mesuré par les mesures de résistivité sur les monocristaux (voir références chapitre V) et sur nos échantillons [Simon 97b] et de courant critique de transport ($\theta_0 \sim 15^\circ$ figure III-3 p. 74).

Les larges écarts angulaires pourraient s'expliquer par les différences de conditions expérimentales en températures : les mesures aux neutrons sont réalisées à basse température tandis que les mesures de transport ou d'aimantation sont souvent accomplies près de T_c ou à 77 K. Un paramètre important qui doit être pris en compte est certainement la dépendance avec la température de la longueur de cohérence qui contrôle la taille du coeur du vortex.

Références chapitre III

Adrian 1991 : H.Adrian,G.Jakob,C.Tomé-Rosa, M.Schmitt, P.wagner, TH Hahn, Th.Kluge, M.S peckman, Int. J. Mod. Phys B (1991), 113

Barbut 1994 : J. M. Barbut, Thèse U. J. F. (1994).

Blatter 1994 : G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, V. M. Vinokur, Rev. Mod. Phys. **66** (1994) 1125.

Braithwaite 1993 : D. Braithwaite, D. Bourgault, A. Sulpice, J. M. Barbut, R. Tournier, I. Monot, M. Lepropre, J. Provost and G. Desgardins J. Low. Temp. Phys. **91** (1993) 1.

Brandt 1991 : E.H. Brandt, Int.J.Mod.Phys B, **5** (1991), 751

Bulaevskii 1992 : L. N. Bulaevskii, M. Ledvij and V. G. Kogan Phys. Rev. B. **46** (1992), 366.

Daemen 1993 : L.L.Daemen, L.J.Campbell, A.Yu.simonov, V.G.Kogan, Phys. Rev. Lett.**70** (1993) 2948.

Feinberg 1993 : D. Feinberg, A.M. Ettouhami Physica Scripta **T 49**, (1993) 159 - 164.

Feinberg 1996 : D. Feinberg, communication privée

Fischer 1997 : ø Fischer, Proc. 5th Int. Conf. M2S-HTSC Beijing (1997), Physica C **282-287** (1997) 315

Forgan 1991 : E.M.Forgan, DMcK Paul, H.A ;Mook, S.L.Lee, R.Cubitt, J.S.abll, F.Gencer, P.Timmins, Physica C **186-189** (1991), 247.

Fujimoto 1993 : H. Fujimoto, T. Taguchi, M. Murakami and N. Kochizuka, Physica C **211** (1993) 393.

Keimer 1993 : B. Keimer, F. Dogan, I. A. Aksay, R. W. Erwin, J. W. Lynn, M. Sarikaya, Science **262** (1993) 83.

Keimer 1994 : B. Keimer, W. Y. Shih, R. W. Erwin, J. W. Lynn, F. Dogan, and I. A. Aksay phys. Rev. Lett. **73** (1994) 3459.

Labdi 1992 : S. Labdi, H. Raffy, O. Laborde, P. Monceau, Physica C **197**, (1992) 274.

Martinez 1995 : B. Martinez, X. Obradors, A. Gou, V. Gomis, S. Pinol J. Fontcuberta, Appl. Phys. Lett. **66** (1995) 772-774.

Safar 1996 : H. Safar, S. Foltyn, H. Kung, M. P. Maly, J. O. Willis, P. Arendt, X. D. Wu, Appl. Phys. Lett. **68** (1996) 1853.

Salama 1992 : K. Salama, D.F.Lee, X. Chaud, Adv. Supercond. **4** (1992), 123

Simon 1997a : C. Simon, M. P. Delamare, G. Poullain Submitted to Phys. Rev. Lett. (1997).

Simon 1997b: C.Simon ISMRA Caen , résultats non publiés

Tashiki 1994 : M. Tashiki and S. Takahashi, Applied Supercond. **2** (1994) 305.

Tome-Rosa 1991 : C. Tome-Rosa, C. Jakob, A. Walkenhorst, M. Maul, M. Schmitt, M. Paulson, H. Adrian, Z. Phys. B **83** (1991) 221.

Vlassov 1994 : V. K. Vlasko-Vlasov, L. A. Darosinskii, A. A. Polyanskii, V. I. Nikitenko, V. Welp, G. W. Crabtree, Phys. Rev. Lett. **72** (1994) 3246.

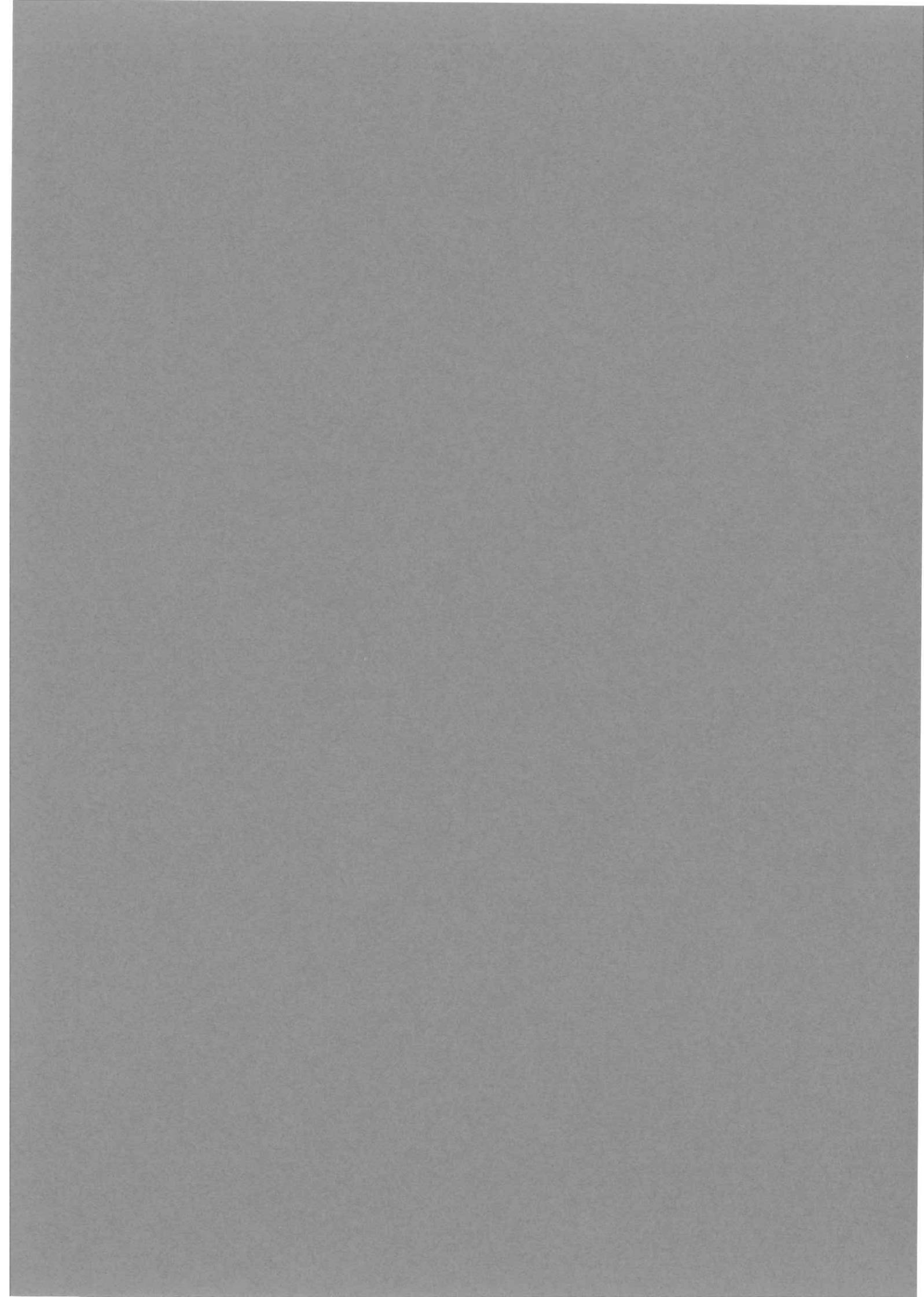
Welp 1994 : V. Welp, T. Gardiner, D. Gunter, J. Fendrich, G. W. Crabtree, V. K. Vlasko-Vlasov, V. I. Nikitenko, Physica C **235-240** (1994) 241.

Wijngaarden 1997 : R.J. Wijngaarden, R. Griessen, J. Fendrich, W. K. Kwok, Phys. Rev. B. **55** (1997) 3268.

Yethiraj 1993 : M. Yethiraj, A. Mook, G. D. Wingnall, R. Cubitt, E. M. Forgan, D. M. Paul and T. Armstrong, The Amer. Phys. Society, **70** (1993) 857.

CHAPITRE IV

***Effet des plans de macles sur la
ligne d'irréversibilité d'YBaCuO.***



Résumé

Dans ce chapitre nous caractérisons par des mesures d'aimantation l'effet des plans de macles sur le piégeage des vortex dans une gamme de température comprise entre 40 K et T_c . La partie A rappelle comment calculer le courant critique à partir des courbes $M(H)$ en utilisant le modèle de Bean étendu dans le cas d'échantillons anisotropes. Par ailleurs une présentation rapide de la ligne d'irréversibilité, de sa signification et des paramètres qui la déterminent dans le diagramme de phase magnétique est effectuée. Le paragraphe B concerne les courants critiques selon l'axe c , mesurés cette fois-ci en aimantation à 77 K. L'effet de piégeage par les plans de macles mis en évidence par les mesures de transport est confirmé. L'influence des plans de macles sur la ligne d'irréversibilité dans les plans ab et sur la variation du courant critique avec la température est étudiée au paragraphe C. Lorsque H est aligné dans la direction des défauts plans on observe un renforcement de cette ligne et une diminution moins rapide de ΔM avec T . Nous interprétons ces résultats en introduisant la notion de localisation par analogie avec l'effet de défauts colonnaires introduits par irradiation. Les plans de macles minimisent l'effet de dépiégeage thermique des lignes de flux en localisant les vortex et en les gelant à $T=T_{BG}$ dans une nouvelle phase appelée verre de Bose. Un diagramme de phase selon la direction du champ appliqué par rapport aux plans de macles est proposé.

Plan du chapitre

A - Rappel sur le modèle de Bean et la ligne d'irréversibilité (IL)

1. Modèle de Bean
2. Ligne d'irréversibilité

B - Effet des plans de macles sur les courbes $M(H)$

1. Configuration de mesure
2. Mesures $M(H)$ à $T=77$ K

C - Effet des plans de macles sur la ligne d'irréversibilité : réduction des fluctuations thermiques.

1. Méthode de mesure de la ligne d'irréversibilité
2. Anisotropie de la ligne d'irréversibilité dans les plans ab
3. Rappels sur l'effet de localisation et le verre de Bose
4. Interprétations des résultats expérimentaux.

A. RAPPELS SUR LE MODELE DE BEAN ET LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE (I.L)

1. LE MODELE DE L'ETAT CRITIQUE - MODELE DE BEAN ISOTROPE

a) Modèle de Bean dans sa forme originale [Bean 1962]

Le modèle de l'état critique est un modèle phénoménologique qui décrit les processus magnétiques irréversibles dans les supraconducteurs de type II. L'idée principale est que lorsque l'on applique un champ H dans un supraconducteur des courants d'écrantage de densité maximale J_c vont apparaître et s'opposer à la pénétration du flux. Dans le modèle de l'état critique la densité de courant locale ne prendra que deux valeurs : 0 lorsque le flux n'a pas pénétré la zone ou bien $\mp J_c$ dans le cas contraire.

L'aimantation macroscopique peut être déterminée de la manière suivante :

On calcule le champ interne h_i à partir de l'équation :

$$\nabla \times h_i = \mp \mu_0 J_c(h_i) \text{ ou } 0 \quad (\text{A.1})$$

Puis on en déduit $M(H)$ à partir de l'équation :

$$M(H) = \frac{\iiint_v (h_i - H) dv}{\iiint_v dv} \quad (\text{A.2})$$

Le modèle de Bean simplifie la détermination de $M(H)$ en supposant dans A.1 que $J_c(h_i)$ ne dépend pas de h_i .

En intégrant h_i suivant un profil de pénétration linéaire dans l'échantillon de volume v , on peut déterminer M pour chaque H et construire le cycle $M(H)$ pour H croissant ($M+$) et H décroissant ($M-$).

La variation de l'aimantation $\Delta M = M+ - M-$ est dans ce cas directement reliée au courant critique par la relation :

$$J_c = a \Delta M / D \quad (\text{A.3})$$

où D est la dimension de la section perpendiculaire à H et a une constante dépendant de la géométrie de l'échantillon.

Par exemple, $a=20$ pour une plaque carrée de largeur D et d'épaisseur infinie et $a=30$ pour un cylindre de longueur infinie et de diamètre D dans un système d'unités pratiques où J_c est exprimé en A/cm^2 , M en uem/cm^3 et les dimensions en cm .

Le modèle de Bean permet donc d'évaluer le courant critique d'un échantillon à partir de la détermination du cycle d'hystérésis $M(H)$.

b) Modèle de Bean anisotrope

Le modèle de Bean a été modifié par Gyorgy et ses collaborateurs dans le cas de supraconducteurs anisotropes [Gyorgy 1989]. L'idée est de tenir compte de l'anisotropie des courants critiques, le courant critique dans les plans ab étant beaucoup plus élevé que le courant critique suivant c . Soit l_c la taille de la boucle de courant suivant c et l_{ab} celle dans les plans ab . La relation reliant l'aimantation et le courant critique devra tenir compte du rapport entre les composantes de J_c selon ab et c , modulé par le rapport entre l_c et l_{ab} .

Par exemple, lorsque $\frac{J_c^{//ab}}{J_c^{//c}} > \frac{l_c}{l_{ab}} > 1$ on obtient :

$$\Delta M = \frac{J_c^{//c} l_{ab}}{20} \left(1 - \frac{l_{ab}}{3l_c} \cdot \frac{J_c^{//c}}{J_c^{//ab}} \right) \quad [\text{Gyorgy 1989}] \quad (\text{A.4})$$

Ceci est vérifié lorsque l'échantillon est de plus grande taille suivant c et que H est dans les plans ab . l_c est alors plus grand que l_{ab} et le terme $\frac{l_{ab}}{3l_c} \cdot \frac{J_c^{//c}}{J_c^{//ab}}$ devient négligeable.

L'aimantation mesurée est limitée par la composante de J_c selon c (J_c est exprimé en A/cm^2 , M en uem/cm^3 et les dimensions en cm) :

$$\Delta M \approx \frac{J_c^{//c} l_{ab}}{20} \quad (\text{A.5})$$

2. LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE

a) Définition

Dès la découverte des premiers oxydes supraconducteurs Müller et ses collaborateurs ont déterminé l'existence d'une ligne dans le plan H,T comprise entre $H_{c1}(T)$ et $H_{c2}(T)$ [Müller 1987]. Elle a été dénommée ligne d'irréversibilité (IL) par Malozemoff et ses collaborateurs car elle semble séparer une région à haute température où l'aimantation M est réversible d'une région à basse température présentant une aimantation irréversible [Yeshurun 1988]. Cette ligne d'irréversibilité a été déterminée pour tous les oxydes supraconducteurs. En fait la découverte de cette ligne ne date pas des oxydes supraconducteurs: elle avait été déjà mis en évidence depuis longtemps pour certains supraconducteurs à basses températures critiques.

b) Facteurs influençant la ligne d'irréversibilité

Plusieurs critères semblent déterminer la position de IL dans le diagramme H,T :

- a) Un critère déterminant semble être le couplage entre les plans CuO_2 . En effet, plus le composé est anisotrope plus la ligne d'irréversibilité est basse par rapport à la ligne $H_{c2}(T)$. Ainsi, par rapport à leur ligne de deuxième champ critique $H_{c2}(T)$ respective, $IL(Bi_2Sr_2CaCu_2O_8)$ est plus basse que $IL(Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10})$ qui elle-même se situe en dessous de $IL(YBa_2Cu_3O_7)$. De même pour le composé $YBa_2Cu_3O_x$, $IL(YBa_2Cu_3O_{6.6})$ est plus basse que $IL(YBa_2Cu_3O_7)$.

- b) le deuxième facteur important qui peut augmenter IL est la valeur de l'énergie d'ancrage U_c et le nombre de sites capables de piéger les vortex. La dépendance de IL avec U_c permet de comprendre pourquoi la ligne d'irréversibilité, lorsque H est dans les plans ab , est plus haute que celle suivant c . En effet, dans le premier cas IL est relevée à cause du piégeage intrinsèque. Cette dépendance avec le piégeage implique que IL est automatiquement liée au procédé de fabrication de l'échantillon.

Dans les échantillons texturés on peut introduire des sites de piégeage supplémentaires avec une énergie d'ancrage supérieure, en irradiant le matériau [Hardy 1992], ou en ajoutant dans le cas d' $YBaCuO$ des inclusions de phase verte qui induisent des défauts d'interfaces. La figure IV-1 montre l'évolution de la ligne d'irréversibilité $B^*(T)$ mesurée sur nos échantillons dans les mêmes conditions pour deux taux de 211 en excès différents introduits au départ : 10 et 40%.

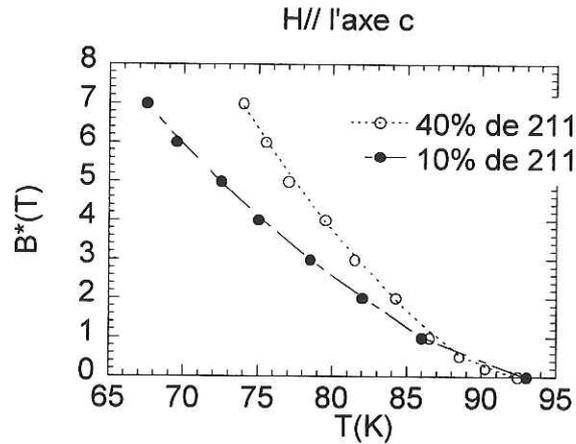


Figure IV-1 : Lignes d'irréversibilité selon l'axe c mesurées par aimantation sur deux échantillons contenant des taux de 211 différents.

- c) la position de la ligne d'irréversibilité dans le diagramme H,T dépend aussi de la technique d'analyse. On peut la déterminer en appliquant un champ magnétique statique qui utilise la méthode dite ZFC (zero field cooled)/FC (field cooled). Il s'agit de mesurer la courbe $M(T)$ à champ fixe à températures croissantes (ZFC), après avoir refroidi sans champ, et de la comparer à celle obtenue en refroidissant sous champ (FC). La température T^* , au-delà de laquelle les deux courbes se séparent est appelée température d'irréversibilité [Figure IV-2]. Pour chaque champ on trace donc $B(T^*)$. Le procédé est équivalent pour les courbes $M(H)$ à température fixe, on obtient $B^*(T) = B(T^*)$. Bien sûr, il faut tenir compte de la relaxation logarithmique de l'aimantation avec le temps, soit à cause du dépiégeage thermique [Anderson 1962], soit à cause de la frustration induite par l'état de verre de vortex [Fisher 1989]. La valeur de $\Delta M(T)$ dépend donc du temps de mesure. Cependant, nous avons vérifié dans nos échantillons que la température T^* pour laquelle $\Delta M(T)$ s'annule dépend très peu du temps de mesure.

On peut appliquer un champ magnétique alternatif afin d'étudier la transition supraconductrice à champ magnétique constant en fonction de la température. IL est alors reliée à un champ critique alternatif déterminé à partir, soit de la température où la partie réelle χ' s'annule, soit de la température correspondant au pic de χ'' (partie imaginaire de la susceptibilité alternative caractérisant la dissipation énergétique)

[Giordanengo 1990]. L'inconvénient majeur de cette méthode est sa dépendance avec la fréquence. En effet, IL augmente logarithmiquement avec la fréquence .

Une méthode aussi utilisée pour déterminer IL est de tracer pour chaque champ les courbes $R(T)$, T^* est alors définie par le zéro expérimental de $R(T)$.

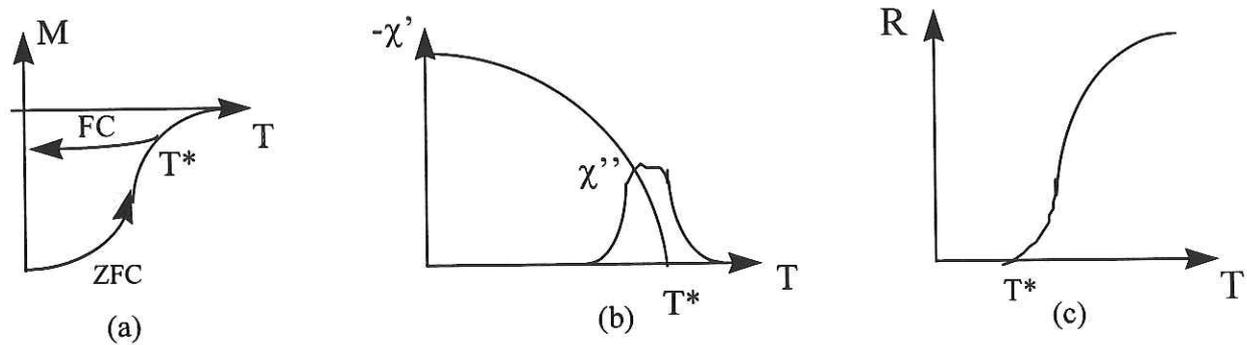


Figure IV-2 : Différentes méthodes pour déterminer la ligne d'irréversibilité.

(a) Méthode d'aimantation, (b) application d'un champ alternatif (c) Méthode résistive.

c) Signification de la ligne d'irréversibilité

La signification de la ligne d'irréversibilité dans les oxydes supraconducteurs n'est pas encore éclaircie. Globalement on peut diviser les théories en deux catégories : celles qui associent IL avec une transition de phase entre deux formes du réseau de vortex et celles qui la relie à un effet de désancrage propre à la structure [Malozemoff 1989 et Matsushita 1993 par exemple].

Pour certains IL sépare dans le diagramme de phase magnétique une phase à haute température où la résistance est finie (liquide de vortex) avec une autre à basse température plus ordonnée où la résistance est nulle, soit un réseau d'Abrikosov soit un verre de vortex. Dans le cas de monocristaux très propres IL est donc associée à la ligne de fusion du réseau de vortex [Houghton 1989, Andrade 1995]. Dans le cas où les défauts sont importants, IL représente le passage continu à un verre de vortex (ligne de gel) [Fisher 1989]. Cette interprétation implique que la ligne d'irréversibilité est universelle pour un composé donné et dépend moins de la densité de défauts que du type de défauts (ponctuels, étendus, corrélés) qui participent au piégeage et qui sont

susceptibles de faire apparaître des nouveaux états de vortex (enchevêtrement du liquide, verre de Bose).

La deuxième catégorie ne considère pas IL comme une vraie transition de phase. Elle peut correspondre à un passage progressif entre un ancrage dominant à basses températures (reptation du flux) et inefficace à haute température (flux flow) avec une diffusion activée thermiquement pour les températures intermédiaires (TAF, thermally activated flux flow). La ligne d'irréversibilité est assimilée dans ce cas à une ligne de désancrage [Xu 1991, Brandt 1992]. Il a aussi été proposé que IL représente le passage entre un régime de dissipation non ohmique et un régime ohmique [Griessen 1991]. Dans les deux cas, IL n'est pas unique car elle dépend de la variation de B avec le temps.

Matsuchita a tenté de définir les paramètres qui gouvernent IL dans YBCO [Matsushita 1993]. La position de cette ligne dans le diagramme de phase est définie par l'équilibre énergétique entre la somme $U_e + U_T$ (U_e énergie élastique de la ligne de flux, U_T énergie thermique) qui produisent des forces de désancrage et l'énergie d'ancrage U_P . Pour les monocristaux IL serait donc beaucoup plus basse que la ligne de fusion. Dans le cas de matériaux texturés on peut négliger U_e devant U_P , la ligne d'irréversibilité devenant une ligne de dépiégeage qui se confond avec la ligne de fusion. Elle sépare, dans ce cas aussi, le liquide de vortex et le verre de vortex.

