



**HAL**  
open science

# Imagerie magnétique par micro-SQUID à basse température

Cécile Veauvy

► **To cite this version:**

Cécile Veauvy. Imagerie magnétique par micro-SQUID à basse température. Supraconductivité [cond-mat.supr-con]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2002. Français. NNT: . tel-00004193

**HAL Id: tel-00004193**

**<https://theses.hal.science/tel-00004193>**

Submitted on 21 Jan 2004

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE JOSEPH FOURIER – GRENOBLE 1  
SCIENCES ET GEOGRAPHIE

## THESE

pour obtenir le grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER  
en physique

Présentée et soutenue publiquement le 15 janvier 2002 par :

Cécile VEAUUVY

# Imagerie magnétique par micro-SQUID à basse température

Composition du jury: D. Mailly, Président  
C. van Haesendonck, Rapporteur  
C. Fréty, Rapporteur  
P. Martinoli  
T. Klein  
K. Hasselbach

Thèse préparée au sein du  
**Centre de Recherches sur les Très Basses Températures,**  
Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier  
CRTBT-CNRS, 25 av. des Martyrs, BP 166, 38042 Grenoble Cedex 9  
<http://www-crtbt.polycnrs-gre.fr>

# Table des Matières

<b>Chapitre</b>	<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1</b>	<b>Introduction sur les vortex et sur l'imagerie magnétique</b>	<b>3</b>
1.1	Structures de flux magnétique dans les supraconducteurs . . . . .	3
1.1.1	Supraconducteurs de type II . . . . .	6
1.1.2	Vortex dans les supraconducteurs minces de type I . . . . .	7
1.1.3	Dynamique des vortex . . . . .	8
1.1.4	Interaction entre un vortex et un trou . . . . .	9
1.1.5	Enjeu du piégeage des vortex et études expérimentales . . . . .	11
1.2	Sondes locales magnétiques . . . . .	14
1.2.1	Imagerie de vortex par microscopie électronique . . . . .	15
1.2.1.1	Microscopie de Lorentz . . . . .	16
1.2.1.2	Holographie électronique . . . . .	17
1.2.2	Microscopie à force magnétique . . . . .	18
1.2.3	Technique de décoration Bitter . . . . .	19
1.2.4	Microscopie à sonde de Hall (SHPM) . . . . .	21
1.2.5	Imagerie magnéto-optique . . . . .	23
1.2.6	Microscopie à SQUID . . . . .	24
1.3	Choix du micro-SQUID . . . . .	26
<b>Chapitre 2</b>	<b>Les sondes</b>	<b>29</b>
2.1	Le micro-SQUID . . . . .	29
2.1.1	Principe du SQUID . . . . .	29

2.1.1.1	Effet Josephson dans les micro-ponts . . . . .	30
2.1.1.2	Le SQUID-dc . . . . .	30
2.1.2	Sensibilité de la mesure du micro-SQUID . . . . .	35
2.1.3	Choix de la géométrie et fabrication des micro-SQUID . . . . .	37
2.1.3.1	Géométrie des micro-SQUID . . . . .	37
2.1.3.2	Fabrication des micro-SQUID . . . . .	37
2.1.4	Couplage magnétique entre un vortex et le micro-SQUID . . . . .	38
2.1.5	Force d'interaction entre le SQUID et le vortex . . . . .	40
<b>2.2</b>	<b>Microscopie à micro-SQUID . . . . .</b>	<b>42</b>
2.2.1	Choix de la sonde topographique . . . . .	42
2.2.2	Profil des pointes micro-SQUID . . . . .	43
2.2.2.1	Découpe simple de la pointe . . . . .	44
2.2.2.2	Gravure ionique de la pointe . . . . .	45
2.2.3	Le diapason . . . . .	46
2.2.3.1	Description du diapason et du montage de la tête sonde . . . . .	46
2.2.3.2	Modèle théorique: l'oscillateur harmonique . . . . .	49
2.2.3.3	Sensibilité du capteur de force et bruit intrinsèque . . . . .	51
2.2.3.4	Puissance dissipée par le diapason . . . . .	52
2.2.3.5	Excitation du diapason . . . . .	52
2.2.3.6	Diapason: contrôle de la distance SQUID-échantillon . . . . .	54
2.2.4	Electronique d'asservissement du diapason . . . . .	57
2.2.4.1	Limitations des méthodes conventionnelles d'asservissement . . . . .	57
2.2.4.2	Présentation générale de la boucle . . . . .	59
2.2.4.3	Boîtier de régulation . . . . .	60
2.2.4.4	Vitesse de régulation . . . . .	63
<b>2.3</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>64</b>
<b>Chapitre 3 Dispositif Expérimental</b>		<b>67</b>

<b>3.1</b>	<b>Le Sionludi</b>	67
<b>3.2</b>	<b>Dispositif expérimental</b>	70
3.2.1	Description du microscope	70
3.2.2	Thermalisation des amenées de tension	71
<b>3.3</b>	<b>Système de déplacement</b>	72
3.3.1	Le moteur pas-à-pas	72
3.3.1.1	Géométrie et principe de fonctionnement	72
3.3.1.2	Mesure du déplacement	74
3.3.1.3	Efficacité du chariot	75
3.3.2	Le scanner large champ	79
<b>3.4</b>	<b>Présentation du dispositif électronique</b>	82
<b>3.5</b>	<b>Informatique de contrôle</b>	83
3.5.1	Interface avec l'ordinateur	83
3.5.2	Logiciel	83
<b>3.6</b>	<b>Thermalisation</b>	84
<b>3.7</b>	<b>Conclusion et perspectives</b>	84
<b>Chapitre 4 Imagerie à micro-SQUID</b>		<b>87</b>
<b>4.1</b>	<b>Techniques d'imagerie</b>	88
4.1.1	Déformation des piézo-électriques	88
4.1.2	Décalage entre l'image topographique et l'image magnétique	89
4.1.3	Vitesse de balayage	90
4.1.4	Endommagement des surfaces et de la pointe en silicium	90
4.1.5	Interprétation des images	92
<b>4.2</b>	<b>Sensibilité de l'imagerie</b>	93
4.2.1	Topographie	93
4.2.2	Imagerie magnétique	94
<b>4.3</b>	<b>Imagerie quantitative</b>	96

4.3.1	Profil d'un vortex . . . . .	96
4.3.1.1	Méthode de régression . . . . .	96
4.3.1.2	Détermination de la longueur de pénétration . . . . .	97
4.3.2	Distribution des courants électriques . . . . .	99
4.3.2.1	Modèle et traitement de l'image . . . . .	99
4.3.3	Distribution de courant d'un vortex . . . . .	102
<b>4.4</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>102</b>
<b>Chapitre 5 Observation et piégeage de vortex dans un film supraconducteur perforé</b>		<b>105</b>
<b>5.1</b>	<b>Préparation de l'échantillon . . . . .</b>	<b>105</b>
<b>5.2</b>	<b>Conditions expérimentales de l'imagerie à micro-SQUID . . . . .</b>	<b>107</b>
<b>5.3</b>	<b>Caractérisation de l'échantillon . . . . .</b>	<b>109</b>
5.3.1	Magnétométrie à micro-SQUID . . . . .	109
5.3.2	Mesure de transport . . . . .	110
<b>5.4</b>	<b>Piégeage des vortex dans le film d'Al perforé . . . . .</b>	<b>110</b>
5.4.1	Etalonnage du champ magnétique . . . . .	111
5.4.2	Ecrantage magnétique sur les bords de l'échantillon . . . . .	112
5.4.3	Nombre de vortex dans les trous . . . . .	115
5.4.4	Influence de la taille des trous sur le piégeage des vortex . . . . .	116
5.4.5	Dépiégeage de vortex avec la température . . . . .	118
5.4.6	Relaxation du réseau de vortex . . . . .	122
<b>5.5</b>	<b>Conclusion et perspectives . . . . .</b>	<b>123</b>

# Introduction

DEPUIS une dizaine d'années, la microscopie magnétique a connu un essor considérable. Cet essor a été rendu possible grâce au développement de nombreuses techniques qui permettent l'observation de structures magnétiques en surface de l'échantillon. On peut citer notamment la décoration Bitter, la microscopie à sonde de Hall, la microscopie à force magnétique, l'effet Kerr magnéto-optique, la microscopie électronique à transmission, la microscopie à SQUID et la microscopie à effet tunnel. Contrairement aux mesures plus classiques de transport, d'aimantation ou de chaleur spécifique, toutes ces techniques donnent directement accès à une vision microscopique des propriétés de la matière. Elles ne sont cependant pas entièrement équivalentes entre elles. En particulier, elles n'offrent pas la même sensibilité magnétique, la même résolution spatiale et la même résolution temporelle. Ces différentes techniques ont déjà trouvé de nombreuses applications notamment dans l'étude de structures ferromagnétiques ou encore dans celle de l'aimantation de nano-particules magnétiques. Elles devraient également apporter une compréhension microscopique des champs magnétiques dans les supraconducteurs, essentielle pour une compréhension totale de cet état de la matière.

En partie grâce à la découverte des supraconducteurs à haute température critique, la supraconductivité demeure un des sujets majeurs de la matière condensée non seulement par son intérêt académique mais aussi par son enjeu technologique. La pénétration du champ magnétique dans un supraconducteur se réalise sous forme de tubes de flux magnétiques (appelés vortex) contenant chacun un quantum de flux  $\Phi_0 (= \frac{h}{2e})$ , le reste du supraconducteur excluant le champ magnétique. Le matériau supraconducteur, les défauts de structures, la température et le champ magnétique appliqué sont les principaux facteurs qui affectent le comportement de ces vortex et qui donnent lieu à une grande variété de phases statiques et dynamiques. Le mouvement des vortex est un domaine de recherche très actif du fait de la richesse des phénomènes physiques qu'il soulève. De plus, la dynamique de ces lignes de flux est un facteur essentiel dans la limitation du passage d'un courant électrique dans le supraconducteur. La compréhension du mouvement des vortex et des interactions de piégeage devrait permettre d'améliorer les performances des supraconducteurs technologiques.

D'autre part, les récents progrès dans les techniques de micro-fabrication ont permis de réaliser de façon totalement contrôlée et artificielle, des réseaux de centres de piégeage dans une couche supraconductrice. La taille des centres d'ancrage et leur séparation sont comparables aux longueurs caractéristiques de l'état supraconducteur du matériau. La confection de tels échantillons a ouvert la possibilité d'étudier les interactions entre le réseau de vortex et le réseau périodique de centres de piégeage dans la couche supraconductrice.

C'est dans le cadre d'une étude sur la dynamique des vortex dans un réseau supraconducteur, que nous avons eu la volonté de construire un microscope à micro-SQUID réalisant une imagerie de grande sensibilité magnétique et de bonne résolution spatiale. Le premier chapitre de cette thèse est une introduction à la physique liée aux vortex dans les supraconducteurs. Nous présentons

également les différentes techniques d'imagerie magnétique capables d'observer directement ces vortex, en mettant en avant leurs forces et leurs faiblesses. Finalement nous concluerons sur le choix que nous avons fait, du micro-SQUID comme sonde magnétique.

La mise au point du microscope à micro-SQUID fonctionnant dans un réfrigérateur à dilution et recueillant simultanément une information magnétique et topographique, a constitué l'essentiel de ce travail de thèse. La sensibilité magnétique et la résolution spatiale du microscope sont déterminées par le micro-SQUID, l'échantillon et la distance entre eux. Cette distance doit être aussi faible que possible afin d'optimiser le couplage entre le micro-SQUID et l'échantillon. Par conséquent, le contrôle de la distance devient un aspect important du microscope et doit être compatible avec un environnement cryogénique. Cette grande proximité entre le micro-SQUID et l'échantillon est assurée par l'utilisation d'un diapason qui agit comme un capteur de force. Cette sonde, couramment utilisée dans le cadre de la microscopie optique en champ proche, permet également de connaître la topographie de l'échantillon. Une description détaillée sur le micro-SQUID et sur l'association originale "micro-SQUID/diapason" est donnée dans le deuxième chapitre de cette thèse. Dans cette même partie, nous présentons également le dispositif électronique d'asservissement du diapason que nous avons conçu et réalisé. Le réfrigérateur à dilution utilisé, l'ensemble du microscope comprenant les systèmes de déplacements piézo-électriques et l'électronique associée, la thermométrie et la thermalisation sont décrits dans le troisième chapitre. Le microscope actuel fonctionne à une température de  $400 \text{ mK}$  et nous permet d'obtenir une sensibilité magnétique de  $10^{-3} \Phi_0/\sqrt{Hz}$  et une résolution spatiale inférieure à  $2 \mu\text{m}$ . Les améliorations sont toujours d'actualité afin d'augmenter la sensibilité et de stabiliser le microscope. Les performances et les limitations du microscope présentées dans le quatrième chapitre devraient être améliorées dans un futur proche.

Ceci étant acquis, nous avons effectué des images magnétiques à très basse température sur un film d'aluminium contenant un réseau régulier de centres de piégeage (des trous) afin d'observer la dynamique des vortex. Dans le cinquième chapitre, nous présenterons le rôle de la taille des centres d'ancrage sur le piégeage des vortex. Nous montrerons également comment les vortex se dépiègent quand la température s'approche de sa valeur critique pour laquelle l'Al transite vers l'état normal. Finalement, nous concluerons sur l'observation de phénomène de relaxation du réseau de vortex et montrerons pour la première fois une image qui peut s'interpréter comme une évidence de la supraconductivité de surface.

## Chapitre 1

# Introduction sur les vortex et sur l'imagerie magnétique

DEPUIS la découverte des supraconducteurs et notamment l'avènement des supraconducteurs à haute température critique, ces matériaux sont toujours considérés par la communauté scientifique comme un sujet majeur de la physique de la matière condensée. Les riches phénomènes magnétiques observés dans les supraconducteurs ont conduit à de nombreuses études sur l'état mixte des supraconducteurs de type II. En plus de l'intérêt académique évident que ce problème soulève, la maîtrise des propriétés des supraconducteurs dans l'état mixte est le principal enjeu pour l'application des supraconducteurs. En effet, la dynamique des vortex en présence d'un courant électrique induit une chute de tension et l'apparition d'une résistance électrique. Par conséquent, l'intérêt d'un supraconducteur vient de la possibilité de contrôler le piégeage de vortex à une position fixée à l'intérieur de l'échantillon.

Les diverses expériences mettant en œuvre des mesures d'aimantation, de transport et de chaleur spécifique sur des échantillons massifs ou des films minces ont apporté de nombreuses informations sur les propriétés magnétiques des supraconducteurs. Cependant, il est difficile d'interpréter ces données sans avoir une image microscopique des structures du flux et de leur dynamique. C'est pourquoi depuis quelques années, différents types de microscopie magnétique ont été développées avec une très grande résolution magnétique et spatiale permettant d'observer un vortex unique ou un ensemble de vortex.

La première partie de ce chapitre est une brève introduction sur les vortex et sur l'état mixte en général dans les supraconducteurs de type II. Nous ne présentons ici que les points principaux, une description plus détaillée sur le sujet est fournie dans [1], [2], [3]. La seconde partie est une présentation des différentes sondes magnétiques utilisées jusqu'à présent pour l'étude des vortex. Finalement, nous conclurons en expliquant pourquoi nous avons fait le choix du micro-SQUID comme sonde magnétique.

### 1.1 Structures de flux magnétique dans les supraconducteurs

Il a été observé expérimentalement qu'en dessous d'une température  $T_c$ , certains matériaux transitent d'un état normal vers un état appelé supraconducteur. Cette transition est une transition de phase du second ordre sans champ magnétique et du premier ordre sous champ magnétique. Le paramètre d'ordre est la fonction d'onde des électrons supraconducteurs,  $\psi(\vec{r})$ . Il est nul

pour  $T > T_c$  et augmente quand  $T$  diminue ( $T < T_c$ ). La quantité  $|\psi|^2$  est considérée comme la densité d'électrons supraconducteurs au point  $\vec{r}$ .

Deux longueurs caractéristiques déterminent la plupart des propriétés des supraconducteurs. La première est la longueur de cohérence  $\xi$  et représente la distance sur laquelle le paramètre d'ordre décrivant l'état supraconducteur, varie (comme par exemple à la jonction avec une région non supraconductrice). Tous les supraconducteurs peuvent expulser le flux magnétique à suffisamment bas champ sauf dans une très fine région proche de la surface où des courants d'écrantage circulent. La longueur de pénétration  $\lambda$  est une mesure de l'épaisseur de cette couche en surface dans laquelle le champ magnétique pénètre.

Selon la théorie développée par Ginzburg et Landau, la dépendance en température  $T$  de ces longueurs caractéristiques est donnée par les expressions suivantes [2]:

- dans le cas d'un supraconducteur dans la limite propre:

$$\begin{aligned}\lambda(T) &= \frac{1}{\sqrt{2}}\lambda_L(0)\sqrt{\frac{1}{1-T/T_c}} \\ \xi(T) &= 0.74\xi_0\sqrt{\frac{1}{1-T/T_c}}\end{aligned}\tag{1.1}$$

- dans le cas d'un supraconducteur dans la limite sale:

$$\begin{aligned}\lambda(T) &= 0.615\lambda_L(0)\sqrt{\frac{\xi_0}{l}}\sqrt{\frac{1}{1-T/T_c}} \\ \xi(T) &= 0.85\sqrt{\xi_0 l}\sqrt{\frac{1}{1-T/T_c}}\end{aligned}\tag{1.2}$$

où  $\lambda_L(0)$  est la longueur de pénétration de London à température nulle,  $\xi_0$  la longueur de cohérence du supraconducteur pur et  $l$  le libre parcours moyen.  $\lambda_L(0)$  est donnée par  $\lambda_L(0) = \frac{m}{2e^2\mu_0 n_s(0)}$  ( $m$ ,  $e$  sont la charge de l'électron,  $\mu_0$  la perméabilité du vide et  $n_s(0)$  le densité des paires de Cooper à température nulle) et  $\xi_0$  par  $\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi\Delta}$  ( $\hbar$  est la constante de Planck divisée par  $2\pi$ ,  $v_F$  la vitesse de Fermi et  $\Delta$  le gap d'énergie supraconducteur). Un supraconducteur est considéré comme sale si  $l \ll \xi_0$ . D'après ces expressions, les deux longueurs caractéristiques ( $\lambda$  et  $\xi$ ) divergent quand la température s'approche de  $T_c$ .

La figure 1.1 schématise les variations de la densité d'électrons supraconducteurs  $n_s$  et du champ magnétique proche d'une interface N-S et montre comment les deux quantités décroissent exponentiellement dans cette région sur les échelles de longueur considérées. La réduction de  $n_s$  sur une longueur  $\xi$  représente un gain d'énergie pour l'échantillon. Inversement, la pénétration du champ magnétique sur une longueur  $\lambda$  en surface du supraconducteur représente une réduction d'énergie. L'énergie d'interface  $\alpha$  par unité de surface s'écrit alors:

$$\alpha \approx \frac{1}{2}\mu_0 H_c^2 (\xi - \lambda)\tag{1.3}$$

où  $H_c$  est le champ critique thermodynamique. Les supraconducteurs sont divisés en type I et type II selon que leur énergie de surface est positive ( $\xi > \lambda\sqrt{2}$ , d'après la théorie exacte) ou négative ( $\xi < \lambda\sqrt{2}$ ) respectivement. Si on utilise le paramètre de Ginzburg-Landau,  $\kappa = \lambda/\xi$ , alors les supraconducteurs de type I correspondent au cas où  $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$  et ceux de type II le cas échéant.

Dans les supraconducteurs de type I, l'énergie d'interface est positive, par conséquent l'état de moindre énergie correspond normalement à l'état d'expulsion totale du champ magnétique jusqu'à un champ critique  $H_{c1}$ : c'est l'état Meissner. Comme l'expulsion totale du flux nécessite une

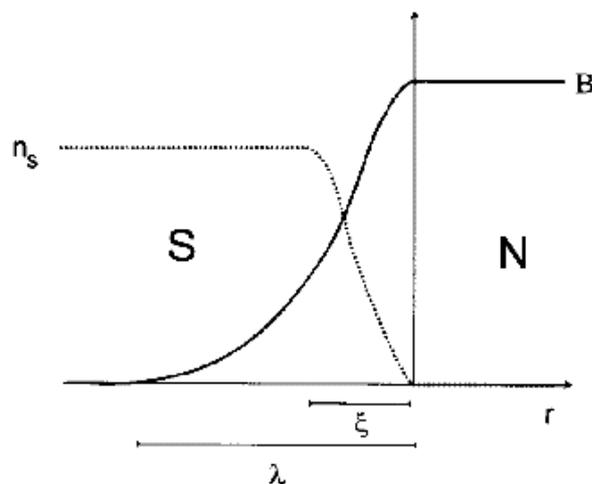


FIG. 1.1 – Schéma des profils du champ magnétique  $B$  et de la densité des électrons supraconducteurs  $n_s$  à l'interface entre une région supraconductrice et une région normale [4].

grande énergie, la supraconductivité disparaît pour des champs magnétiques relativement faibles et ces matériaux ne représentent pas un grand intérêt technologique. La dépendance de l'aiman-

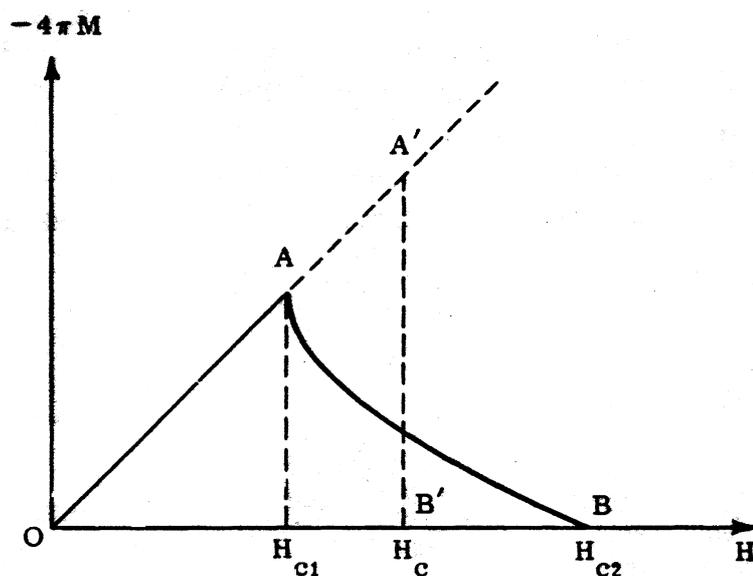


FIG. 1.2 – Courbe d'aimantation réversible d'un long cylindre supraconducteur de type I (trait pointillé) ou de type II (trait plein). Si les deux matériaux ont le même champ thermodynamique  $H_c$ , l'aire  $OAB$  et  $OA'B'$  sont égales [1].

tation de l'échantillon en fonction du champ magnétique appliqué est présentée sur la figure 1.2 dans le cas des supraconducteurs de type II. Le diamagnétisme parfait (effet Meissner) ne persiste que jusqu'au champ magnétique  $H_{c1}$ , l'aimantation est alors proportionnelle au champ appliqué. Au-delà de  $H_{c1}$ , le champ magnétique pénètre partiellement dans la couche supraconductrice et l'aimantation décroît lentement jusqu'au champ de nucléation  $H_{c2}$  où la supraconductivité disparaît.

