

TRAVAUX AVANCÉS DE PHYSIQUE

SUPRACONDUCTEURS À HAUTE TEMPÉRATURE CRITIQUE

- BUTS:**
- Utiliser un cryostat optique à l'azote liquide;
 - Mesurer la susceptibilité et la résistivité des supraconducteurs $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

1. INTRODUCTION

Les supraconducteurs à haute température critique ont été découverts en 1986. Il y a une foule d'articles qui passent en revue ces nouveaux matériaux depuis leur apparition jusqu'à aujourd'hui. Veuillez consulter les références (1) et (2) pour préparer votre laboratoire.

2. THÉORIE

La supraconductivité est caractérisée par une absence totale de résistance électrique ainsi que de diamagnétisme parfait (écranage parfait du champ électromagnétique). Ces propriétés sont le résultat du passage du système électronique de la phase *normale* caractérisée par la présence d'excitations singulières d'électrons au-dessus du niveau de Fermi (régime métallique) à une phase où les électrons forment un état électronique collectif cohérent pouvant être représenté par une fonction d'onde quantique macroscopique. Dans un modèle conventionnel de la supraconductivité (dite BCS), la présence d'une attraction effective non-négligeable causée par le réseau cristallin provoque, à l'approche de la température critique T_c , une instabilité de la phase normale : les électrons, des fermions dans la phase normale, forment des paires. Ces paires sont des bosons répondant à une statistique de Bose-Einstein, condensant toutes à la même énergie, et ne pouvant être brisées que si une énergie (gap) suffisante est fournie. Cette énergie est directement reliée à T_c .

Dans ce qui suit, nous présentons une description des principes des méthodes expérimentales qui nous permettront de caractériser cette phase électronique exotique des électrons à basse température. Nous discuterons de la susceptibilité magnétique ainsi que des mesures de transport. La théorie relative à la susceptibilité est issue de la référence (3).

2.1 Susceptibilité magnétique

La susceptibilité est la mesure de la réponse linéaire magnétique d'un matériau à un champ magnétique et est définie par :

$$\chi \equiv M/H \quad (1)$$

M est l'aimantation et H est le champ magnétique appliqué continu. Pour la susceptibilité AC, un champ alternatif H_{ac} est appliqué et on mesure la réponse de l'échantillon par une bobine de détection. On a donc :

$$\chi = \frac{dM}{dH_{ac}} \quad (2)$$

La susceptibilité AC permet d'étudier la dynamique du système. On peut en effet mesurer l'effet de la fréquence de la susceptibilité complexe, ce qui nous donne de l'information sur les processus de relaxation dans le supraconducteur.

Principe de mesure :

Utilisons un champ alternatif de la forme $H_a = H_{a0} \cos \omega t$

En réponse à ce champ, la densité de flux B dans l'échantillon subira un déphasage. Pour des champs faibles, B et M ne pourront être exprimés comme une fonction sinusoïdale. La moyenne locale de B , notée $\langle B \rangle$, pourra être décrite par la série de Fourier :

$$\langle B \rangle = \mu_0 H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} [\mu'_n \cos(\omega t) + \mu''_n \sin(\omega t)] \quad (3)$$

μ'_n et μ''_n sont les parties réelle et imaginaire de la perméabilité complexe μ_n . En multipliant de chaque côté par $\cos(\omega t)$ et en intégrant sur le temps de 0 à $2\pi/\omega$ (une période) on obtient :

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos \omega t \, dt = \mu_0 H_{a0} (\pi/\omega) \mu'_1 \quad (4)$$

De même, on multiplie chaque côté de (3) par $\sin(\omega t)$ on obtient :

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin \omega t \, dt = \mu_0 H_{a0} (\pi/\omega) \mu''_1 \quad (5)$$