En conclusion, on peut dire que dix ans après sa découverte dans les cuprates, la signification de la ligne d'irréversibilité et sa position dans le diagramme de phase sont encore l'objet de nombreuses controverses, surtout dans les monocristaux. De récentes mesures de chaleur spécifique et de susceptibilité, utilisant une sonde de Hall locale et un critère de courant critique très faible, indiquent que dans les monocristaux d'YBCO démaclés IL et la ligne de fusion se confondent [Billon 1997].

Le seul consensus qui semble exister est que l'introduction de désordre a pour effet d'augmenter IL et de positionner la ligne au-dessus de la ligne de fusion du matériau pur, donc dans l'état liquide de vortex. Notre ligne d'irréversibilité expérimentale évoluant très peu avec le temps, nous l'associerons à une ligne de transformation de phase, transition (du 2^{ème} ordre) entre un liquide de vortex et un état de verre de vortex.

B. EFFET DES PLANS DE MACLES SUR LES COURBES M(H) A T=77 K

L'objectif de cette partie est de confirmer l'effet des plans de macles sur le piégeage des vortex à 77 K observés par les mesures de courants critiques de transport.

1. CONFIGURATION DE MESURE

L'effet des plans de macles sur le courant critique a été évalué à partir de mesures d'aimantation sur les échantillons utilisés pour les mesures de transport. La configuration de mesure est la même que celle utilisée dans le chapitre précédent : le champ est placé dans les plans ab et fait un angle variable Φ avec une direction de plans de macles TB1 (figure IV-4). Pour déterminer J_c , des cycles d'hystérésis $M(H)$ ont été effectués à divers angles Φ .

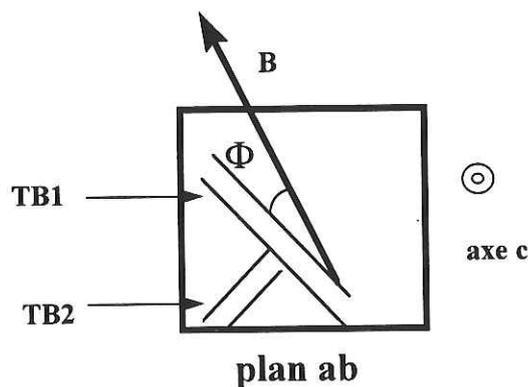


Figure IV-4 : Configuration de mesure utilisée pour les mesures $M(H)$

Le courant critique est calculé à partir des cycles d'hystérésis en déterminant ΔM et en utilisant le modèle de Bean anisotrope (page 113).

L'aimantation est principalement limitée par la composante de J_c selon c et de l'évaluation de ΔM on peut déduire $J_c^{//c}$ (voir discussion page 113).

$$\Delta M \approx \frac{J_c^{//c} l_{ab}}{20} \text{ avec } \Delta M \text{ exprimé en uem/cm}^3 \text{ et } l_{ab} \text{ en cm} \quad (B.1)$$

Les échantillons ont en aimantation les caractéristiques suivantes : ($T_c > 90$ K et $\Delta T_c < 1$ K) (figure IV-5)

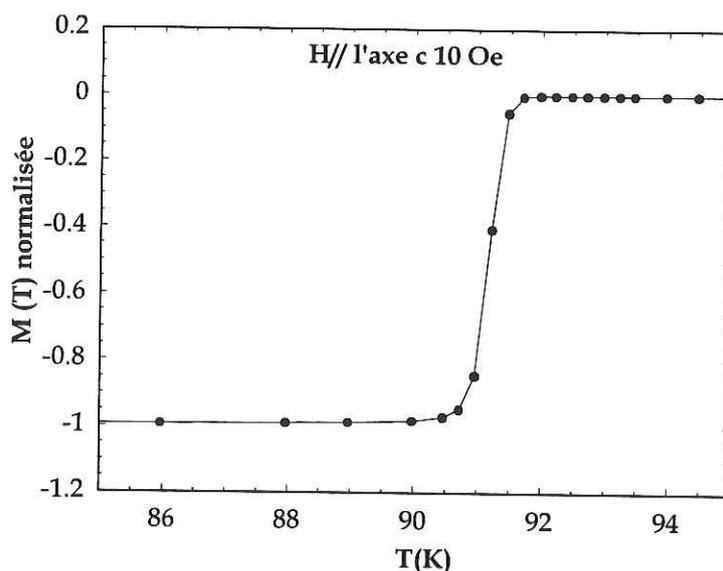


Figure IV-5 : Allure de la transition supraconductrice mesurée en aimantation sous un champ de 10 Oe appliqué le long de c. La ligne est un guide pour les yeux.

2. MESURES M(H) A T=77 K

a) Effet des plans de macles sur le cycle d'hystérésis

La figure IV-6 montre les courbes $M(H)$ à 77 K pour différentes directions du champ appliqué dans les plans ab et variant de 0 à 7 T. Une hystérésis importante est obtenue lorsque l'angle Φ entre B et une direction de plan de macles TB1 est inférieur à un angle de trapping Φ_t autour de 8° , avec un maximum lorsque B est parallèle à TB1. Le même phénomène est observé dans le cas de l'autre famille de plans de macles TB2. Cette variation angulaire de l'aimantation, et donc du courant critique selon l'axe c par rapport aux TB, est conforme à celle observée par les mesures de transport chapitre III.

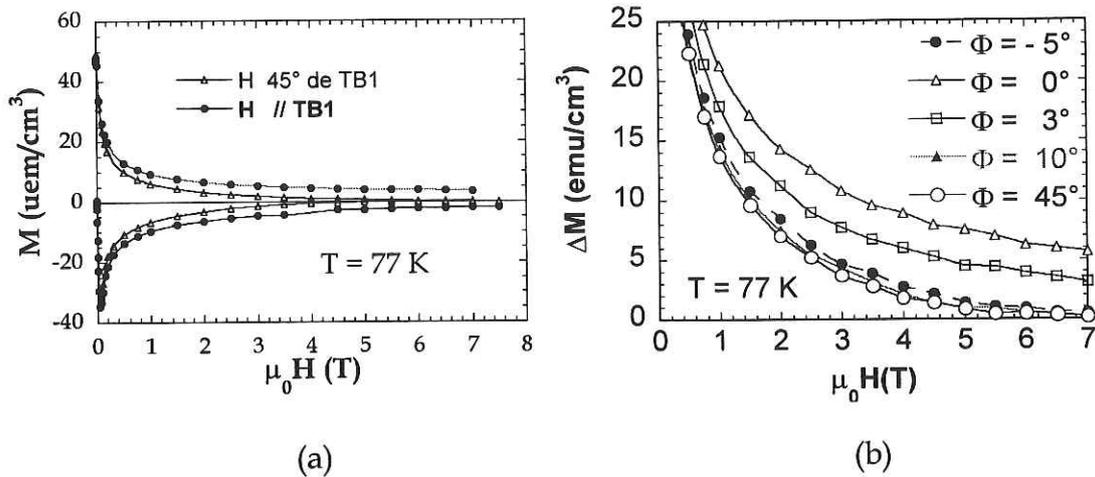


Figure IV-6 :

- a) Courbes $M(H)$ à 77 K pour H dans les plans ab et parallèle à TB1 ou à 45° d'elles.
 b) Hystérésis ΔM pour H dans les plans ab et à différents angles Φ par rapport à TB1.

Cette anisotropie de ΔM due au piégeage des vortex par les plans de macles a déjà été observée pour les monocristaux maclés dans les deux directions pour H appliqué dans les plan ab [Swartzendruber 1990, Fujimoto 1993, Asaoka 1997]. Mais, dans notre cas, l'anisotropie observée à $T=77$ K est beaucoup plus importante. Pour $B=1$ T et à 77 K Fujimoto et ses collaborateurs ont reporté une anisotropie maximale de 1.3 tandis que l'anisotropie mesurée est de l'ordre de 1.65 pour certains échantillons. Cette anisotropie augmente avec la valeur du champ magnétique : pour un champ de 7 T le piégeage par les plans de macles des vortex multiplie le courant par 20. La figure IV-7 montre l'évolution de $J_c^{//c}$ en fonction de Φ pour $B=5$ T, 6 T et 7 T.

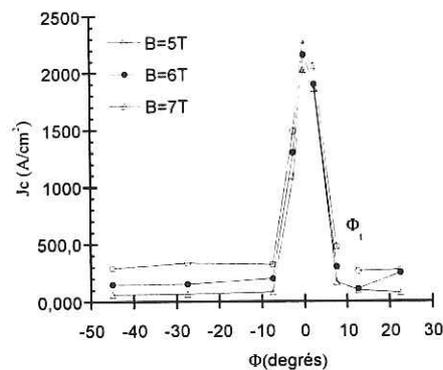


Figure IV-7 : Evolution angulaire du courant critique à 77 K déterminée par des mesures d'aimantation pour divers champs magnétiques 5,6,7 T. Φ_t représente l'angle critique de trapping. Les lignes continues sont des guides pour les yeux.

b) Comparaison avec les mesures de courants critiques de transport

Première remarque : A fort champ les valeurs de J_c maximales déterminées par cette méthode sont un peu plus faibles mais du même ordre de grandeur que celles déterminées en transport. Cet écart pourrait être dû à la différence des deux critères de détection entre le SQUID et la mesure de transport. Cependant à faible champ ($B < 1T$), les valeurs ne correspondent plus. En aimantation, le courant critique mesuré augmente pour atteindre $30\,000\text{ A/cm}^2$ en champ nul. Les raisons de cette valeur très élevée et de la différence importante entre les deux mesures à faible champ ne sont pas encore comprises.

Deuxième remarque : Comme on peut le voir sur les figures IV-6 ou IV-7, pour H aligné dans la direction de TB , J_c varie très peu pour $B > 1T$, ce qui est conforme avec les mesures de transport, ceci n'est plus vrai en dessous de 1 T .

Troisième remarque : Dans la variation angulaire de J_c pour $B > 1T$, on retrouve un comportement conforme au modèle d'adaptation des lignes de flux aux plans de macles présenté au chapitre III (A.5 .b). L'angle critique de trapping pour lequel le vortex n'est plus piégé par TB est évalué à 8° et varie très peu avec le champ.

c) Evolution de J_c avec H à 77 K

A partir des cycles $M(H)$ on peut tracer l'évolution de ΔM ou J_c en fonction du champ à 77 K .

La figure IV-8 présente ces courbes pour $\Phi=0$ et $\Phi=45^\circ$. Les deux courbes sont similaires. On peut les ajuster avec la loi classique en $1/H^\alpha$ corrigée par un terme $(1-H/H^*)$ pour tenir compte du fait que le courant critique s'annule à $H=H^*$.

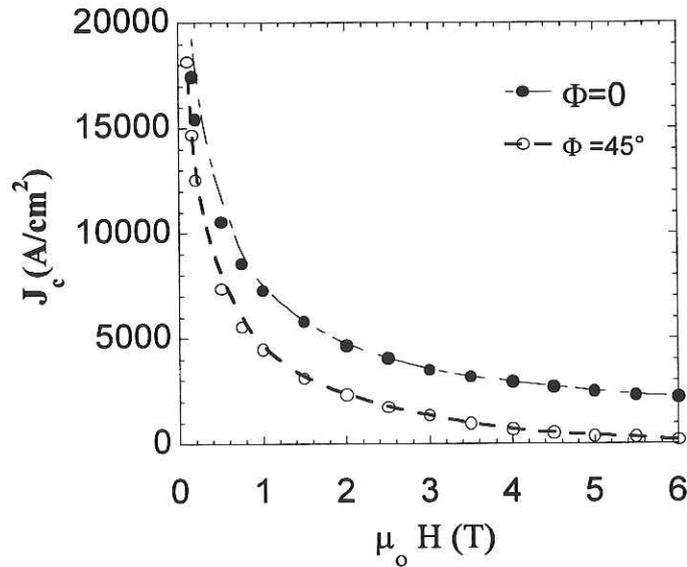


Figure IV-8 : Evolution de $J_c(H)$ pour H aligné dans les plans de macles et H à 45° . La courbe en pointillé est un ajustement avec la loi $(1-B/B^*)/B^\alpha$. Pour $\Phi=0$, $B^*=17$ T, $\alpha=0.5$. Pour $\Phi=45^\circ$, $B^*=8$ T, $\alpha=0.8$.

Nous verrons dans le paragraphe sur la ligne d'irréversibilité que H^* , pris ici comme paramètre, correspond assez bien au champ d'irréversibilité extrapolé à 77 K. Le facteur $1/2$ est un coefficient caractéristique d'un piégeage surfacique [Campbell 1972]. En effet, lors d'un piégeage par des surfaces il faut tenir compte pour le calcul de la force de piégeage du nombre de vortex par unité de volume qui interagissent avec la surface c'est-à-dire $1/d_{TP} \cdot \sqrt{\Phi_0/B}$. La force de piégeage variera comme $B^{1/2}$. Le courant critique variera donc comme $B^{-1/2}$ ($J_c \cdot B = F_p$).

Pour $\Phi=45^\circ$, on trouve $B^* \sim 8$ T, $\alpha=0.8$. On obtient un coefficient intermédiaire qui traduit un piégeage dominé par le mélange entre les défauts de volume ($\alpha=1$) et des défauts comme les interfaces 211/123 ou les fautes d'empilements.

Les effets des plans des macles sur l'hystérésis des courbes $M(H)$ ont été vus sur beaucoup de nos échantillons (Figure IV-9). Nous avons présenté ici celui qui montrait la différence la plus nette.

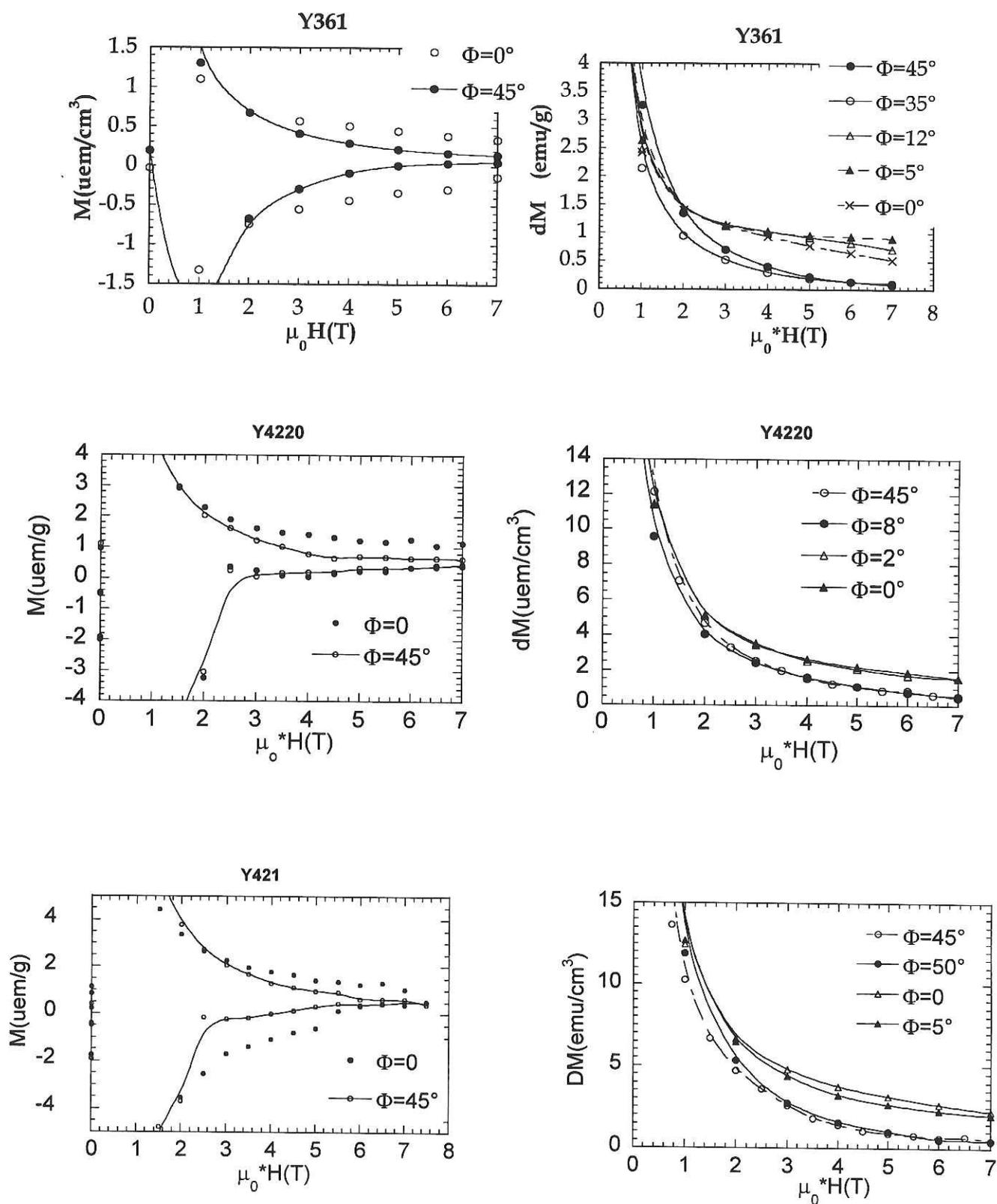


Figure IV-9 : $\frac{1}{2}$ cycles d'hystérésis $M(H)$ et courbes $\Delta M(H)$ pour divers angles Φ pour trois autres échantillons Y361, Y4220, Y421.

En conclusion, on peut dire que compte tenu de la différence de sensibilité, les mesures d'aimantations confirment remarquablement les phénomènes observés par les mesures de courant critique de transport. Par la suite, nous allons étudier l'effet des TB près de la température critique. Il va alors falloir tenir compte des effets thermiques qui vont renormaliser le potentiel de piégeage des TB créé par la dépression du paramètre d'ordre.

C. EFFET DES PLANS DE MACLES SUR LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE : REDUCTION DES FLUCTUATIONS THERMIQUES

1. METHODE DE MESURE DE LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE

Nous avons obtenu la ligne d'irréversibilité de nos échantillons par des mesures d'aimantation. Pour chaque champ H et pour chaque angle Φ , dans des conditions expérimentales identiques, nous avons déterminé T^* en utilisant la méthode ZFC/FC. T^* est donc la température au dessous de laquelle ΔM est non nulle (figure IV-10).

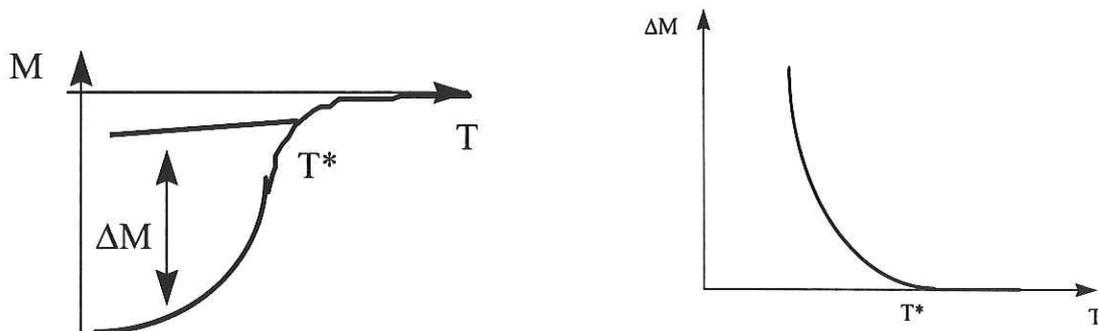


Figure IV-10 : Méthode utilisée pour la détermination de T^*

La courbe figure IV-11 indique que, dans cette gamme de température, T^* déterminé par cette méthode dépend très peu de la relaxation de l'aimantation. Pour la suite, le même temps de mesure entre deux points (10 mn) est utilisé pour chaque angle Φ . La configuration utilisée est la même que pour les mesures de courant critique et les échantillons sont identiques.

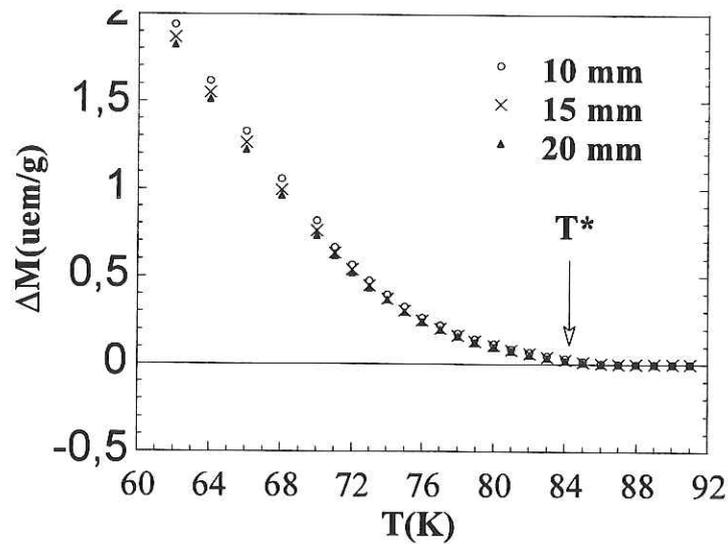


Figure IV-11 : Courbes $\Delta M(T)$ pour $B=3T$ dans les plans ab , obtenues en utilisant trois temps de mesures 10 mn, 15 mn, 20 mn. T^* est peu perturbée par la relaxation de M .

2. ANISOTROPIE DE LA LIGNE D'IRREVERSIBILITE DANS LES PLANS AB

Les courbes figure IV-12 a et b montrent l'évolution de T^* , déterminée à partir des courbes $\Delta M(T)$ pour différents angles et deux champs différents 1 et 7 T.

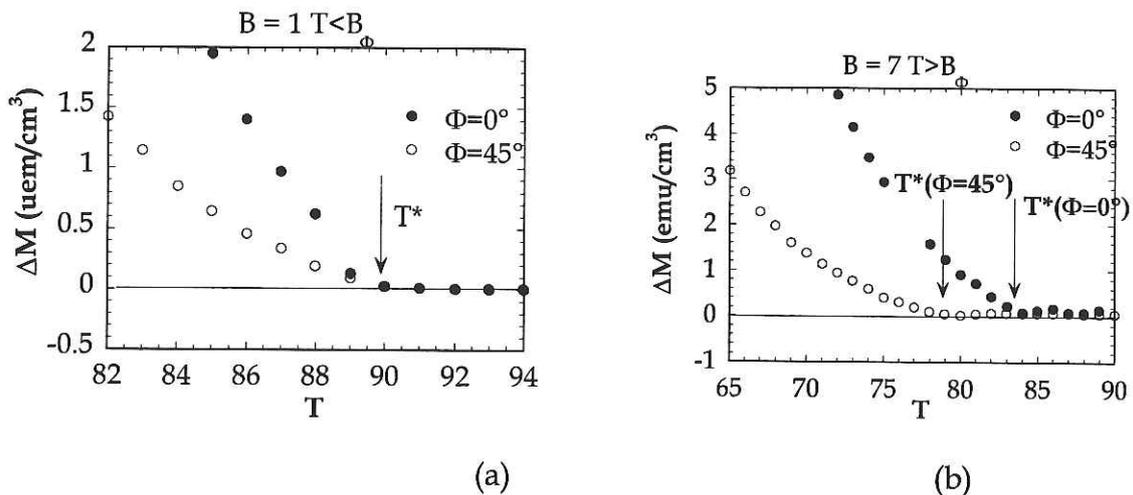


Figure IV-12 : Echantillon Y42: T^* déterminée pour $\Phi=0^\circ$ et $\Phi=45^\circ$:

(a) $B < B_\Phi$ T^* est la même quelque soit Φ .