### 1.1.1 Supraconducteurs de type II

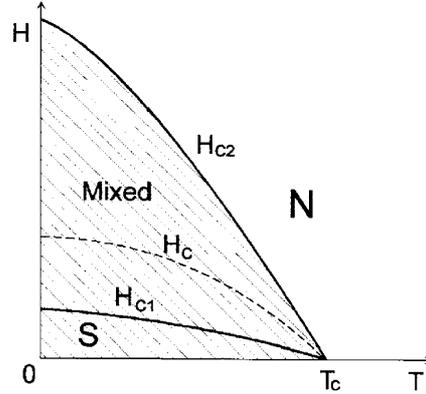


FIG. 1.3 – Diagramme de phase  $H$ - $T$  d'un supraconducteur de type II [4].

Dans les supraconducteurs de type II, l'énergie d'interface est négative et au-delà d'un faible premier champ critique  $H_{c1}$ , le système tente de créer le maximum d'interfaces possible. Comme dans un supraconducteur, le flux est quantifié en unité de  $\Phi_0$  ( $\Phi_0 = (h/2e) = 2.10^{-15} \text{ Wb}$  où  $h$  est la constante de Planck et  $e$  la charge de l'électron), le flux pénètre alors dans l'échantillon sous forme de vortex contenant chacun un seul quantum de flux, maximisant ainsi la surface. Le diagramme de phase  $H - T$  d'un supraconducteur de type II typique est présenté sur la figure 1.3. La supraconductivité est détruite quand le champ appliqué est égal à  $H_{c2}$  qui peut correspondre à un fort champ magnétique à basse température.

Un vortex se compose d'un cœur normal de rayon environ  $\xi(T)$  entouré de courants d'écranage qui circulent sur une longueur  $\lambda(T)$  (cf. figure 1.4). Dans le cas des supraconducteurs à haute température critique  $\xi(0)$  est typiquement de quelques nanomètres [2] et  $\lambda(0)$  de quelques centaines de nanomètres [5]. Si l'on considère deux vortex situés à une distance  $r$  l'un de l'autre, l'énergie d'interaction entre eux est donnée par [2]:

$$F = \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2\lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right) \quad (1.4)$$

où  $K_0$  est la fonction de Hankel. En utilisant les comportements asymptotiques de cette fonction, on peut décomposer cette énergie d'interaction en deux régions:

$$\begin{aligned} F &\propto \frac{1}{\lambda^2} \ln\left(\frac{\lambda}{r}\right) & \frac{r}{\lambda} \ll 1 \\ F &\propto \frac{1}{\sqrt{r\lambda^3}} \exp\left(-\frac{r}{\lambda}\right) & \frac{r}{\lambda} \gg 1 \end{aligned} \quad (1.5)$$

L'interaction est donc répulsive avec une dépendance spatiale logarithmique à courte portée et devient exponentiellement petite aux grandes distances. Cette interaction force les vortex à s'organiser en un réseau régulier triangulaire comme prédit par Abrikosov [6].

En pratique, cependant, tous les matériaux contiennent des défauts microscopiques et des inhomogénéités. Les défauts de taille  $\xi$  ou plus grands sont des sites d'ancrage préférentiels pour les vortex car aucune énergie supplémentaire n'est nécessaire pour casser les paires d'électrons situées dans le cœur du vortex. Selon le champ magnétique appliqué, la température et la densité des défauts, le système minimise son énergie en piégeant les vortex sur ces défauts aléatoirement répartis dans l'échantillon: la distribution des vortex dans l'échantillon est alors désordonnée.

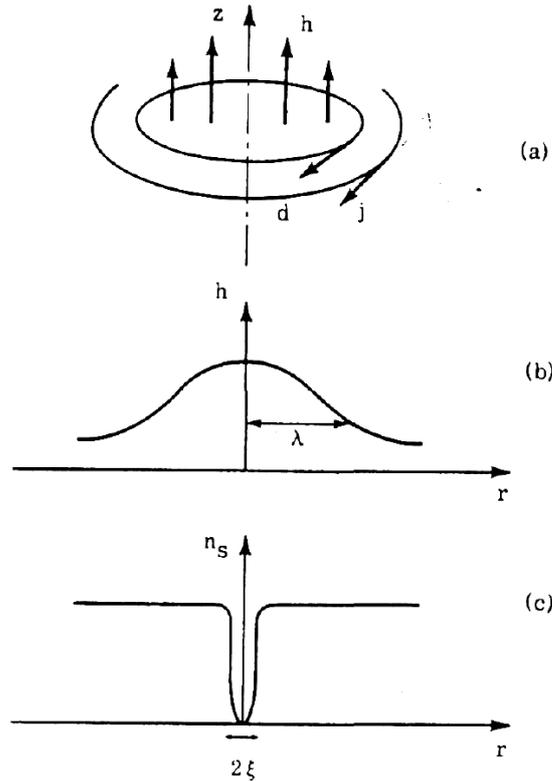


FIG. 1.4 – (a) Structure d'un vortex dans un supraconducteur de type II: représentation du champ magnétique et des courants circulants autour du vortex. Profil: (b) du champ magnétique local  $h$  et (c) de la densité d'électrons supraconducteurs  $n_s$  [1].

On peut également remarquer qu'à fort champ magnétique, la densité de vortex interstitiels est élevée et l'interaction vortex-vortex répulsive à courte portée joue un rôle important dans l'organisation des vortex. En revanche à faible champ magnétique, cette densité diminue, l'interaction entre vortex diminue alors exponentiellement et les forces de piégeage dans la couche supraconductrice deviennent non négligeables.

En plus de ces effets de piégeage dans le volume, la distribution des vortex peut être fortement influencée par le piégeage à la surface de l'échantillon. Si l'on considère l'introduction d'un vortex à l'intérieur d'un supraconducteur, deux types d'énergie entrent en jeu. Le premier est l'interaction répulsive entre le vortex et les courants d'écrantage en surface, et le second est l'attraction d'un vortex par son image à l'intérieur du supraconducteur. Finalement une barrière de potentiel se forme à la surface même pour des champs supérieurs à  $H_{c1}$ . Le flux ne pénètre, en fait, qu'avec un certain retard, à un champ plus élevé quand la barrière disparaît.

### 1.1.2 Vortex dans les supraconducteurs minces de type I

Comme nous l'avons déjà mentionné, l'état d'équilibre dans les supraconducteurs de type I correspond à l'expulsion totale du champ magnétique à l'intérieur du matériau. Tinkham [7] a montré, cependant, que pour un champ magnétique perpendiculaire à la surface de l'échantillon, des films supraconducteurs de type I dont l'épaisseur est inférieure à la longueur de cohérence, présentent un réseau de vortex, similaire à l'état mixte des supraconducteurs de type II. En effet, une diminution de l'épaisseur du film permet de réduire la quantité d'interface (donc l'énergie

d'interface) et dans le cas de film très mince, il devient alors énergétiquement favorable pour les supraconducteurs de type I, de transiter dans l'état mixte.

La distance caractéristique  $\lambda_{eff}$  d'écrantage du champ magnétique dans ces couches n'est plus seulement fonction de la longueur de pénétration de London et de la température mais dépend également de l'épaisseur  $d$  du film [8]:

$$\lambda_{eff} \approx \frac{\lambda^2(T)}{d} \quad (1.6)$$

Le paramètre de Ginzburg-Landau qui s'exprime comme  $\kappa = \lambda_{eff}/\xi$ , est alors fonction de l'épaisseur de la couche. Cette dépendance a été observée expérimentalement sur des films de Pb [9], de Sn [10], de In [11] et d'Al [12]. Il existe une épaisseur critique  $d_c$  au-dessous de laquelle  $\kappa$  devient supérieur à  $1/\sqrt{2}$ : le matériau se comporte alors comme un supraconducteur de type II. Dans le cas de l'Al, cette épaisseur critique a été mesurée de quelques micromètres [11], [12]. Dans le cas d'un film d'Al d'épaisseur  $38 \text{ nm}$ ,  $\xi(0) = 27 \text{ nm}$  et  $\lambda(0) = 172 \text{ nm}$  [13], d'où  $\kappa = 6$  ( $> 1/\sqrt{2}$ ). Pour une couche de Nb d'épaisseur  $30 \text{ nm}$ ,  $\xi(0) = 14 \text{ nm}$  et  $\lambda(0) = 173 \text{ nm}$  [13], d'où  $\kappa = 12$ .

### 1.1.3 Dynamique des vortex

Les propriétés dynamiques des vortex font l'objet de nombreuses études car le mouvement des lignes de flux crée une dissipation d'énergie dans l'échantillon qui induit une valeur non nulle de la résistance électrique. Considérons un film supraconducteur plongé dans un champ magnétique ( $H > H_{c1}$ ) et dans lequel circule un courant électrique  $\vec{J}_{ext}$ . Les vortex présents dans un volume unitaire du supraconducteur subissent alors la force de Lorentz  $\vec{F}$ :

$$\vec{F} = \mu_0 \vec{J}_{ext} \times \vec{H} \quad (1.7)$$

Dans la limite où cette force est beaucoup plus petite que les forces de piégeage, alors les vortex sont immobiles dans l'échantillon. En effet, lorsqu'on introduit des inhomogénéités dans le supraconducteur sur une échelle du même ordre ou plus grande que  $\xi$ , ces irrégularités génèrent des barrières de potentiel qui empêchent le déplacement des vortex et contribuent collectivement à l'ancrage du réseau de vortex. A titre d'exemple, on considère un petit trou de diamètre  $d$  dans un film supraconducteur. L'énergie de condensation par unité de longueur perdue au cœur du vortex est du même ordre de grandeur que l'énergie totale  $\epsilon_{vrx} = \mu_0 H_c^2 \xi^2$ . Le film abaisse son énergie de  $\epsilon_{vrx}$  en positionnant le vortex dans le trou. Ainsi le trou agit comme un centre attractif pour les vortex avec une force estimée:

$$f_{ancrage} = \mu_0 H_c^2 \xi \quad (1.8)$$

Si  $B_c = \mu_0 H_c$  est l'induction magnétique, cette équation devient:

$$f_{ancrage} = \frac{B_c^2 \xi}{\mu_0} \quad (1.9)$$

Dans le cas de nos couches d'Al où  $\xi = 100 \text{ nm}$  et  $B_c = 100 \text{ G}$ , on obtient des forces d'ancrage par unité de longueur de  $8.10^{-6} \text{ N.m}^{-1}$ . L'épaisseur typique de ces films étant  $0.1 - 0.2 \text{ }\mu\text{m}$ , la force d'ancrage moyenne des vortex dans le supraconducteur est  $1 \text{ pN}$ . Dans le cas du Nb, Allen *et al.* [14] ont trouvé le même ordre de grandeur. Pour déplacer le vortex de ce site d'une longueur supérieure à  $\xi$ , il faut appliquer une force supérieure à cette force d'ancrage.

Par conséquent, au-dessus d'une densité de courant critique ( $\vec{J}_c$ ), les forces de piégeage ne sont plus suffisantes, les vortex commencent à circuler librement avec une vitesse moyenne  $\vec{v}_R$ : c'est

le régime de flux flow. Ce déplacement des vortex induit un champ électrique  $\vec{E}$ . En effet, dans le système de coordonnées qui se déplace avec le réseau de vortex, il existe un champ magnétique moyen  $\vec{H}$ . Selon les lois de l'électrodynamique, un champ électrique apparaît alors lors de la transformation dans le système de coordonnées lié au laboratoire:

$$\vec{E} = -\mu_0 \vec{v}_R \times \vec{H} \quad (1.10)$$

qui est à l'origine de la dissipation d'énergie et qui se traduit par l'apparition d'une résistance  $\rho$  non nulle dite de flux flow aux bornes de l'échantillon:

$$\rho = \frac{|\vec{E}|}{|\vec{J}_{ext}|} \quad (1.11)$$

Un modèle simple expliquant l'origine microscopique de cette dissipation, suppose que le cœur du vortex de taille  $\xi$  est entièrement dans l'état normal et que la dissipation est le résultat des mécanismes résistifs ordinaires dans ce cœur. L'approximation d'un cœur normal est une vue très simplifiée du vortex; d'autres modèles ont été développés sur le sujet, basés sur des fluctuations temporelles du champ magnétique. Il n'est pas encore très clair de déterminer si ces différents mécanismes s'ajoutent ou s'ils sont des alternatives pour décrire un même phénomène.

Cependant même pour  $J < J_c$ , il est possible d'observer le dépiégeage des vortex à cause de l'activation thermique. Ce phénomène est appelé "flux creep": le vortex ou un amas de vortex saute par activation thermique d'un centre de piégeage à un autre centre de piégeage voisin. L'activation thermique est typiquement plus grande que  $k_B T$  dans le cas des supraconducteurs conventionnels et la probabilité des sauts de vortex est relativement faible au cours du temps (excepté peut-être proche de  $T_c$ ): par conséquent ce phénomène ne perturbe pas l'imagerie magnétique de façon notable.

#### 1.1.4 Interaction entre un vortex et un trou

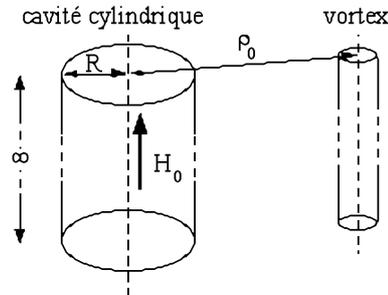


FIG. 1.5 – Représentation schématique d'une cavité de rayon  $R$  et de longueur infinie et d'un vortex distant de  $\rho_0$  de cette cavité.

Nous présentons ici un bref résumé de la théorie développée par Mkrtychyan *et al.* [15] sur l'interaction entre une cavité et un vortex dans un supraconducteur de type II. Considérons une cavité cylindrique infiniment longue de rayon  $R$  dans un supraconducteur de type II infini et homogène, et un vortex dont l'axe est parallèle à celui de la cavité et situé à une distance  $\rho_0$  de son centre (cf. figure 1.5). Soit  $H_0$  le champ magnétique à l'intérieur de la cavité orienté parallèlement à l'axe de celle-ci. On considère le cas où la constante de Ginzburg-Landau  $\kappa \gg 1$  et que le rayon  $R$  de la cavité satisfait l'inégalité  $\xi \ll R \ll \lambda$ . Finalement le champ magnétique à l'intérieur de la cavité est donné par:

$$H_0 = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda^2} K_0 \left( \frac{\rho_0}{\lambda} \right) + \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda^2} n K_0 \left( \frac{R}{\lambda} \right) \quad (1.12)$$

où  $K_0$  est la fonction de Hankel à l'ordre 0 et  $n$  est le nombre de quanta de flux. Le premier terme de l'expression de  $H_0$  représente le champ magnétique produit dans la cavité par le vortex à proximité. Le second terme est le champ magnétique déterminé par les  $n$  quanta de flux magnétique capturés par la cavité. Ce dernier terme est quantifié et est égal au champ résiduel dans la cavité si le vortex est déplacé à l'infini. L'expression 1.12 montre également comment le champ augmente lorsque  $n$  augmente. Comme le vortex s'approche de la cavité, le champ  $H_0$  augmente continuellement. Au moment où  $\rho_0$  est égal à  $R$ , le vortex s'annule et  $H_0 = (\Phi_0/2\pi\lambda^2)(n+1)K_0(R/\lambda)$ : la cavité a capturé un quantum de flux magnétique supplémentaire.

L'énergie libre du système (cavité + vortex) a deux comportements limites:

– soit  $\rho_0 \ll \lambda$ :

$$F = F_0 + \frac{4\pi\mu_0 H_c^2 \lambda^2}{\kappa^2} \left( \frac{1}{2} \ln \left( 1 - \frac{R^2}{\rho_0^2} \right) + n K_0 \left( \frac{\rho_0}{\lambda} \right) \right) \quad (1.13)$$

où  $F_0$  représente l'énergie libre du système qui est la somme de l'énergie des vortex et de celle de la cavité avec  $n$  quanta de flux magnétique. Le second terme donne l'énergie d'interaction entre un vortex et la cavité. Le terme logarithmique devient beaucoup plus petit que le terme  $nK_0(\rho_0/\lambda)$  dès que  $n > 0$ .

– soit  $\rho_0 \gg \lambda$ :

$$F = F_0 + \frac{4\pi\mu_0 H_c^2 \lambda^2}{\kappa^2} n K_0 \left( \frac{\rho_0}{\lambda} \right) \quad n \neq 0 \quad (1.14)$$

En considérant  $B_c = \mu_0 H_c = 100 \text{ G}$ ,  $\lambda = 100 \text{ nm}$  et  $\kappa = 2$ , qui correspondent aux valeurs typiques d'une couche d'Al d'épaisseur de 200 nm, le préfacteur  $(4\pi H_c^2 \lambda^2 / \kappa)$  est égal à  $10^4 \text{ K}$ .

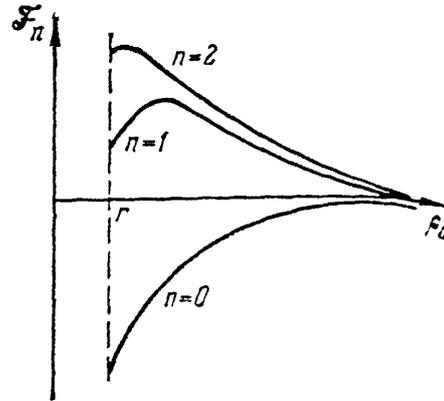


FIG. 1.6 – *Energie libre d'un vortex situé à proximité d'une cavité contenant  $n$  quantum de flux magnétique [15].*

L'énergie libre d'un vortex en fonction de la distance  $\rho_0$  est présentée de façon schématique sur la figure 1.6. La courbe  $F(\rho_0)$  est monotone seulement si  $n = 0$  (lorsqu'il n'y a pas de vortex dans la cavité), c'est-à-dire la capture d'un vortex par une cavité est toujours énergétiquement favorable. Si  $n \geq 1$ , alors un changement qualitatif apparaît dans l'allure de  $F(\rho_0)$ : à présent, une barrière de potentiel sépare le vortex et la cavité. La position du maximum découle de l'équation  $\frac{\partial F}{\partial \rho_0} = 0$  dans le cas où  $\rho_0 \ll \lambda$ :

$$\rho_{0n} = R \sqrt{\frac{1+n}{n}} \quad (1.15)$$

Remarquons que le maximum s'approche de la cavité lorsque  $n$  augmente. En général les équations utilisées dans ce chapitre sont correctes si le vortex se trouve à une distance du trou supérieure

à  $\xi$  (c'est-à-dire  $\rho_0 - R > \xi$ ). Cependant pour estimer l'ordre de grandeur du nombre  $n_s$  quand le maximum disparaît, on peut poser  $\rho_{0n} = R + \xi$ . Nous obtenons:

$$n_s \sim \frac{R}{2\xi} \quad (1.16)$$

C'est le nombre maximal de vortex que peut capturer la cavité.

La connaissance de l'énergie libre donne la possibilité de trouver l'énergie de piégeage. Finalement, il est facile de montrer que la force de piégeage d'un vortex par la cavité est maximale lorsque celle-ci est vide de flux magnétique et elle est nulle lorsque la cavité a capturé  $n_s$  vortex.

### 1.1.5 Enjeu du piégeage des vortex et études expérimentales

L'application des supraconducteurs pour le transport de courant est seulement possible si le courant dans le supraconducteur ne provoque pas un dépiégeage des vortex. Lors des processus de dépiégeage et repiégeage, l'énergie de piégeage se libère et est transformée en chaleur, ce qui peut conduire à une amorce de transition vers l'état normal du conducteur. Un centre de piégeage est efficace si la fonction d'onde du supraconducteur peut le sonder. La longueur de cohérence de la fonction d'onde,  $\xi$ , est la taille minimale d'un centre de piégeage. Pour que le réseau de vortex soit efficacement ancré, un désordre à grande échelle est nécessaire ; ainsi, le piégeage sera opérationnel pour n'importe quelle valeur de champ appliqué. Les interactions des vortex entre eux et avec les centres de piégeage donnent lieu à une grande variété de phases statiques et dynamiques.