La perméabilité relative complexe est reliée à la susceptibilité magnétique complexe par la relation :

$$\mu = 1 + \chi \quad (6)$$

On peut donc séparer les parties réelles et imaginaires :

$$\chi'_1 = \mu'_1 - 1 \quad (7)$$

$$\chi''_1 = \mu''_1 \quad (8)$$

En utilisant les équations (3)-(8) on définit les parties réelle et imaginaire de la susceptibilité magnétique en termes de l'induction locale moyenne $\langle B \rangle$:

$$\chi'_1 = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos(\omega t) dt \right) \quad (9)$$

$$\chi''_1 = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin(\omega t) dt \right) \quad (10)$$

On peut voir que χ'_1 nous donne une expression pour la quantité de flux qui pénètre l'échantillon. Dans le cas d'une expulsion complète du champ (effet Meissner), l'équation (9) donne $\chi'_1 = -1$ et pour une pénétration complète du flux, $\chi'_1 = 0$. Dans l'état supraconducteur, $\chi''_1 = 0$ et dans l'état mixte χ''_1 est faible (<1) et reflète les pertes ac.

Le principe de mesure de la susceptibilité ac est de soumettre l'échantillon à un faible champ oscillant à l'aide d'une première bobine. La variation de flux au travers l'échantillon est ensuite mesurée à l'aide d'une seconde bobine enroulée autour de ce dernier. Ce voltage est proportionnel à la dérivée temporelle de l'aimantation, comme nous allons le démontrer.

Supposons que l'on dispose d'un long échantillon de forme cylindrique dans lequel la distribution de flux est uniforme comme dans un solénoïde de même dimension, ce qui permet de voir l'échantillon comme la bobine de détection. Le flux magnétique total vu par la bobine de détection peut être calculé en utilisant $\mathbf{B}$, la densité de flux, ou à l'aide du potentiel vecteur $\mathbf{A}$:

$$\Phi = \iint \mathbf{B} \cdot d\mathbf{a} = \int \mathbf{A} \cdot d\mathbf{s} \quad (11)$$

Ici da est l'incrément de surface et ds est l'incrément de contour de la bobine de détection, l'intégrale couvre donc toute la bobine. Supposons un simple tour pour la bobine de détection. L'inductance mutuelle par tour de la bobine primaire est :

$$L' = L_{tour} / N = \Phi / NI = (1 / NI) \int \mathbf{A} \cdot d\mathbf{s} \quad (12)$$

L_{tour} est l'inductance mutuelle entre la bobine primaire et la bobine de détection et I est le courant circulant dans la bobine primaire. La *fem* dans la bobine de détection est donc:

$$v = -d\Phi/dt = -L_{tour} dI/dt \quad (13)$$

Mais l'aimantation est $M = NI/l$ où l est la longueur de la bobine primaire. Alors,

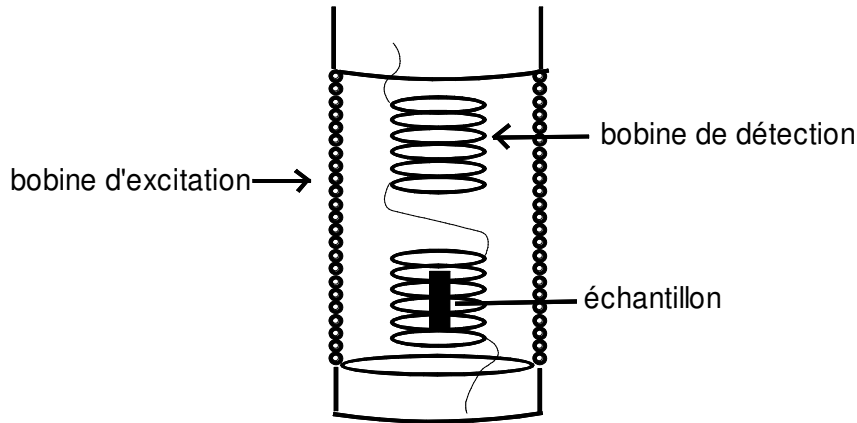
$$v = -L'l dM/dt \quad (14)$$

Si on s'intéresse seulement à la fréquence fondamentale, $\chi = \chi_1$, seulement, et comme $M = \chi H$ avec le champ appliqué $H = H_0 \cos 2\pi f t$, on obtient :

$$\chi = v_{rms} / (2\pi L'l f H_{rms}) \quad (15)$$

Généralement, on ne calcule pas L_{sp} mais on détermine expérimentalement une constante de calibration α qui reflète la géométrie du susceptomètre.