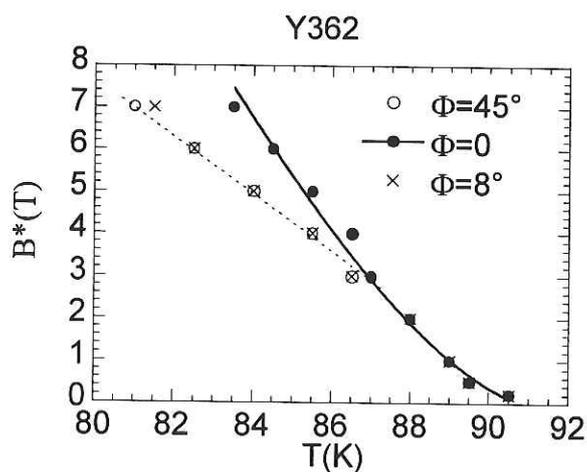
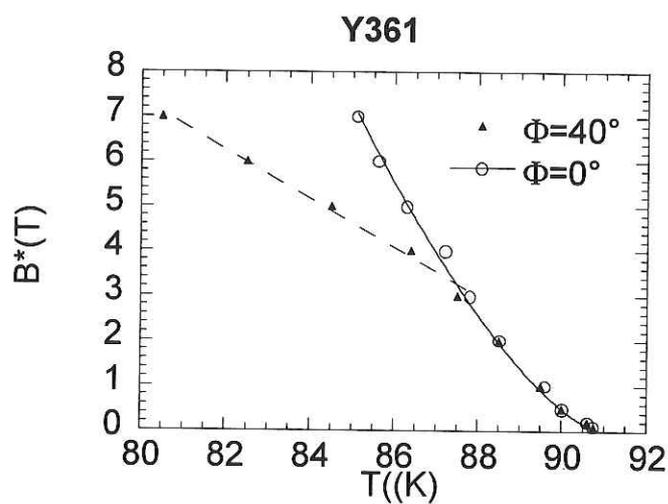
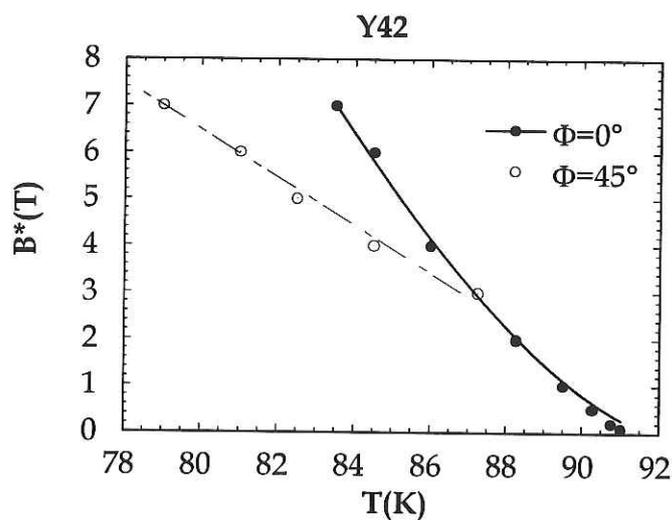
(b) $B > B_\Phi$ $T^*(H // TB) > T^*(H \text{ à } 45^\circ \text{ de TB})$.

Pour des températures au-dessus d'une température caractéristique $T_\phi \sim 87$ K et pour B en dessous de son champ d'irréversibilité correspondant $B_\phi \sim 3$ T, T^* est la même quel que soit Φ . La figure IV-13a en est une illustration pour $B=1$ T et $T^* \sim 90$ K.

Lorsque $T < T_\phi$ et $B > B_\phi$, la ligne d'irréversibilité est anisotrope (Figure IV-13b). T^* déterminée à partir des courbes $\Delta M(T)$ est nettement plus haute lorsque H est aligné dans la direction des plans de macles.

L'étude de IL en fonction de Φ démontre qu'elle suit approximativement la même dépendance angulaire par rapport au plans de macles que le courant critique suivant c.

Les figures IV-13a, IV-13b, IV-13c montrent les lignes d'irréversibilité, déterminées pour divers angles Φ , et pour trois échantillons différents : Y42, Y361, Y362, dans le plan ab. IL est augmentée lorsque Φ est compris entre 0 et un angle Φ_t autour de 8° . Pour les autres angles IL est plus basse et ne dépend pas de l'angle. Dans cette gamme angulaire la ligne d'irréversibilité présente un accident à T_ϕ et B_ϕ tandis qu'elle semble continue lorsque H est dirigé près des plans de macles. Elle suit dans les trois cas approximativement une loi en $(1-T/T_c)^n$ avec n proche de 3/2.



Figures IV -13 : Lignes d'irréversibilité dans le plan ab déterminées pour divers angles Φ et pour trois échantillons différents: (a) Y42, (b) Y361, (c) Y362.

La ligne en trait plein représente un ajustement avec l'équation $(1-T/T_c)^{3/2}$.

La ligne en pointillée est un guide pour les yeux.

On peut estimer l'anisotropie du champ d'irréversibilité créée par TB à 77 K. Pour $\Phi > \Phi_t$ nous avons prolongé la ligne par une droite tandis que lorsque $\Phi < \Phi_t$ le prolongement s'est effectué par l'ajustement avec la loi $(1-T/T_c)^{3/2}$. $B^*(B//TB) \sim 17.25$ T et $B^*(\Phi > \Phi_t) \sim 8.35$ T. Ces valeurs sont les valeurs maximales obtenues pour les échantillons où l'effet est le plus net (ex Y42, Y361). Elles sont tout à fait compatibles avec celles utilisées pour l'ajustement des courbes $M(H)$ au §.2.4. Il semble donc que l'effet des TB peut aller jusqu'à doubler le champ d'irréversibilité à 77 K (figure IV-14).

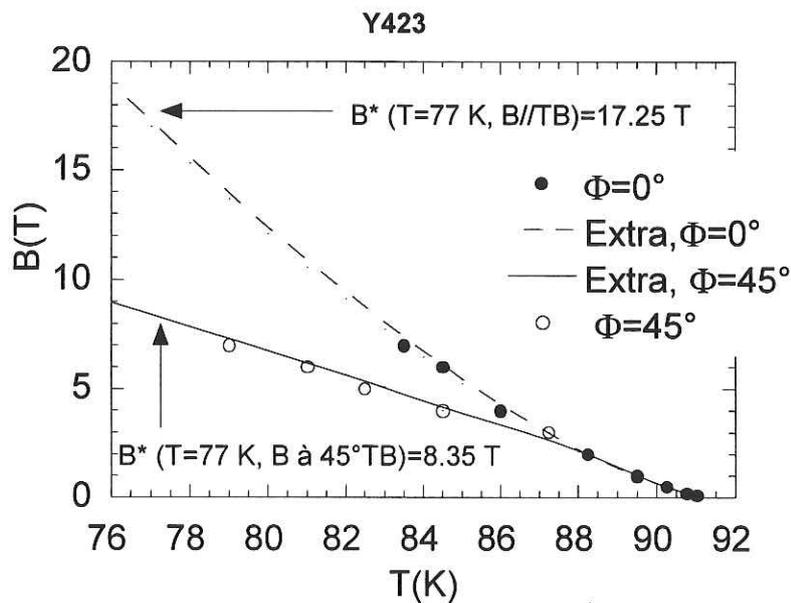


Figure IV-14 : Extrapolation de la ligne d'irréversibilité en fonction de Φ à 77 K pour l'échantillon Y423.

Lorsque $\Phi > \Phi_t$ nous avons prolongé la ligne par un fit linéaire $B^*(77\text{ K}) \sim 8.35$ T. Lorsque $\Phi < \Phi_t$ le prolongement s'est effectué par l'ajustement avec la loi $(1-T/T_c)^{3/2}$; $B^*(77\text{ K}) \sim 17.25$ T.

3. RAPPELS SUR L'EFFET DE LOCALISATION ET LE VERRE DE BOSE

L'augmentation de IL lorsque H est dirigé près des plans de macles rappelle, dans une certaine mesure, l'évolution de la ligne d'irréversibilité obtenue lorsque l'on irradie de manière contrôlée des monocristaux ou des films minces avec des défauts colonnaires [Civale 1991, Hardy 1993, Wöltgens 1993, Krüsin Elbaum 1994]. Nous allons utiliser cette analogie pour interpréter nos résultats.

a) Introduction

Il faut bien rappeler ici la nature des plans de macles : ce sont des défauts étendus (ils peuvent piéger une ligne de flux sur une longueur L plus grande que ξ) et corrélés car l'action sur L s'effectue de manière cohérente. Le comportement d'un échantillon maclé est déterminé à hautes températures par la compétition entre l'ancrage dû aux défauts ponctuels et à celui causé par les défauts corrélés. Les défauts ponctuels, comme les lacunes d'oxygène ou les impuretés, présents de manière aléatoire, cassent le réseau d'Abrikosov imposé par l'interaction inter-vortex et induisent un verre de vortex à basse température. Les défauts corrélés entraînent l'existence d'un piégeage qui résiste mieux aux fluctuations thermiques que celui engendré par les défauts ponctuels et l'apparition à basse température d'un verre particulier appelé "verre de Bose" (Bose glass). L'appellation "verre de Bose" provient d'une analogie effectuée avec la physique des électrons corrélés [Fisher 1989]. Le verre de Bose est représenté comme un état où des bosons 2D (les vortex) sont localisés par un désordre statique 2D (qui est l'image des défauts colonnaires). Dans ce qui va suivre, nous allons essayer d'expliquer simplement pourquoi les plans de macles diminuent l'efficacité du dépiégeage thermique en diminuant fortement l'effet des fluctuations transverses. Nous introduirons pour cela le concept dit de "localisation". Pour une revue théorique complète sur le sujet nous conseillons aux lecteurs de se reporter aux différents articles de Feigel'man et al [Feigel'man 1990] D.R. Nelson et al. [Nelson 1992, Nelson 1993, Nelson 1996], de T.Hwa et al. [Hwa 1993], de G.Blatter et al. [Blatter 1994], de Radzihovsky [Radzihovsky 1995] et pour une vision globale de l'aspect expérimental à l'article de revue de L.Civale [Civale 1997]. Les résultats présentés dans ce paragraphe sont extraits de ces articles.

b) Effet de la température sur le piégeage

Considérons un piège de profondeur U_0 et de portée b_0 (généralement voisin de ξ_{ab}).

L'effet de la température est double :

- elle réduit la profondeur du puits de potentiel $U_0 : U(T) < U_0$
- elle augmente la portée du potentiel $b_0 : b(T) > b_0$.

La force de piégeage f_p induite par le défaut est alors plus faible puisque l'expression

$$f_p \sim \frac{U_0}{b_0} \text{ doit être remplacée par } f_p \sim \frac{U(T)}{b(T)}.$$

Cette réduction du piégeage par la température dépend de la capacité du piège à minimiser la diffusion des vortex dans l'échantillon sous l'effet de la force de Lorentz.

c) Cas de défauts non-corrélés.

Dans un milieu avec des défauts non corrélés, un vortex, qui se déplace sous l'effet de la force de Lorentz, va parcourir dans l'échantillon une distance minimale L_D avant de se figer sous l'action du piégeage collectif. Cependant, l'effet de ce piégeage est rendu moins efficace lorsque l'on doit prendre en compte l'interaction avec les autres vortex. En effet, si le vortex (1) entre en collision avec un vortex (2) avant d'avoir parcouru L_D alors le vortex (1) recommence un parcours aléatoire dans l'échantillon (figure IV-15). La non corrélation du piégeage ne peut limiter le déplacement des vortex dans l'échantillon ("thermal wandering" en anglais) et donc la dissipation. La densité de courant critique à la température T va se trouver fortement renormalisée par rapport à sa valeur à $T=0$, $J_c(0)$, à cause de ces méandres. Feigel'man et Vinokur ont déterminé la dépendance de J_c avec la température :

$$J_c(T) \sim J_c(0) \exp\left[-(T/T^+)^3\right] \quad (C.1)$$

T^+ est une température caractéristique liée au potentiel de piégeage créé par les défauts non corrélés. La neutralisation du piégeage par la température est causée par l'incapacité de ces défauts à minimiser la diffusion des vortex dans l'échantillon.

d) Cas des défauts plans corrélés, localisation

(i) Localisation d'une ligne de flux par un plan de macles

Considérons maintenant le cas d'une famille de plans de macles d'épaisseur e_{TP} et distants de d_{TP} . Nous choisirons pour la suite $d_{TP} \sim 1000 \text{ \AA}$. Comme nous ignorons l'épaisseur des plans de macles dans nos échantillons nous prendrons pour e_{TP} une valeur intermédiaire entre 10 et 50 \AA soit 30 \AA .

A cause de la dépression du paramètre d'ordre le plan de macles constitue un puits de potentiel pour l'attraction des vortex. On peut le modéliser par un puits de potentiel de profondeur $U_{TP}(0)$ et de portée transverse b_0 proche de $\sqrt{2} \xi_{ab}(T)$ (voit chapitre III).

L'effet de la température va entraîner la renormalisation de U_{TP} et de $\sqrt{2} \xi_{ab}(T)$:

- $U_{TP}(0)$ va être remplacé par une énergie plus faible $U_{TP}(T)$
- la portée transverse du potentiel sera remplacée par la longueur de localisation transverse $L_{\perp}(T)$

Mais, à la grande différence du cas précédent, l'action étendue et corrélée des défauts qui constituent un plan de macles sur une ligne de flux de longueur L va limiter la diffusion. En effet, chaque plan de macle va réduire la dimensionnalité des fluctuations thermiques en confinant les déplacements transversaux $\langle u^2 \rangle_{\perp}^{1/2}$ de la ligne de flux sur la longueur $L_{\perp}(T)$ (figure IV-15 b). Ce phénomène appelé "localisation transverse d'un vortex par un plan de macles" ou localisation individuelle, va minimiser le nombre de collisions thermiques d'un vortex avec un vortex voisin et ainsi réduire le nombre de méandres qu'ils vont effectuer dans l'échantillon avant de se figer. Donc, on peut dire que l'efficacité du dépiégeage thermique est réduite par rapport au cas des défauts répartis aléatoirement à cause de la forte suppression des fluctuations transverses de la ligne de flux.

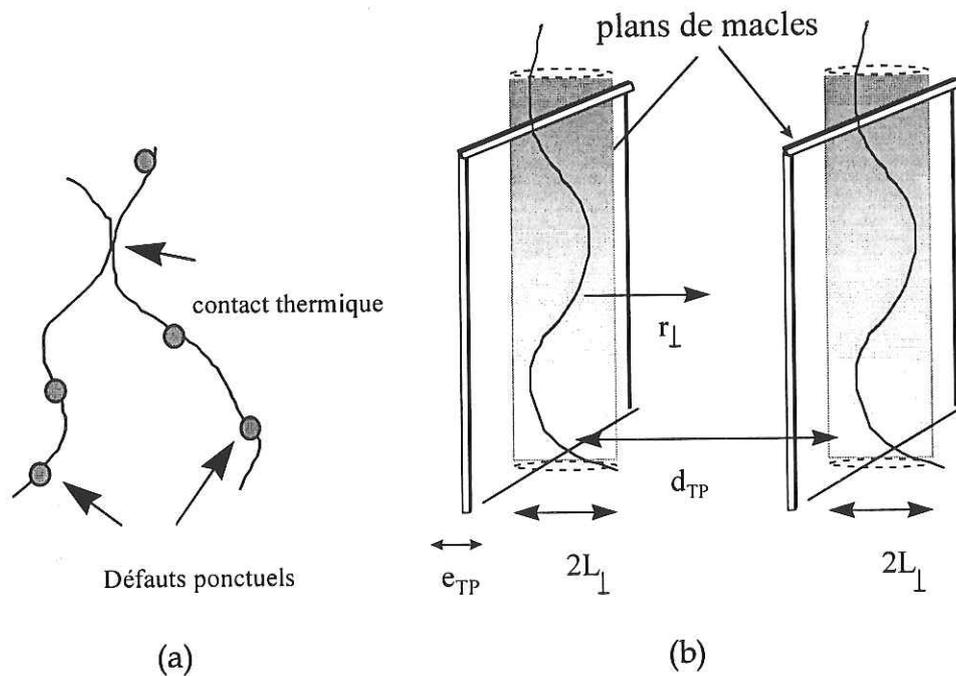


Figure IV-15 : Effet de localisation individuelle des lignes de flux par les plans de macles.

- (a) Les vortex piégés par des défauts ponctuels et aléatoires peuvent entrer en contact thermique et prolonger leurs méandres.
- (b) L'action corrélée des plans de macles sur une grande longueur limite la diffusion latérale des vortex sur une distance L_{\perp} .

(ii) Conséquences de la localisation sur $U_{TP}(T)$ et $|c(T)$

Pour tenir compte de la perte d'entropie due aux confinements du vortex près du plan de macle le potentiel de piégeage U_{TP} sera renormalisé selon l'expression :

$$U_{TP}(T) = U_{TP}(0)f(T / T_{loc}) \quad (C.2)$$

T_{loc} est la température dit de "localisation" que nous calculerons dans le paragraphe suivant.

En définissant la variable $x=T/T_{loc}$: $f(x)$ a pour expression :

$$f(x) \sim 1-x^2, \quad x \ll 1 \quad (C.3.a)$$

$$f(x) \sim \exp(-x) \text{ pour } x \gg 1 \quad (C.3.b)$$

On voit donc que le potentiel de piégeage sera surtout très diminué dans un intervalle de température près de T_{loc} .

Pour une force de Lorentz agissant perpendiculairement au plan de macles la densité de courant critique renormalisée s'écrira :

$$J_c(T) \approx \frac{1}{2} J_c(T^{TB}) \left(\frac{T^{TB}}{T} \right)^n \quad (C.4)$$

où T^{TB} est une température caractéristique et n un coefficient théoriquement égal à 7.

En comparant les expressions C.1 et C.4 on remarque tout de suite que la réduction de la dimensionnalité des fluctuations thermiques entraîne une décroissance de J_c avec T moins rapide dans le cas d'un piégeage par les plans de macles. La décroissance est en loi de puissance et non exponentielle.

e) Intervalle de température où intervient la localisation : depinning et localisation

Le confinement du vortex par un plan de macles intervient dans un intervalle de température limité par une température dite de dépiégeage T_{DP} (limite inférieure) et par la température de localisation T_{loc} (limite supérieure).

T_{DP} est la température au-dessus de laquelle la renormalisation du potentiel par la température doit être prise en compte. On peut estimer la température T_{DP} de la manière suivante : elle correspond à la température pour laquelle la portée du potentiel à basse température $\sqrt{2} \xi_{ab}(0) (1 - T_{DP}/T_c)^{-1/2}$ est égale à e_{TP} , c'est-à-dire telle que :

$$\frac{T_{DP}}{T_c} = 1 - \frac{2\xi_{ab}^2(0)}{e_{TP}^2} \quad (C.5)$$

Avec $e_{TP} \sim 30 \text{ \AA}$, $\xi_{ab}(0) \sim 12 \text{ \AA}$, $T_c \sim 92 \text{ K}$ nous trouvons :

$$\boxed{T_{DP} \sim 62 \text{ K.}}$$

La température T_{loc} marque la limite supérieure du régime pour lequel le vortex est confiné seulement par un plan de macles. Elle correspond à la situation où l'amplitude

de la fluctuation transverse de la ligne de flux est égale à la distance inter plans de macles, soit :

$$L_{\perp}(T_{loc})=d_{TP} \quad (C.6)$$

Au-dessus de T_{loc} , le confinement du vortex n'est plus effectué par un plan de macles mais par plusieurs plans de macles de la même famille. En effet, comme l'amplitude des déplacements transverses des vortex est plus grande que d_{TP} , la ligne de flux effectue des excursions vers les autres plans de macles parallèles en effectuant des coudes ("kink" en anglais). L'énergie de ces boucles est proportionnelle à la différence entre les énergies de piégeage des défauts plans où la ligne a choisi de s'accrocher (là où l'énergie de piégeage est la plus forte). Si l'on suppose que les plans de macles piègent à peu près de manière équivalente, le piégeage des lignes de flux se produira lorsque localement la densité de plans de macles sera plus élevée. La localisation sera collective, effectuée par un paquet de plans de macles de même direction. La longueur de localisation L_{\perp} englobera alors plusieurs défauts (figure IV-16).

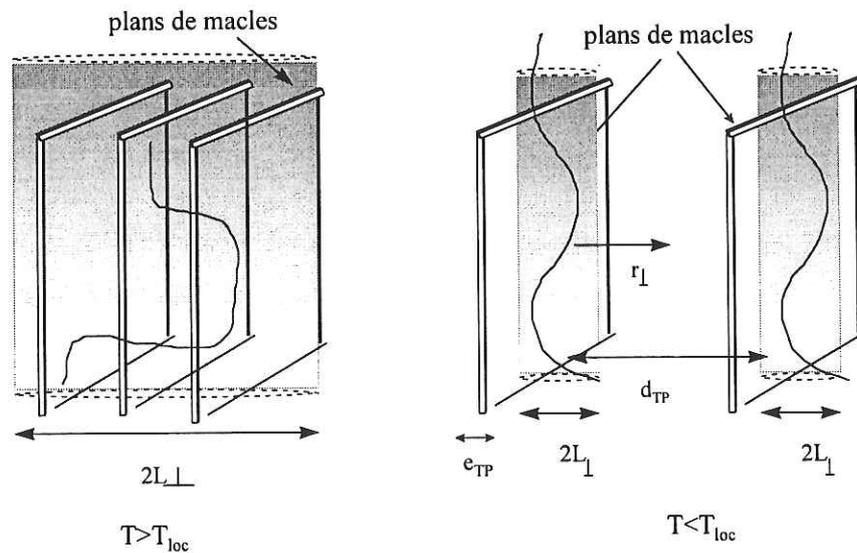


Figure IV-16 : Localisation collective et individuelle de la ligne de flux sur plusieurs plans de macles de la même famille lorsque $T > T_{loc}$ et $T < T_{loc}$.

Sous l'effet de la force de Lorentz, la fluctuation transverse de la ligne de flux s'étend sur plusieurs plans de macles, L_{\perp} englobe plusieurs défauts.

L'estimation de T_{loc} est réalisée à partir de la définition $L_{\perp}(T_{loc})=d_{TP}$ et en utilisant :

$$\frac{T_{loc}}{T_c} \approx \frac{\left(e_{TP} / 4\xi_{ab}(0) \right) \sqrt{\frac{\ln(\kappa)}{G_i}} \cdot \alpha}{1 + \left(e_{TP} / 4\xi_{ab}(0) \right) \sqrt{\frac{\ln(\kappa)}{G_i}} \cdot \alpha} \quad (C.7)$$

avec α une grandeur qui dépend explicitement de d_{TP} par la relation :

$$\alpha = \ln^{1/2} \left(\frac{d_{TP}}{4\sqrt{2}\xi_{ab}(0)} \right) \quad (C.8)$$

Nous prendrons comme valeurs dans YBCO : $\kappa \sim 100$, $G_i \sim 0.01$, $\xi_{ab}(0) \sim 12 \text{ \AA}$. Pour d_{TP} autour de 1000 \AA T_{AI} est estimée à :

$$\boxed{T_{loc} = 0.95 T_c \sim 86.9 \text{ K}}$$

Remarquons que cette valeur coïncide à peu près avec la température expérimentale T_{ϕ} pour laquelle, dans nos échantillons, la ligne d'irréversibilité devient anisotrope.

f) Verre de Bose, délocalisation des lignes de flux, passage à un liquide de vortex.

(i) Cas où B est aligné parallèlement aux TB

Lorsque B est aligné dans la direction des plans de macles, les déplacements transverses des lignes de flux sont confinées par un plan (si $T < T_{loc}$) ou par un paquet de plans de macles (si $T > T_{loc}$) sur une distance L_{\perp} . Les lignes de flux sont piégées et pour un champ correspondant, elles gèlent à partir d'une température de Bose Glass $T_{BG}(B)$ pour former un verre dit de "Bose" caractérisé par :

- une résistivité continue strictement nulle
- un module de déformation C_{44} infini, ce qui permet à la phase d'exister sur une plage angulaire finie ($\Phi < \Phi_t$) proche de la direction des plans de macles.