Les défauts sont implantés dans le supraconducteur naturellement ou artificiellement. L'utilisation de centres de piégeage artificiels permet une étude détaillée de ces phases. Dans ce cas, les centres d'ancrage sont techniquement réalisés soit par des joints de grains (creux) ou des plans de macles dans le cas des supraconducteurs à haute  $T_c$ , soit par des inclusions d'alliages non supraconducteurs dans le cas des supraconducteurs à basse  $T_c$ . Le supraconducteur se trouve souvent dans des matrices de métal normal afin d'évacuer la chaleur générée lors des changements dans le réseau de vortex. Jusqu'à ce jour, la dynamique de vortex a été étudiée par des mesures macroscopiques (courant critique, aimantation, atténuation ultrasonore ...). Cette approche permet de caractériser les différents régimes de déplacement du réseau de vortex : "flux creep" (déplacement par saut thermiquement activé en présence d'une faible force) ou "flux flow", dépiégeage du réseau entier par une force.

La présence de défauts colonnaires dans un supraconducteur peut augmenter le courant critique jusqu'à la limite intrinsèque qui est le courant de "dépairage". L'explication de cet effet est simple: une partie positive de l'énergie du vortex correspond à la suppression du paramètre d'ordre dans le cœur du vortex. Cette énergie est absente si le vortex est piégé par un trou puisqu'il n'a pas de cœur. De plus l'énergie cinétique du courant de vortex est aussi diminuée lorsque le vortex est dans un trou car les courants au voisinage du cœur n'existent pas. Par conséquent l'énergie d'un vortex est minimale dans le trou et un très fort courant est nécessaire pour déplacer les vortex.

Pour comprendre le rôle des défauts dans le comportement des supraconducteurs sous champ magnétique et en présence d'un courant électrique, on crée des défauts colonnaires par bombardement ionique ou on les aligne par croissance du composé sous un champ magnétique. En particulier, l'utilisation de réseau régulier de centres de piégeage tels que les modulations d'épaisseur [16], les trous (ou "antidot") [17] [18] [19] ou les plots (ou "dot") magnétiques [20] [21] révèle des effets de commensurabilité qui fournissent des indices supplémentaires sur les propriétés élastiques et les propriétés de piégeage des vortex. Les récents progrès dans les technologies de microfabrication ont permis de fabriquer des films supraconducteurs avec des réseaux de centres

de piégeage où la taille de chaque centre de piégeage et leur séparation sont comparables à la longueur de cohérence  $\xi(T)$  et la longueur de pénétration  $\lambda(T)$  des supraconducteurs. Cette technique a l'avantage de bien maîtriser la taille, la densité et la position du centre de piégeage et a rendu possible une étude détaillée de l'ancrage des vortex par des réseaux périodiques de défaut.

Nous allons à présent résumer brièvement les principaux résultats expérimentaux déjà obtenus sur la dynamique des vortex dans des réseaux de défauts colonnaires.

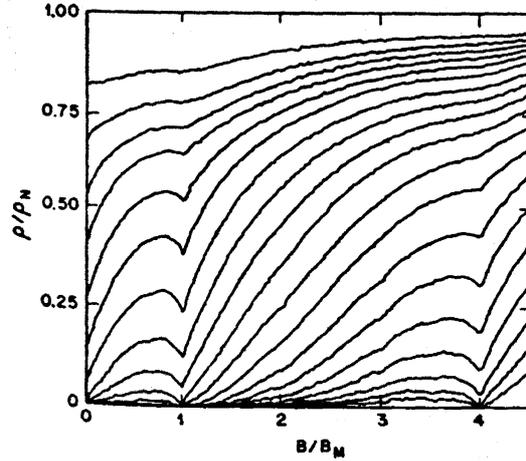


FIG. 1.7 – Résistivité alternative réduite en fonction du champ magnétique transverse pour un film perforé.  $\rho_n = 66 \mu\Omega.cm$  est la résistivité dans l'état normal et  $B_M = 2.76 G$  est le champ de matching [17].

L'utilisation de centres de piégeage réguliers s'est rapidement répandue après les travaux de Raffy *et al.* [22] et de Daldini *et al.* [16]. La première expérience montrant la dynamique des vortex dans des réseaux de trous a été menée par A.T. Fiory [17]. L'échantillon utilisé est une couche mince d'épaisseur  $0.1 \mu m$  d'Al dopé à l'oxygène avec un réseau triangulaire de trous circulaires. La distance entre les trous est  $a_h = 3 \mu m$  et le rayon des trous est  $R = 0.5 \mu m$ . Les propriétés de transport ont été étudiées sous champ magnétique ( $\sim 10 G$ ) perpendiculaire à la couche. La résistance de l'échantillon est présentée sur la figure 1.7. Les différentes courbes correspondent à des températures différentes (le pas est  $0.58 mK$ ). Le champ est normalisé par rapport au champ de "matching"  $H_M = 2.76 G$  pour lequel la densité de vortex est égale à la densité des trous dans la couche. La distance entre les vortex est donnée par  $a_v = \sqrt{\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}H}}$  où  $\Phi_0$  est le quantum de flux magnétique et  $H$  est le champ appliqué. Lorsque  $H = H_M$ , alors  $a_v = a_h$  : les vortex sont piégés dans les trous sans réorganisation du réseau triangulaire des vortex. Le champ  $H = H_M$  correspond à un minimum de résistance électrique car tous les vortex sont piégés dans les trous. Admettons maintenant que le piégeage par les trous soit assez faible pour que le réseau de vortex reste triangulaire et ne dépende pas du réseau de trous. Dans ce cas le deuxième pic de piégeage apparaît pour un champ correspondant à une distance entre vortex égale à la moitié de la distance entre les trous. C'est ce qui est observé sur la figure 1.7. Remarquons que la condition  $a_v = a_h/2$  est équivalente à la condition  $H = 4H_M$ . En général, dans cette limite de piégeage faible, une augmentation du courant critique apparaît chaque fois que  $a_v = a_h/k$  ou  $H = k^2 H_M$  ( $k$  est un nombre entier). Un tel comportement est observé à haute température quand les vortex sont grands par rapport à la taille des trous car le système est dominé par l'interaction entre vortex et non par le piégeage par les trous.

Un comportement très différent est trouvé dans le même système à plus basse température lorsque le piégeage par les trous est beaucoup plus fort que l'interaction entre vortex. Dans ce

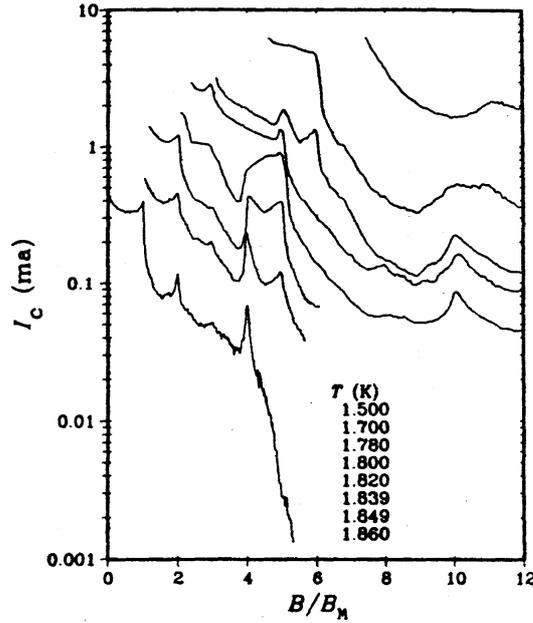


FIG. 1.8 – Courant critique du "flux flow" en fonction du champ magnétique réduit pour différentes valeurs de température de l'échantillon. Le film est large de 0.1 cm et épais de 0.1  $\mu\text{m}$ . La durée d'un pulse de courant est de 100  $\mu\text{s}$  [17].

cas, des résonances de piégeage apparaissent chaque fois qu'un nombre entier de vortex est piégé dans les trous, c'est-à-dire lorsque:  $H = kH_M$ . Les mesures expérimentales de courant critique en fonction du champ magnétique qui confirment cette conclusion sont présentées sur la figure 1.8. Lorsque  $H > H_M$ , le nombre de vortex devient supérieur au nombre de trous et une partie des vortex doit se placer entre les trous. De tel vortex sont faiblement piégés et sont à l'origine des effets de dissipation dans le supraconducteur. Finalement comme les vortex dans les trous sont beaucoup plus fortement piégés que les autres, le courant critique est limité par le faible piégeage des vortex interstitiels.

Une très belle expérience [23] a permis l'observation directe par microscopie de Lorentz, de la pénétration des vortex dans un film de Nb d'épaisseur 0.1  $\mu\text{m}$  avec un réseau carré de trous, refroidi sous champ à une température de 4.5 K. Tandis que le champ magnétique augmente, on voit les vortex s'arranger régulièrement à travers le réseau de trous.

Le groupe de Moshchalkov [24] a observé par des mesures d'aimantation, un comportement similaire sur un système multicouche Pb/Ge avec un réseau carré de trous de rayon 0.1  $\mu\text{m}$  ou 0.2  $\mu\text{m}$ . Les résultats sont présentés sur la figure 1.9: la courbe correspondant à l'échantillon perforé montre un ensemble périodique de pics lorsque  $H = kH_M$ ,  $H_M$  étant le champ correspondant à un vortex par cellule unitaire. Dans leurs mesures, des résonances de piégeage apparaissent aussi pour des valeurs rationnelles de  $H/H_M$  qui révèlent la présence de superréseau de vortex. Ces superréseaux ont été visualisés par microscopie à sonde Hall sur des films de Pb d'épaisseur 80 nm avec un réseau carré de trous circulaires [25].

Un autre point important sur le piégeage par les réseaux de trous est le rôle de la taille des trous [26]. En effet, différents régimes peuvent être distingués selon le rayon des trous car le nombre de saturation  $n_s$  qui correspond au nombre maximal de vortex qu'un trou peut capturer, est fonction de ce rayon ( $n_s \sim R/(2\xi(T))$  [15]). Dans le cas des trous de faible taille pour lesquels  $n_s = 1$ , l'existence de deux types de vortex (les vortex faiblement piégés par les interstices et les

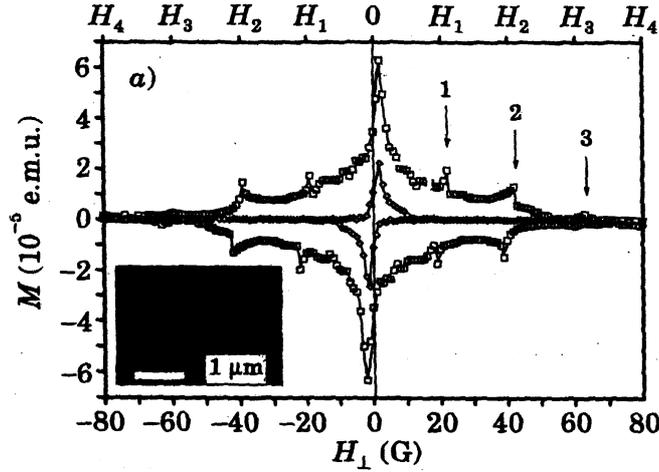


FIG. 1.9 – Boucle d'aimantation pour un film multicouche de Pb/Ge mesurée à une température de 6.85 K, avec trous (carré) ou sans trou (losange). Le champ de matching est indiqué par des flèches [24].

vortex fortement piégés par les trous) doit être pris en compte [18]. Le mouvement des vortex interstitiels donnent alors lieu à des phénomènes de dissipation [17]. Dans le cas de trous plus grand, le nombre de saturation devient suffisamment grand ( $n_s \gg 1$ ) pour stabiliser le réseau de vortex multiquanta. Dans ce cas, les trous ont capturé plusieurs quantum de flux d'où le nom de vortex multiquanta. Ces vortex ont été observés d'une part par décoration Bitter [27] sur des films de Nb d'épaisseur  $0.17 \mu\text{m}$  avec un réseau triangulaire de trous circulaires et d'autres part par microscopie à sonde Hall [28].

Nous ne prétendons pas avoir présenté ici l'ensemble des expériences faites sur les réseaux de trous, nous avons seulement cherché à montrer la grande richesse de la dynamique des vortex et l'intérêt d'une observation microscopique pour acquérir une meilleure compréhension du système.

## 1.2 Sondes locales magnétiques

Nous allons introduire à présent les différentes techniques utilisées actuellement pour l'observation directe des vortex dans les supraconducteurs. Une très bonne revue sur ce sujet a été rédigée par S.J. Bending [4]. Nous nous limiterons aux techniques qui permettent d'observer un vortex unique et qui sont sensibles directement à leur champ magnétique. Par conséquent, la diffraction aux neutrons et la microscopie tunnel se seront pas présentées dans ce paragraphe.

La figure 1.10 schématise un résumé de l'état de l'art de la sensibilité magnétique et de la résolution spatiale pour les six techniques considérées ici, c'est-à-dire la microscopie électronique, la microscopie à force magnétique (MFM: Magnétique Force Microscopy), la décoration Bitter, la microscopie à sonde de Hall (SHPM: Scanning Hall Probe Microscopy), l'imagerie magnéto-optique (MO: magneto-optical) et la microscopie à SQUID. Dans la figure 1.10, on considère une mesure effectuée avec une bande passante de  $1 \text{ Hz}$  (sauf dans le cas statique de la décoration Bitter). D'après ce graphique, il apparaît tout de suite qu'il existe une relation entre la sensibilité magnétique et la résolution spatiale. La technique offrant les meilleures performances pour la

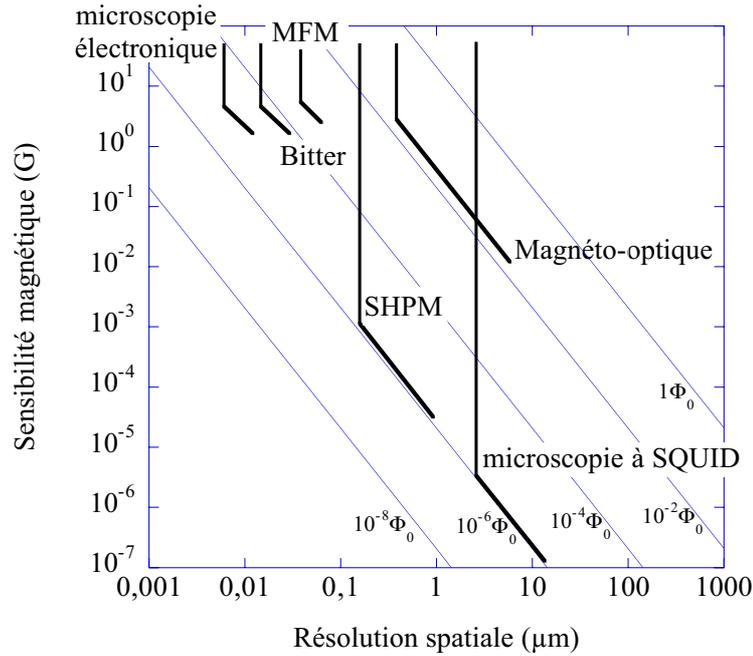


FIG. 1.10 – Schéma comparant la sensibilité magnétique et la résolution spatiale de la microscopie électronique, la décoration Bitter, MFM, SHPM, l'imagerie MO et la microscopie à SQUID.

La résolution spatiale est la microscopie électronique de Lorentz et pour la sensibilité magnétique le SQUID, les autres techniques sont un compromis entre ces deux extrêmes. Les lignes diagonales de la figure représentent la sensibilité de flux équivalent  $B_{min} \times l_{min}^2$  exprimée en fraction de quantum de flux ( $\Phi_0 = h/2e$ ): la plupart des techniques sont comprises dans l'intervalle  $(10^{-4} - 10^{-6})\Phi_0$ . Seules l'imagerie à sonde de Hall et celle à SQUID atteignent une sensibilité de  $10^{-6}\Phi_0$ .

Dans la suite de ce paragraphe, nous allons présenter brièvement chaque technique en mettant en avant leurs forces et leurs faiblesses.

### 1.2.1 Imagerie de vortex par microscopie électronique

La possibilité d'imager des vortex magnétiques par microscopie électronique à transmission (TEM) repose sur le décalage de phase de la fonction d'onde des électrons incidents induit par le quantum de flux magnétique.

En effet, un faisceau d'électrons cohérents traversant un vortex est légèrement dévié de sa trajectoire et subit un décalage de phase dû à l'effet Aharonov-Bohm [3]. Si l'on considère un vortex de rayon magnétique  $2\lambda$  et un faisceau incident d'électrons cohérents, les électrons passant à droite du vortex à une distance  $r$  de son centre ( $r < \lambda$ ) subissent un décalage de phase de  $\Delta\phi$ , ceux passant à gauche à la même distance subissent un décalage de  $-\Delta\phi$ : finalement, le décalage de phase entre ces deux trajectoires d'électrons est égale à  $2\Delta\phi$ . Dans le calcul du décalage de phase [29], rentrent en compte la forme du vortex, l'inclinaison de l'échantillon par rapport à la direction du faisceau incident (généralement  $45^\circ$ ) et l'épaisseur de l'échantillon.

On peut distinguer deux types de microscopie électronique étroitement liés et basés sur ce même principe: la microscopie de Lorentz et l'holographie électronique.

## 1.2.1.1 Microscopie de Lorentz

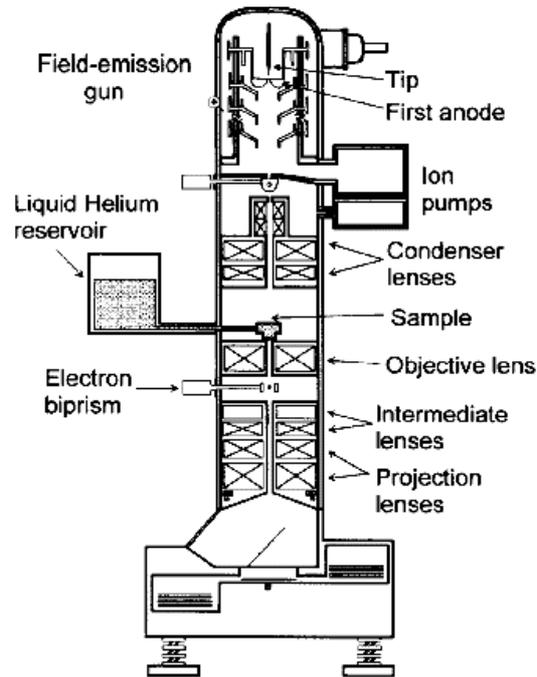


FIG. 1.11 – Schéma d'un microscope électronique destiné à l'observation des vortex dans les supraconducteurs [4]. Le dispositif a une hauteur typique de 5 m.

En microscopie électronique, c'est la méthode la plus directe pour observer les vortex car elle ne nécessite aucun traitement d'image supplémentaire. La représentation classique de la force de Lorentz ( $\vec{F}_L = e\vec{v} \times \vec{B}$ ) déviant les électrons qui traversent le vortex, permet de décrire simplement cette technique. En pratique, cependant, la compréhension quantitative de la microscopie de Lorentz nécessite une description quantique. Dans l'image défocalisée, le vortex apparaît comme une tâche ovale blanche et noire.

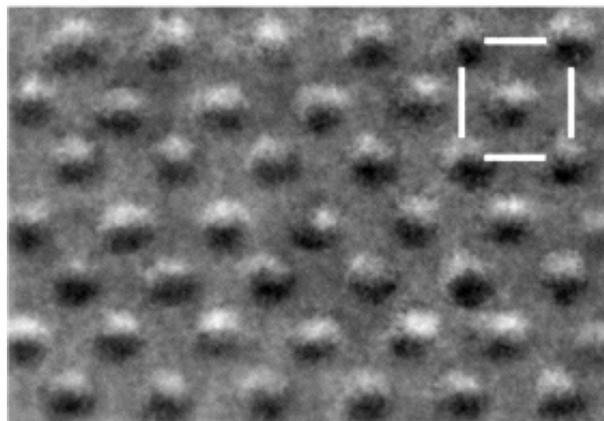


FIG. 1.12 – Image réalisée par microscopie de Lorentz d'un film de Nb contenant un réseau carré de défaut colonnaires à une température de 4.6 K et sous un champ magnétique de 60 G. La cellule unitaire du réseau de défauts est montrée dans le coin en haut à droite. Le pas du réseau est  $0.83 \mu\text{m}$  [30].

La figure 1.11 montre un schéma simplifié du dispositif mis en place par Tonomura et al. [30] utilisant un faisceau d'électrons de 300 keV (accélération nécessaire pour permettre aux électrons de traverser l'échantillon sans perdre leur cohérence). Grâce à un procédé chimique, l'échantillon doit être aminci jusqu'à une épaisseur typique de  $0.1 \mu\text{m}$  pour permettre aux électrons de traverser la couche. Il est de plus refroidi à  $4 \text{ K}$  par un bain d' $\text{He}^4$ . La figure 1.12 montre une image obtenue par microscopie Lorentz sur un film de Nb contenant un réseau carré de défauts colonnaires [30]. Ces défauts colonnaires sont des trous aveugles de diamètre 30 nm et de profondeur quelques nanomètres dans la couche de Nb d'épaisseur 100 nm. Pour des valeurs caractéristiques de champ magnétique, les effets de commensurabilités entre la distribution de vortex et le réseau de défauts sous-jacents sont observés.

La force de la microscopie de Lorentz vient du fait de son excellente résolution spatiale ( $\sim 10 \text{ nm}$ ) et de sa très grande fréquence d'échantillonnage (30 images par seconde) qui permet de suivre en direct par le biais d'une caméra, la dynamique de vortex. De plus aucun traitement d'image n'est nécessaire pour l'analyse des résultats. Par contre, cette technique ne fournit qu'une sensibilité magnétique assez pauvre ( $10 \text{ G}/\sqrt{Hz}$ ) et ne donne pas d'information quantitative sur la structure interne et les dimensions d'un vortex. Un autre point délicat est la préparation extrêmement délicate des échantillons en couche très mince: l'introduction d'artefacts et l'influence des dimensions de l'échantillon doivent être considérées très attentivement.