Dans notre montage, le susceptomètre utilisé est composé de trois bobines. La première est la bobine d'excitation dans laquelle sont insérées les deux autres. L'ensemble de détection est en fait composé de deux bobines dont les enroulements sont dans des directions opposées. Sans la présence de l'échantillon, ce type d'enroulement permet d'obtenir un signal nul à la détection car les deux enroulements inversés donnent une induction quasi nulle. Lorsqu'on insère un échantillon dans l'une des bobines de détection, on modifie son inductance et le signal de sortie reflète cette perturbation.



La tension récoltée dans la bobine de détection est :

$$v(t) = -\partial\Phi/\partial t \quad (MKS) \quad (16)$$

En utilisant $M(t)$, l'induction magnétique à l'intérieur du volume V de l'échantillon, Le flux magnétique au travers N tours de fils opposés de rayon a est :

$$\Phi = \mu_0 \pi a^2 N M(t) \quad (17)$$

ou encore : $\Phi = \mu_0 \pi a^2 N [(M + H_a) - H_a]$. Le voltage mesuré est donc :

$$v(t) = -\mu_0 \pi a^2 N dM(t)/dt \quad (18)$$

Pour la susceptibilité complexe (χ'_n et χ''_n), on peut faire une expansion de Fourier de $M(t)$:

$$M(t) = \sum_{n=1}^{\infty} H_{a0} (\chi'_n \cos n\omega t + \chi''_n \sin n\omega t) \quad (19)$$

Les deux équations précédentes permettent d'écrire :

$$v(t) = \mu_0 \pi a^2 \omega N H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} n (\chi'_n \sin n\omega t - \chi''_n \cos n\omega t) \quad (20)$$

Posons $\mu_0 \pi a^2 \omega N H_{a0} = v_0$, on peut alors écrire :

$$v(t) = v_0 \sum_{n=1}^{\infty} n (\chi'_n \sin n\omega t - \chi''_n \cos n\omega t) \quad (21)$$

L'amplificateur synchrone (Lock-In) peut alors mesurer la composante à la fréquence fondamentale (de référence) v_I :

$$v_I = v_0 (\chi'_1 \sin \omega t - \chi''_1 \cos \omega t) \quad (22)$$

Cette analyse prédit que les harmoniques supérieures de χ' et de χ'' résultent de l'hystérésis du flux entrant et sortant de l'échantillon. Dans le reste du texte, on parlera maintenant uniquement de χ comme étant la susceptibilité fondamentale (dans le contexte de ce TP, nous ne nous intéresserons uniquement qu'à la réponse linéaire).

Pour bien comprendre la partie réelle et la partie imaginaire de la susceptibilité, regardons ce qui se passe en présence de pertes dans l'échantillon. Si des mécanismes où l'on peut perdre de l'énergie dans l'échantillon existent, il y aura nécessairement un déphasage entre le voltage au secondaire lorsque l'échantillon est présent ou non. Ce signal déphasé peut être décomposé en deux signaux : un en phase avec le voltage obtenu sans l'échantillon et l'autre en quadrature. Un parallèle peut être fait en fait entre cette réponse et l'oscillateur harmonique amorti avec entraînement (ou bien la réponse RMN).

Le champ servant à créer l'aimantation H est mesuré en Oersted : dans le vide il est égale à la densité de flux B qui elle est en Gauss, i.e. $1 \text{ Oe} = 1 \text{ G}$ dans le vide. Les unités de l'aimantation m

sont en $G\text{ cm}^3$ (aussi appelée emu). La susceptibilité volumique $\chi = dM/dH$ a des unités de G/Oe et est sans dimension. Dans ces unités, $\chi = -1/4\pi$ dans le cas du diamagnétisme parfait où la densité de flux B est zéro partout dans l'échantillon. Dans le système métrique où B et H sont tous deux exprimés en A/m , on a plutôt $\chi = -1$.