Lorsque à champ donné on augmente la température $T > T_{BG}$, L_{\perp} augmente et diverge à T_{BG} selon un exposant caractéristique ν proche de 1.

$$L_{\perp} \sim \frac{1}{|T - T_{BG}|^{\nu}}$$

Cette divergence signifie physiquement qu'à $T=T_{BG}$, les tubes de tailles L_{\perp} voisins commencent à s'interpénétrer. Les lignes de flux sont alors complètement délocalisées dans tout l'échantillon. Elles sautent librement d'un plan de macles à un autre et entraînent de la dissipation. La phase obtenue au dessus de la ligne $T_{BG}(B)$ est un liquide de vortex enchevêtré, caractérisé par une résistivité et un module de déformation C_{44} fini (figure IV-17) :

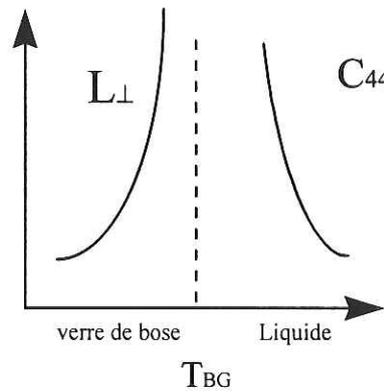


Figure IV-17 : Divergence de L_{\perp} et de C_{44} à la température T_{BG} . (d'après [Nelson 1993])

Pour un champ donné B , T_{BG} est plus élevée que T_M . La position de T_{BG} est donnée par l'équation très générale [Blatter 1997] où g représente le taux de désordre dans l'échantillon.

$$T_{BG}(B) = gT_M + [1 - g]T_{c2}(B) \quad (C.9)$$

(ii) Cas où $\Phi > \Phi_t$

Dès que $\Phi > \Phi_t$ l'effet de localisation n'existe plus. Le piégeage est dominé par le désordre ponctuel non corrélé et par le "wandering thermique". Selon le taux de désordre, on a en dessous de la ligne $T_M(B)$ ou $T_{VG}(B)$ un réseau de vortex ou un verre de vortex.

Dans le cas de nos échantillons il est probable que l'état solide des vortex soit un état de verre. Dès que $\Phi > \Phi_t$ et que le piégeage ne sera plus dominé par les plans de macles, on observera expérimentalement pour un champ B donné une chute de la température de gel (voir la modélisation figure IV-18).

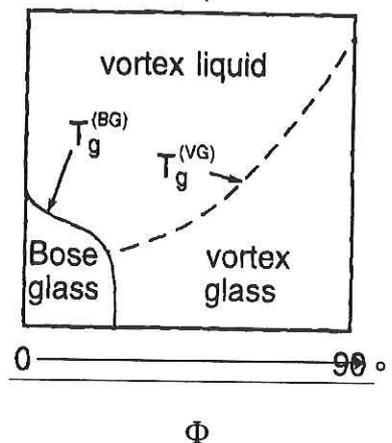


Figure IV-18 : Lignes de transition $T_{BG}(B)$ et $T_{VG}(B)$ en fonction de l'angle Φ entre B et le défaut étendu [Hwa 1993].

Ici le diagramme de phase a été modélisé pour des défauts étendus dirigés suivant l'axe c . La température T_{VG} réaugmente donc lorsque l'on s'approche du plan ab .

g) Localisation en champ élevé, effet de "cage".

En fait cet effet de localisation (individuel ou collectif) est assez bien compris à faibles champs lorsque le nombre de vortex est inférieur au nombre de défauts corrélés, c'est à dire pour un champ inférieur au champ de "matching" $B_{cr} = \phi_0 / d_{TP}^2$. Lorsque $B > B_{cr}$ la part prépondérante de la répulsion entre vortex rend la situation beaucoup moins claire. Radzihovsky a étudié ce régime plus en détail [Radzihovsky 1995]. Lorsque $B > B_{cr}$ et que le champ est aligné dans la direction des défauts corrélés, des vortex occupent les sites interstitiels entre les lignes de flux fortement piégées par les plans de

macles. Cependant il semble que la phase "verre de Bose" existe toujours, même à forts champs. Les vortex interstitiels vont être bloqués par les vortex piégés dans les plans de macles à l'aide des interactions répulsives inter-vortex. Ces interactions sont décrites par un potentiel harmonique qui confine chaque ligne de flux dans une cage définie par les vortex voisins. Ce verre de Bose à forts champs est cependant plus sensible à la délocalisation que la phase obtenue pour $B < B_{cr}$. Lorsque la température augmente, les vortex interstitiels se délocalisent les premiers tandis que la fraction de vortex B_{cr}/B reste piégée dans les plans de macles. Pour les distinguer Radzihovsky a appelé la phase obtenue pour $B < B_{cr}$ "SBG" (Strong Pinned Bose Glass) et "WBG" (weakly pinned Bose Glass) la phase obtenue pour $B > B_{cr}$.

h) Conclusions

Dans ce paragraphe nous avons souligné que pour des températures au-dessus de 70 K le piégeage résiste mieux aux phénomènes thermiques dans le cas des défauts étendus corrélés que pour les défauts ponctuels. La principale raison est leur capacité à confiner les vortex près des pièges en réduisant transversalement les déplacements des vortex. Jusqu'à une température T_{loc} estimée autour de 87 K, la localisation s'effectue par un plan de macles. Pour $T > T_{loc}$ la localisation est collective et le piégeage des lignes de flux est beaucoup moins directif car réalisé par des paquets de plans de macles.

Pour $T < T_{loc}$ la localisation individuelle introduit un piégeage directionnel : l'effet dû aux défauts corrélés sur le piégeage n'intervient que lorsque l'angle Φ entre B et les plans de macles est inférieur à un angle Φ_t . Les vortex à l'état solide sont dans un état de verre de Bose défini par la ligne $T_{BG}(B)$. Pour $\Phi > \Phi_t$ l'ancrage des vortex est dominé par les défauts non corrélés. Le verre obtenu est un verre de vortex représenté dans le diagramme de phase par la ligne $T_{VG}(B)$. Ces deux lignes $T_{VG}(B)$ et $T_{BG}(B)$ se situent au-dessus de la température de fusion $T_M(B)$ pour un matériau pur. Leur position par rapport à $T_M(B)$ dépend de l'efficacité du désordre.

Les deux conséquences physiques majeures de la réduction des fluctuations thermiques par les plans de macles sont :

- une densité de courant critique qui diminue moins vite avec la température lorsque $\Phi < \Phi_t$ et que l'on se situe dans un domaine où le piégeage est hétérogène.

- dans le diagramme de phase pour $T < T_{loc}$ une ligne $T_{BG}(B)$ (pour $\Phi < \Phi_t$) qui se situe plus haut que la ligne $T_{VG}(B)$ (obtenue pour $\Phi > \Phi_t$).

4. INTERPRETATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous allons maintenant essayer d'interpréter nos résultats expérimentaux à la lumière des rappels présentés dans le paragraphe précédent.

a) Evolution de ΔM avec la température

Nous avons mesuré pour $\Phi=0$ et pour $\Phi=45^\circ$ l'évolution de ΔM (et donc de J_c à l'aide du modèle de Bean) avec la température pour T comprise entre 85 et 40 K. Les valeurs de ΔM sont extraites des cycles $M(B)$ effectués à la température T . Les figures IV-20 a, b, c, montrent l'évolution de $\Delta M(T)$ pour $B=1, 4, 7 T$.

En regardant les figures IV-19 nous constatons que l'aimantation décroît moins rapidement avec la température lorsque B est aligné dans la direction des plans de macles, ce qui est compatible avec une réduction de l'effet de dépiégeage thermique.

Cet effet est visible aussi pour des températures proches de 50 K, donc au-dessus de la température théorique de depinning calculée page 133 : $T_{DP} \sim 62$ K. Il est probable que cette différence vienne de la combinaison de deux facteurs :

- d'une mauvaise estimation de l'épaisseur des plans de macles dans la formule C.5
- de l'existence d'un autre effet qui concourt à l'ancrage des vortex vers ces températures, le piégeage par effet de cœur par exemple.

On peut remarquer que les différences observées vers 50 K sont très nettes à forts champs, là où le pas du réseau de vortex est plus petit que la distance entre plans de macles. Ceci peut s'expliquer par des effets de surfaces intrinsèques (décrits au chapitre III) ou par l'interaction inter-vortex.

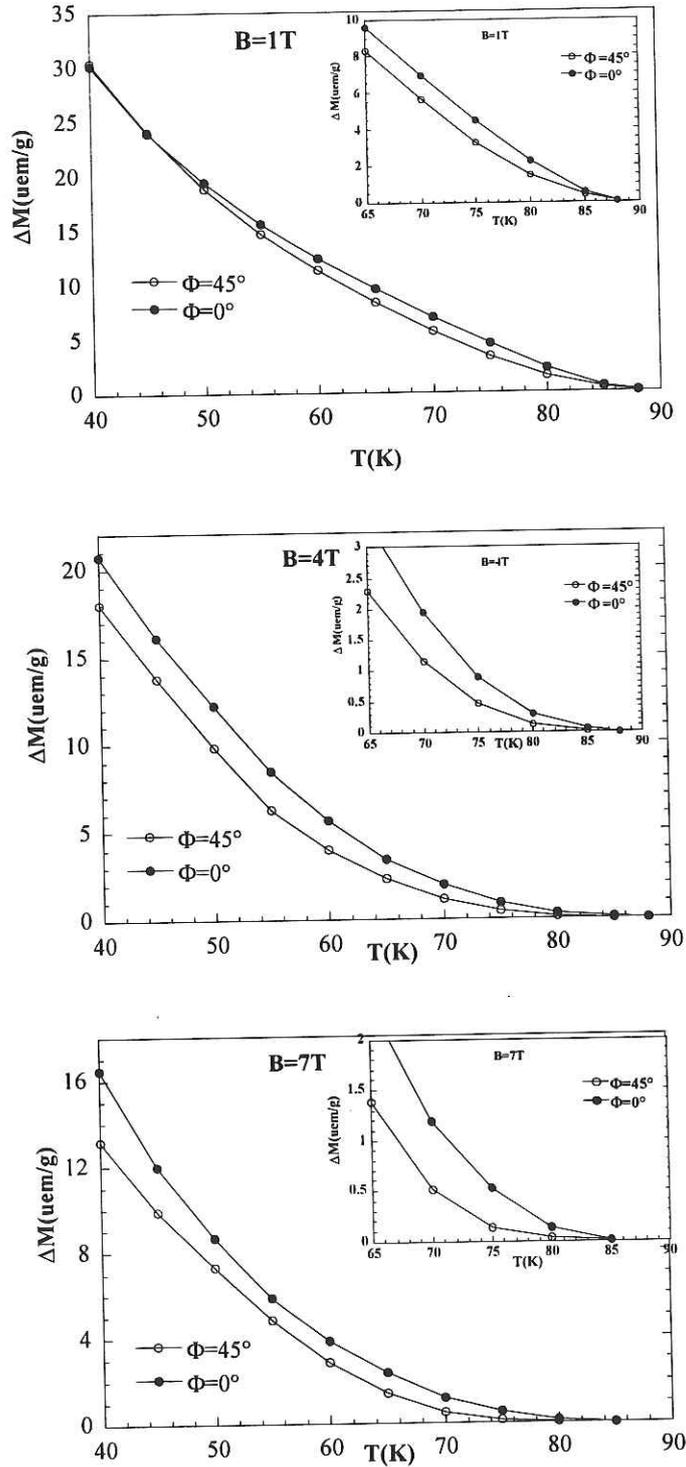


Figure IV-19 : Evolution du courant critique avec la température pour B aligné et à 45° des plans de macles : (a) $B=1\text{T}$; (b) $B=4\text{T}$; (c) $B=7\text{T}$ En insertion, zoom près de T_c .

Pour $\Phi=45^\circ$ nous avons ajusté les courbes $J_c(T)$ pour $B > B_\phi = 3\text{T}$ ($B = 4\text{T}, 5\text{T}, 6\text{T}, 7\text{T}$) avec la loi exponentielle décrite équation C.1 utilisée pour la grandeur ΔM :

$$\Delta M(T) \sim \Delta M(0) \exp\left[-(T/T^+)^3\right] \quad (\text{C.10})$$

Comme on peut le voir sur la figure IV-20 les courbes s'ajustent globalement avec une température $T^+ = 47$ K. L'accord avec le modèle théorique (équation C.1) est cependant loin d'être parfait.

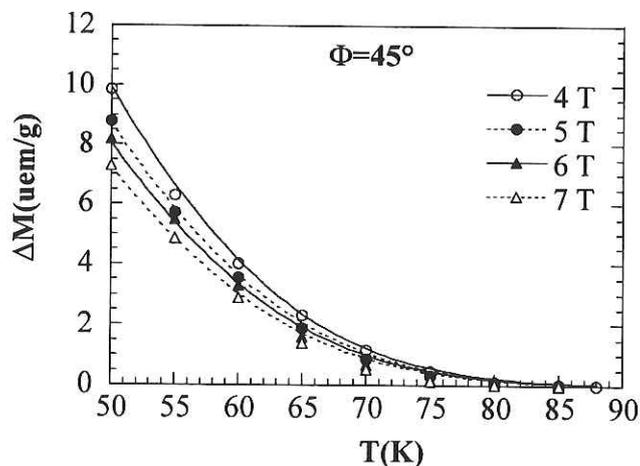


Figure IV-20 : Evolution de $\Delta M(T)$ lorsque B est à 45° des plans de macles pour B=4, 5, 6, 7T. L'ajustement est effectué avec la loi C.10

Lorsque B est aligné dans la direction des plans de macles la décroissance de $\Delta M(T)$ n'est plus exponentielle. Elle doit suivre une loi de puissance selon l'équation:

$$\Delta M(T) \approx \frac{1}{2} \Delta M(T^{TB}) \left(\frac{T^{TB}}{T} \right)^n \quad (C.11)$$

En portant ΔM en fonction de T en échelle Log-Log on peut remarquer que l'ajustement est impossible sur toute la gamme de température 40-90 K (figure IV-21). Par contre, on peut voir nettement la rupture de pente qui se produit pour une température T^{TB} entre 60 et 70 K Ceci laisse à penser qu'en dessous de cette température, une origine de piégeage des vortex autre que la réduction des phénomènes thermiques devient prépondérante. La partie 60-90 K peut globalement être ajustée par l'équation C.11 avec $T^{TB} \sim 62$ K et $n \sim 10.5$ alors que la théorie prévoit plutôt $n=7$.

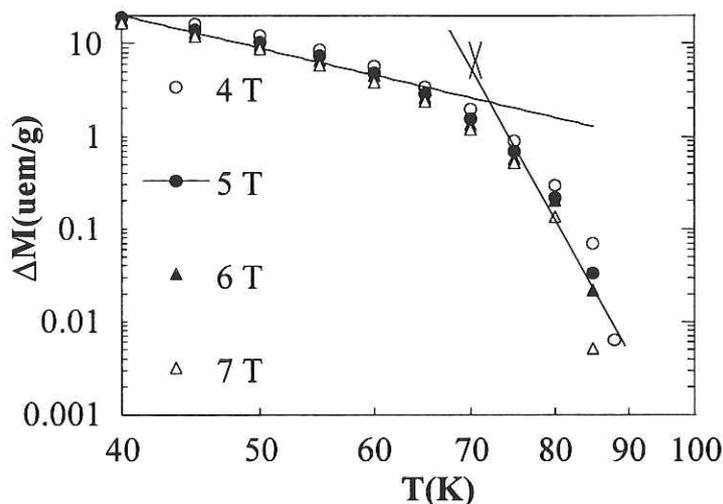


Figure IV-21: $\Delta M(T)$ en échelle logarithmique pour $B=4, 5, 6, 7$ T.

On remarque un changement de pente dans les courbes qui apparaît autour de 70 K.

Entre 70-90 K l'ajustement correspond approximativement à l'équation C.11

avec $T^{TB} \sim 62K$ et $n \sim 10.5$.

b) Effet des plans de macles sur le diagramme de phase

La confrontation des courbes $\Delta M(T)$ dans les deux directions $\Phi=0$ et $\Phi=45^\circ$ suggère que dans une large gamme de température en dessous de T_c , le piégeage des vortex est causé par la réduction des effets thermiques. Suivant cette ligne directrice nous allons proposer une interprétation pour expliquer l'effet des plans de macles sur les lignes d'irréversibilité mesurées dans nos échantillons. L'hypothèse que nous prendrons est que dans les matériaux texturés comme les nôtres, les lignes d'irréversibilité mesurées correspondent aux lignes de transformations de phases B (T_{BG}) et B (T_{VG}) selon la valeur de l'angle Φ [MP.Fisher 1989, D.S Fisher 1991, Civale 1991, Safar 1996].

(i) Cas où $0 < \Phi \leq \Phi_t$

La figure IV-22 propose un diagramme de phase expérimental qui pourrait expliquer l'effet des plans de macles observé sur la ligne d'irréversibilité .

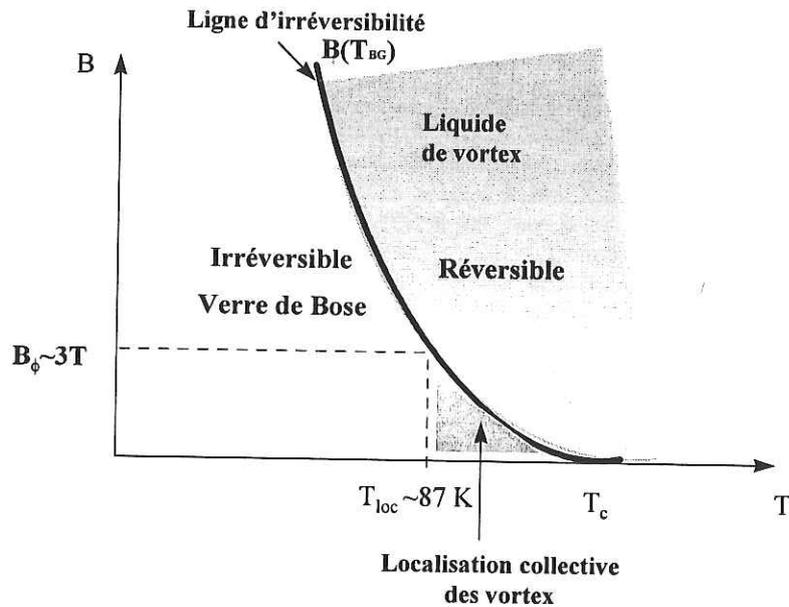


Figure IV-22 : Diagramme de phases expérimental pour $\Phi < \Phi_f \sim 8^\circ$.
Le piégeage est dominé par les plans de macles.

Décrivons les différentes phases du diagramme proposé. Dans cette direction, le piégeage est dominé par les plans de macles dans toute les gammes de températures et de champs étudiés comme l'indique la continuité de la ligne d'irréversibilité .

Pour $T > T_{loc} \sim 87$ K et $B < B_\phi \sim 3T$, les fluctuations thermiques sont très importantes et la longueur de localisation est supérieure à d_{TP} . Les vortex se localisent transversalement sur un ensemble de plans de macles mais sont délocalisés perpendiculairement. La ligne d'irréversibilité séparerait donc des lignes de flux piégées faiblement et un liquide de vortex enchevêtré. Le piégeage est dans une certaine mesure encore homogène.

Pour $T < T_{loc}$ les plans de macles commencent à piéger de manière individuelle en localisant fortement les vortex, localisation assistée à forts champs par l'interaction inter vortex. Le verre est un verre de Bose fortement piégé (SBG) pour $B < B_{cr}$ ou faiblement piégé pour $B > B_{cr}$ (WBG). Le problème est de déterminer la valeur de B_{cr} . Le champ de matching est défini théoriquement par $B_{cr} = \Gamma \phi_0 / d_{TP}^2$ en tenant compte de l'anisotropie dans les plans ab, il doit se situer entre 0.5 et 1T pour une distance $d_{TP} \sim 1000$ Å. Or, le champ d'irréversibilité B_ϕ correspondant à $T = 87$ K est autour de 3 T, bien au dessus de B_{cr} , ceci pose des problèmes pour situer la limite entre les deux types de verres de Bose. Rappelons cependant que la description théorique utilisée

comme référence considère le cas de défauts colonnaires alignés suivant l'axe c. Ici, nous sommes dans le cas de défauts plans avec des lignes de flux s'étendant dans les plans ab et s'empilant dans les plans de macles le long de l'axe c. Le calcul du champ de matching est effectué à partir du réseau hexagonal imposé par la répulsion inter vortex classique dans le volume supraconducteur. Il est possible que cet effet de répulsion soit différent pour deux vortex à l'intérieur d'un même plan de macles. Ceci peut modifier la correspondance entre le pas du réseau de vortex et le champ de matching

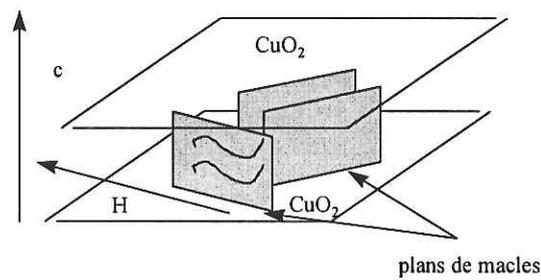


Figure IV-23 : Lignes de flux qui s'empilent dans la direction c dans un même plan de macles.

Le champ de matching pourrait alors être plus élevé que le calcul classique effectué dans le cas des défauts colonnaires.

(ii) Cas où $\Phi > \Phi_t$

La figure IV-24 présente un diagramme de phases possible pour $\Phi > \Phi_t$

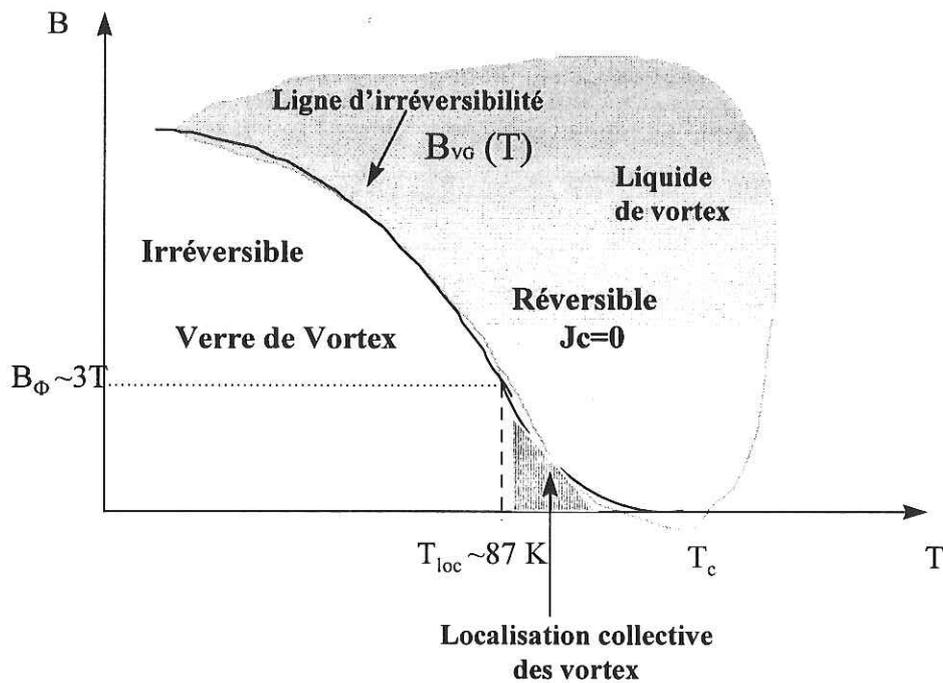


Figure IV-24 : Diagramme de phase pour $\Phi > \Phi_t$.