### 1.2.1.2 Holographie électronique

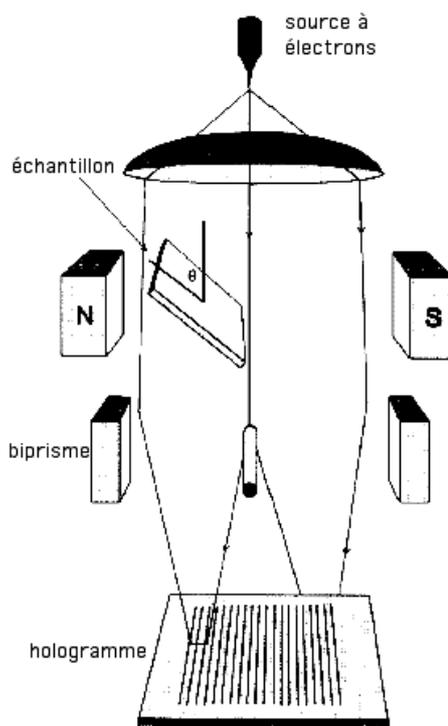


FIG. 1.13 – Schéma d'un dispositif expérimental utilisé pour l'holographie électronique [4].

L'holographie électronique est une technique complémentaire à la microscopie de Lorentz, elle permet une mesure plus quantitative des objets magnétiques observés. La figure 1.13 présente une vue schématique du dispositif expérimental. Cette géométrie décentrée par rapport au faisceau d'électrons incidents permet de créer une image conjuguée (nécessaire au principe de l'hologra-

phie) qui est séparée de l'image reconstruite: l'échantillon "occupe" la moitié du faisceau tandis que l'autre moitié reste imperturbée et devient l'onde de référence. Les deux faisceaux interfèrent alors par l'utilisation d'un biprisme à électron et les fringes d'interférence sont enregistrées sur un film *in situ*. Pour visualiser les objets magnétiques, les hologrammes ainsi obtenus sont illuminés par une onde (laser généralement) identique à l'onde de référence utilisée. Afin d'améliorer la résolution spatiale pour l'observation des vortex, un jeu compliqué d'optique électronique permet d'amplifier la différence de phase jusqu'à une trentaine de fois.

La figure 1.14 montre des images obtenues sur couche mince de Nb refroidie sous champ magnétique pour différentes températures (4.5 K, 7 K et 8 K). A partir de ces images, Bonevich *et al* [31] ont déterminé la taille des vortex et ont visualisé la croissance de cette taille avec la température comme prédit théoriquement.



FIG. 1.14 – Images d'interférences d'un vortex dans une couche de Nb à des températures différentes pour un champ magnétique de 100 G. Le cercle noir symbolise les limites du vortex. De gauche à droite:  $T = 4.5$  K,  $T = 7$  K,  $T = 8$  K [4].

L'holographie électronique présente non seulement les mêmes avantages de résolution spatiale et de vitesse d'échantillonnage que la microscopie de Lorentz mais en plus elle apporte une information quantitative sur les objets magnétiques observés. Cependant elle nécessite un traitement d'image considérable pour reconstruire l'image réelle ce qui diminue inévitablement la vitesse d'acquisition de l'imagerie. De plus, comme la microscopie de Lorentz, elle souffre de la préparation très délicate des échantillons.

### 1.2.2 Microscopie à force magnétique

Le principe de la microscopie à force magnétique (MFM) est basé sur celui de la microscopie à force atomique (AFM). Cette dernière technique, développée par Binnig *et al* [32] repose sur l'utilisation d'un cantilever micro-usiné dont la constante de raideur est plus petite que celle intervenant dans l'interaction d'un atome lié à la surface. Les auteurs ont montré que l'imagerie mécanique d'une surface solide était possible sans perturber la structure atomique en surface de l'échantillon. La déflexion du cantilever est utilisée pour détecter les forces entre l'échantillon et la sonde (en particulier les forces électrostatiques (AFM) ou magnétiques (MFM)). Dans le cas du MFM, la pointe située au bout du cantilever est magnétique pour permettre une interaction magnétique avec l'échantillon. De façon pratique, il existe deux façons de réaliser une pointe magnétique: soit par gravure électro-chimique d'un fil ferromagnétique, soit par dépôt d'un film mince magnétique sur la pointe d'un cantilever AFM. Plusieurs méthodes de détection permettent de mesurer la déflexion du cantilever (mesure STM, mesure capacitive, mesure piézorésistive et mesure optique). Le MFM peut opérer soit en mode statique, soit en mode dynamique. Dans le

premier cas, la pointe à l'extrémité du cantilever et l'échantillon sont en contact et une boucle électronique de rétro-action contrôle la distance pointe-échantillon de façon à ce que la déflexion de la poutre (donc la force) reste constante: cette méthode permet d'accéder à la topographie de l'échantillon. Le deuxième mode consiste à exciter le cantilever à sa fréquence de résonance dont l'amplitude est fonction du gradient de force que la pointe subit. Lorsque celui-ci s'approche de la surface, l'interaction pointe-échantillon conduit à un décalage de la fréquence de résonance.

La visualisation de vortex dans des films supraconducteurs par technique MFM a été réalisée par Van Haesendonck *et al.* [33]. Afin d'augmenter la sensibilité de leur capteur de force, ils travaillent sur la deuxième voire la troisième harmonique de leur oscillateur et non sur la fréquence fondamentale de résonance. La figure 1.19 présente l'observation de la distribution de vortex (a)

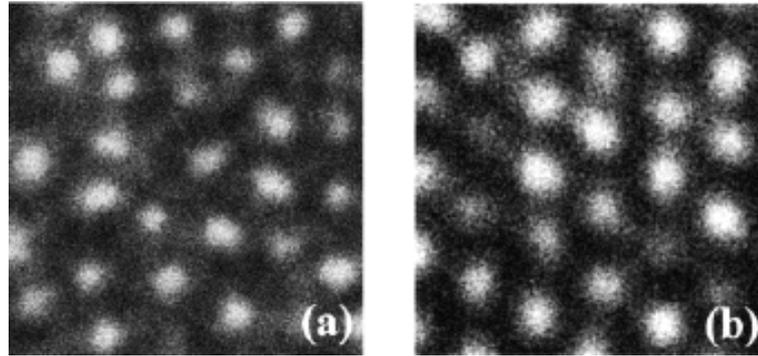


FIG. 1.15 – Visualisation de la distribution de vortex (a) dans un film de Nb et (b) dans un cristal de  $NbSe_2$ . Images réalisées par MFM, de taille  $5 \times 5 \mu m^2$  après refroidissement à 4.3 K sous un champ magnétique de 25 G [33].

dans un film de Nb et (b) dans un cristal de  $NbSe_2$ . Il est à remarquer la très bonne résolution spatiale des images. L'observation de vortex dans les supraconducteurs à haute température critique par MFM a été réalisée par le groupe de Güntherodt [34].

A cause de sa faible sensibilité magnétique, le MFM n'est pas une technique communément utilisée pour l'observation des vortex bien que sa résolution spatiale ( $\sim 50 \text{ nm}$ ) soit très grande. De plus, la pointe étant elle-même magnétique, elle crée un champ magnétique non négligeable qui peut perturber de façon significative la distribution des vortex. Wadas *et al.* ont calculé la force latérale exercée par une pointe magnétique sur un vortex. Ils ont considéré une pointe dont la géométrie est pyramidale avec une base carrée de 200 nm de côté et une hauteur de 2.1  $\mu m$ , et un vortex dont  $\lambda = 200 \text{ nm}$  et  $\xi = 1.14 \text{ nm}$ . Ils trouvent alors un maximum de force latérale de 50 pN et 150 pN pour un film supraconducteur épais de 30 nm et 100 nm respectivement. Cette force calculée est du même ordre de grandeur voire supérieure à celle du piégeage du flux magnétique: par conséquent, l'imagerie MFM doit nécessiter un grand soin expérimental.

### 1.2.3 Technique de décoration Bitter

La décoration magnétique a été développée à partir de l'expérience de Bitter pour visualiser la mise en domaine de l'aimantation dans les ferromagnétiques. C'est la première technique qui a permis l'observation directe des distributions du flux magnétique dans les supraconducteurs [35], [36].

La méthode de décoration est basée sur l'attraction de particules ferromagnétiques par les gradients de champ présents à la surface de l'échantillon. Dans les supraconducteurs, la décoration

se fait à basse température sur un arrangement de vortex statiques. Une petite quantité de métal ferromagnétique est évaporée dans une atmosphère résiduelle, face à l'échantillon. Les particules magnétiques ressentent les gradients de champ magnétique lorsqu'elles sont à une distance de la surface comparable au pas du réseau de vortex: elles sont alors soumises à une force attractive et se posent dans les régions occupées par un vortex. Une fois à la surface de l'échantillon, elles restent immobiles grâce aux forces de van der Waals. L'échantillon est ensuite réchauffé à la température ambiante et observé au microscope électronique à balayage (MEB) où le contraste entre les agglomérations de particules et le reste de l'échantillon permet de voir la distribution des vortex au moment de la décoration.

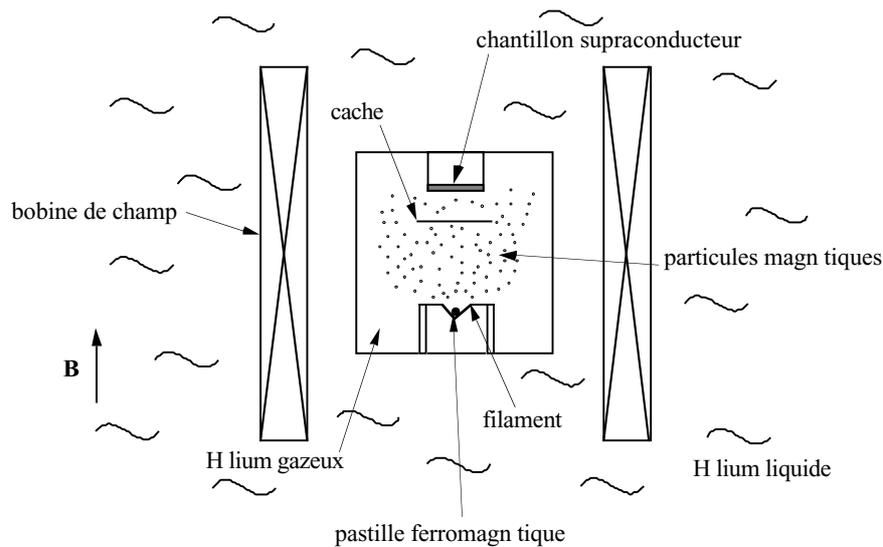


FIG. 1.16 – Schéma d'un dispositif expérimental typique utilisé pour la décoration Bitter.

La figure 1.16 présente le dispositif expérimental typique utilisé pour la décoration Bitter. L'échantillon est refroidi par un bain d'hélium à  $4.2\text{ K}$ . Un filament ferromagnétique (généralement fer, nickel ou cobalt) est installé à  $2 - 3\text{ cm}$  de l'échantillon avec un cache entre les deux qui empêche l'échauffement de ce dernier. Sous une atmosphère d'He gazeux à basse pression (de l'ordre de  $0.1\text{ mbar}$ ), un courant traverse le filament provoquant l'évaporation de ce dernier. La taille et la concentration des particules sont contrôlées par la pression de l'hélium. Les particules ont un diamètre typique de quelques nanomètres et une faible énergie cinétique. Lorsqu'elles approchent de l'échantillon, elles se fixent sur la surface selon la distribution inhomogène du champ magnétique.

Une très belle expérience par le groupe de Pannetier [27] sur le piégeage des vortex dans les films de Nb perforés a montré l'organisation des vortex à travers le réseau de trous. La figure 1.17 présente un des résultats obtenus par décoration Bitter. L'échantillon est une couche de Nb contenant un réseau de trou. Une couche de "compression de flux" (c'est-à-dire une fine couche uniforme supraconductrice sous-jacente) permet de visualiser les vortex dans les trous. En faisant varier le diamètre des trous (qui simule un changement de température effective de l'échantillon), Pannetier *et al.* ont observé une transition du réseau de vortex d'un état de trous indépendants (présence de vortex intersticiels entre les trous) à un état collectif (tous les vortex sont piégés dans les trous).

La décoration Bitter est actuellement une technique bien maîtrisée pour la visualisation des vortex avec une grande résolution spatiale ( $\sim 80\text{ nm}$ ) mais une relativement pauvre sensibilité

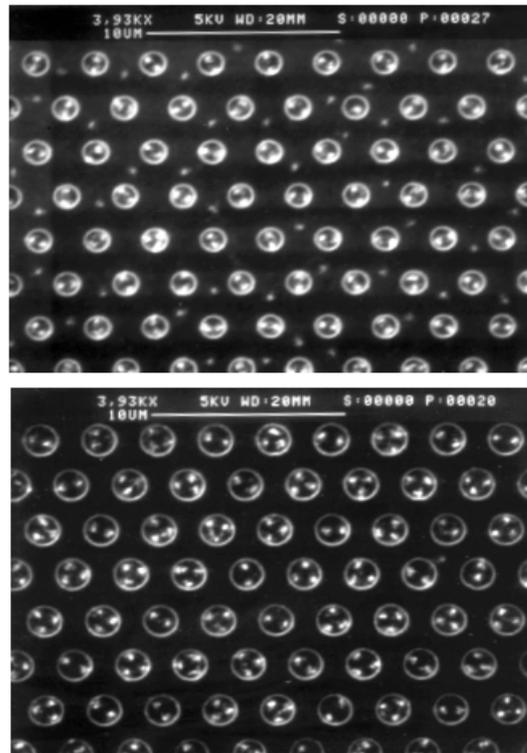


FIG. 1.17 – Images réalisées au MEB d'un film contenant des trous de tailles différentes. Le rayon des trous est: (en haut)  $0.6 \mu\text{m}$ ; (en bas)  $0.83 \mu\text{m}$ . Dans les deux cas, la distance entre les trous est de  $3.2 \mu\text{m}$ . La décoration a été effectuée sous un champ magnétique de  $6.37 \text{ G}$  et à une température de  $4.2 \text{ K}$ . Les vortex correspondent aux points blancs. Une augmentation du rayon des trous conduit à une transition d'un état de trous indépendants à un état collectif [27].

magnétique. Elle permet un grand champ d'observation indispensable pour une étude statistique de la distribution des vortex. Toutefois, elle apporte très peu d'informations quantitatives sur la structure des vortex et elle ne permet pas une étude dynamique du flux magnétique. En effet, après chaque décoration, la surface de l'échantillon doit être nettoyée en vue d'une nouvelle expérience.

#### 1.2.4 Microscopie à sonde de Hall (SHPM)

Cette technique est basée sur l'effet Hall. Le principe de base de cet effet est l'apparition d'une tension transverse dans un conducteur traversé par courant et plongé dans un champ magnétique perpendiculaire. La sonde généralement utilisée est une petite hétérostructure  $\text{GaAs}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  dont les dimensions fixent la résolution spatiale.

La figure 1.18 montre un schéma d'un microscope à sonde de Hall. La sonde de petite dimension (de l'ordre du micromètre) se déplace par rapport à la surface de l'échantillon à l'aide d'actionneurs piézo-électriques comme ceux utilisés dans la microscopie tunnel. Une photographie de la sonde est présentée sur la figure 1.18: la partie active de la sonde de Hall est située à  $13 \mu\text{m}$  de l'extrémité de la pointe sur laquelle a été déposée une couche d'or qui sert de pointe tunnel. Dans ce montage, la sonde Hall mesure le champ magnétique tandis que la pointe tunnel contrôle la distance pointe-échantillon pendant le balayage piézo-électrique. Ainsi grâce à l'asservissement tunnel, la sonde magnétique reste à une faible distance ( $< 1 \mu\text{m}$ ) de la surface ce qui permet une mesure locale des flux avec une très bonne résolution spatiale.

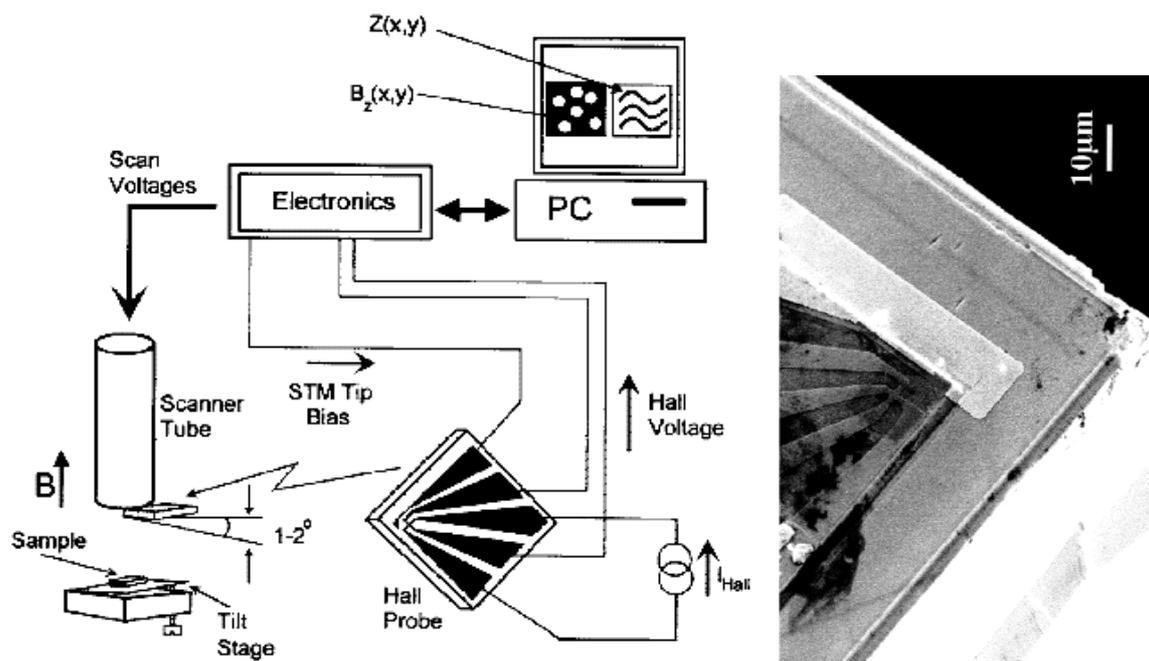


FIG. 1.18 – (gauche) Schéma d'un microscope à sonde de Hall. (droite) Image par microscopie électronique d'une sonde de Hall [4].

De nombreuses observations de vortex ont été réalisées par SHPM. Bending *et al.* [37] ont étudié en température l'évolution de la longueur de pénétration dans un film mince de YBCO. Après refroidissement sous un champ magnétique de  $1\text{ G}$ , ils ont été capables de visualiser des vortex dans le film pour différentes températures (cf. figure 1.19) et d'estimer la longueur de pénétration dans chaque cas. Ils ont également observé la distribution des vortex dans un film de Pb perforé en fonction du champ magnétique appliqué [25].

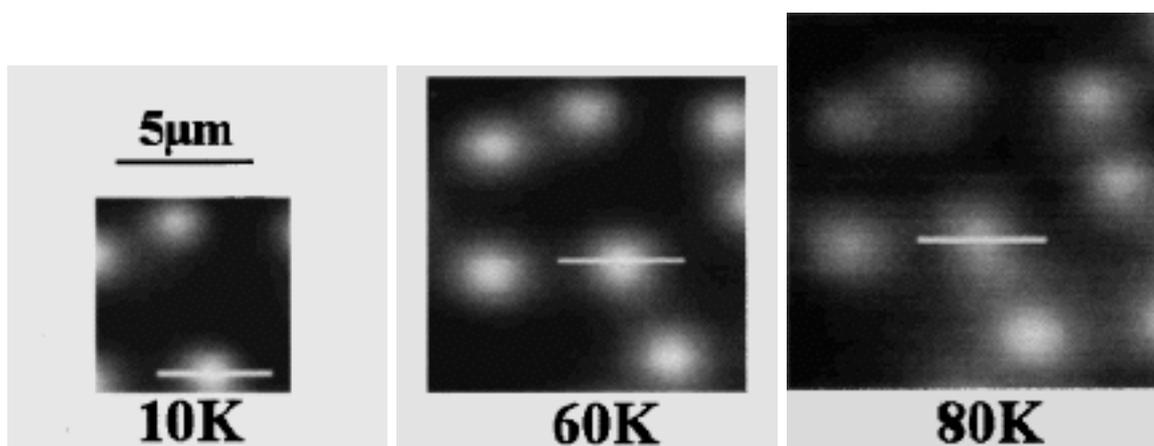


FIG. 1.19 – Images de vortex réalisées par SHPM dans un film d'YBCO après refroidissement sous un champ de  $1\text{ G}$  à différentes températures ( $10\text{ K}$ ,  $60\text{ K}$  et  $80\text{ K}$ ). Les trois images sont à la même échelle cependant leur taille diminue avec la température à cause de la réduction du coefficient piézo-électrique [37].

La SHPM est une technique qui permet d'avoir un bon compromis entre une grande résolution spatiale ( $\sim 200\text{ nm}$ ) et une bonne sensibilité magnétique ( $\sim 10^{-3}\text{ G}/\sqrt{Hz}$ ). De plus, la limite

d'acquisition d'une image de  $128 \times 128$  *pixels* est d'une seconde ce qui permet d'observer une dynamique lente des vortex. Cependant, le balayage étant piézo-électrique, les champs d'observation sont limités à une taille typique de  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  à basse température. Grâce un nouveau dispositif, Siegel *et al.* [38] sont parvenus toutefois à imager une distribution de vortex sur une surface de  $275 \times 275 \mu\text{m}^2$  à  $4.2 \text{ K}$ .