2.2 Résistivité et courant critique

Dans la phase normale d'un supraconducteur, la résistivité, $\rho(T)$, est habituellement typique d'un métal : $\rho(T)$ décroît lorsque la température T décroît. La relation entre ρ et T dépend en fait de plusieurs facteurs, mais en général pour un métal, elle est essentiellement reliée à la dépendance en température du libre parcours moyen des électrons libres. Pour les supraconducteurs à haute température critique, la situation est beaucoup plus complexe, même si $\rho(T)$ décroît avec T . Dans cette expérience, nous nous concentrerons à mettre en évidence la transition supraconductrice à basse température en résistivité et vérifier sa coïncidence avec la température critique mesurée par susceptibilité AC. De plus, nous montrerons que la supraconductivité bien au-dessous de T_c résiste à de fortes densités de courant sans montrer de dissipation, jusqu'à une limite appelée la densité de courant critique.

Principe de la mesure

Avec le superviseur, vous discuterez de la technique de mesure de résistivité (et de courant critique qui est la même). En particulier, il sera important de comprendre pourquoi il est nécessaire de faire une mesure dite "à quatre pointes".

Essentiellement, la mesure de résistivité consiste à forcer une densité de courant constante et uniforme à circuler dans le matériau. À l'aide de deux contacts électriques apposés sur la surface du matériau, il est alors possible de mesurer le champ électrique induit par cette densité de courant. En fait, durant l'expérience, nous appliquerons un courant I et nous mesurerons une différence de potentielle V nous donnant directement la résistance de l'échantillon mesuré :

$$R = \frac{V}{I} \quad (23)$$

La résistivité de l'échantillon pourra être évaluée en connaissant ses dimensions:

$$\rho = \frac{R w t}{L} \quad (24)$$

où w est la largeur, t est l'épaisseur et L est la longueur de l'échantillon. Dans cette expérience, nous mesurerons donc la résistance en fonction de la température de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sous forme de couche mince déposée sur un substrat de SrTiO_3 . L'échantillon est un pont défini par photolithographie. Ses dimensions vous seront données par le superviseur de l'expérience. Typiquement, elles seront de l'ordre de 30 microns de largeur, 1000 Å d'épaisseur. La distance

entre les contacts de voltage est 2 mm. La résistance pourra par la suite être transformée en résistivité à l'aide de l'équation (24).

NOTE : Janvier 2007

Voici les dimensions pour l'instant :

largeur = $27.5 \pm 0.1 \mu\text{m}$

longueur = $27.5 \pm 0.1 \mu\text{m}$

épaisseur = $24.5 \pm 0.5 \text{ nm}$

Pour la mesure de courant critique, nous utiliserons exactement le même circuit. La mesure de courant critique consiste à augmenter graduellement le courant passant dans le supraconducteur maintenu à une température inférieure à T_c , et de mesurer la différence de potentielle induite. Dans l'état supraconducteur, la tension devrait être nulle. Cependant, un courant seuil pourra être évalué pour lequel les pertes ne seront plus nulles: c'est le courant critique. L'objectif de cette partie de l'expérience sera de suivre la dépendance en température de ce courant critique en le mesurant pour quelques températures fixes sous T_c .

3. PARTIE EXPÉRIMENTALE

Pour la mesure de la susceptibilité, nous nous intéresserons à la forme de la courbe car mesurer sa valeur absolue n'est pas chose facile à obtenir. L'échantillon est une couche mince qui provient du laboratoire de dépôt de couches minces au département de physique (supervisé par Patrick Fournier). À cause de ses dimensions, la couche n'est pas insérée dans la bobine comme dans le schéma mais elle est située juste en dessous.