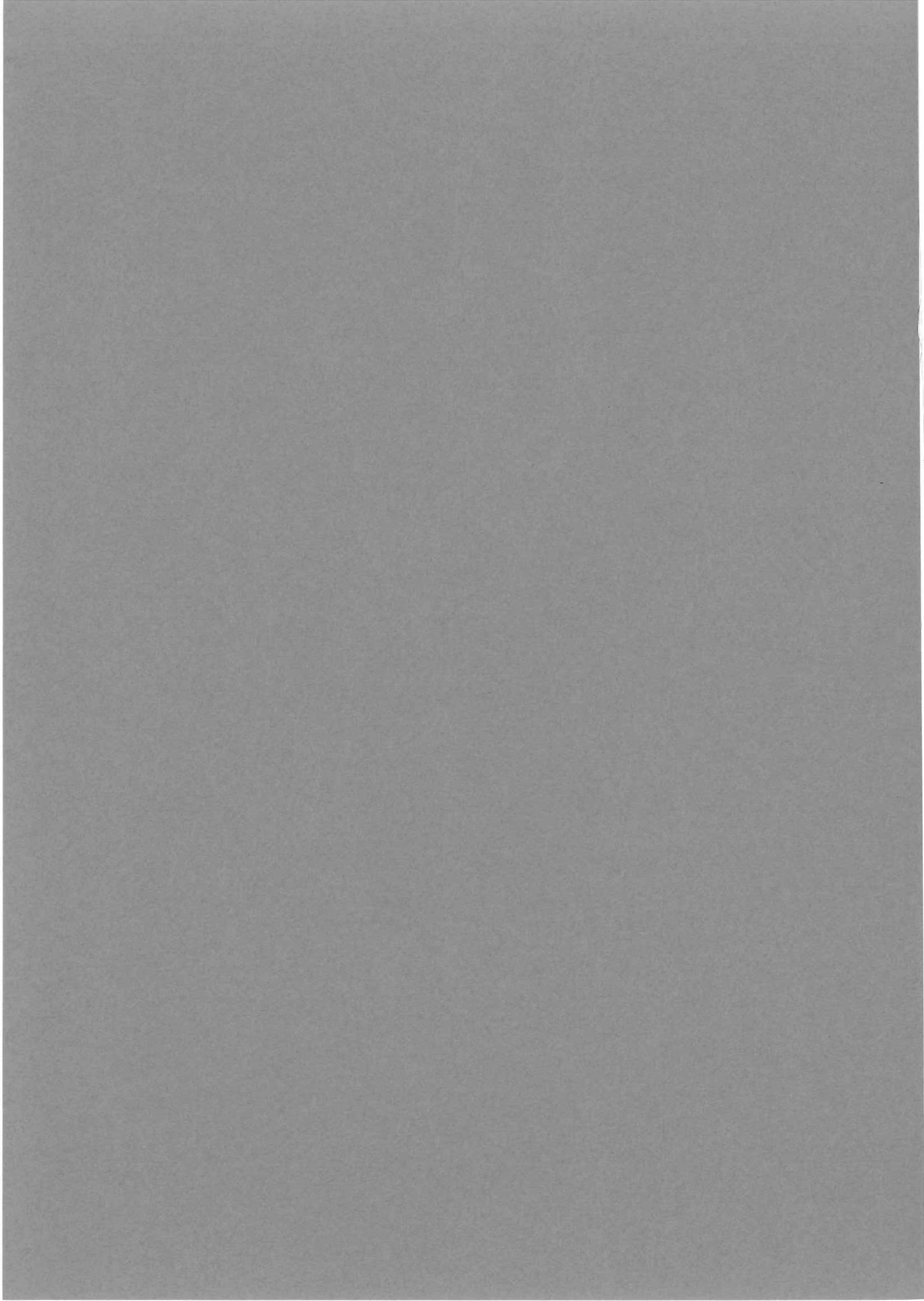
Pour $T > T_{loc}$ et $B < B_\Phi$, le piégeage est dominé par les paquets de plans de macles et la ligne d'irréversibilité est isotrope. En effet les fluctuations thermiques sont tellement importantes que les défauts ponctuels ne peuvent piéger les vortex et ceux ci vont se piéger dans ces défauts étendus.

Lorsque $T < T_{loc}$, les vortex ne sont plus piégés par les plans de macles car l'angle Φ est trop élevé pour générer une localisation individuelle. Les vortex sont donc piégés par les défauts ponctuels et la rupture de pente de la ligne d'irréversibilité peut marquer l'apparition d'un autre type de verre. $B(T_{VG})$ pourrait séparer alors une phase de verre de vortex irréversible d'un liquide de vortex réversible. Le piégeage par les défauts ponctuels étant moins résistant aux fluctuations thermiques, à cause de l'absence de localisation, cette ligne d'irréversibilité $B(T_{VG})$ décroche vers le bas dès que les vortex ne sont plus piégés par les plans de macles mais reste isotrope dans le régime angulaire $\Phi > \Phi_t$.

c) Conclusions du chapitre

En conclusion rappelons brièvement les phénomènes observés dans ce chapitre :

- L'étude des cycles d'hystéresis $M(B)$ confirme la dépendance angulaire du courant critique à 77 K vis à vis des plans de macles.
- Lorsque $T < T_{loc} = 87$ K et quand B est proche d'une direction des plans de macles ($\Phi < \Phi_t$), J_c décroît moins vite avec la température et la ligne d'irréversibilité $B(T^*)$ est augmentée. Ces effets augmentent avec l'intensité du champ magnétique.
- Ceci suggère qu'au-dessus d'une température de depinning T_{DP} , le piégeage des vortex par les plans de macles pourraient être causé par une réduction dimensionnelle des fluctuations thermiques. La température T_{loc} indiquerait l'apparition d'un piégeage hétérogène induit par les plans de macles en tant que piège individuel.
- A l'image de ce qui est observé dans le cas des défauts colonnaires nous proposons que, lorsque le piégeage est dominé par les plans de macles, une phase verre de Bose apparaît.



Résumé

Dans ce chapitre nous effectuons un rapide rappel sur les caractéristiques de la résistivité dans l'état normal d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ en insistant sur les similitudes observées pour les résultats obtenus dans les monocristaux et nos échantillons, spécialement, lorsque I est dirigé suivant l'axe c . Puis nous évoquons le problème de l'élargissement de la transition sous champ magnétique et les diverses origines possibles de la dissipation. Les transitions résistives de nos échantillons mesurées dans diverses configurations montrent que l'élargissement de la transition sous champ dépend essentiellement de l'orientation de B avec les axes cristallographiques.

L'étude sur les plans de macles débute par un rappel des phénomènes mis en évidence par des mesures de résistivité dans des monocristaux. Puis nous décrivons les effets observés sur nos échantillons en utilisant la configuration de mesures utilisée dans les autres chapitres ($I //$ l'axe c et H dans les plans ab). Les résultats obtenus montrent nettement une influence des plans de macles sur le liquide de vortex jusqu'à un champ de 20 T qui se traduit par une réduction importante de la dissipation. Cet effet des TB sur la dissipation est associé à la localisation des vortex dans l'état liquide causant une diminution de l'enchevêtrement des lignes de flux. Une réduction du champ critique B_c déterminé à $R=0$ a été aussi observée lorsque H est aligné dans la direction des plans de macles et pour $T < 87$ K. Les courbes $B_c(T)$ semblent refléter les lignes d'irréversibilité mesurées au chapitre précédent. Les différences observées pour les courbes $B_c(T)$ pourraient aussi suggérer l'apparition d'une supraconductivité hétérogène à l'échelle macroscopique induite par les TB.

Plan du chapitre

A Résistivité le long de l'axe c dans l'état normal

1. Caractéristiques de la résistivité le long de l'axe c
- 2 Résistivité transverse de nos échantillons

B Etude de la transition supraconductrice sous champ

1. Elargissement de la transition supraconductrice
2. Transition supraconductrice dans nos échantillons

C Effet des plans de macles observé dans les monocristaux

1. Effet sur le piégeage et la fusion du réseau de vortex
2. Effet de l'orientation de la force de Lorentz par rapport au plan de macle

D Etude sur nos échantillons

1. Courbes $R(\Phi_{ab})$ à température et champ fixes
2. Courbes $R(B)$ à température fixe.
3. Piégeage du liquide de vortex, localisation, supraconductivité hétérogène

A. RESISTIVITE LE LONG DE L'AXE C DANS L'ETAT NORMAL

1. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES

Le comportement de la résistivité transverse ρ_c et son origine sont aujourd'hui encore très controversés et mal compris. Une des raisons est qu'il est assez difficile d'obtenir des échantillons de très bonne qualité d'assez grande longueur le long de l'axe c pour effectuer des mesures directes.

Résumons ici brièvement quelques caractéristiques dans le cas d' YBaCuO_{6+x} , pour plus de détail nous conseillons au lecteur de se reporter à l'article de revue de S.L Cooper et K.E.Gray [Cooper 1994]

- Pour des échantillons d' YBaCuO_{6+x} dopés optimalement ou surdopés ($x > 0.93$), la résistivité le long de l'axe c présente un aspect métallique ou quasi métallique jusqu'à environ 100 K : $\rho_c \sim T$. Les valeurs de la résistivité à 300 K et à 100 K sont relativement élevées, proches de la limite de Mott pour un métal, 10 m Ω . cm.

- Lorsque l'on diminue le dopage ($x < 0.93$), la résistivité augmente énormément et suit une dépendance en température complexe. Elle est linéaire à hautes températures et présente un aspect semi-conducteur à basses températures de la forme $\rho_c \sim bT^{-\alpha}$ avec $0 < \alpha < 2$ [Ito 1993]. Cette extrême sensibilité vis à vis du dopage et le passage vers une conduction de type semi-conducteur le long de l'axe c sont des caractéristiques qui se retrouvent dans tous les oxydes supraconducteurs, de manière plus au moins marquée, selon l'anisotropie.

Au vu des premiers résultats expérimentaux obtenus sur des monocristaux, trois questions restent toujours en suspens :

- a) La résistivité le long de l'axe c est-elle intrinsèquement isolante ou métallique ? Si elle est isolante, comment peut on concilier une localisation des états le long de l'axe c avec un transport métallique dans les plans ab ? D'autre part, si elle est métallique, comment peut on expliquer l'apparition d'un comportement semi-conducteur en diminuant le dopage ?
- b) Le transport le long de l'axe c est-il cohérent ou incohérent ? Forro et al [Forro 1988] ont estimé que le libre parcours moyen le long de l'axe c était plus petit que le paramètre de maille dans cette direction ce qui implique un transport incohérent,

même pour YBaCuO_7 , tandis que l'observation d'orbites extrémales multiples dans des mesures d'effets Haas-Van Alphen pour $H//c$ semblent indiquer un transport cohérent [Fowler 1992]

- c) Peut-on avoir une description unique de la résistivité le long de l'axe c pour tous les échantillons d' YBaCuO ? Dans quelle mesure le taux de désordre dans l'échantillon influence-t-il la valeur et le comportement de ρ_c ?

Pour cela, nous avons étudié la résistivité le long de l'axe c de nos échantillons dans l'état normal à partir de 250 K afin de savoir si le taux de désordre introduit par la phase verte en excès modifiait sensiblement les comportements. Nous comparerons nos résultats à ceux obtenus par M. Charalambous et al en 1993 [Charalambous 1993] au CRTBT sur des monocristaux très purs dopés optimalement.

2. RESISTIVITE TRANSVERSE DE NOS ECHANTILLONS

La figure V-1 représente trois courbes de résistivité ρ_c mesurées dans des échantillons avec une température critique proche de 92 K à l'aide d'une méthode 4 points classique. Dans tous les cas la résistivité mesurée est élevée à 250 K, entre 7 et 8 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$, et conserve une forte valeur à 100 K (6-8 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$). La décroissance de $\rho_c(T)$ en température suit approximativement une loi métallique avec cependant l'existence d'un minimum et d'une légère remontée près de 100 K.

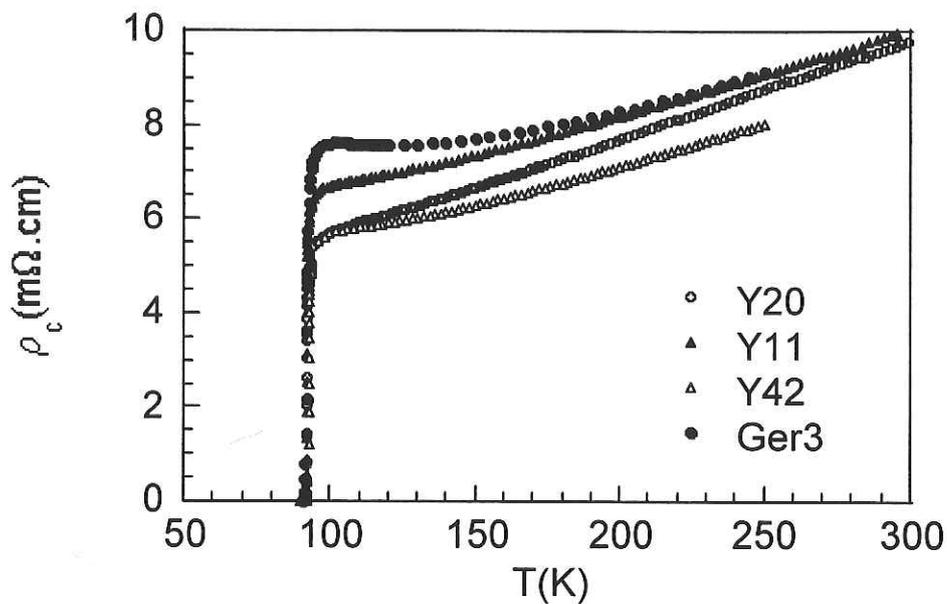


Figure V-1 : Allure de la résistivité transverse mesurée dans quatre échantillons où la température critique est comprise entre 91 et 92.5 K

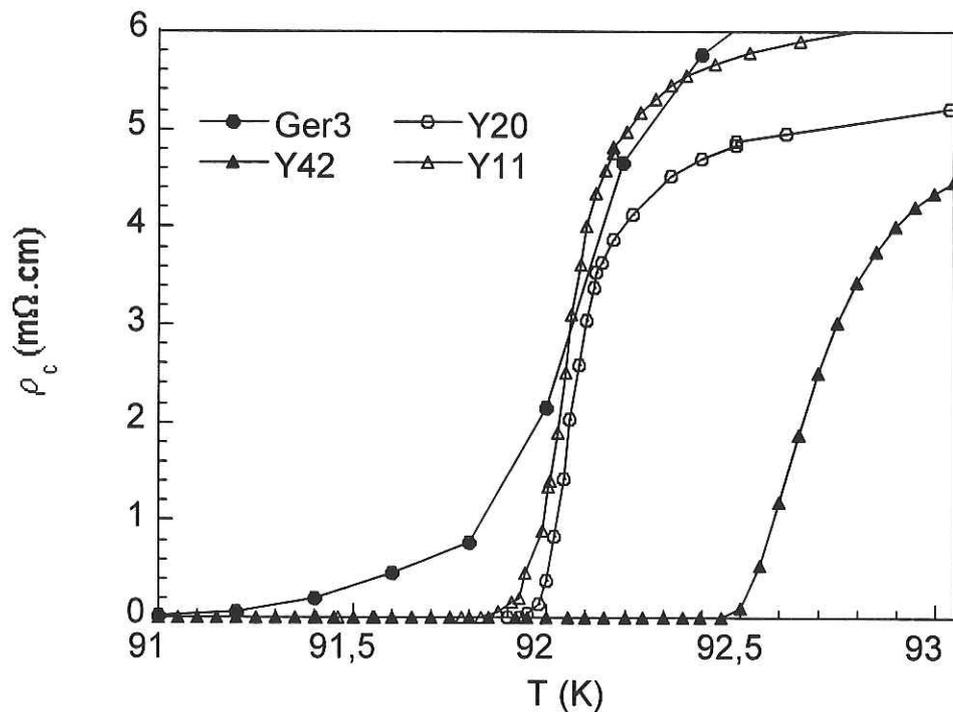


Figure V-2 : Allure de la transition supraconductrice pour les échantillons précédents.

On remarquera que le comportement n'est pas tout à fait identique pour les quatre échantillons. Dans le composé Ger3, où la température critique est légèrement plus faible (Figure V-2), on observe nettement une remontée juste avant la transition. En

effet, lorsque l'on s'éloigne un peu du dopage optimal, le caractère semi-conducteur apparaît rapidement. Ceci est confirmé par la mesure d'un échantillon légèrement désoxygéné qui présente une température critique de 87.7 K. Comme on peut le remarquer sur la figure V-3, la résistivité augmente de manière significative (14 mΩ.cm à 250 K, 21 mΩ.cm à 100 K) et l'aspect semiconducteur à basses températures apparaît clairement après désoxygénation.

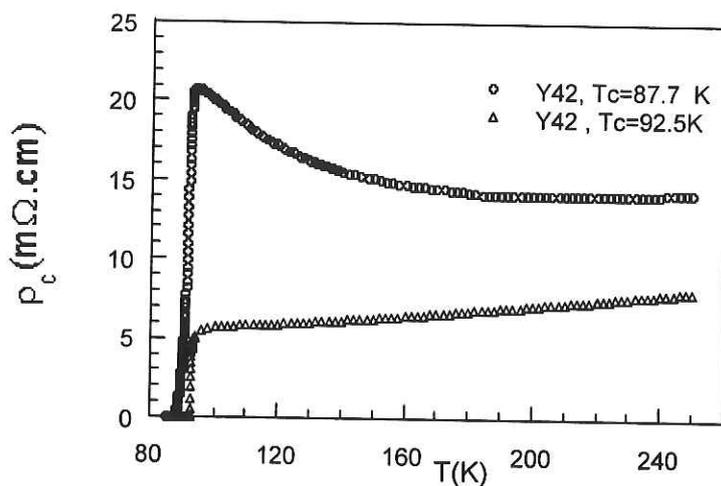


Figure V-3 : Comparaison entre les résistivités transverses d'un même échantillon avant et après une légère désoxygénation.

Les valeurs et le comportement observés sont proches des résultats obtenus par M. Charalambous et al en 1992 au CRTBT sur des monocristaux très purs dopés optimalement. La figure V-4 montre la similitude entre la résistivité transverse d'un monocristal et celle obtenue pour notre échantillon qui possède la T_c la plus élevée.

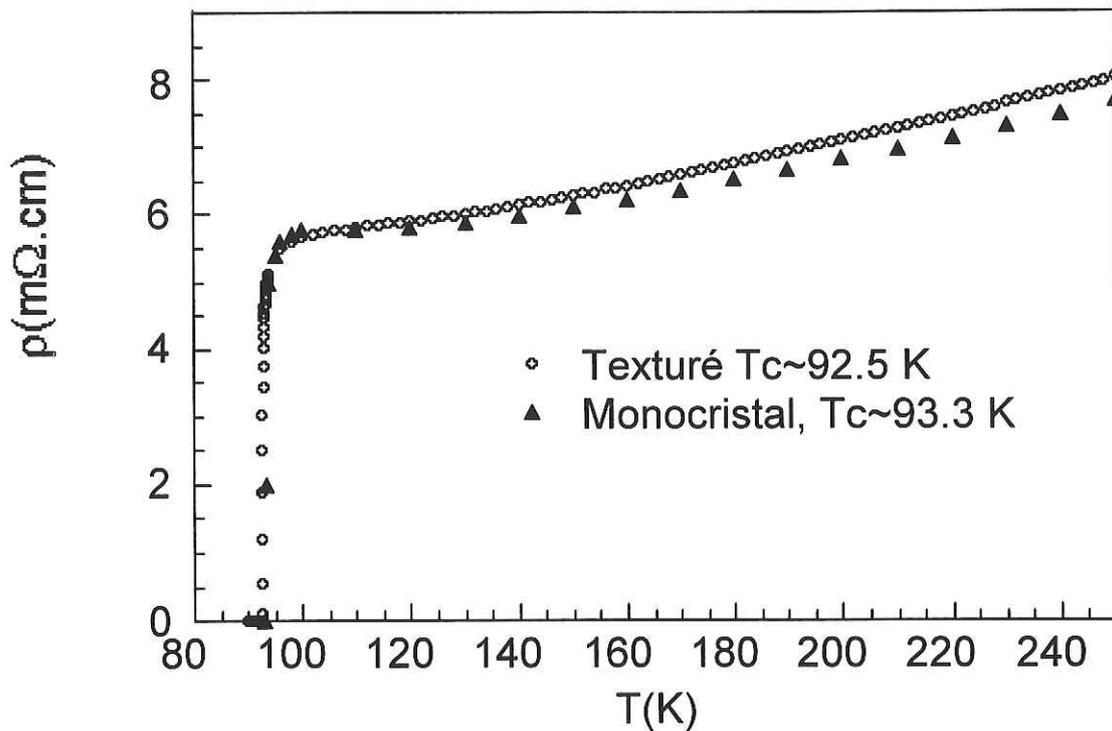


Figure V-4 : Courbes $\rho_c(T)$ de notre échantillon à la température critique la plus élevée et celle d'un monocristal.

Les températures critiques mesurées le long de l'axe c dans tous nos échantillons texturés sont toutefois plus basses que celles obtenues dans les meilleurs monocristaux (au moins 1 K en dessous) (figure V-2). La largeur de transition est elle aussi plus grande. En utilisant le critère 10%-90, ΔT_c est typiquement de l'ordre de 300-400 mK (autour de 150 mK pour les monocristaux).

La variation de $\rho_c(T)$ dans l'état normal entre 100 et 250 K pour divers échantillons a été ajustée en utilisant un modèle décrit par M. Charalambous dans sa thèse [Charalambous 1992]. Comme on peut le remarquer sur la figure V-5 les courbes peuvent être ajustées à l'aide de la formule mathématique :

$$\rho_c(T) = \rho_0 T \exp \frac{T_0}{T} \quad (\text{A.2})$$

avec $\rho_0 \sim 22\text{-}24 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ et T_0 représentant une température de barrière ajustable qui augmente lorsque le taux d'oxygène diminue.

Pour l'échantillon au T_c maximum $T_0 \sim 98$ K, pour l'échantillon Ger3 ($T_c \sim 91.2$ K) on trouve $T_0 \sim 124$ K et pour l'échantillon un peu plus désoxygéné ($T_c \sim 87.7$ K) T_0 est de l'ordre de 209 K.

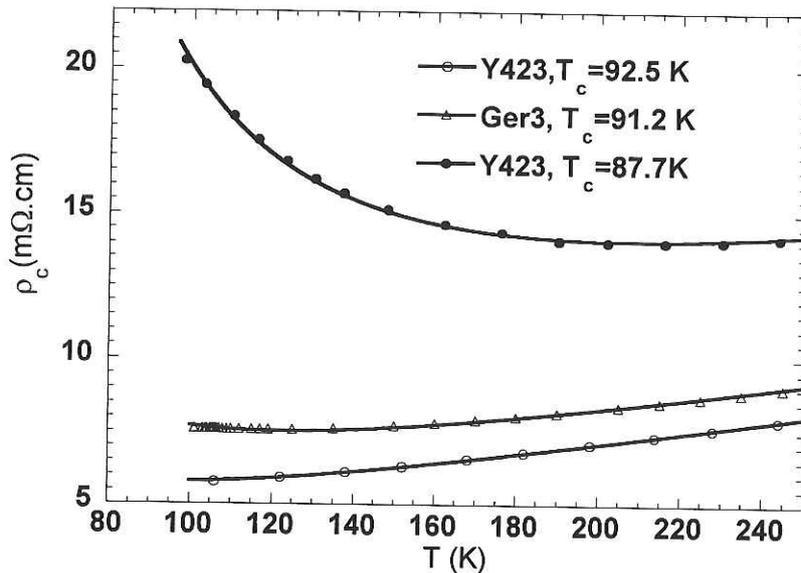


Figure V-5 : Résistivité transverse de trois échantillons avec différents T_c ajustée par

$$\text{l'expression } \rho_c(T) = \rho_0 T \exp \frac{T_0}{T}.$$

T_0 représente une barrière de potentiel liée au transfert de charge le long de l'axe c.