### 1.2.5 Imagerie magnéto-optique

Une autre façon d'imager le champ magnétique à la surface des supraconducteurs est de mettre au contact de la surface de l'échantillon un film actif magnéto-optique et d'observer celui-ci sous une lumière linéairement polarisée. Le contraste obtenu entre les différentes régions magnétiques est le résultat de la rotation de la polarisation de la lumière incidente. La rotation de la phase est détectée en analysant la lumière transmise (microscopie par effet Faraday) ou réfléchie (microscopie par effet Kerr) par un polarisateur croisé. Cette rotation  $\alpha$  peut s'écrire comme:  $\alpha = V l H$ , où  $l$  est la longueur du film magnéto-optique traversée par la lumière,  $H$  est le champ magnétique appliqué et  $V$  est la constante de Verdet caractéristique du milieu magnéto-optique. L'observation du flux magnétique se fait *in situ* à basse température à l'aide d'un microscope optique. Les matériaux utilisés pour les films magnéto-optique sont des composés d'euporium ou des grenats ferromagnétiques. Les composés d'euporium ont l'avantage d'avoir une grande constante de Verdet ( $V(4.2 \text{ K}) = 0.01^\circ \text{G}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$  pour l'EuSe) qui leur permet à basse température d'atteindre une sensibilité magnétique de  $10 \text{ G}$  et une résolution spatiale de  $0.5 \mu\text{m}$  jusqu'à des champs magnétiques de quelques Tesla. Le principal inconvénient de ces composés vient de la diminution rapide de la constante de Verdet avec la température: l'imagerie n'est possible que pour des températures inférieures à  $20 \text{ K}$ . Dans le cas des films de grenat ferromagnétique, l'aimantation peut être perpendiculaire ou parallèle au plan du film. Si l'aimantation est perpendiculaire au plan, le film se décompose en petits domaines magnétiques et la résolution spatiale est limitée par la taille de ces domaines (soit environ  $5 \mu\text{m}$ ). Dans le cas d'une aimantation parallèle au film, la résolution spatiale est déterminée par l'épaisseur du film ( $1 - 10 \mu\text{m}$ ) plus l'espacement entre le film et l'échantillon. Cependant, ces composés offrent une bonne sensibilité magnétique ( $0.1 \text{ G}$ ) jusqu'à de hautes températures ( $800 \text{ K}$ ). Leur champ magnétique de saturation (typiquement  $500 - 2000 \text{ G}$ ) est affaibli par rapport à celui des composés d'euporium.

L'observation de vortex individuels par la microscopie magnéto-optique a été réalisée par Goa *et al.* [39]. Ils ont utilisé des films de grenat de  $0.8 \mu\text{m}$  d'épaisseur. La figure 1.20 présente une image de vortex dans un cristal de  $\text{NbSe}_2$  après refroidissement sous champ magnétique terrestre jusqu'à une température de  $4 \text{ K}$ . L'image du réseau de vortex a été obtenue en soustrayant deux images enregistrées avec l'analyseur tourné à  $88^\circ$  et  $92^\circ$  par rapport au polariseur respectivement. Ce système différentiel augmente le rapport signal sur bruit et compense partiellement les variations de réflectivité de l'échantillon. Les auteurs ont été capables de visualiser des vortex individuels pour des champs magnétiques inférieurs à  $10 \text{ G}$ , c'est-à-dire une distance intervortex de  $1.4 \mu\text{m}$ . Cette imagerie est possible car le cristal de  $\text{NbSe}_2$  offre une surface extrêmement plate, assurant une très grande proximité entre l'échantillon et le film de grenat, indispensable pour une imagerie de grande résolution.

L'imagerie magnéto-optique est une technique déjà bien développée. Un point délicat de cette technique est de positionner le film sensible à une très faible distance de la surface. Finalement l'observation de vortex isolés reste encore difficile. La force de cette technique réside dans la vitesse d'imagerie: le développement des lasers permet de réaliser une image en  $10 \text{ ns}$ . Par conséquent l'imagerie magnéto-optique est la seule technique qui peut réellement prétendre étudier la dynamique des vortex sur des échelles de temps suffisamment petites pour observer des déplace-

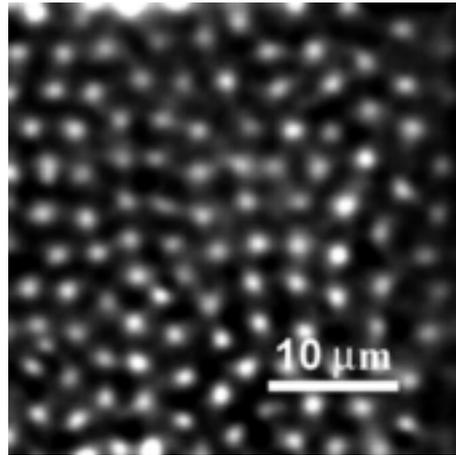


FIG. 1.20 – *Image par microscopie magnéto-optique de vortex dans un cristal de NbSe<sub>2</sub> à 4 K après refroidissement sous champ magnétique terrestre [39].*

ments microscopiques. En outre, des progrès futurs dans la conception des films magnéto-optiques devront permettre d'améliorer grandement la résolution spatiale et la sensibilité magnétique.

### 1.2.6 Microscopie à SQUID

Le SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) est la sonde offrant la meilleure sensibilité magnétique. Surtout utilisée dans l'instrumentation de laboratoire et l'imagerie médicale, cette technique est maintenant développée dans le cadre de la microscopie en champ proche pour l'imagerie magnétique des supraconducteurs.

Le SQUID est une boucle supraconductrice contenant deux jonctions Josephson qui peuvent être des jonctions tunnel, des points de contact, des micro-ponts ou des joints de grains. Le courant qui traverse une jonction Josephson dépend de la différence de phase de la fonction d'onde des paires de Cooper de part et d'autre de la jonction. Sans champ magnétique, la différence de phase entre les deux jonctions du SQUID sont identiques et les deux courants traversant chacune des jonctions s'ajoutent. En présence d'un champ magnétique, cependant, un décalage de phase dû à l'effet Aharonov-Bohm apparaît autour de la boucle du SQUID, de la même façon que dans l'holographie électronique: ce décalage est directement proportionnel au flux magnétique traversant la boucle supraconductrice. Ce terme de phase brise la symétrie de la fonction d'onde et conduit à des phénomènes d'interférences entre les deux courants traversant les jonctions. Finalement, le courant critique du SQUID est une fonction périodique du flux magnétique sondé avec une période de  $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$ .

Nous allons présenter ici brièvement la géométrie de SQUID utilisée par J.R. Kirtley qui a contribué de façon significative au développement de la microscopie magnétique par sonde SQUID [40]. La figure 5.5 montre une vue schématique du dispositif expérimental du microscope et du SQUID. Le SQUID est en contact avec la surface de l'échantillon et il est incliné d'un angle de 20° par rapport à celle-ci. Pour l'acquisition d'une image, le SQUID est déplacé mécaniquement par rapport à l'échantillon par l'intermédiaire d'un moteur pas-à-pas qui permet d'imager une zone de 400  $\mu m$  de large avec une résolution sub-micronique. Sur la deuxième partie de la figure, est présentée la géométrie complexe du SQUID utilisé. A droite se trouve une boucle de faible dimension qui sonde le champ magnétique et qui fait partie intégrante de la boucle du SQUID. Les jonctions Josephson du SQUID se situe sur la partie gauche du dessin. Dans le cas présent, une

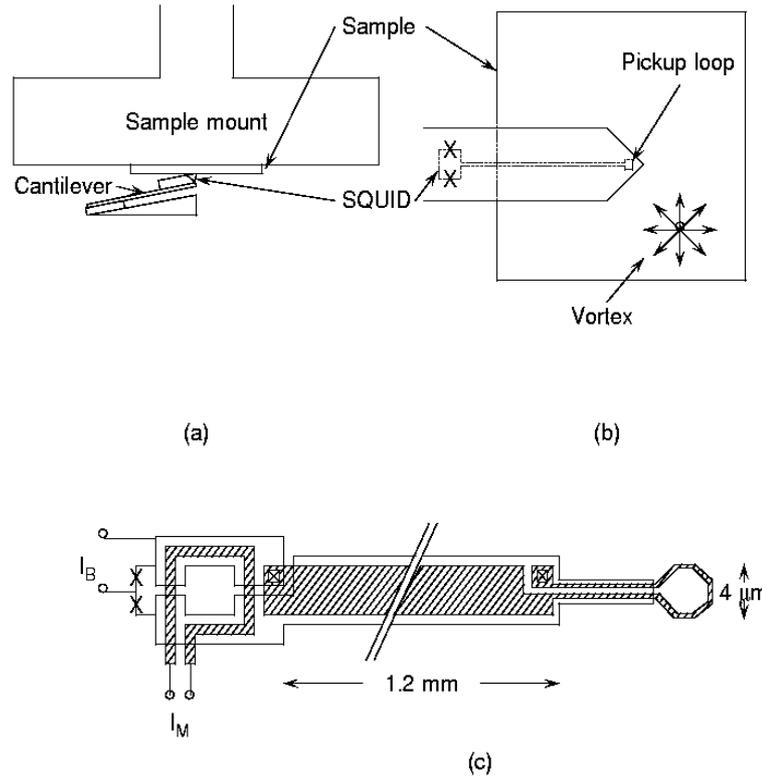


FIG. 1.21 – (a et b) Vue schématique du montage du SQUID face à l'échantillon. (c) Schéma du SQUID avec la boucle de "pickup" à droite [40].

bobine de modulation supplémentaire dans laquelle circule un courant  $I_M$  permet de réguler le flux dans la boucle du SQUID. Le bruit en champ magnétique pour une telle sonde est typiquement  $4 \cdot 10^{-6} \text{ G}/\sqrt{\text{Hz}}$  à  $4.2 \text{ K}$ , ce qui signifie que des champs magnétique aussi faibles que  $10 \text{ } \mu\text{G}$  peuvent être mesurés pour une fréquence typique de mesure de  $1 - 10 \text{ Hz}$ . Pour que la mesure du flux reste locale, le reste du SQUID se trouve dans un blindage supraconducteur rendant la fabrication délicate et limitant l'application du microscope à des très faibles champs magnétiques pour éviter que les surfaces supraconductrices piègent des vortex.

Avec un tel dispositif, J.R. Kirtley *et al.* [41] ont été capable d'observer des vortex non conventionnels d'un demi quantum de flux magnétique. L'échantillon est un film mince d'YBCO déposé sur substrat avec trois régions ayant chacune un axe cristallographique différent (cf. la partie à gauche de la figure figure 1.22). La partie à droite de la figure 1.22 présente l'imagerie magnétique correspondante: chaque point blanc est un vortex. On aperçoit quatre vortex piégés sur les joints de grains, sept dans les régions uniformes du film et un à l'intersection des joints de grains. L'ensemble des vortex contient chacun un quantum de flux magnétique excepté celui situé à l'intersection des trois arrangements cristallographiques qui est égal à un demi quantum de flux.

La microscopie à SQUID est la technique possédant la plus grande sensibilité magnétique ( $\sim 1 \text{ } \mu\text{G}/\sqrt{\text{Hz}}$ ). La résolution spatiale ( $\sim 4 \text{ } \mu\text{m}$ ) reste ici encore limitée par la taille de la boucle active du SQUID.

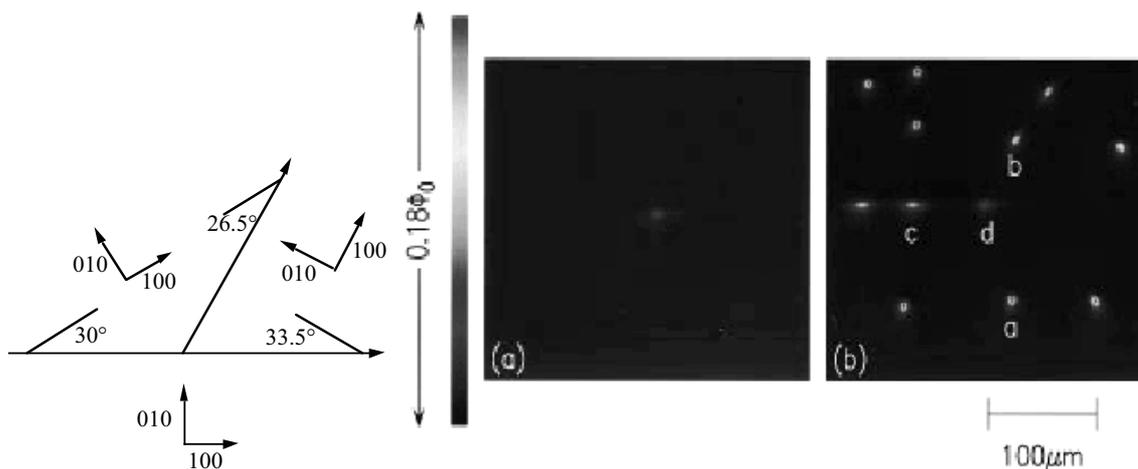


FIG. 1.22 – (à gauche) Vue schématique du substrat  $\text{SrTiO}_3$  ayant 3 orientations cristallographiques différentes sur lequel est déposé une couche de supraconducteur ( $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ). (à droite) Deux images magnétiques réalisées avec le microscope à SQUID. (a) Quand l'échantillon est refroidi sous champ nul, le seul flux piégé dans l'échantillon est un demi quantum de flux situé à l'intersection des 3 orientations cristallographiques. (b) Quand l'échantillon est refroidi sous un champ magnétique de 3 mG, 1 vortex d'un demi  $\Phi_0$  est à nouveau piégé à l'intersection des 3 orientations cristallographiques, 4 vortex d'un  $\Phi_0$  sont ancrés le long des joints de grains et 7 vortex d'un  $\Phi_0$  sont piégés dans le reste de l'échantillon [41].

### 1.3 Choix du micro-SQUID

Une des raisons qui a motivé ce projet d'imagerie magnétique, était la visualisation de distributions de vortex dans les réseaux supraconducteurs mésoscopiques (réseaux de fils ou réseaux de défauts colonnaires). Dans cette optique, le choix du micro-SQUID comme sonde magnétique s'est naturellement imposé car celui-ci nous garantissait une très grande sensibilité magnétique ( $10^{-5} \Phi_0 / \sqrt{Hz}$ ). Le contraste magnétique d'un vortex créé par des circulations de courant dans un réseau de fils peut être relativement faible. Dans ce cas précis, la taille du vortex est donnée par la dimension de la maille du réseau qui peut varier typiquement de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres. La seule grandeur constante est le flux magnétique ( $\Phi_0$ ) qui traverse le vortex et ce quantum de flux est proportionnel au champ magnétique et à l'aire du vortex. Par conséquent, plus la taille du vortex est grande, plus son profil magnétique s'affaiblit. Il est donc nécessaire d'assurer une très grande sensibilité magnétique pour l'imagerie de tels échantillons.

Le micro-SQUID se différencie du SQUID classique par la nature des jonctions (microponts) et par les dimensions de sa boucle: dans notre cas, le diamètre typique des micro-SQUID est  $1 \mu\text{m}$  et la largeur des bras de  $200 \text{ nm}$ . En maintenant cette sonde magnétique très près de la surface de l'échantillon, une très bonne résolution spatiale peut-être obtenue. Pour permettre cette grande proximité avec l'échantillon, nous avons intégré le micro-SQUID sur une sonde topographique qui maintient la distance pointe-surface petite (typiquement  $0.1 - 0.2 \mu\text{m}$ ).

En outre, l'utilisation d'une sonde topographique présente deux avantages. Le premier point est la possibilité d'imager de façon non destructive la surface physique de l'échantillon. Une étude sur les effets de commensurabilité entre la distribution des vortex et le réseau supraconducteur sous-jacent est alors envisageable. Le deuxième avantage réside dans le fait que la distance pointe-surface étant asservie, il est possible de balayer rapidement la surface grâce à l'utilisation d'un

scanner piézo-électrique. La vitesse d'acquisition d'une image est limitée non plus par le balayage mais plutôt par la technique de mesure du micro-SQUID.



## Chapitre 2

# Les sondes

DANS ce chapitre, nous décrivons le fonctionnement du cœur du microscope qui est la tête sonde. Une description plus détaillée de l'ensemble du dispositif expérimental sera faite par la suite.

Le cœur de ce microscope est l'association de deux sondes: l'une magnétique (le micro-SQUID) et l'autre topographique (le diapason). Comme nous allons le voir, le micro-SQUID a été choisi car il garantit une mesure magnétique de très grande sensibilité magnétique, reproductible et non perturbative. Cependant cette sensibilité décroît très rapidement lorsque la distance entre le micro-SQUID et l'échantillon augmente. C'est pourquoi nous avons couplé la technique du micro-SQUID avec celle de la FM (Microscopie de Force) bien connu dans le monde de la microscopie de champ proche car celle-ci permet de maintenir la distance entre le micro-SQUID et l'échantillon inférieure au micromètre. Nous pouvons alors garantir un très bon couplage magnétique entre le micro-SQUID et l'objet magnétique mesuré.

### 2.1 Le micro-SQUID

#### 2.1.1 Principe du SQUID

Le SQUID, acronyme pour Superconducting QUantum Interference Device, est basé sur le concept de la quantification du flux dans un anneau supraconducteur et sur l'effet Josephson à travers un lien faible. Il consiste en un anneau supraconducteur interrompu par une ou deux jonctions Josephson. Une jonction Josephson est un affaïssement local de la supraconductivité. Parmi les jonctions Josephson les plus courantes, on peut citer la jonction tunnel, la jonction à micropont, la jonction de pointe. Le SQUID permet la mesure du flux magnétique pénétrant l'anneau supraconducteur grâce à l'effet d'interférence quantique.

Nous présentons ici le SQUID à deux jonctions, appelé aussi SQUID-DC car il peut être mesuré en courant continu. C'est le type de SQUID que nous avons utilisé. Une étude complète et historique sur le fonctionnement des SQUID est donnée par [42], un aspect plus technique et plus moderne du SQUID se trouve dans [43].

### 2.1.1.1 Effet Josephson dans les micro-ponts

Considérons l'effet Josephson dans un micropont de section efficace  $\sigma$  suffisamment faible pour être considéré comme unidimensionnel et de longueur  $S$  petite devant  $\xi$  [2]. De façon générale, dans un supraconducteur les électrons s'apparient et dans le modèle de Ginzburg-Landau, ces paires peuvent être représentées par une fonction d'onde  $\psi(\vec{r})$  d'amplitude  $\psi_0$  et de phase  $\phi$ :  $\psi(\vec{r}) = \psi_0 \exp(i\phi)$ . Le courant à travers ce micropont s'exprime alors comme:

$$\vec{I}_s = - \left( \frac{|e|\hbar\sigma}{2m} i \right) (\psi^* \vec{\nabla} \psi - \psi \vec{\nabla} \psi^*) \quad (2.1)$$

où  $e$  et  $m$  sont la charge et la masse de l'électron respectivement,  $\hbar$  la constante de Planck divisée par  $2\pi$ .

L'effet Josephson est une propriété générale des liens faibles et peut être très bien décrit par la théorie de Ginzburg-Landau dans le cas simple où l'on considère deux électrodes supraconductrices massives séparées par une jonction (ou micropont) unidimensionnelle et courte du même matériau. L'équation unidimensionnelle de Ginzburg-Landau [2] décrivant le micropont, s'écrit:

$$\xi^2 \frac{d^2 f}{dx^2} + f - f^3 = 0 \quad (2.2)$$

où  $f = \psi/\psi_\infty$  ( $\psi$  est la fonction d'onde des paires de Cooper dans le supraconducteur et  $\psi_\infty$  celle dans le cas d'un supraconducteur homogène). Nous considérons que les électrodes massives sont en équilibre et que par conséquent,  $|f| = 1$  dans chacune d'elles mais les phases du paramètre d'ordre peuvent être différentes. Soit  $\theta$  la différence de phase entre les deux électrodes, la solution de l'équation 2.2 est obtenue en considérant les conditions aux limites:  $f = 1$  à  $x = 0$  et  $f = \exp(i\theta)$  à  $x = S$ . Dans le cas où  $S \ll \xi$ , le premier terme de l'équation 2.2 domine car il est supérieur aux deux autres par un facteur  $(\xi/L)^2$  pour tout  $\theta$  non nul. Finalement, l'équation 2.2 se simplifie à  $d^2 f/dx^2 = 0$  dont la solution est de la forme  $f = a + bx$ . En appliquant les conditions aux limites, on obtient:

$$f = (1 - x/S) + (x/S) \exp(i\theta) \quad (2.3)$$

Cette solution est la superposition des fonctions d'onde des paires d'électrons de chacune des électrodes (cf.figure 2.1).

Si la solution  $f(x)$  est insérée dans l'équation 2.1, le courant traversant le micropont est alors fonction de la différence de phase et s'écrit comme:

$$I_s = I_c \sin \theta \quad (2.4)$$

où  $I_c = \frac{|e|\hbar\sigma}{mL} \psi_\infty^2$  est un courant critique qui dépend seulement des propriétés du micropont. Cette équation donne la même dépendance sinusoïdale de  $I_s$  en fonction de la phase que celle trouvée dans le cas d'une barrière tunnel [42]. Cette expression de  $I_s$  est valable dans la limite où la longueur du micropont est beaucoup plus petite que la longueur de cohérence ( $S \ll \xi$ ). Nous verrons dans la suite comment la longueur de cohérence modifie cette relation courant-phase.