- Commencez par lire le manuel d'utilisation du cryostat et de son système de pompage.
- Faire une inspection détaillée du montage expérimental en récoltant les informations pertinentes pour l'analyse des données. L'épaisseur des couches minces utilisées pour les mesures vous sera donnée par le superviseur.
- Sous la supervision du responsable, commencez le pompage du vide d'isolation du cryostat.

Susceptibilité

- Mesurez la résistance de la bobine d'excitation et celle de la bobine de détection à la température de la pièce.
- Appliquez une tension de 5 volts à 1 kHz à la résistance de 800Ω qui est en série avec la bobine d'excitation et mesurez également le courant qui y circule.
- Effectuez le transfert d'azote dans le cryostat en respectant la procédure décrite dans le cahier d'utilisation.

- Utilisez la sortie du générateur de fonction (mode sinus) comme signal de référence pour l'amplificateur synchrone (Lock-in).
- Branchez maintenant la bobine de détection (2 coax.) aux entrées *A* et *B* de l'amplificateur synchrone et mettez celui-ci en mode *A-B*.
- La partie difficile est de trouver la phase entre les deux signaux qui produira les résultats escomptés. Normalement, elle se trouve aux environs de -106° .
- Effectuez des balayages de 80K à 100K en modifiant la phase de quelques degrés.
- Une fois la bonne phase trouvée, prenez un spectre avec des sauts de 0.5K et 0.25K dans la région où les variations des signaux sont rapides.
- Reprenez une mesure avec un courant 5 fois plus petit et une autre en utilisant une fréquence de 10kHz.
- Discutez de la forme des courbes obtenues pour les parties réelles et imaginaires de la susceptibilité. Comparez avec ce que l'on retrouve dans la littérature.
- Pouvez-vous émettre des hypothèses quant à l'origine du signal de base (background) dans les données ?

Courant critique

Note : l'ordre des mesures de résistivité et de courant critique en fonction de la température pourrait dépendre de la progression des étudiants.

- Avec le système encore à froid (en dessous de T_c), effectuez des balayages de courant tout en mesurant le voltage induit à l'échantillon.
- Faites ces mesures à différentes températures en s'approchant de T_c (intervalles de 1 ou 2K). Nous vous suggérons d'effectuer au moins une mesure au-dessus de T_c . Notez la différence entre les courbes IV au-dessus et en dessous de T_c .
- Extraire le courant critique en fonction de la température. Qu'en concluez-vous ?
- Si le temps le permet, faire une courbe IV à une température fixe en approchant une source puissante de champ magnétique (par exemple un aimant utilisé pour la démo du train à lévitation magnétique). Décrire l'effet du champ magnétique ambiant. Pouvez-vous expliquer les changements en présence d'un champ magnétique ?

Résistivité

Finalement, il restera à terminer par une expérience plus longue où on mesurera sur une large plage de température la résistance du pont en fonction de la température.

- Quelle est la dépendance en température de la résistivité au-dessus de T_c ? Est-ce le résultat attendu pour un métal dominé par la diffusion (les collisions) électron-électron ?
- Pour rendre compte du comportement inhabituel du transport dans l'état normal, mentionnez les résultats d'effet Hall obtenus avec des échantillons similaires (vous pouvez trouver ces informations dans la littérature : consultez le responsable de l'expérience pour cheminer sur ce sujet).

Références :

- (1) <http://superconductors.org/>
- (2) Journal of American Ceramic Society, 83 [1] 5-28 (2000).
- (3) Superconductivity : A guide to alternating current susceptibility measurements and alternating susceptometer design. M. Nikolo. American Journal of Physics, 63 [1], Jan. 1985.

Barème d'évaluation :

Introduction et Conclusion	0.5
Théorie:	2.5
Montage et fonctionnement	1.0
Résultats et calculs:	2.0
Analyse ou discussion	3.0
Présentation générale et qualité du français	1.0
Total	10

© Guy Bernier, coordonnateur des travaux pratiques
Département de Physique, U. de Sherbrooke

Modifié le : 17 janvier, 2007 par P.F.