Pour la clarté du graphe, un point sur deux a été représenté

Essayons de comprendre la signification physique de cet ajustement.

Remarquons d'abord que la formule 2 peut correspondre à une description basée sur le

modèle de Drude $\rho = \frac{m}{ne^2\tau}$ mais en considérant un nombre de porteurs de charges n

activé thermiquement décrit par $n = A \exp(-T_0/T)$ et un temps de diffusion τ proportionnel à $1/T$. Ceci exprime que pour des températures comprises entre T_c et T_0 la résistivité est activée thermiquement, dominée par des sauts de charges d'un plan à l'autre le long de l'axe c. Pour $T \gg T_0$, $\tau \sim 1/T$ exprime que la dissipation est métallique.

T_0 correspond à la température de cross-over entre les deux régimes. Pour des échantillons bien oxygénés le comportement métallique domine (T_0 proche de T_c) tandis que lorsque le taux d'oxygène diminue le terme d'activation thermique prend une part prépondérante sur une plus large gamme de température.

T_0 est une barrière d'énergie liée au mécanisme de transfert de charge le long de l'axe c. Lors des sauts d'un plan à l'autre, les porteurs doivent franchir les chaînes Cu-O. Ils

doivent alors surmonter une barrière de potentiel d'origine chimique et inhérente à la structure. Elle correspond à l'oscillation du cuivre dans les chaînes entre les deux états de valence Cu^+ et Cu^{++} qui se produit à cause du transfert de charges dès que le dopage x est supérieur à 6.4. Cette barrière d'énergie, estimée entre 120 et 200 K, l'ordre de grandeur de T_0 , a été mise en évidence par Mustré de Léon et ses collaborateurs par des expériences de XAFS [Mustré de Léon 1991].

Les propriétés physiques observées dans ces échantillons texturés monodomains à fort taux de défauts ressemblent à celles obtenues dans le cas de monocristaux très purs, ce qui justifie pleinement leur utilisation dans le cadre d'une étude physique par des mesures de résistivité.

B. ETUDE DE LA TRANSITION SUPRACONDUCTRICE SOUS CHAMP

1. ELARGISSEMENT DE LA TRANSITION SUPRACONDUCTRICE

Une source de débat important sur les supraconducteurs à haute température est l'élargissement de la transition supraconductrice sous champ magnétique. Dans les supraconducteurs classiques la transition résistive est simplement décalée à plus basse température, dans les oxydes supraconducteurs l'allure de la courbe est déformée et la largeur de la transition est beaucoup plus importante, surtout lorsque B est parallèle à l'axe c (voir par exemple l'article de revue de Kadowaki [Kadowaki 1994]). Cet élargissement pose des problèmes expérimentaux considérables quant à la définition de la température critique $T_c(B)$ dans les courbes $R(T)$ ou du champ critique $B_{c2}(T)$ dans les courbes $R(B)$. Le principal objet de controverse se situe au niveau de l'origine de la dissipation observée et, malgré beaucoup d'études effectuées sur des monocristaux de très bonne qualité, le mécanisme responsable de la dissipation n'est pas clarifié.

Pour un composé d'anisotropie faible comme YBaCuO on peut distinguer trois modèles :

- a) un mécanisme basé sur un effet de flux creep géant ou de flux flow
- b) un modèle basé sur l'existence de jonctions S-N-S ou S-I-S
- c) une dissipation causée par les fluctuations supraconductrices.

La première proposition n'est pas compatible avec les mesures effectuées par Iye et ses collaborateurs sur le composé $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ [Iye 1990]. Pour H et I dans les plans ab, ils ont montré l'indépendance de la résistivité dans le plan par rapport à la force de Lorentz. L'explication souvent avancée pour cette indépendance est basée sur l'existence d'un liquide de vortex près de T_c . Les lignes de flux sont alors très flexibles et une composante perpendiculaire au champ appliqué existerait toujours, même pour H//I. Cependant, des calculs théoriques récents ont montré que, non seulement une déformation, mais aussi un découpage et une reconnexion des lignes de flux sont nécessaires pour obtenir une dissipation avec H//I [Hayashi 1994]. Pour le moment, le composé YBaCuO est le seul où un effet de la force de Lorentz sur le pied de la transition a été observé [Kwok 1990].

Le deuxième modèle de dissipation découle de la dépendance du courant critique en fonction de la température obtenue expérimentalement sur des films minces et des monocristaux [England 1988, Dubson 1998]. Près de T_c , $J_c(T)$ varie comme $(1-T/T_c)^{3/2}$ tandis que loin de T_c , $J_c(T)$ a un comportement exponentiel en $\exp(-T/T_c)^{1/2}$. Ce comportement pourrait indiquer la présence de jonctions faibles, même dans les monocristaux, et l'existence de phénomènes granulaires semblables à ceux observés dans les polycristaux. Les plans de macles pourraient être ces jonctions, le supraconducteur étant découpé en plusieurs domaines couplés par effet Josephson [Morgenstern 1988]. Dans le même ordre d'idée, il a été proposé qu'à cause de son caractère inhomogène, les échantillons sont découpés en plusieurs domaines caractérisés par différentes énergies d'activation $U(T,B)$. L'élargissement de la transition est due alors à la distribution des énergies d'activation qui gouvernent l'activation thermique des lignes de flux [Griessen 1990].

Le dernier modèle découle de deux particularités observées pour les supraconducteurs à haute température et dont nous avons détaillé les conséquences dans le chapitre I consacré aux généralités : une longueur de cohérence faible et l'existence d'une structure en feuillets. La description de la transition supraconductrice sous champ magnétique est la suivante : près de T_c (un peu au-dessus) le système est dans l'état normal mais des paires supraconductrices commencent à se former. Lorsque l'on diminue la température, de plus en plus de paires supraconductrices apparaissent et le paramètre d'ordre croît graduellement, cependant la cohérence de phase entre les paires ne peut se développer. La phase fluctue dans l'espace et dans le temps car des embryons de vortex se forment et disparaissent. Tant que la ligne de flux se déforme

mais reste globalement parallèle au courant il n'y a pas de dissipation. La dissipation prend naissance lorsque la ligne de flux se casse et se reconnecte à une autre ligne de flux voisine car alors la cohérence de phase le long du champ n'existe plus localement [Kitazawa 1995]. Au pied de la transition, ce phénomène devient moins efficace car le liquide de vortex devient de plus en plus visqueux et les barrières de découpages deviennent très élevées. La ligne de flux peut être alors considérée comme "une ligne avec une forme continue" selon l'expression de Kitazawa et, dans ce cas, la dissipation a pour origine le mouvement des vortex sous l'effet de la force de Lorentz (Figure V.6). A la température de gel T_g , les vortex sont immobilisés et la résistivité est strictement nulle.

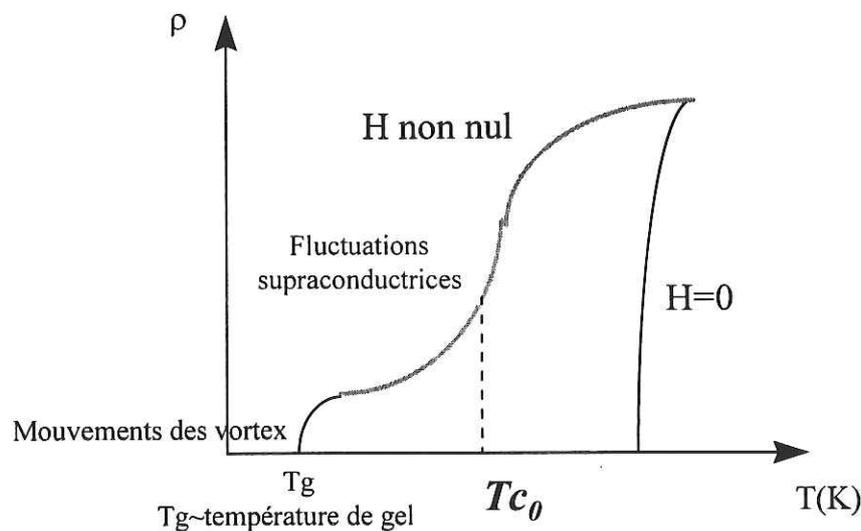


Figure V-6 : Elargissement de la transition supraconductrice sous champ magnétique. Une grande partie de la transition est dominée par les fluctuations supraconductrices de la phase du paramètre d'ordre [d'après Kadowaki 1994].

2. ETUDE DE LA TRANSITION SUPRACONDUCTRICE SOUS CHAMP DANS LES ECHANTILLONS ETUDIÉS.

La transition supraconductrice dans nos matériaux à fort piégeage a été étudiée par des mesures de résistivité dans différentes configurations. Un fort élargissement a été observé sous champ, même dans le cas d'une configuration à force de Lorentz nulle.

Sur la figure V-7 sont représentées les courbes $R(T)$ à gauche pour $H //$ l'axe c , à droite H dans les plans ab . Dans les deux cas, la configuration avec une force de Lorentz nulle et maximum a été utilisée. On remarquera, en comparant les courbes du haut et du bas,

que l'élargissement de la transition est peu influencé par l'orientation relative du champ par rapport au courant. En confrontant les figures de gauche et de droite on remarque que l'élargissement dépend de l'orientation du champ magnétique vis à vis de l'axe c.

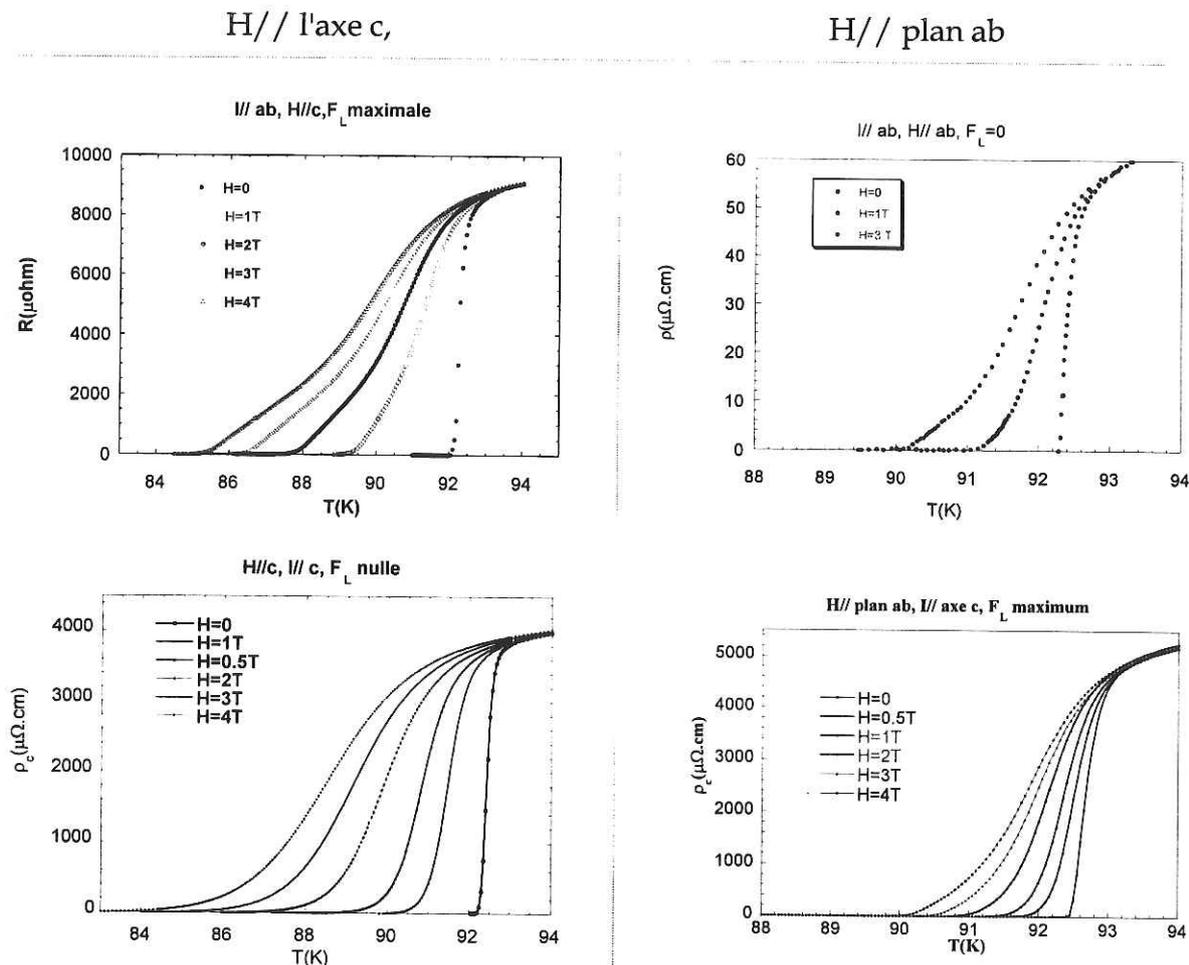


Figure V-7 : Allure de la transition supraconductrice sous champ magnétique mesurée dans différentes configurations.

C. EFFET DES PLANS DE MACLES OBSERVES SUR LES MONOCRISTAUX

Dès 1990 le groupe de Kwok du laboratoire d'Argonne (Illinois) a utilisé les mesures de résistivité pour mettre en évidence le piégeage des vortex par les plans de macles. Les études ont été effectuées en comparant les résultats obtenus sur des monocristaux très purs démaclés et contenant un nombre de plans de macles limités (1 à 6). [Kwok 1990,

1992, 1994, 1996; Fleshler 1993]. Cependant, toutes les mesures ont été réalisées avec un courant dirigé dans les plans ab . A notre connaissance aucun essai n'a été fait dans une configuration où I est dirigé suivant l'axe c . Néanmoins, nous allons rappeler quelques résultats de l'étude entreprise par le groupe d'Argonne.

1. EFFET SUR LE PIEGEAGE ET LA FUSION DU RESEAU DE VORTEX:

C'est dans la configuration de mesure présentée dans la Figure V-8, $I // ab$, H faisant un angle θ avec l'axe c , que l'effet des plans de macles est le plus visible sur les monocristaux.

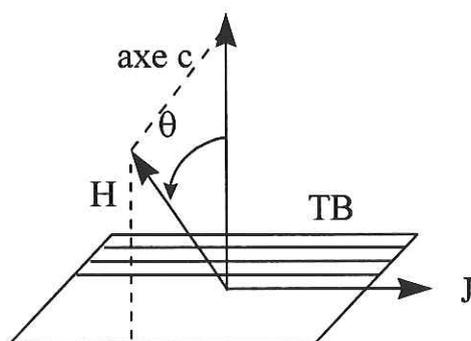


Figure V-8 : configuration de mesure : J est dans les plans ab et circule dans la direction du plan de macles (TB). θ est l'angle entre H et l'axe c .

Lorsque H est parallèle à c , la force de Lorentz est perpendiculaire au plan de macle.

L'effet de piégeage est plus visible dans cette configuration sur les courbes $R(T)$.

L'effet sur le piégeage des vortex se manifeste tout d'abord par un genou dans les courbes $R(T)$ sous champs magnétiques, surtout lorsque H est aligné suivant l'axe c (figure V-9). Cette anomalie, qui se situe à environ 20% de la transition supraconductrice (par rapport à la résistivité dans l'état normal), est très visible lorsque l'on trace la dérivée première dR/dT (figure V-9 a). Ce genou ne doit pas être confondu avec le genou observé plus bas à 10% de la transition, marquant la fusion du réseau de vortex (voir chap I p 31). En dessous de cette anomalie, due aux plans de macles, l'étude des courbes $R(\theta)$ à température et champ fixés, (θ représente l'angle entre H et l'axe c) présente une chute de la résistivité lorsque H est dirigé suivant c (figure V-9 b).

Le puits est centré en $\theta=0$, lorsque H est aligné le long des plans de macles, sa profondeur et son amplitude angulaire ($2\theta_{TB}$) augmentent lorsque T décroît. Près de $T_{c(R=0)}$ l'angle critique θ_{TB} peut atteindre 19° [Fleshler 1993]. Cette chute de résistance est interprétée, comme l'interaction entre les plans de macles et le liquide de vortex, par une localisation des lignes de flux dans ces défauts plans. En effet, l'étude menée par le groupe de Kwok montre nettement que lorsque H est aligné le long de c, le genou à 10% de la transition caractérisant la fusion du réseau de vortex est supprimé. Celui-ci réapparaît lorsque H est désaligné de quelques degrés par rapport à l'axe c (figure V-10). De plus lorsque les monocristaux sont fortement maclés (plus de six plans de macles) la fusion du réseau de vortex n'est plus visible. Suivant cette interprétation, le genou dû aux plans de macles sépare un régime haute température ($T > T_{TB}$) où le piégeage du liquide de vortex est inefficace avec un régime basses températures ($T \leq T_{TB}$) où le piégeage devient effectif et est réalisé en priorité par les défauts étendus.

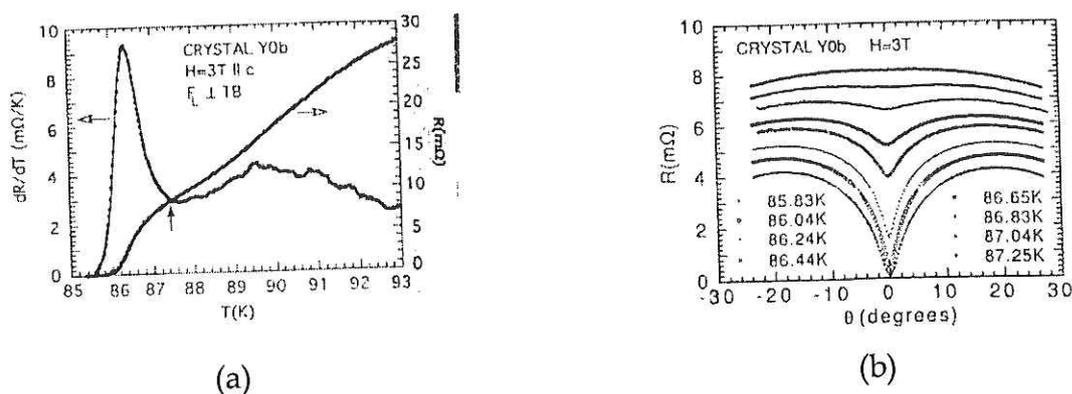


Figure V-9 [Fleshler 1993] :

- (a) Genou observé dans la transition supraconductrice sous champ (H//l'axe c) indiquant le piégeage par une direction de plans de macles. Le genou correspond à un pic très net de la dérivée dR/dT . Le changement de pente de dR/dT à $T=T_B$ (indiquée par la flèche) marque le début du piégeage par les plans de macles
- (b) Manifestation du piégeage observée dans les courbes $R(\theta)$ où θ représente l'angle entre H et l'axe c. Pour $T < T_B$, l'effet se manifeste par un puits lorsque H// T_B .

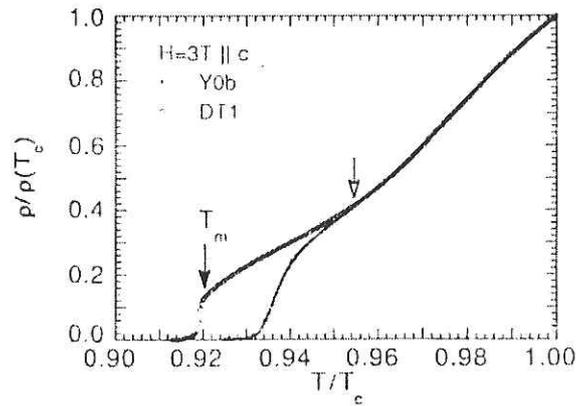


Figure V-10 : Disparition de la transition du premier ordre caractérisant la fusion du réseau de vortex lorsque H est aligné dans la direction des plans de macles mise en évidence par la disparition du genou à $T=T_M$. Y0b est un monocristal maclé, DT1 est un monocristal non maclé. [Fendrich 1995].

2. EFFET DE L'ORIENTATION DE LA FORCE DE LORENTZ F_L PAR RAPPORT AU PLAN DE MACLES

L'étude expérimentale menée par Fleshler [Fleshler 1993] a montré que les barrières de piégeage par les plans de macles augmentent au fur et à mesure que l'angle ω entre F_L et le plan de macle grandit (figure V-11). Considérons les deux cas limites $\omega=90^\circ$ et $\omega=0^\circ$. Lorsque $F_L \perp TB$ les vortex doivent franchir une barrière de potentiel maximale, par contre, lorsque $F_L // TB$, cette barrière n'existe plus et les vortex peuvent glisser le long du plan de macles sans dissiper. Pourtant, les auteurs ont tout de même observé un faible piégeage. Ceci a été attribué aux défauts de tailles atomiques et au désordre localisé près des plans de macles [Kwok 1990a]. Cette étude a toutefois été menée sur des échantillons maclés dans une direction. La présence de deux familles de plans de macles orthogonales implique que F_L est simultanément perpendiculaire à une famille et parallèle à l'autre : le déplacement des vortex est alors bloqué aux intersections entre les deux familles de plans.

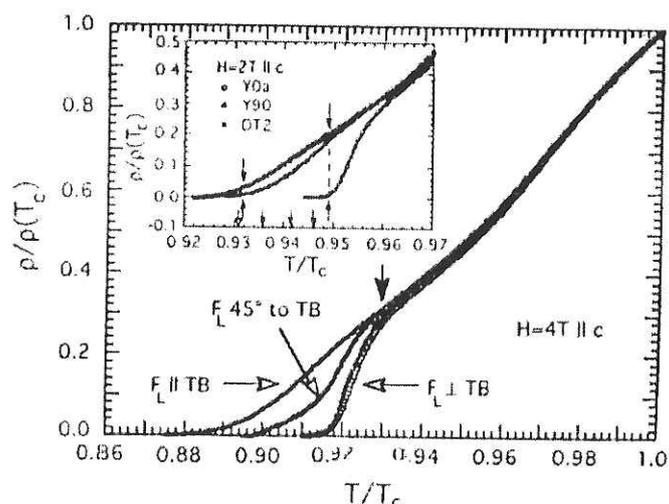


Figure V-11 : Résistivités normalisées à leur valeur à T_c en fonction du paramètre T/T_c pour trois cristaux avec trois orientations différentes pour la force de Lorentz par rapport au plan de macles. On remarque nettement que l'effet de piégeage est maximum lorsque $F_L \perp TB$ [Fleshler 1993].

D. ETUDE SUR NOS ECHANTILLONS

L'objectif est d'étudier l'effet des plans de macles tout près de la température critique. Nous espérons, en étudiant la transition supraconductrice, compléter l'analyse effectuée au chapitre IV en observant l'action de ces défauts sur l'état liquide de vortex et l'élargissement de la transition. La configuration utilisée sera celle employée pour les mesures de courants critiques de transport et d'aimantation, $I //$ l'axe c et B dans les plans ab (force de Lorentz maximale). L'étude sera effectuée sur deux échantillons Y11 et Y20 dont les caractéristiques résistives sont présentées figure V-1 et V-2.

1. COURBES $R(\Phi_{AB})$ A TEMPERATURE ET A CHAMP FIXE

a) Configuration utilisée

La première étude en résistivité est effectuée avec un courant dirigé selon l'axe c , le champ orienté dans les plans ab faisant un angle variable Φ_{ab} avec une direction de

plans de macles TB1. Dans cette configuration la force de Lorentz F_L est parallèle au plan ab et est maximale quel que soit l'angle (figure V-12).

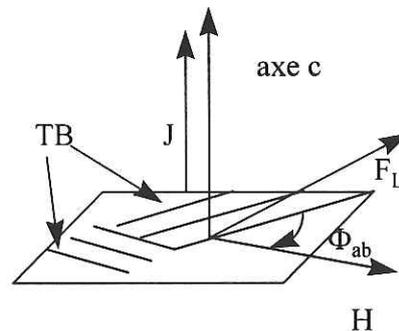


Figure V-12 : Configuration de mesure utilisée.