### 2.1.1.2 Le SQUID-dc

Considérons maintenant une boucle supraconductrice avec deux jonctions Josephson identiques (cf figure 2.2). L'action du champ magnétique sur les paires d'électrons circulant dans cette boucle,

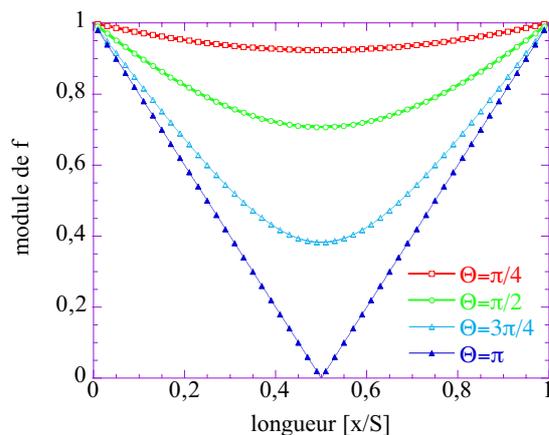


FIG. 2.1 – Calcul du profil de la densité des paires de Cooper  $|f|$  dans le micropont de longueur  $S$ .

s'exprime par le potentiel vecteur  $\vec{A}$  qui modifie leur phase. L'expression du courant donnée par l'équation 2.1, devient alors:

$$\vec{I}_s = - \left( \frac{|e|\hbar\sigma}{2m} i \right) (\psi^* \vec{\nabla} \psi - \psi \vec{\nabla} \psi^*) - \frac{2|e|^2}{m} |\psi|^2 \vec{A} \quad (2.5)$$

En insérant la fonction d'onde des paires  $\psi(\vec{r}) = \psi_0 \exp(i\phi)$  dans l'équation 2.5, le courant est lié au gradient de la phase et au potentiel vecteur:

$$\frac{m}{|e|\hbar\sigma\psi_0^2} \vec{I}_s = \vec{\nabla} \phi - \frac{2|e|}{\hbar} \vec{A} \quad (2.6)$$

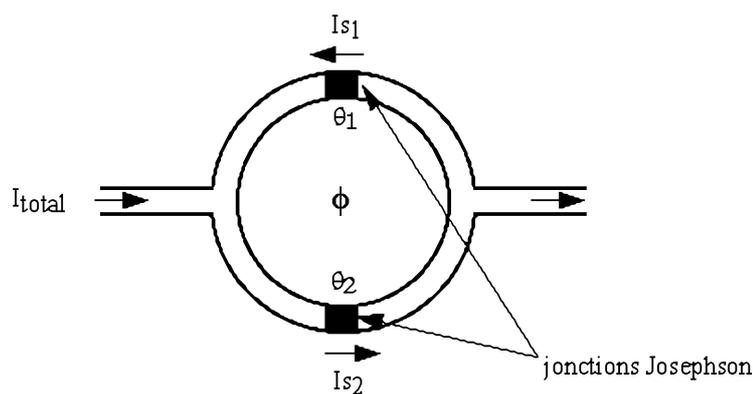


FIG. 2.2 – Schéma d'un SQUID continu.

On intègre alors l'équation 2.6 sur le contour de la boucle. Le premier terme est l'intégrale du courant  $\frac{m}{|e|\hbar\sigma\psi_0^2} \int \vec{I}_s \cdot d\vec{l}$ . Ce premier terme est égal à la somme des différences de phase ( $\theta_1$  et  $\theta_2$ ) à travers les jonctions 1 et 2 respectivement. Le deuxième terme correspond au changement total de phase autour de la boucle: afin d'assurer la cohérence de la fonction d'onde dans le supraconducteur, ce changement de phase doit être un multiple de  $2\pi$ , soit  $\int \vec{\nabla} \phi \cdot d\vec{l} = 2n\pi$ . La troisième intégrale qui est celle du potentiel vecteur sur le tour de l'anneau, n'est autre que le

flux pénétrant le SQUID, soit  $\frac{2|e|\hbar}{h} \int \vec{A} \cdot d\vec{l} = \frac{2\pi\Phi}{\Phi_0}$  (où  $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$  est le quantum de flux). Le flux magnétique à l'intérieur de l'anneau est la superposition du flux extérieur appliqué  $\Phi_{ext}$  et de celui induit par l'inductance  $L$  du SQUID lui-même  $\Phi_L = LI_s$ :

$$\Phi = \Phi_{ext} + LI_s \quad (2.7)$$

Les micro-SQUID que nous utilisons, ont une inductance typique de  $L = 2 \text{ pH}$ . Finalement l'intégration de l'équation 2.6 peut s'écrire:

$$\theta_1 + \theta_2 = 2n\pi + \frac{2\pi\Phi}{\Phi_0} \quad (2.8)$$

Dans les jonctions 1 et 2 et par analogie avec l'équation 2.4, circulent des courants  $I_{s1} = I_{c1} \sin \theta_1$  et  $I_{s2} = I_{c2} \sin \theta_2$  respectivement. Le courant total traversant le SQUID est la somme ces deux courants et s'exprime en fonction des différences de phase. En première approximation, on néglige le flux magnétique créé par l'auto-induction du SQUID, doù  $\Phi = \Phi_{ext}$ . Finalement, en utilisant l'équation 2.8, le courant total est donné par:

$$\begin{aligned} I_{total} &= I_{c1} \sin \theta_1 - I_{c2} \sin \theta_2 = I_{c1} \sin \theta_1 - I_{c2} \sin \left( 2n\pi + \frac{\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} - \theta_1 \right) \\ &= I_{c1} \sin \theta_1 + I_{c2} \sin \left( \theta_1 - \frac{\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} \right) \end{aligned} \quad (2.9)$$

Le courant critique du SQUID est alors obtenu en maximisant  $I_{total}$ . Au maximum:

$$\frac{dI_{total}}{d\theta_1} = I_{c1} \cos \theta_1 + I_{c2} \cos \left( \theta_1 - \frac{\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} \right) = 0 \quad (2.10)$$

En élevant les équations 2.9 et 2.10 au carré et en les ajoutant, on obtient:

$$I_c = I_{c1}^2 + I_{c2}^2 + 2I_{c1}I_{c2} \cos \left( \frac{2\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} \right) \quad (2.11)$$

Finalement, on peut ré-écrire cette équation sous la forme:

$$I_c = \left( (I_{c1} - I_{c2})^2 + 4I_{c1}I_{c2} \cos^2 \left( \frac{\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} \right) \right)^{1/2} \quad (2.12)$$

Dans le cas où les jonctions sont identiques,  $I_{c1} = I_{c2} = I_{c0}$  et le courant critique devient:

$$I_c = 2I_{c0} \left| \cos \left( \frac{\pi\Phi_{ext}}{\Phi_0} \right) \right| \quad (2.13)$$

Cette équation montre que le courant critique d'un SQUID-DC ayant les mêmes courants critiques pour ses deux jonctions est une fonction périodique en  $\Phi$ , de période égale à  $\Phi_0$ . Cette fonction est représentée sur la figure 2.3 où apparaissent les maximums de  $I_c$  pour  $\Phi = 0, 1, 2, \dots$  en unité de  $\Phi_0$  et les minimums en  $\Phi = \frac{1}{2}, \frac{3}{2}, \dots$  toujours en unité de  $\Phi_0$ . La mesure de ce courant permet de connaître le flux traversant l'anneau avec une résolution bien meilleure que  $\Phi_0$ . La très faible valeur de  $\Phi_0$  ( $\Phi_0 = 20 \text{ G} \cdot \mu\text{m}^2$ ) fait du SQUID un détecteur de flux extrêmement sensible.

Hasselbach *et al.* [13] ont modélisé les variations de la caractéristique  $I_c(H)$  du micro-SQUID dont les microponts peuvent avoir une longueur variable. Ils ont comparé leurs résultats théoriques avec des mesures obtenus avec nos micro-SQUID dans le cas de l'Al et celui du Nb.

Ils ont montré que dans le cas d'un micropont de longueur arbitraire, la relation courant-phase du micro-SQUID ne suit plus une loi sinusoïdale (contrairement à l'expression 2.4 valable dans

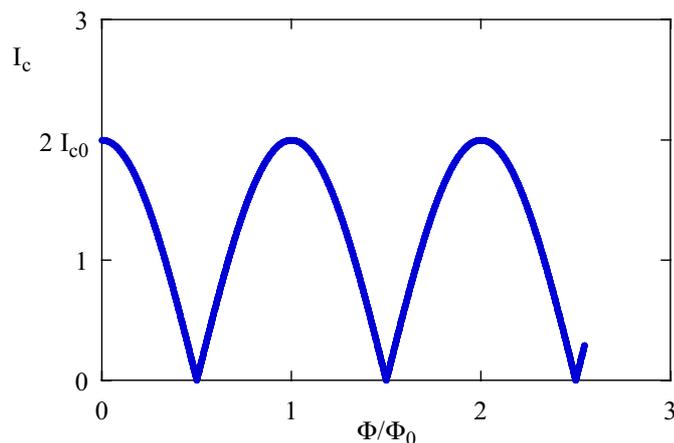


FIG. 2.3 – Dépendance du courant critique en fonction du flux extérieur appliqué perpendiculairement à la boucle du SQUID dans le cas d'un SQUID ayant deux jonctions parfaitement identiques et en négligeant l'inductance du SQUID.

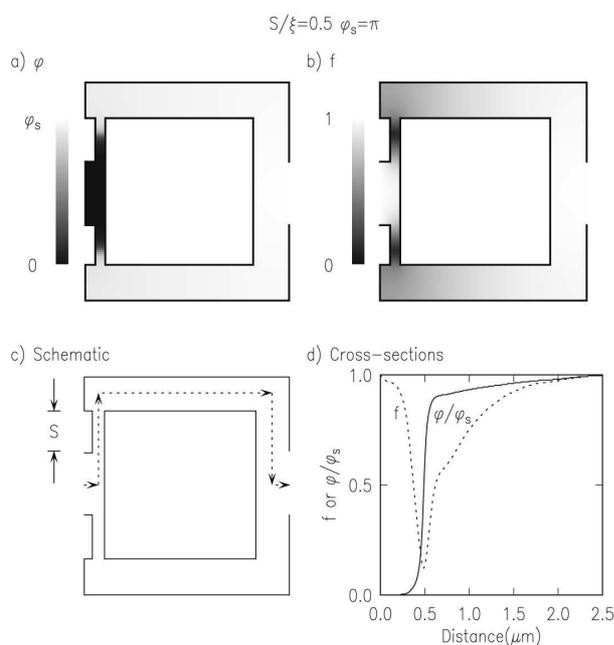


FIG. 2.4 – Solution de l'équation de Ginzburg-Landau à 2D avec  $S/\xi = 0.5$  pour: (a) le terme de phase  $\phi$  et (b) la densité de paires de Cooper  $f$  pour un micro-SQUID. La figure (d) présente le profil de  $\phi$  et  $f$  pour le chemin montré en (c) [13].

la limite  $S \ll \xi$ ). En résolvant l'équation de Ginzburg-Landau dans le cas bidimensionnel et en prenant en compte la géométrie entière du micro-SQUID, ils ont été capables de calculer la relation courant-phase d'un SQUID: la figure 2.4 présente la variation du paramètre d'ordre et de la phase le long du chemin considéré dans le cas de l'Al où la longueur de cohérence est  $\xi_0 = 100 \text{ nm}$ . Un saut en phase et une dépression du paramètre d'ordre sont visibles dans le micropont et persistent également dans les bras du SQUID. En considérant ces variations dans l'expression du courant critique du micro-SQUID, la modélisation de la caractéristique  $I_c(H)$  présentée sur la figure 2.5 montre une forme qui s'éloigne de la loi sinusoïdale (donnée par l'équation 2.4) au fur et à mesure que le rapport entre la longueur du micropont et la longueur de cohérence augmente.

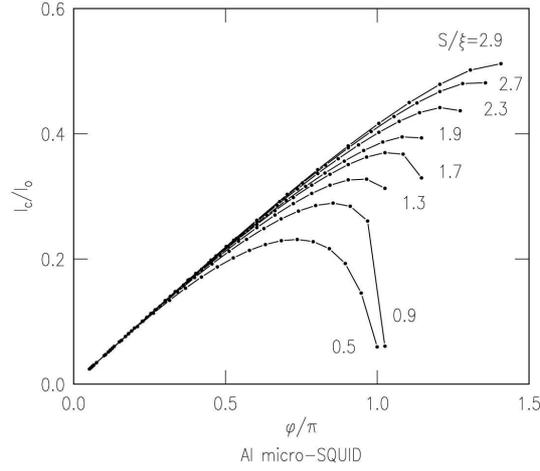


FIG. 2.5 – Relation courant-phase calculée pour un micro-SQUID [13].

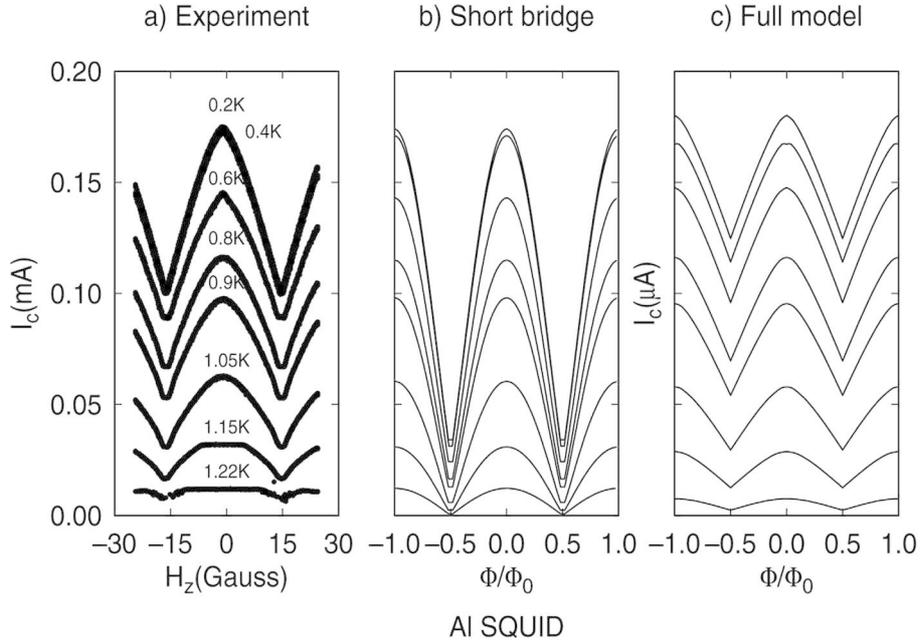


FIG. 2.6 – (a) Mesures expérimentales du courant critique d'un micro-SQUID en Al en fonction du champ appliqué pour différentes températures. (b) Modélisation dans la limite d'un micropont court ( $I = I_c \sin \phi$ ). (c) Modélisation développée par Hasselbach *et al.* [13].

Finalement la figure 2.6 compare les caractéristiques  $I_c(H)$  mesurées sur un micro-SQUID en Al pour différentes températures avec les prédictions théoriques dans le cas d'un micropont court ( $S \ll \xi$ ) et dans celui calculé par Hasselbach *et al.* où ils tiennent compte de la géométrie du micro-SQUID et de la dépendance de  $\xi$  en température. Il y a un très bon accord entre les données expérimentales et le second modèle développé. D'après ce modèle, la profondeur de modulation est limitée par l'inductance du SQUID et la longueur du micropont (non négligeable par rapport à  $\xi$ ) est à l'origine de la forme triangulaire du courant critique en fonction du champ magnétique (quand la température augmente,  $\xi$  augmente également ce qui explique la forme plus arrondie de la caractéristique  $I_c(H)$ ). Ces résultats se sont confirmés sur des mesures réalisées sur des micro-SQUID en Nb où la longueur de cohérence est encore plus faible ( $\xi_0 = 39 \text{ nm}$ ).

### 2.1.2 Sensibilité de la mesure du micro-SQUID

La figure 2.7 montre une vue schématique de la caractéristique tension-courant d'un micro-SQUID.

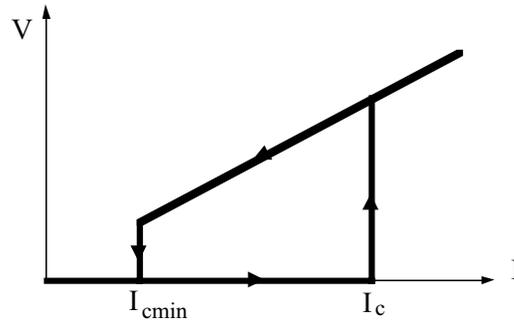


FIG. 2.7 – Représentation schématique de la caractéristique  $V$ - $I$  d'un micro-SQUID. Selon le sens de parcours du courant, le micro-SQUID ne transite pas dans l'état supraconducteur pour la même valeur de courant. Cette hystérésis est due à la propagation d'un point chaud à travers toute la boucle du micro-SQUID.

Cette caractéristique  $V(I)$  est hystérétique à cause de la propagation d'un point chaud dans le micro-SQUID. Lorsque le courant augmente, le micro-SQUID transite de l'état supraconducteur vers l'état normal pour une valeur  $I_c$ . La résistance normale du micropont entraîne alors un saut en tension et l'énergie dissipée dans cette résistance chauffe la boucle entière du micro-SQUID qui transite alors intégralement dans l'état normal. Lorsque le courant est diminué, le micro-SQUID reste dans un état résistif jusqu'à une valeur de courant  $I_{cmin}$  inférieure à  $I_c$ . Cette hystérésis thermique ne permet pas d'utiliser les systèmes classiques de mesure de SQUID. C'est pourquoi un système de détection a été développé par A. Benoit [44] pour mesurer le courant critique du micro-SQUID avec une fréquence maximale de  $10\text{ kHz}$ .

Un ordinateur contrôle simultanément le déclenchement d'une rampe de courant et une horloge de  $40\text{ MHz}$  [45] [46]. Dès que le signal  $\partial V/\partial t$  aux bornes du micro-SQUID dépasse un niveau choisi, l'horloge est arrêtée et le courant remis à zéro. La valeur de l'horloge est transférée à l'ordinateur et un nouveau cycle de mesure est lancé. Afin d'augmenter la précision de la mesure de  $I_c$  tout en gardant la même fréquence d'échantillonnage, la pente de la rampe de courant est diminuée et elle commence à une valeur  $I_c - \epsilon$ , inférieure à  $I_c$  (cf. figure 2.8). A chaque détection du courant critique, le flux traversant la boucle du micro-SQUID est mesuré et le micro-SQUID lui-même transite dans l'état normal laissant le flux magnétique pénétrer dans sa boucle. Lorsque le courant est annulé (en un temps inférieur à  $40\text{ ns}$ ) le micro-SQUID redevient supraconducteur et les courants d'écrantage qui circulent à l'intérieur quantifient le flux dans la boucle.

La figure 2.9 présente la distribution pour  $N=10000$  mesures du courant critique d'un micro-SQUID non blindé à une température de  $400\text{ mK}$ . La largeur de cet histogramme est  $5 \cdot 10^{-3} \Phi_0$ . Cette largeur résulte de plusieurs contributions de bruit. On peut citer notamment le bruit engendré par des fluctuations du flux magnétique extérieur, le bruit créé par l'environnement, le bruit thermique et le bruit quantique qui est le bruit propre du micro-SQUID. Chaque mesure de flux est une moyenne de  $N$  mesures du courant critique. La précision de cette mesure augmente comme  $\sqrt{N}$ . Le courant critique étant mesuré à une fréquence de  $1\text{ kHz}$ , la sensibilité est de  $\sim 2 \cdot 10^{-4} \Phi_0/\sqrt{Hz}$ . Cependant plus  $N$  est grand, plus le temps d'acquisition est long. Dans le cas des images réalisées avec notre microscope, afin d'obtenir un bon compromis entre une grande

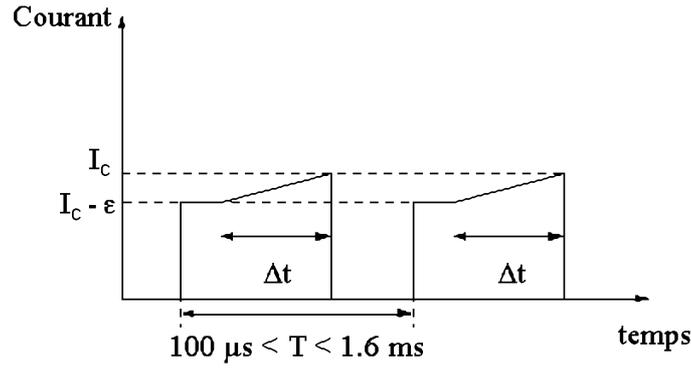


FIG. 2.8 – Variation du courant pour la mesure du courant critique. La période du signal en courant est choisie entre  $100 \mu\text{s}$  et  $1.6 \text{ ms}$ . La rampe de courant qui commence à une valeur  $I_c - \epsilon$ , est remise à zéro dès qu'une tension est détectée aux bornes du micro-SQUID. L'intervalle de temps  $\Delta t$  est enregistré et connaissant la pente de la rampe, on retrouve alors la valeur  $I_c$ .

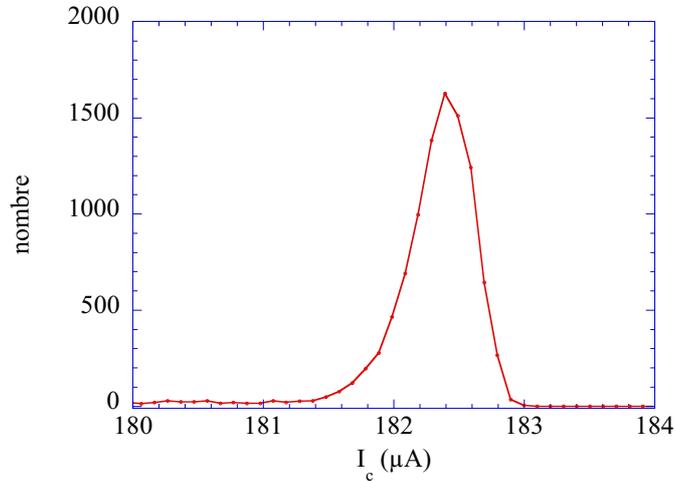


FIG. 2.9 – Histogramme de 10000 mesures de courant critique pour un micro-SQUID en Al. La largeur de l'histogramme est caractéristique des bruits qui perturbent la mesure. Ce bruit comprend les fluctuations du flux magnétique extérieur, les perturbations provenant de l'environnement et le bruit quantique.

sensibilité et un temps d'acquisition raisonnable, nous avons choisi  $N = 20$  ce qui nous a permis d'avoir une sensibilité magnétique de  $1.10^{-3} \Phi_0$ .