Les échantillons sont monodomaines, maclés dans les deux directions. Les courbes $\rho(T)$ de 300 K à T_c présentent les caractéristiques typiques d'un échantillon bien oxygéné : la température critique pour $R=0$ définie par notre précision expérimentale, la largeur de transition à champ nul et la résistance R_N à 96 K, prises comme référence pour l'état normal, sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Y11	Y20
$T_c \sim 91.8$ K	$T_c \sim 91.9$ K
$\Delta T_c \sim 350$ mK	$\Delta T_c \sim 400$ mK
$R_N = 50$ m Ω	$R_N = 54$ m Ω

En collaboration avec O. Laborde (CRTBT) nous avons pu étudier la variation angulaire de la résistivité à température et champ fixes à l'aide de son dispositif incluant un porte-échantillon tournant.

b) Echantillon Y11

La figure V-13 représente les courbes $R(\Phi_{ab})$ correspondant à 5 champs et températures différentes. La comparaison du "fond résistif" (valeurs de R pour des angles autres que les directions TB1 et TB2) avec la valeur de la résistance à 96 K $R = R_N \sim 50$ m Ω nous permet de nous situer dans la transition supraconductrice.

- la courbe $H=6\text{ T}$, $T=90.45\text{ K}$ se situe approximativement au milieu de la transition (44%-46% de R_N)
- les courbes $H=4\text{ T}$, $T=90.31\text{ K}$ et $H=6\text{ T}$, $T=89.51\text{ K}$ correspondent à 28% de R_N
- les 2 autres courbes se situent au pied de la transition (inférieures à 15 % de R_N)

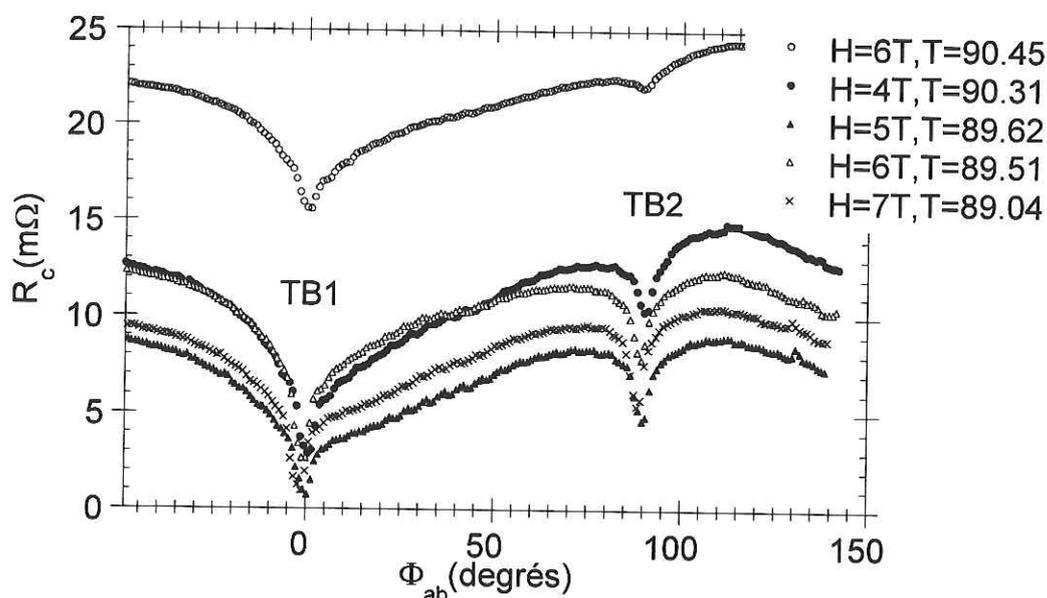


Figure V-13 : Courbes $R_c(\Phi_{ab})$ avec I dirigé suivant l'axe c et H dans les plans ab faisant un angle Φ_{ab} avec une direction de plans de macles TB1.

Voici quelques enseignements que l'on peut tirer de ces courbes :

- On remarque deux minima de résistivité centrés dans les deux directions de plans de macles (TB1, TB2).
- La profondeur de ces puits n'est pas symétrique, celui correspondant à la direction TB1 est plus profond. Leur profondeur ($P1, P2$) est importante au pied de la transition et augmente au fur et à mesure que l'on se rapproche de $R=0$. A $T=89\text{ K}$ et $B=7\text{ T}$, la réduction de résistivité est de l'ordre de $8\text{ m}\Omega$ ($P1$) et $4\text{ m}\Omega$ ($P2$) soit respectivement 18 et 8% de la transition résistive.
- L'amplitude angulaire des minima est faible ($\pm 8^\circ$) pour les deux directions et ne varie presque pas avec B .
- Ces minima sont même observables pour la courbe située au milieu de la transition surtout pour $H // TB1$.
- On remarque que le fond résistif n'est pas plat. Cette désorientation ne dépend pas du champ et s'atténue lorsque l'on diminue la température.

(i) Réduction de la résistivité

Les minima observés correspondent évidemment à la réduction de la résistivité causée par le blocage du mouvement des vortex par les plans de macles. Cette diminution de la résistivité au pied de la transition est remarquablement élevée même si nous nous trouvons dans la configuration la plus favorable puisque F_L est perpendiculaire successivement à TB1 et TB2. Il semble que, bien que le nombre de défauts de toutes natures soit important dans ces échantillons (lacunes d'oxygènes, dislocations, fautes d'empilement, impuretés) les plans de macles contribuent au piégeage de manière significative près de T_c .

L'observation d'un effet au milieu de la transition supraconductrice confirme que les plans de macles interagissent fortement avec le liquide de vortex.

(ii) Dissymétrie des minima et forme du fond résistif

La dissymétrie des deux puits et le fond résistif déformé peuvent provenir d'une légère désorientation de l'échantillon. Si lors de la rotation H est orienté à quelques degrés du plan ab , le piégeage par les blocs normaux diminue fortement et la résistance augmente. Cependant nous avons remarqué que la dissymétrie s'atténue lorsque la température diminue.

Il est possible que la désorientation du fond résistif soit due aussi à une distribution non homogène d'autres défauts directionnels et étendus dans l'échantillon (fautes d'empilements, dislocations). Lorsque la température diminue, de plus en plus de défauts contribuent au piégeage des vortex et cet effet est moins visible. De telles dissymétries dans les courbes $R(\Phi)$ ont déjà été observées dans le cas de monocristaux impurs [Kowk 1990]. De même la dissymétrie des puits pourrait provenir d'une distribution non homogène des deux familles de plans de macles dans l'échantillon.

(iii) Amplitude angulaire des minima

L'angle critique expérimental est d'environ 6-8° alors qu'il est autour de 20° lorsque H est aligné suivant c [Crabtree 1991]. Cette faiblesse angulaire peut s'expliquer par la configuration de mesure utilisée. En effet dans le cadre du modèle de Blatter [Blatter 1991] (voir chapitre III), la configuration de la ligne de flux est déterminée par la compétition entre le gain en énergie de ligne du à la dépression du paramètre d'ordre près des plans de macles et le coût en énergie élastique pour déformer le vortex. Pour des rotations dans les plans ab le coefficient de déformation de la ligne de flux est plus élevé que dans la direction c d'un facteur $\Gamma^{1/2}$ ou Γ est l'anisotropie. Le vortex se déforme donc plus difficilement dans les plans ab et l'angle critique de déformation est plus faible.

c) Etude de l'échantillon Y20 : Etude jusqu'à 20 T

Sur l'échantillon Y20 nous avons étendu l'étude à des champs plus élevés, jusqu'à 20 T. Celle-ci a été effectuée au LCMI (CNRS Grenoble) avec le même appareillage. La figure V-14 représente les courbes $R(\Phi_{ab})$ correspondant à 4 champs et températures différentes.

- la courbe H=20 T, T=89.5 K correspond à 24% de R_N
- les courbes H=6T, T=89.5 K et H=12T., T=89.51, H=16T T=87.5 K se situent approximativement à 27% de R_N .

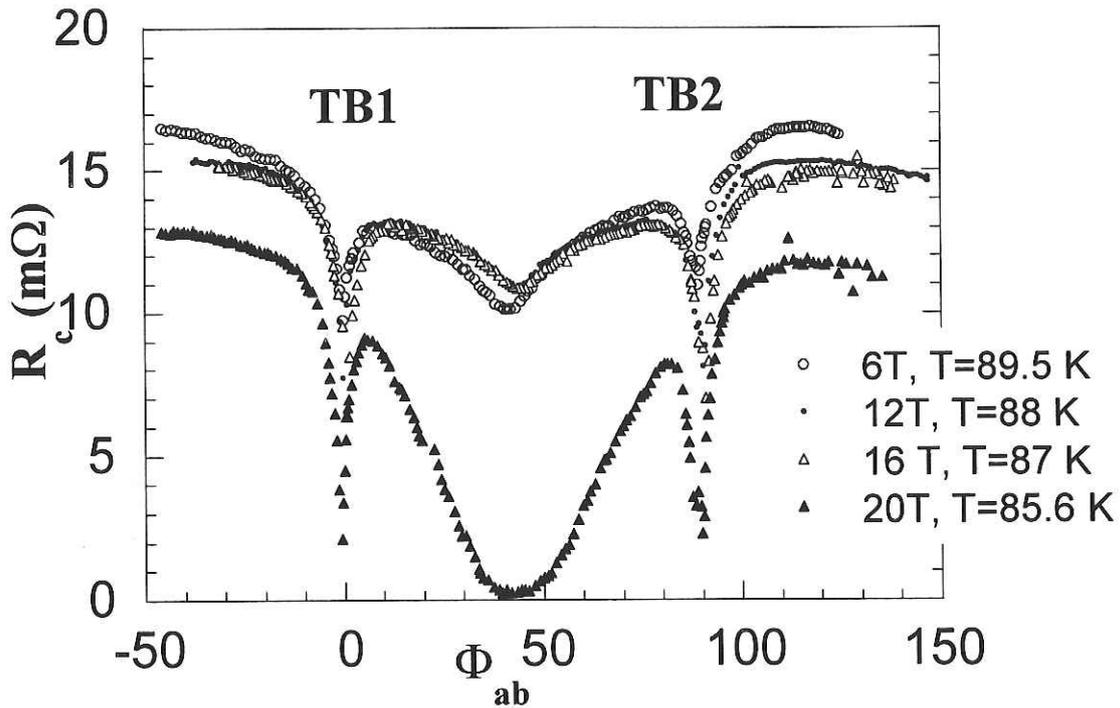


Figure V-14 : Courbes $R_c(\Phi_{ab})$ avec I dirigé suivant l'axe c et H dans les plans ab faisant un angle Φ_{ab} avec une direction de plans de macles TB1.

(i) Etude des puits de résistivité

Nous retrouvons figure V-14 les puits de résistivité lorsque B est aligné suivant TB1 et TB2. Cet effet persiste jusqu'à un champ magnétique de 20 T, la chute de résistivité est très importante. Ce résultat est remarquable car à 20 T le pas du réseau de vortex dans les plans ab (si l'on suppose qu'il est hexagonal) est de 223 Å. Deux plans de macles étant distants d'environ 1000 Å, seulement deux vortex sur cinq sont théoriquement piégés. Nous observons pourtant une forte réduction de la dissipation.

L'autre aspect intéressant au sujet du puits est que la largeur angulaire reste quasiment identique pour 6 comme pour 20 T. Le piégeage reste donc toujours très directionnel ($\Phi_r \sim 8^\circ$).

Si l'on considère que les lignes de flux suivent le modèle d'accommodation présenté au chapitre I et appliqué aux courants critiques de transport au chapitre III [Blatter 1991], les vortex doivent glisser le long de TB pour conserver leur structure en zig zag lorsque

$\Phi_{ab} < \Phi_t$, confinant une partie de la ligne entre deux plans voisins. La friction f qui s'exerce sur cette partie ($r+s$) peut s'écrire [Fleshler 1993] :

$$f = \frac{f_{TB} \cdot r(\Phi_{ab}) + f_b \cdot s}{r(\Phi_{ab}) + s}$$

où f_{TB} et f_b sont les forces de friction par unité de longueur dans TB et dans le volume.

La résistivité (et donc la résistance) étant inversement proportionnelle à la friction, on trouve une dépendance angulaire de la résistance pour $\Phi < \Phi_t$:

$$R(\Phi_{qb}) = R_{TB} \frac{r(\Phi_{ab}) + s}{r(\Phi_{ab}) + \frac{R_{TB}}{R_b} s} \quad (D.1)$$

avec R_{TB} la résistance associée au déplacement dans le plan de macles et R_b la résistance correspondant à $\Phi_{ab} = \Phi_t$.

Pour r et s , on reprend les expressions décrites au chapitre I p. 52. Lorsque Φ_{ab} est petit, s et r ont pour expression :

$$r(\Phi_{ab}) \sim d_{TP} (1/\Phi_{ab} - 1/\Phi_t) \quad (D.2)$$

$$s \sim d_{TP} (1 + 1/\Phi_t^2)^{1/2} \quad (D.3)$$

Nous avons essayé d'adapter ce modèle dans notre cas en ajustant le puits de résistivité lorsque $H // TB1$ et égal à 16 T.

Les valeurs expérimentales de R_{TB} , R_b et Φ_t sont respectivement : 6.4 m Ω , 13m Ω et 8°.

La figure V- 15 montre les points expérimentaux et l'ajustement pour $0 < \Phi_{ab} < \Phi_t$.

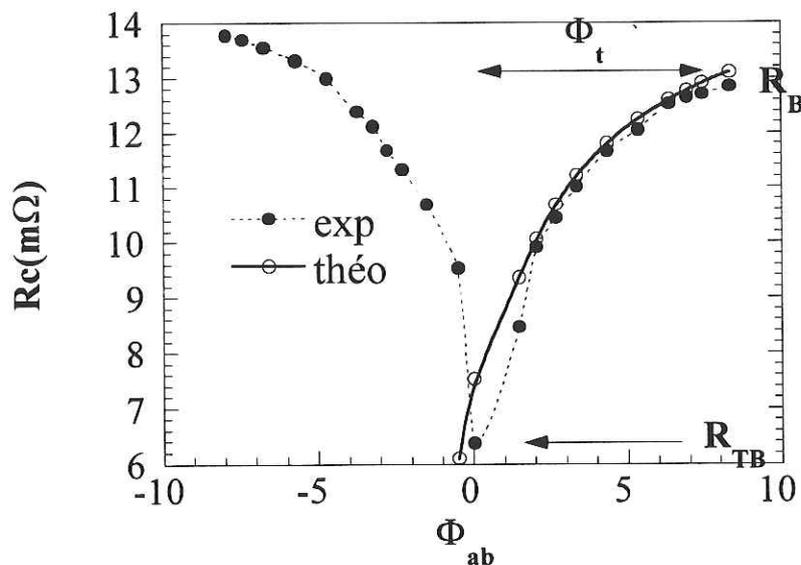


Figure V-15 : Ajustement du puits pour $B // TB$, $B=16$ T à l'aide du modèle d'accommodation proposé par Blatter [Blatter 1991].

On peut constater que l'ajustement reflète partiellement la courbe expérimentale.

(ii) Apparition d'un troisième minimum

La différence essentielle avec l'échantillon Y11 est l'existence d'un troisième minimum qui se situe approximativement entre les deux directions de plans de macles. Ce minimum est très creusé à 20 T et très étendu angulairement, pratiquement sur 70° . R s'annule presque dans cette direction alors que les deux autres puits ont encore une résistivité élevée (~ 2 m Ω). Ce minimum correspond peut être au piégeage des vortex par les défauts présents aux intersections des deux directions TB1, TB2. En effet, les observations faites au microscope optique et au microscope électronique à transmission indiquent dans nos échantillons beaucoup de zones d'intersections.

Il est possible aussi que ce troisième minimum soit dû à une désorientation naturelle de notre échantillon.

Remarquons que les courbes présentées figure V-14 suggèrent fortement que la supraconductivité est hétérogène à partir d'une certaine température (ou d'un champ). On peut concevoir en effet que, pour une température donnée, la résistance nulle ne

sera pas atteinte dans toutes les directions au même champ et notamment dans la direction des plans de macles ou pour $\Phi_{ab} > \Phi_t$. Nous avons donc étudié les courbes de magnétorésistance $R(B)$ pour les directions $\Phi_{ab}=0$ et $\Phi_{ab}=8^\circ$.

2. COURBES $R(B)$ A T FIXE.

Les courbes $R(B)$ ont été mesurées à différentes températures dans les directions $\Phi_{ab}=0$ (B dirigé suivant TB1) et $\Phi_{ab}=8^\circ$ (angle égal à l'angle de trapping). Les objectifs sont doubles :

- Visualiser d'une autre manière la réduction de dissipation par les TB
- Observer le champ d'apparition de la supraconductivité dans les deux directions.

Les courbes $R(B)$ sont représentées figure V-16.

On peut tout d'abord remarquer que les courbes $R(B)$ présentent une forme différente selon qu'elles sont mesurées dans les directions $\Phi_{ab}=0$ ou $\Phi_{ab}=8^\circ$. Les courbes se séparent très haut dans la transition, presque à 50% de R_N . Il apparaît un "genou" dans le bas de la transition lorsque le piégeage est supposé n'être plus dominé par les plans de macles ($\Phi_{ab}=8^\circ$). Contrairement aux observations faites dans les monocristaux (figure V. 9a) il semble donc que les plans de macles ne soient pas responsables de cette inflexion. Ce genou indique le champ où l'écart $R(B//TB1)-R(\Phi_{ab}=8^\circ)$ est maximal et il devient de plus en plus net lorsque l'on diminue la température de mesure, ce qui confirme l'observation de la figure V-14, à savoir que la réduction de la dissipation par les plans de macles croît avec le champ. Le genou semble plutôt marquer l'apparition d'un nouveau régime de dissipation lorsque le piégeage du liquide de vortex est dominé par les défauts de volume.

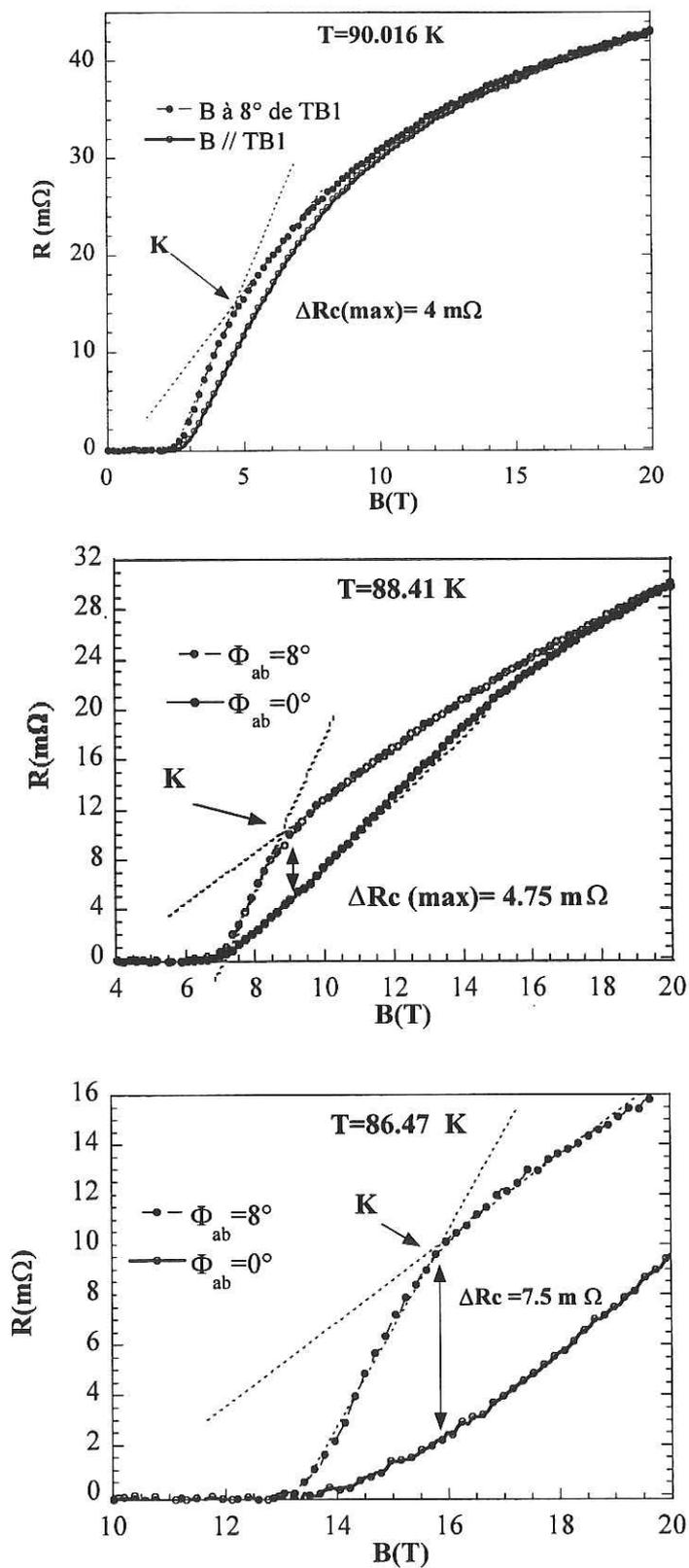


Figure V-16 : Courbes $R(B)$ pour différentes températures $T=86.47$ K, $T=88.41$ K, $T=90.016$ K mesurées respectivement parallèlement et à 8° de $TB1$.

K indique l'apparition du genou.

A partir des courbes $R(B)$ nous avons déterminé, pour les deux directions présentées, les champs critiques qui caractérisent l'apparition de la résistivité (R non nulle) dans l'échantillon. Nous appelons de manière abusive ces champs "champs critiques" B_c . La figure V-17 indique la détermination de B_c pour $T = 86.47$ K.

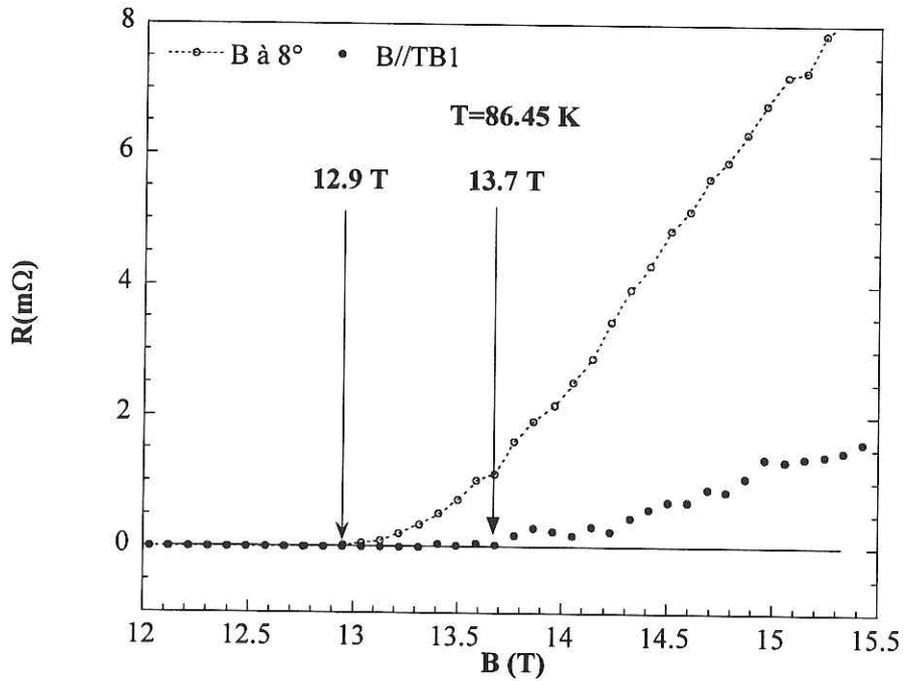


Figure V-17 : Détermination des champs critiques pour B à 0 et à 8° de $TB1$.

La figure V-18 montre les courbes $B_c(\Phi_{ab}=0)$ et $B_c(\Phi_{ab}=8^\circ)$ jusqu'à des champs de 16 T.