Le courant critique du micro-SQUID peut être mesuré avec une fréquence maximale de  $10 \text{ kHz}$  ce qui permet d'atteindre une densité spectrale du bruit en flux d'environ  $S_\Phi = 10^{-5} \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Cette sensibilité reste inférieure à celle obtenue avec un SQUID standard dans un environnement blindé (typiquement  $S_\Phi = 10^{-6} \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ ). La limitation dans la sensibilité du micro-SQUID a deux origines. Tout d'abord, du fait de leur géométrie, les SQUID classiques doivent être soigneusement blindés, ce qui réduit considérablement le bruit provenant de l'environnement. Ce blindage n'existe pas dans le cas du micro-SQUID sur pointe. La deuxième raison apportée pour expliquer cet affaiblissement de la sensibilité magnétique, est la limitation de la fréquence de mesure du courant critique à  $10 \text{ kHz}$ , causée par l'hystérésis thermique du micro-SQUID. La solution pour élargir considérablement cette bande passante est d'utiliser des micro-SQUID shuntés qui ne présentent pas d'hystérésis. Nous travaillons déjà à la réalisation de telles sondes. Cette diminution de la sensibilité magnétique dans le cas du micro-SQUID est compensée par

une forte augmentation de sa résolution spatiale. La densité spectrale d'énergie  $\epsilon$  détectable par le SQUID est minimale quand  $LI_c \approx \Phi_0$  [47] et s'écrit alors comme:

$$\epsilon = \frac{S_\Phi}{2L} \quad (2.14)$$

L'inductance d'un SQUID classique est de l'ordre de 100  $pH$  tandis que celle d'un micro-SQUID est de 1  $pH$ . Par conséquent pour une même densité spectrale en flux magnétique  $S_\Phi$ , un SQUID standard (L grand) aura une plus grande sensibilité en énergie qu'un micro-SQUID (L petit).

### 2.1.3 Choix de la géométrie et fabrication des micro-SQUID

Les micro-SQUID sont fabriqués en collaboration avec Dominique Mailly du LPN à Bagnex depuis une dizaine d'années.

#### 2.1.3.1 Géométrie des micro-SQUID

Pour des commodités de fabrication, la boucle du SQUID est une boucle carrée. Sa taille est typiquement de l'ordre du micromètre. Ceci nous permet de garantir une bonne résolution magnétique spatiale et, comme nous le verrons par la suite, d'être adapté aux systèmes magnétiques que nous observons (les vortex). Les dimensions typiques du micro-SQUID sont un diamètre de boucle 1  $\mu m$ , une largeur de bras  $\sim 250 \text{ nm}$ , une longueur et une largeur du micropont de 200  $nm$  et 50  $nm$  respectivement. La figure 2.10 montre un micro-SQUID standard fabriqué au LPN.

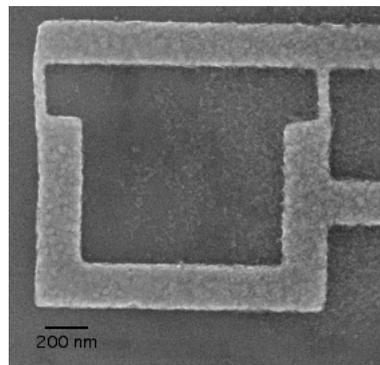


FIG. 2.10 – *Micro-SQUID en aluminium réalisé au LPN*

#### 2.1.3.2 Fabrication des micro-SQUID

Pour la réalisation de ces magnétomètres, nous avons utilisé deux différentes méthodes: méthode de *lift-off* pour les SQUID en aluminium et méthode de gravure pour les SQUID en niobium.

- **Méthode de lift-off**

Les étapes principales de la fabrication sont les suivantes:

- dépôt de la résine électrosensible négative (PMMA) sur un wafer de silicium;

- insolation des micro-SQUID au masqueur;
- évaporation thermique d'une couche d'aluminium d'épaisseur 300 Å;
- lift-off pour révéler les micro-SQUID.

Il existe plusieurs avantages à utiliser des SQUID en aluminium par rapport au SQUID en niobium. Tout d'abord, leur courant critique est plus faible ce qui restreint la rétroaction du SQUID sur l'échantillon (comme nous le verrons par la suite). De plus, la mesure de leur courant critique est moins bruitée. Et finalement, ils ont aussi une plus grande profondeur de modulation.

#### • Méthode de gravure

Une première étape de fabrication est effectuée au CRTBT et consiste à évaporer une couche de niobium d'une épaisseur de 300 Å sur un wafer de silicium avec 20 Å de Si en surface afin de limiter l'oxidation du Nb. Les étapes suivantes sont réalisées au LPN:

- lithographie des masques en Al: on utilise le même procédé que dans la méthode du lift-off;
- gravure ionique réactive (RIE) du Nb à travers le masque d'Al pour révéler les micro-SQUID.
- retrait du masque d'Al.

#### 2.1.4 Couplage magnétique entre un vortex et le micro-SQUID

Au début de ce chapitre, nous avons brièvement présenté le principe de fonctionnement du SQUID. La question est maintenant de savoir ce que l'on mesure avec un micro-SQUID.

Le SQUID par sa mesure de courant critique, nous renseigne sur la quantité de flux magnétique qui traverse sa boucle. Il est donc essentiel de comprendre comment le flux magnétique créé par un vortex est couplé avec le SQUID. Pour répondre à cette question, considérons le vortex comme une boucle portant un courant  $I_{vortex}$  et le SQUID comme une boucle simple (cf figure 2.11) et étudions l'inductance mutuelle entre ces deux circuits [48].

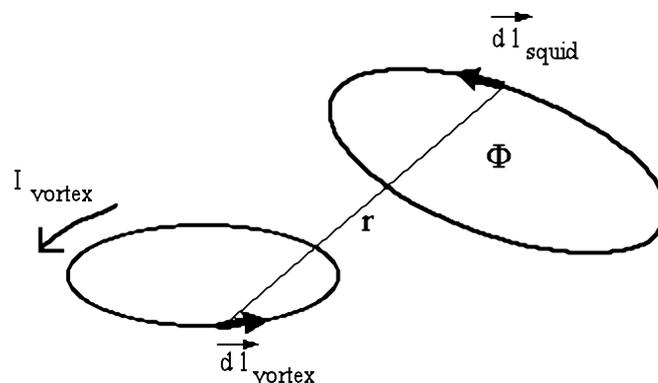


FIG. 2.11 – La boucle de courant du vortex crée un flux dont une partie  $\Phi$  est captée par le SQUID.  $r$  est la distance séparant les éléments  $dl_{squid}$  et  $dl_{vortex}$  de chacune des boucles.

Le flux créé par le courant  $I_{vortex}$  du vortex et capté par la boucle du SQUID s'écrit sous la forme:

$$\Phi = \oint_{squid} \vec{A}_{vortex} \cdot d\vec{l}_{squid} = \oint_{squid} \left( \frac{\mu_0 I_{vortex}}{4\pi} \oint_{vortex} \frac{d\vec{l}_{vortex}}{r} \right) \cdot d\vec{l}_{squid} \quad (2.15)$$

où  $\mu_0$  est la perméabilité du vide,  $\vec{A}_{vortex}$  le potentiel vecteur créé par le vortex et  $r$  la distance entre les éléments  $d\vec{l}_{squid}$  et  $d\vec{l}_{vortex}$ . L'équation (2.8) peut s'écrire également comme:

$$\Phi = M I_{vortex} \quad (2.16)$$

où

$$M = \frac{\mu_0}{4\pi} \oint_{squid} \oint_{vortex} \frac{d\vec{l}_{vortex} \cdot d\vec{l}_{squid}}{r} \quad (2.17)$$

est l'inductance mutuelle entre le vortex et le SQUID. C'est l'équation de Neumann. Il est d'ores et déjà intéressant de noter d'après la formule 2.17 que le couplage entre le SQUID et le vortex va principalement dépendre de deux paramètres:

- la géométrie de chacune des boucles: celle du SQUID et celle du vortex;
- la distance séparant le SQUID et le vortex.

En utilisant l'équation de Neumann, nous avons modélisé le couplage magnétique entre un SQUID et une boucle de courant. Les hypothèses de départ de ce modèle sont les suivantes:

- le SQUID est considéré comme une boucle carrée de côté  $1 \mu m$  dont les bras sont infiniment étroits;
- la boucle de courant est une boucle carrée de côté  $200 nm$  dont les bras sont également infiniment étroits et dans laquelle circule un courant nécessaire pour créer un quantum de flux à l'intérieur de la boucle. La taille du vortex donnée par la longueur de pénétration est choisie de façon à décrire au mieux la réalité. Dans le cas de l'Al massif,  $\lambda = 44 nm$ . En couche mince,  $\lambda$  dépend de l'épaisseur  $d$  du film et devient  $\lambda_{eff} = \lambda^2/d$ . Si l'on considère un film d'épaisseur  $170 nm$  (l'épaisseur utilisée pour nos échantillons), alors  $\lambda_{eff} = 113 nm$ . Le diamètre du vortex correspond alors à  $2\lambda_{eff} = 200 nm$ .

Ces hypothèses ont été choisies pour correspondre à la géométrie du problème réel.

Le résultat de ce modèle, présenté sur la figure 2.12, montre l'inductance mutuelle entre le vortex et le micro-SQUID pour différentes hauteurs de balayage. L'abscisse correspond au déplacement du micro-SQUID par rapport au vortex: l'origine de ce déplacement coïncide au moment où l'axe du micro-SQUID est confondu avec l'axe du vortex. Les positions relatives du micro-SQUID et du vortex sont ponctuellement schématisées sur la figure 2.12: le grand carré vide représente le micro-SQUID et le petit carré plein le vortex.

La figure 2.12 montre que le contraste magnétique dépend fortement de la hauteur de balayage: plus la distance SQUID-vortex est faible, plus le couplage entre les deux boucles est grand. Dans le cadre de notre microscope, le micro-SQUID doit être balayé aussi près que possible de la surface de l'échantillon afin d'optimiser le contraste magnétique des objets mesurés.

Le modèle utilisé sur la figure 2.12 met en évidence le fait que l'inductance mutuelle est une convolution du signal réel magnétique et de la géométrie du SQUID. Le rôle de chacune des boucles mises en jeu est plus visible lorsque que la distance SQUID-vortex est petite. Pour

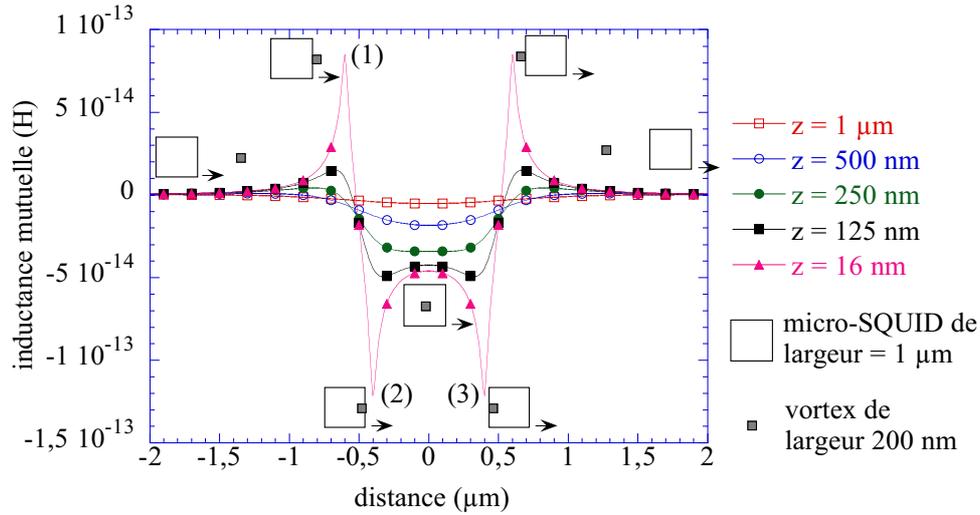


FIG. 2.12 – L'inductance mutuelle entre un SQUID et un vortex lorsque le SQUID est déplacé par rapport au vortex à différentes hauteurs de balayage ( $z$ ). Une vue schématique de ce déplacement relatif du SQUID et du vortex est également représentée: le grand cercle vide est le SQUID et le petit cercle plein le vortex.

permettre de décrire plus en détail ce profil de l'inductance mutuelle, considérons le cas où la distance SQUID-vortex est  $16 \text{ nm}$ . La différence de signe de l'inductance mutuelle entre le pic (1) et le pic (2) sur la figure 2.12 est significatif de l'orientation du champ magnétique créé par le vortex. En effet, ce champ à l'extérieur du vortex est de sens opposé à celui à l'intérieur du vortex conduisant à la différence de signe dans le calcul de l'inductance mutuelle. L'écart en distance entre le pic (1) et (2) est  $200 \text{ nm}$ : il est caractéristique de la taille du vortex. Cependant, dans le cas d'un SQUID réel, le signal mesuré est une convolution entre la géométrie du micro-SQUID et le champ du vortex. Par conséquent, l'écart entre les pics (1) et (2) n'est plus seulement fonction de la taille du vortex mais aussi de la dimension finie des bras du micro-SQUID. Si le SQUID est balayé en grande proximité avec la surface, la largeur du bras représente finalement à la limite de la résolution spatiale que l'on peut obtenir.

### 2.1.5 Force d'interaction entre le SQUID et le vortex

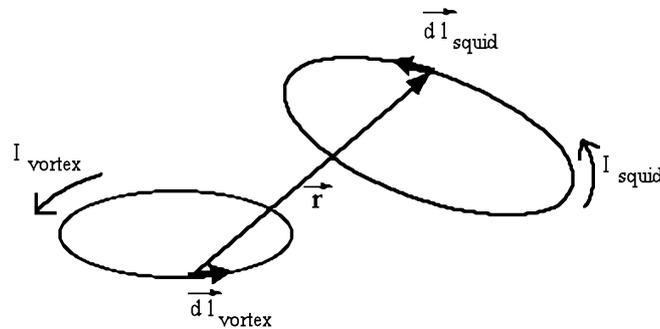


FIG. 2.13 – Force magnétique d'interaction entre un vortex et un SQUID représentés chacun par une boucle de courant.  $\vec{r}$  est le vecteur liant les éléments de longueur  $d\vec{l}_{\text{squid}}$  et  $d\vec{l}_{\text{vortex}}$  de chacune des boucles.

De par son principe de mesure, le SQUID est parcouru en permanence par un courant inférieur ou égal à son courant critique. Le champ magnétique induit par celui-ci peut alors interagir grâce à la force de Laplace avec les courants d'écrantage du vortex. Si l'interaction est trop forte, la dynamique du vortex peut alors être fortement perturbée. Afin de rendre compte de l'influence de notre sonde magnétique sur le vortex, considérons la force magnétique qui s'exerce entre deux circuits fermés représentant le SQUID et le vortex dans lesquels circulent un courant  $I_{squid}$  et  $I_{vortex}$  respectivement (cf figure 2.13).  $\vec{r}$  est le vecteur liant les éléments de longueur  $d\vec{l}_{squid}$  et  $d\vec{l}_{vortex}$  des deux boucles. En utilisant la force de Laplace et la loi de Biot-Savart, la force magnétique  $\vec{F}_{squid/vortex}$  exercée par  $I_{squid}$  sur  $I_{vortex}$  est alors donnée par:

$$\vec{F}_{squid/vortex} = -\frac{\mu_0}{4\pi} I_{squid} I_{vortex} \oint_{squid} \oint_{vortex} \vec{r} \frac{d\vec{l}_{vortex} \cdot d\vec{l}_{squid}}{r^3} \quad (2.18)$$

Cette force est proportionnelle au gradient de la mutuelle inductance.

En utilisant les mêmes hypothèses de départ que dans le cas de la mutuelle inductance et en considérant que le SQUID et le vortex sont deux boucles dans laquelle circule un courant de  $100 \mu A$  et de  $1 mA$  respectivement, on peut tracer le profil de force entre ces deux boucles lors du balayage du SQUID par rapport au vortex. Le courant du vortex correspond au courant nécessaire pour créer un  $\Phi_0$  dans une boucle de rayon  $200 nm$ . Le résultat du calcul est présenté sur la figure 2.14.(gauche) pour différentes hauteurs ( $z$ ) de balayage. La courbe à droite sur la figure 2.14 montre les variations du maximum de cette force en fonction de la hauteur.

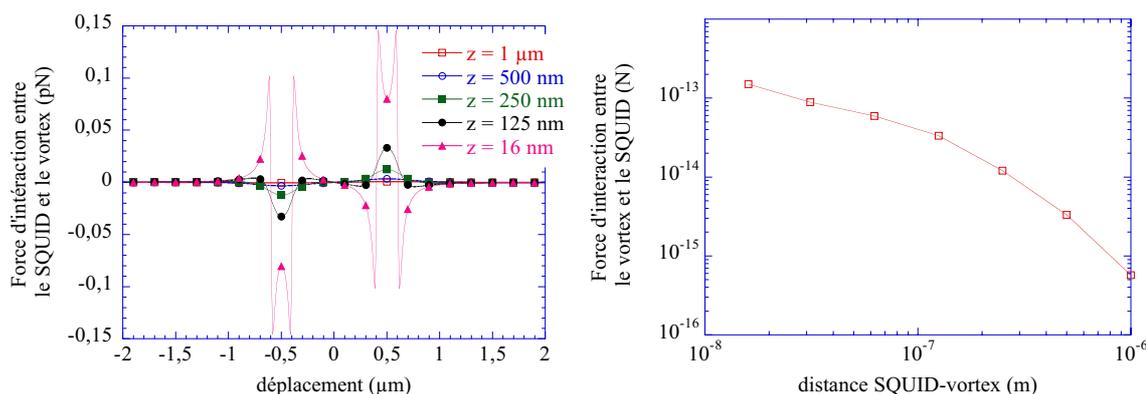


FIG. 2.14 – Force magnétique d'interaction entre un vortex et un SQUID d'après un calcul basé sur la force de Laplace et la loi de Biot-Savart. On considère que le courant circulant dans le SQUID est de  $100 \mu A$  et celui dans le vortex de  $1 mA$ . La taille du SQUID est de  $1 \mu m$  et celle du vortex de  $200 nm$ .

D'après ce modèle, on constate que la force d'interaction entre le SQUID et le vortex augmente lorsque la distance entre eux diminue et qu'elle est maximale lorsque le vortex se situe sous le bras du SQUID. Cette force reste cependant de faible amplitude. Elle est inférieure ou égale à  $0.1 pN$ . Cette valeur est à comparer aux forces d'ancrage des vortex dans les supraconducteurs afin de rendre compte des perturbations éventuelles engendrées par le micro-SQUID sur la distribution du flux magnétique.

Les forces d'ancrage des vortex dans les films d'Al étant typiquement de  $1 pN$ , la force d'interaction entre le vortex et micro-SQUID à très basse température est un ordre de grandeur plus faible que celle de piégeage des vortex: dans ce cas, le micro-SQUID perturbe peu la distribution de champ sous-jacente. Cependant comme  $B_c$  est proportionnel à  $(1 - T/T_c)^{-1/2}$  et  $\xi$  à  $(1 - T/T_c)^{1/2}$ , les vortex sont faiblement piégés quand la température s'approche de la température critique de l'échantillon. La présence du micro-SQUID peut alors jouer un rôle non

négligeable dans la distribution du flux magnétique et lors de l'acquisition des images, cet effet doit être considéré. Nous pouvons diminuer cette interaction en augmentant la distance entre le micro-SQUID et l'échantillon (au détriment de la résolution spatiale) ou en diminuant le courant critique du micro-SQUID.

## 2.2 Microscopie à micro-SQUID

Le modèle de couplage magnétique développé précédemment montre que la mesure du SQUID dépend très fortement de la distance SQUID-échantillon. En effet, plus cette distance est faible, meilleure est la résolution magnétique de la mesure. Dans notre cas, pour imager un vortex, la distance de balayage doit être typiquement inférieure à  $1 - 2 \mu\text{m}$ . Dans le microscope de Kirtley *et al.* [40], le SQUID fixé sur un ressort est en contact physique avec la surface et il est déplacé grâce à des moteurs mécaniques offrant de grands champs d'observation. Cependant, ce dispositif fonctionne à température ambiante dans une bande passante relativement faible (1-10 Hz) pour éviter que la pointe ne résonne et ne soit endommagée. Nous avons préféré choisir un dispositif où la pointe n'est pas en contact physique avec la surface et pour cela nous avons fait appel aux techniques de champ proche.