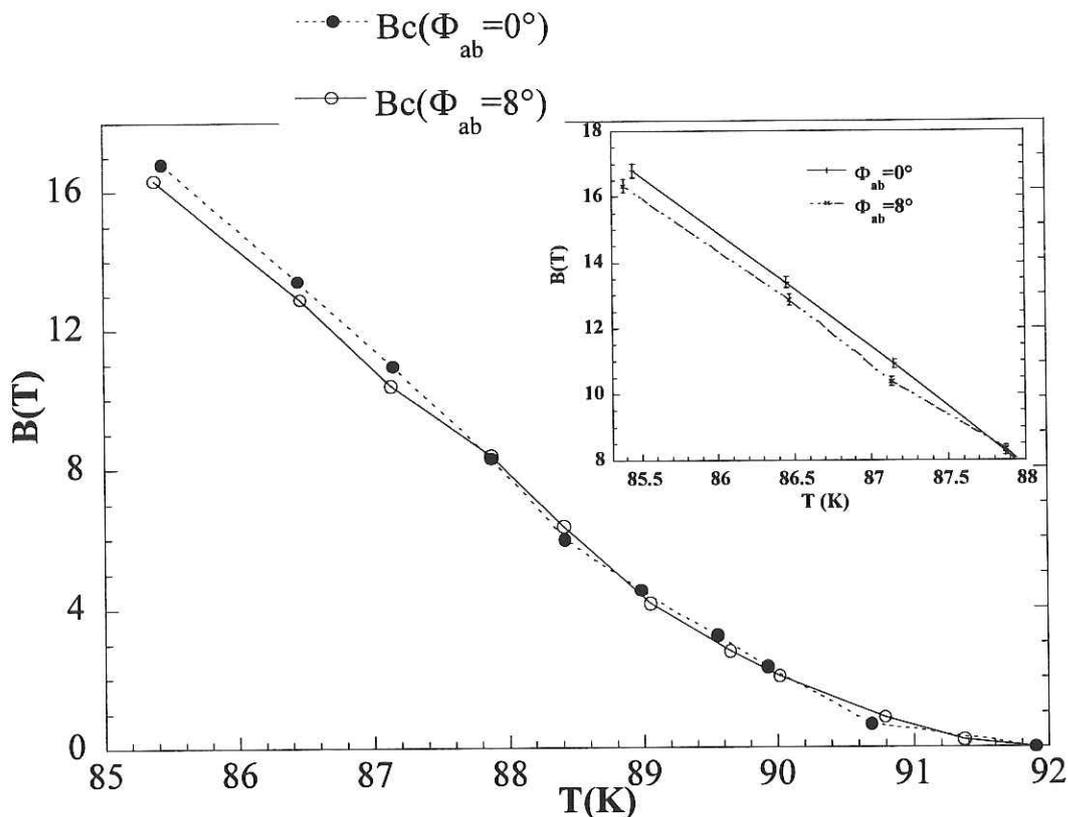


Figure V-18 : Détermination expérimentale des lignes $B_c(T)$ pour $\Phi_{ab}=0$ et $\Phi_{ab}=8^\circ$. En insertion, un zoom entre 85 K et 88 K. Les barres d'erreurs correspondent à une incertitude maximale sur B_c estimée à $\pm 0.2T$.

Comme on peut le voir sur la figure V-18, nous ne distinguons pas de différence entre les deux directions jusqu'à une température de 87 K et des champs de 10 T. Toutefois, pour des champs plus élevés, et au dessous de 87 K, il semble que $B_c(\Phi_{ab}=0)$ soit plus élevé que $B_c(\Phi_{ab}=8^\circ)$. Il faut cependant être très prudent dans l'analyse de ces courbes car nous n'avons que trois points de mesures au-dessus 10T et les différences sont très faibles, proches de notre incertitude maximale de détermination de B_c estimée à $\pm 0.2T$ (insert figure V-18).

Ces champs B_c devraient théoriquement correspondre au champ de gel du réseau de vortex (voir figure V-6 de ce chapitre). Cependant, la comparaison de la courbe figure V-18 avec la ligne d'irréversibilité mesurée pour le même échantillon montre que les lignes $B_c(T)$ se situent bien au dessus de $B^*(T)$. Les valeurs obtenues pour $B_c(T)$

correspondent plutôt à celles d'une courbe de champ critique B_{c2} comme celles mesurées au SQUID [Welp 1989] ou par un résonateur radiofréquence [Bauhofer 1989].

A la lecture de ces quatre courbes, figure V-19, on peut remarquer que pour $B^*(T)$ ou $B_c(T)$ les courbes se séparent dans les deux directions à la même température $T \sim 87$ K que nous avons appelé T_{loc} dans le chapitre IV (page 143)

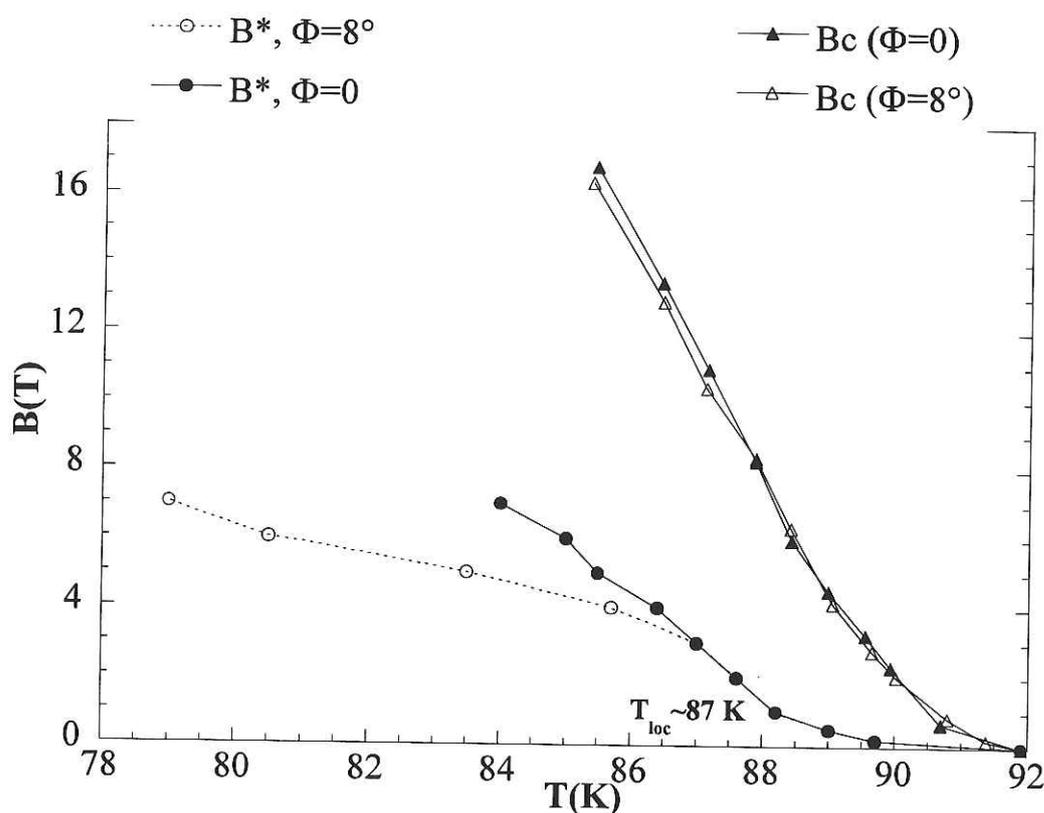


Figure V-19 : Lignes $B^*(T)$ et $B_c(T)$ pour l'échantillon Y20.

On peut remarquer que les courbes $B_c(T)$ déterminées par $R \neq 0$ se situent bien au-dessus de la ligne d'irréversibilité déterminée en aimantation.

3. PIEGEAGE DU LIQUIDE DE VORTEX, LOCALISATION, SUPRACONDUCTIVITE HETEROGENE.

Si on veut résumer les points essentiels des mesures présentées dans ce chapitre on peut dire que :

- les plans de macles interagissent fortement avec le liquide de vortex en réduisant la dissipation bien au dessus de la température de gel.

- cet effet s'accroît au fur et à mesure que le champ augmente
- la disparition de la dissipation (ou bien l'apparition de la supraconductivité) pour un champ donné s'effectue à des températures différentes pour diverses orientations de B dès que $T < 87$ K. Ceci se produit au moment où les températures d'irréversibilité deviennent différentes, ce qui nous laisse penser que les deux phénomènes sont intimement liés bien qu'apparaissant à des champs différents.
- lorsque $B=20$ T et que $T=85.6$ K, R est proche de 0 pour $\Phi_{ab} = 45^\circ$ alors que les autres puits (dans la direction TB1 et TB2) ont une résistivité finie .

a) Interaction avec le liquide de vortex

L'interaction des plans de macles avec le liquide de vortex a déjà été observée en littérature dans plusieurs mesures effectuées dans les monocristaux [références du début de chapitre]. Les résultats observés sont tout à fait cohérents avec ce qui a été dit au chapitre IV. Il est probable que dans nos échantillons de taille élevée, (de la taille du mm) où le désordre est très important, les vortex s'enchevêtrent et l'ensemble se transforme en un liquide visqueux au fur à mesure que l'on s'approche de la température de gel [Nelson 1989, Crabtree 1997]. L'intensité de la dissipation dépendra alors des défauts responsables du piégeage avant l'apparition du liquide visqueux [Marchetti 1990].

Lorsque $\Phi < \Phi_t$, certains vortex dans l'état liquide commencent à être immobilisés par la localisation individuelle ou collective induite par les plans de macles et donc ne participent plus à l'enchevêtrement [Lopez 1994, Lopez 1996]. Ceci va diminuer la dissipation due aux "cutting" et à la reconnexion [Rhiggi 1997]. De plus, ce fort effet de piégeage par des défauts étendus va se transmettre aux vortex interstitiels qui seront bloqués à cause de leur enchevêtrement, un peu à l'image de ce qui est observé à basse température pour l'interaction inter-vortex. Ceci peut expliquer que la réduction de la dissipation par les plans de macles augmente avec le champ puisque l'enchevêtrement des lignes de flux est proportionnel à l'intensité du champ magnétique. Lorsque $\Phi > \Phi_t$ les plans de macles n'interviennent pas. Les vortex s'entremêlent, se découpent et se reconnectent jusqu'à un champ (ou à la température correspondante) où le liquide devient visqueux et les barrières de "cutting" deviennent très élevées. Le genou observé dans les courbes $R(B)$ dans cette direction pourrait annoncer l'augmentation brutale de la viscosité et l'apparition d'un liquide piégé [Worthington 1990, Marchetti 1990].

b) Anisotropie de $B_c(T)$ pour $T < 87$ K : hétérogénéité de la supraconductivité induite par les plans de macles

Il reste à comprendre les différences observées dans la courbe $B_c(T)$ pour $T < 87$ K.

Une des possibilités est de considérer que les courbes $B_c(T)$ sont équivalentes aux courbes $B^*(T)$ mesurées en aimantation. Les différences de valeurs observées pourraient être dues simplement au critère de détermination utilisé, qui est plus sévère au SQUID que pour la mesure de résistivité. Le champ B_c n'est en fait que le champ d'irréversibilité (ou de gel) mais surestimé par la méthode de mesure.

Nous proposons aussi une autre interprétation basée sur l'existence de surfaces intrinsèques en champs intenses.

Une autre possibilité est de considérer que $T = 87$ K est la température d'apparition de l'hétérogénéité de la supraconductivité le long de c pour B dans les plans ab .

En effet, il est intéressant de remarquer que $T = 87$ K correspond aussi à la température où $\xi_{ab}(T = 87 \text{ K})$ a pour valeur 51 \AA . Ceci correspond à la valeur limite estimée en littérature pour l'épaisseur des plans de macles. Nous ignorons la valeur exacte de l'épaisseur des plans de macles dans nos échantillons. Cependant on pourrait penser que pour $T > 87$ K le cœur de vortex contrôlé par ξ est beaucoup plus grand que e_{TP} . Les vortex ne "voient" donc plus ce défaut et la supraconductivité est homogène dans tout l'échantillon (B_c est le même quel que soit Φ). Lorsque $T < 87$ K la taille du cœur devient de l'ordre de e_{TP} , la supraconductivité devient alors hétérogène et B_c dépend de son orientation par rapport à $TB1$.

Références chapitre V

Blatter 1991 : G. Blatter, J. Rhyner, V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **10** (1991) 7826.

Charalambous 1992 : M.Charalambous Thèse U.J.F, Grenoble I (1992)

Charalambous 1993 : M. Charalambous, J. Chaussy, P. Lejay, V. Vinokur, Phys. Rev. Lett. **71** (1993) 436.

Cooper 1994 : J. R. Cooper, E.J.Gray, "Phys.Prop. High Tc. Superconductors"., Vol .4 , edited by M.Ginsberg World Scientific (1994) 61.

Crabtree 1991 : G.W. Crabtree, W.K. Kwok, U. Welp, S. Fleshler, K.G. Vandervoort, Physica C **185 - 189** (1991) 2827.

Crabtree 1997 : George W. Crabtree, D. R. Nelson, Physics Today (April 1997) 38.

Dubson 1988 : M. A. Dubson, S. T. Herbert, J. J. Calabrese, D. C. Harris, B. R. Patton, J. C. Garland, Phys. Rev. Lett. **60** (1988) 1061.

England 1988 : P. England, T. Venkatesan, X. D. Wu, A. Jnam, Phys. Rev. B **38** (1988) 7125.

Fendrich 1995 : J.A.Fendrich, W.K. Kwok, J.Giapintzakis, C.J.van der Beek, V. Vinokur S.Fleshler, U. Welp, H.K.Viswanathan, G. W. Crabtree, Phys. Rev.Lett. **74** (1995) 1210.

Fleshler 1993 : S. Fleshler, W.K. Kwok, U. Welp, V. Vinokur, M. K. Smith, J. Downey, G. W. Crabtree Phys. Rev. B **47** (1993) 14 448.

Forro 1988 : L. Forro, J. Y. Henny, C. Ayache, P. Stamp, Phys. Lett. A **128** (1988) 283.

Fowler 1992 : C. M. Fowler, B. L. Freeman, W. L. Hults, J. C. King, P. M. Muller, J. L. Smith, Phys. Rev. Lett. **68** (1992) 534.

Griessen 1990 : R.Griessen, Phys. Rev. Lett. **64** (1990) 1674.

Hayashi 1994 : M. Hayashi, H. Fukuyama, J. Phys. Soc. Jpn **63** (1994) 3369.

Ito 1993 : T. Ito, K. Takanaka, S. Uchida Phys. Rev. Lett. **70** (1993) 3995.

Iye 1990 : Y. Iye, S. Nakamura, T. Tannegai, T. Terashima, K. Yamasoto, Y. Bando, Physica C **167** (1990) 278.

suivant TB1 ou TB2. Les courbes $J_c(\Phi)$ suivent le modèle d'accommodation proposé par G. Blatter. A faibles champs $B < 1\text{T}$, J_c est complètement dominé par les plans de macles. Pour maximiser le gain en tension de ligne le réseau de vortex semble se décomposer en deux sous-réseaux orthogonaux, chacun piégé par une direction de plans de macles. De plus, lorsque $B // \text{TB1}$ ou TB2 , le courant critique semble insensible au champ magnétique jusqu'à 8 T. Ceci est compatible avec l'existence d'un effet de barrière magnétique de type « Bean Livingston » qui accumule les vortex d'un côté de TB et laisse des zones dépeuplées de l'autre côté. Le courant critique semble donc dominé par le courant circulant près des surfaces intrinsèques que sont les plans de macles.

Les mesures de diffusion de neutrons présentées aussi au chapitre III n'ont pas pu confirmer l'hypothèse de la décomposition. Par contre, l'étude angulaire par diffusion de neutrons à 4 K dans une configuration où B fait un angle γ variable avec l'axe c montre clairement qu'à faibles champs les vortex s'adaptent au réseau de plans de macles pour former un réseau carré. Ce réseau devient hexagonal au-delà d'un angle limite très important (entre 40 et 60°).

Les mesures d'aimantations pour des températures entre 40 K et T_c et des champs variant entre 0 et 7 T confirment l'importance des plans de macles sur le piégeage. Les différences de comportement dans l'évolution de $\Delta M(T)$ (que nous relierons à J_c le long de l'axe c par le modèle de Bean anisotrope) selon l'angle Φ entre B et TB mettent en évidence une des causes du piégeage des vortex par les TB : la réduction des fluctuations thermiques transverses des lignes de flux.

L'effet de localisation individuelle pourrait apparaître à température T_{loc} voisine de 87 K. Pour $T > T_{loc}$ le piégeage reste globalement homogène car il est causé par l'ancrage aléatoire des vortex par des paquets de plans de macles. Pour $T < T_{loc}$ les plans de macles interviennent en tant que pièges individuels et l'ancrage devient directionnel. La ligne d'irréversibilité dans les plans ab augmente lorsque B est aligné près des TB. Nous avons évoqué la possibilité que cette augmentation traduise l'apparition d'un verre de Bose, phase dominée par le confinement des vortex près des défauts étendus.

Les mesures de résistivité sous champs pour divers angles Φ montrent l'existence de deux puits lorsque B est parallèle à TB1 ou TB2. Cette réduction de la dissipation existe

toujours à 20 T où pourtant deux vortex sur cinq sont théoriquement ancrés dans les plans de macles. L'apparition de ces puits se situe très haut dans la transition supraconductrice (à partir de 40% de la valeur de la résistivité à 96 K) et suggère une forte interaction entre les TB et le liquide de vortex. Pour l'expliquer nous nous sommes appuyés essentiellement sur un mécanisme de dissipation lié à la fluctuation de la cohérence de phase le long du champ lorsque les vortex se coupent et se reconnectent. Cette hypothèse est renforcée par l'observation d'une quasi indépendance de l'élargissement de $R(T)$ sous champ avec l'orientation de la force de Lorentz. Les courbes $R(B)$ pour $\Phi=0$ et Φ supérieur à l'angle limite ont confirmé la particularité de la température $T_{loc}=87$ K. Une légère augmentation de ce que nous avons appelé champ critique B_c (champ pour lequel $R(B)$ s'annule) a été observée pour $T<87$ K lorsque $\Phi=0$. Ceci pose la question de l'existence d'une supraconductivité hétérogène dans ces matériaux, non plus seulement locale mais à l'échelle de l'échantillon.

Il est clair que beaucoup de travail sur le sujet reste à accomplir pour comprendre les phénomènes entrevus et construire un diagramme de phase magnétique complet en fonction de l'angle Φ .

Nous présentons ici quelques suggestions :

- a) Une étude microstructurale approfondie au TEM est nécessaire pour évaluer l'épaisseur des plans de macles, paramètre clé dans nos interprétations.
- b) Des mesures fines de $V(I)$ doivent être entreprises avec l'utilisation de lois d'échelles près de T_g pour confirmer l'hypothèse de l'existence de deux types de verre dans nos échantillons.
- c) Des mesures de résistances à des champs supérieurs à 20 T sont difficiles à réaliser mais elle pourraient permettre d'observer nettement la séparation entre les courbes $B_c(T)$.

Publications issues de ce travail

"Twin planes influence on critical transport current along the c-axis in YBaCuO".

S.Sanfilippo, D.Bourgault, C.Villard, P.Gautier Picard, P.Germi, Th.Fournier, E.Beaugnon, A.Sulpice and R.Tournier. **Europhys Lett.** **39**, (1997) 657

"Influence des plans de macles sur le courant critique de transport le long de l'axe c et la ligne d'irréversibilité dans les plans ab".

S.Sanfilippo, A.Sulpice, D.Bourgault, C.Villard, P.Gautier Picard, X.Chaud, E.Beaugnon, and R.Tournier **accepté by EPJ Applied Physics (Journal de Physique III)** (1997).

" c-axis transport critical current in melt textured YBCO: Twin planes influence on the pinning of the flux lines "

S.Sanfilippo, D.Bourgault, C.Villard, P.Gautier Picard, Th Fournier, A.Sulpice and R.Tournier: **Physica C 282-287** (1997) 2313.

"Twin plane influence on the a,b plane irreversibility line anisotropy in YBCO."

A.Sulpice, **S.Sanfilippo**, X.Chaud, P.Germi and R.Tournier : **Physica C 282-287** (1997) 1951.

'Critical Current Density and Irreversibility Line anisotropy due to the twin planes In YBaCuO studied by Transport and Magnetic Measurements'

A.Sulpice, **S.Sanfilippo**, D.Bourgault, C.Villard, P.Gautier Picard, P.Germi, Th Fournier, and R.Tournier

A paraître dans les procedings de"SPA 97 : **International Workshop on Critical Currents in Superconductors for practical Applications** (6-8 march Xi'an / China)".



Résumé

Par quatre méthodes de mesures, mesures de courant critique de transport, mesures d'aimantation, mesures de résistivité, et mesures de diffusion de neutrons, un effet important des plans de macles (TB) sur les propriétés supraconductrices d'échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ texturés monodomains est mis en évidence. Les propriétés étudiées sont essentiellement celles le long de l'axe c , avec un champ B évoluant dans les plans ab et faisant un angle variable Φ avec une direction de TB.

A $T=77\text{ K}$, l'ancrage des vortex par les plans de macles se traduit pour $B \geq 1\text{ T}$ par des pics de densité de courant critique selon c (J_c) lorsque Φ est inférieur à un angle critique $\Phi_t \sim 8-10^\circ$. Pour $B < 1\text{ T}$, J_c est isotrope car l'ancrage est complètement dominé par les plans de macles. L'angle d'accommodation devient maximal ($\Phi_t \sim 45^\circ$). Ceci est compatible avec un réseau de vortex qui se décompose en deux sous réseaux, chacun piégé par une direction de plans de macles. De plus lorsque $B // \text{TB}$, le courant critique suivant c est insensible à l'intensité du champ magnétique jusqu'à 8 T . Les plans de macles pourraient induire une supraconductivité hétérogène : à forts champs, le courant critique serait dominé par le courant circulant près des TB. La supraconductivité et les propriétés de piégeage apparaissent hétérogènes dans nos échantillons dès que $T < T_{\text{loc}} = 87\text{ K}$ et $B > 3\text{ T}$.

Près de T_c , les plans de macles localisent les vortex dans l'état liquide. Les courbes $R(\Phi)$ et $R(B)$ indiquent une réduction de résistivité importante lorsque $\Phi < \Phi_t$. Cet effet se manifeste jusqu'à des champs de 20 T . La localisation augmente la cohérence de phase dans la direction de B et minimise le dépiégeage thermique. Lorsque le piégeage est dominé par les défauts étendus, le liquide pourrait geler en un verre appelé « verre de Bose ». Ceci se traduit en aimantation par une augmentation de la ligne d'irréversibilité lorsque $\Phi < \Phi_t$ et $T < T_{\text{loc}}$.

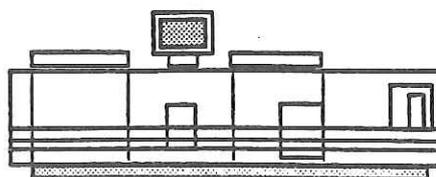
Les mesures de diffusion de neutrons à 4 K confirment que pour $B < 1\text{ T}$, les vortex s'adaptent au réseau de plans de macles et forment un réseau carré lorsque B est suivant l'axe c . Il devient hexagonal pour un angle de désorientation élevé, autour de 50° .

Les preuves que nous apportons de l'influence des plans de macles sur les propriétés supraconductrices d' YBaCuO indiquent que la maîtrise de ces défauts au cours de la synthèse, pourrait être très importante en vue de certaines applications futures.

Mots clés :	Supraconductivité	courant critique	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$
	plans de macles	ligne d'irréversibilité	aimantation
	vortex	résistivité	piégeage



Grenoble, octobre 1997



Imprimé sur "Xerox 5090".
au Service Reprographie du CNRS de Grenoble.