### 2.2.1 Choix de la sonde topographique

Inspirés par la microscopie à sonde Hall [4], nous avons, dans un premier temps, envisagé la microscopie STM (Scanning Tunneling Microscopy) comme contrôle de la distance pointe-échantillon. Pour réaliser l'électrode, l'idée était de fabriquer le micro-SQUID sur une membrane

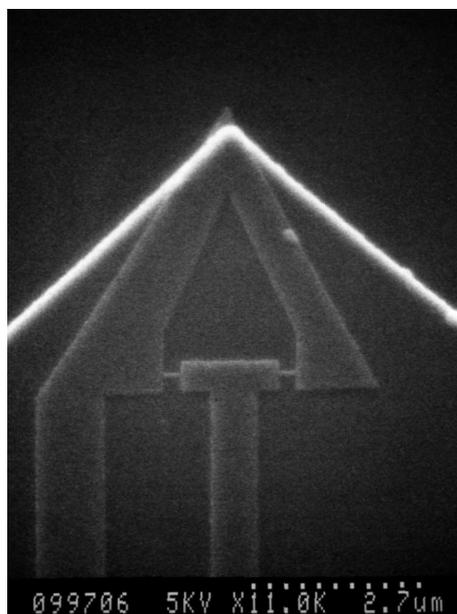


FIG. 2.15 – Photographie au microscope électronique à balayage d'une pointe SQUID-STM en cours de fabrication. La boucle du SQUID avec ses microponts et le profil de la membrane en forme de pointe sont visibles sur l'image. Cette pointe a été réalisée par D. Mailly et A. Madhouri au LPN.

en Si et de dorer la pointe en protégeant le micro-SQUID par une fine couche de SiC. Pour

différentes raisons, cette technique s'est très vite avérée assez délicate et mal adaptée à notre cas. La première et principale raison tient au fait que le courant tunnel varie de façon exponentielle avec la distance pointe-échantillon: par conséquent, pendant l'imagerie, la pointe est balayée à quelques Angströms de la surface. Dans le cas d'un microscope STM classique, ceci est réalisable car l'amplitude de balayage reste relativement faible (typiquement quelques micromètres) ce qui permet un montage compact du microscope. Dans notre cas, inversement, nous désirons avoir un grand champ d'imagerie: le scanner est donc plus long et les amplitudes de vibration plus grandes. Ces vibrations sont incompatibles avec une faible hauteur de balayage: la microscopie STM est donc une technique peu adaptée à notre problème. De plus, le choix du STM n'est pas justifié par son excellente résolution spatiale car nous ne cherchons pas à observer des phénomènes au niveau atomique. Finalement, la dernière raison qui nous a amené à choisir une autre approche, est la présence de contraintes dans le SiC qui rendent la réalisation des pointes très délicate.

Nous nous sommes alors intéressés à l'AFM (Atomic Force Microscopy). La distance pointe-échantillon est contrôlée par l'intermédiaire des forces de van der Waals créées par les atomes de la surface et agissant sur la pointe. Cette technique est beaucoup plus adaptée à notre microscope car ces forces suivent des lois de puissance ce qui permet de balayer la pointe à quelques dizaines de nanomètres de la surface. Des tests réalisés sur des cantilevers piézo-résistifs (fournis par A. Boisen de Technical University of Denmark) ont été très encourageants. Cependant l'implantation du micro-SQUID sur le cantilever s'est vite révélée très compliquée car elle nécessitait l'intervention de plusieurs collaborations (LETI-PLATO, INPG, ...) et l'acquisition d'un savoir faire complexe. En outre, à la même époque, nous avons pris connaissance du diapason comme capteur de force et celui-ci s'est rapidement imposé par la possibilité de séparer le développement du capteur de force de celui de la sonde à micro-SQUID.

L'utilisation du diapason comme capteur de force est récente. C'est une technique qui a été mise au point par K. Karrai et R. Grober [49] dans le cadre de la microscopie optique SNOM (Near field Scanning Optical Microscopy). L'idée est de fixer une petite barette de Si contenant le micro-SQUID sur un des bras du diapason et d'utiliser ce dernier comme un capteur de force pour contrôler la distance pointe-échantillon. Dans un premier temps, nous décrirons comment positionner le micro-SQUID à l'apex de la pointe en Si. Puis, après une courte description du diapason, nous présenterons ses principales caractéristiques ainsi que le modèle théorique qui le décrit. Finalement nous montrerons le dispositif électronique que nous avons développé pour asservir le signal du diapason.

### 2.2.2 Profil des pointes micro-SQUID

Comme nous le verrons par la suite, le diapason maintient la distance entre la pointe en silicium et l'échantillon inférieure à 100 nm. Afin d'optimiser le couplage magnétique entre le micro-SQUID et l'échantillon (ce qui revient à minimiser la distance entre eux), le micro-SQUID doit être situé à l'apex de la pointe en silicium. Une vue schématique (cf figure 2.16) du système nous montre les différents paramètres géométriques ( $h$ ,  $d$ ,  $\alpha$ ) à prendre en compte pour mieux comprendre le problème.

La dépendance de la hauteur  $h$  en fonction de la distance  $d$  et de l'angle  $\alpha$  varie comme  $h = d \sin \alpha$ . En mode normal de fonctionnement du microscope, l'angle  $\alpha$  est réglé pour une valeur typique variant entre  $5^\circ$  et  $10^\circ$ . Par conséquent en jouant sur la distance  $d$ , nous pouvons réduire la hauteur de balayage de typiquement 2-3  $\mu\text{m}$  à une centaine de nanomètres, ce qui nous garantit une excellente résolution magnétique spatiale.

Les micro-SQUID que nous fabrique D. Mailly, sont lithographiés sur un wafer de silicium

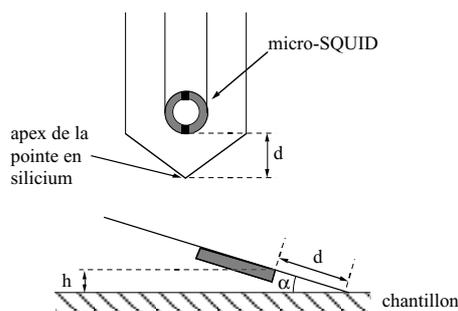


FIG. 2.16 – Le substrat du SQUID est incliné d'un angle  $\alpha$  par rapport à la surface de l'échantillon. Si le SQUID est placé à une distance  $d$  du point de contact échantillon-substrat, alors le SQUID se trouve à une certaine hauteur  $h$  de l'échantillon.

de 2 pouces. Celui-ci doit alors être taillé en petites pointes qui seront collées sur le bras du diapason. Pour la réalisation de ces pointes, nous devons prendre en compte les techniques de micro-fabrication nécessaires à la conception du micro-SQUID, l'implantation de la pointe sur le diapason et l'orientation du micro-SQUID par rapport à l'échantillon. Nous allons à présent développer les deux techniques utilisées pour obtenir un bon positionnement du SQUID par rapport à l'apex de la pointe en silicium. Afin de minimiser cette distance  $d$ , nous avons utilisé en premier lieu une découpe fine du silicium que nous avons par la suite complétée par une gravure ionique plus précise.

### 2.2.2.1 Découpe simple de la pointe

Le première technique envisagée et aussi la plus immédiate consiste à découper avec une scie diamantée le wafer contenant les micro-SQUID. Bien que très simple dans sa conception, cette méthode n'est pas aussi évidente à mettre en œuvre. En effet, la précision demandée pour la découpe est relativement difficile à obtenir: nous souhaitons positionner le micro-SQUID à une distance d'environ  $5-7 \mu m$  de l'apex de la pointe (cf figure 2.17). De plus, une même ligne de

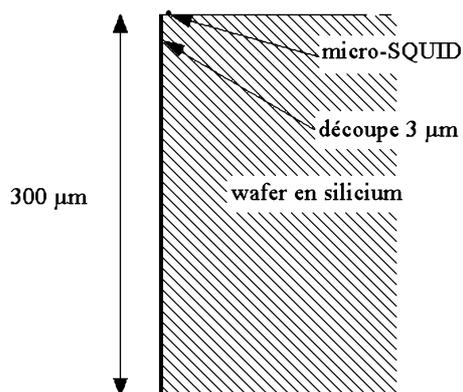


FIG. 2.17 – Schéma de la découpe du wafer de silicium dans lequel les proportions des longueurs sont conservées. La précision de la découpe représente environ 1% de sa profondeur.

découpe est commune à plusieurs micro-SQUID. Par conséquent, toute la difficulté du procédé est de réussir un alignement parfait des axes de découpe par rapport aux marques dessinées lors de la fabrication des SQUID et de prendre en compte les éclats produits lors de la découpe. Le grain de diamant d'un disque diamanté peut être aussi fin que  $1 \mu m$ . C'est la société Gamberini de

Crolles [50] qui nous assure la découpe avec la précision voulue. La figure 2.18 montre la position d'un micro-SQUID sur une pointe découpée. La taille du micro-SQUID est  $1 \mu\text{m}$ , la dimension typique des plus gros éclats est  $2 - 3 \mu\text{m}$  et la distance entre le SQUID et l'apex de la pointe est  $7 \mu\text{m}$ .

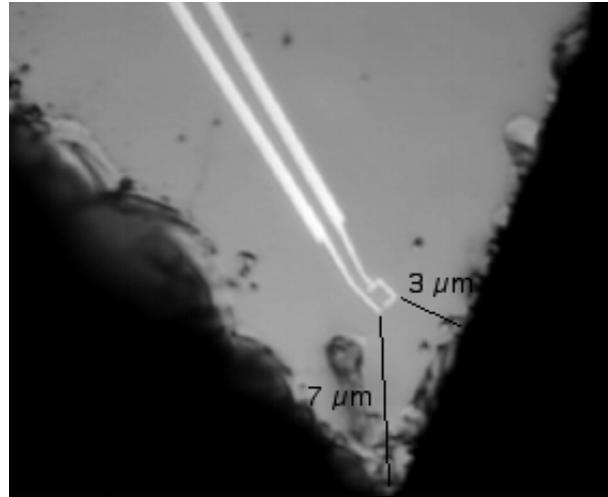


FIG. 2.18 – Pointe découpée avec une scie diamantée dont la taille des grains est  $1 \mu\text{m}$ . La boucle du micro-SQUID a un diamètre de  $1 \mu\text{m}$ . La distance minimale entre le SQUID et le bord du silicium est de  $3 \mu\text{m}$ .

Un léger mésalignement d'une ligne de découpe peut provoquer soit la perte de plusieurs SQUID, soit une position trop éloignée du SQUID. C'est pourquoi nous avons complété notre technique par une gravure ionique qui facilite la découpe précise des pointes.

### 2.2.2.2 Gravure ionique de la pointe

Cette méthode consiste dans un premier temps, à dégager par gravure ionique du silicium, un plateau en forme de pointe et dans un deuxième temps à découper mécaniquement le wafer à la scie diamantée. Ceci nécessite une étape de lithographie supplémentaire dans la fabrication des SQUID. Une fois le micro-SQUID fabriqué, une couche uniforme de SiC d'épaisseur  $1000 \text{ \AA}$  est déposée par pulvérisation: elle permet de protéger les micro-SQUID des prochains traitements. La forme du plateau est alors définie par masqueur électronique au LPN et une couche d'aluminium de  $2000 \text{ \AA}$  d'épaisseur est thermiquement évaporée et transférée par lift-off sur le wafer. Les zones du wafer non protégées par cette dernière couche sont exposées à l'attaque ionique réactive (ou RIE). Cette dernière étape de gravure RIE s'effectue au laboratoire. C'est un procédé qui a été mis au point par F. Ayela et T. Fournier [51]. La gravure RIE s'effectue sous une atmosphère composée de  $7 \text{ cm}^3$  de  $SF_6$  et de  $4 \text{ cm}^3$  de  $O_2$  pour une puissance de  $20 \text{ W}$  et une pression de  $5 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ . La vitesse de gravure du Si est typiquement  $4 \mu\text{m}$  pour 15 minutes. Dans notre cas, le début de la gravure est retardée par la présence du SiC qui est plus robuste au traitement RIE. Il est à noter que cette attaque n'est pas complètement perpendiculaire: il y a en effet une gravure latérale sous le masque d'aluminium. Il faut en tenir compte lors de l'alignement du masque par rapport au SQUID. Nous avons calibré cette surgravure: pour une profondeur de gravure de  $4 \mu\text{m}$ , la surgravure est de  $2 \mu\text{m}$  et elle est reproductible à 4% près. A la fin de l'attaque, l'aluminium a changé d'aspect et un redépôt de AlFx s'est formé. Le wafer est alors prêt à être découpé à la scie diamantée: son alignement se fait selon les bords du masque d'aluminium. Après la découpe,

les restes du masque sont retirés par attaque chimique dans une solution [52] contenant 3 ml de  $HNO_3$  et 27 ml de  $H_3PO_4$  à une température de  $120^\circ C$  puis le SQUID est alors rincé à l'eau déionisée.

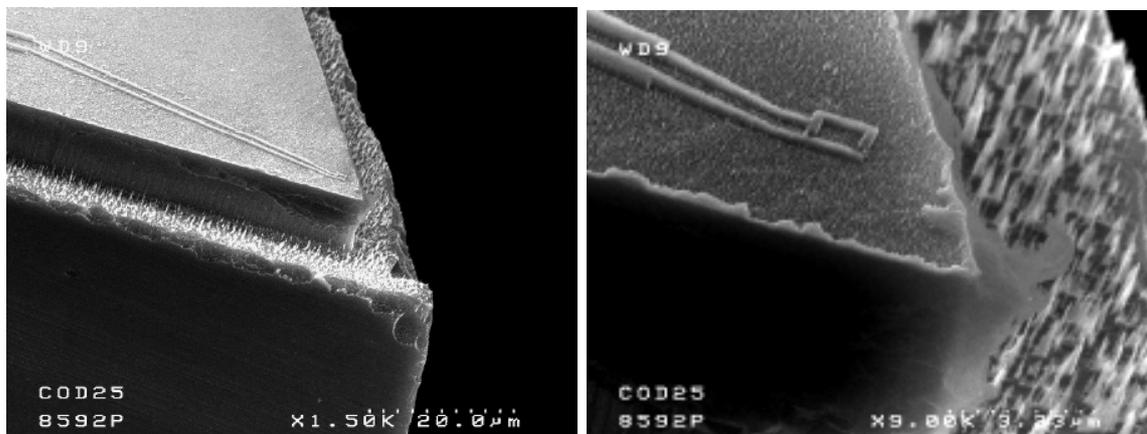


FIG. 2.19 – Image par microscopie électronique à balayage d'une pointe micro-SQUID. A gauche: vue d'ensemble: les amenées de courant et la boucle du SQUID sont alignées très près du flanc de gravure et le wafer est découpé à la scie diamantée avec une très grande précision. A droite: la boucle du micro-SQUID a un diamètre de  $1 \mu m$  et ses jonctions en micro-pont de largeur  $20 \text{ nm}$  et de longueur  $300 \text{ nm}$  sont clairement visibles.

La figure 2.19 présente le profil de la pointe obtenue une fois les différentes étapes finies. Cet ensemble de techniques nous permet de positionner le micro-SQUID à  $2 - 3 \mu m$  du bout de la pointe qui servira au contrôle de la distance lors du balayage.

### 2.2.3 Le diapason

Le diapason est un capteur de force de plus en plus utilisé dans la microscopie de champ proche: il permet de positionner une sonde (magnétique, optique, tunnel, ...) en grande proximité de la surface de l'échantillon tout en étant très simple dans l'implémentation de cette sonde. Dans cette partie, nous décrivons les caractéristiques du diapason et le modèle théorique correspondant. Nous présentons également le montage de la tête sonde et les modes d'excitation du diapason. Finalement, nous terminerons en montrant comment le diapason peut être utilisé comme un contrôle de la distance pointe-échantillon.

#### 2.2.3.1 Description du diapason et du montage de la tête sonde

Le diapason utilisé est un résonateur en quartz qui permet une mesure très fine des forces mises en jeu. Sa découpe selon les axes cristallographiques du cristal piézo-électrique est très complexe: la figure 2.20 montre la relation entre les faces naturelles du quartz et les trois axes cristallographiques [53]. X, Y, Z sont appelés les axes électrique, mécanique et optique respectivement. La "méthode des éléments finis" permet de trouver deux modes de vibration [54]. Si z est l'axe des bras et y la direction perpendiculaire à z et passant par les deux bras, alors il existe un mode de torsion des bras le long de l'axe z et un mode de flexion (cf. figure 2.21). Ce dernier existe aussi bien dans la direction y que dans la direction x, perpendiculaire à y et z. Les deux modes de flexion sont favorisés l'un par rapport à l'autre suivant l'épaisseur du diapason principalement. Les contacts lithographiés sur le diapason permettent de l'exciter électriquement.

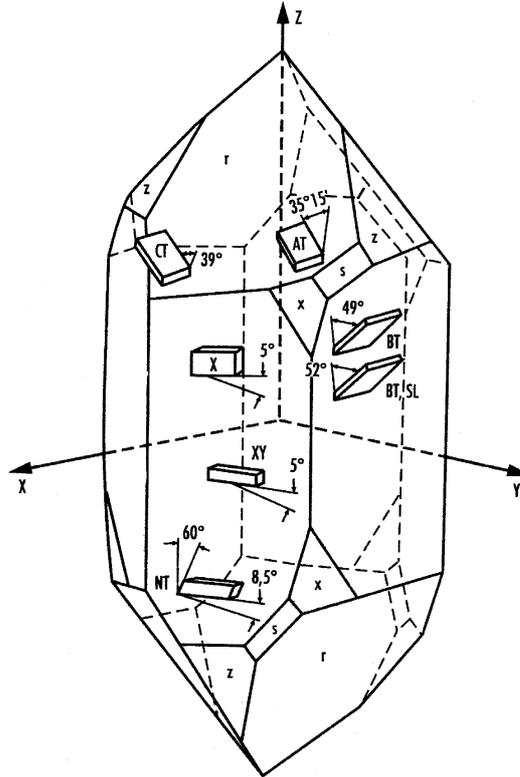


FIG. 2.20 – Relation entre les faces naturelles et les trois axes cristallographiques du quartz. Le diapason est une découpe AT [53].

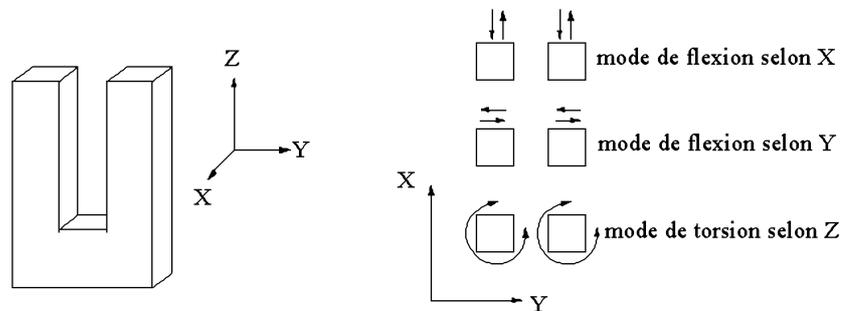


FIG. 2.21 – Modes de vibration du diapason: deux modes de flexion et un mode de torsion.

La géométrie complexe de ces contacts est choisie de telle façon à n'exciter électriquement que le mode de flexion selon  $y$ . Il existe un mode de vibration symétrique et un mode de vibration anti-symétrique selon  $y$ ; sur la figure 2.21, nous n'avons représenté que le mode symétrique. Ces résonateurs à quartz sont couramment utilisés (ils sont à la base des montres à quartz) et sont donc disponibles dans le commerce ce qui nous assure une bonne reproductibilité de leurs caractéristiques et une excellente stabilité: ils résonent à  $32768 \text{ Hz}$  ( $= 2^{15} \text{ Hz}$ ) avec un très bon facteur de qualité (de l'ordre de  $10^5$ ). La longueur d'un bras est  $L = 3.65 \text{ mm}$ , la largeur  $W = 0.34 \text{ mm}$  et l'épaisseur  $T = 0.57 \text{ mm}$  (cf figure 2.22). La constante de raideur  $k$  théorique pour le mode de flexion selon  $y$  est donnée par les dimensions géométriques du bras et les constantes d'élasticité [55]:

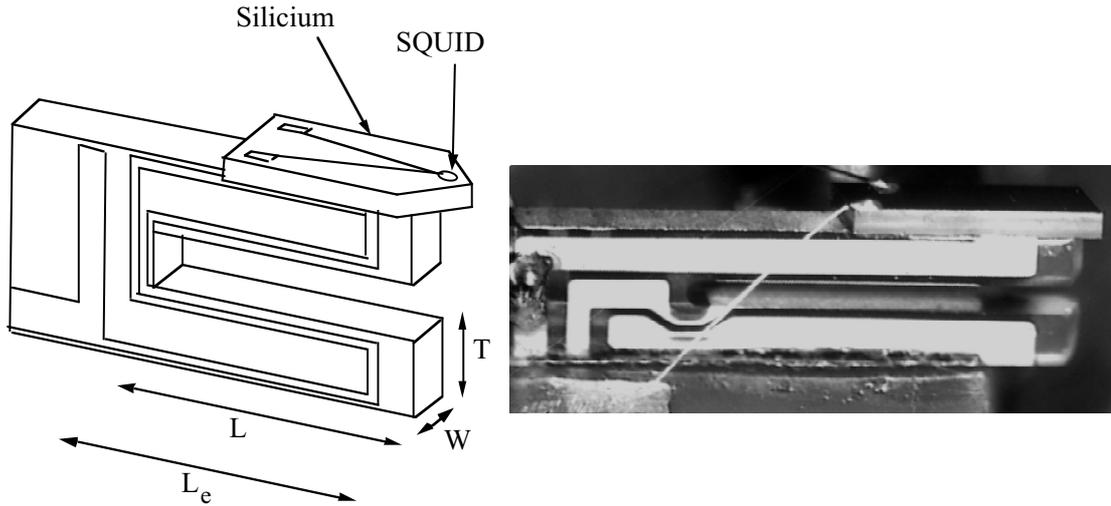


FIG. 2.22 – (droite) Vue schématique de la tête sonde (diapason et SQUID). Les contacts métalliques du diapason permettant la mesure du signal piézo-électrique sont représentés, ils couplent les deux bras du diapason.  $L = 3.65$  mm,  $W = 0.34$  mm,  $T = 0.57$  mm,  $L_e = 4.04$  mm. La pointe en silicium dépasse de 0.5 mm. (gauche) Photo de la tête sonde: diapason + barette de silicium contenant le SQUID avec ses fils de mesure en aluminium.

$$k = \frac{E}{4}W \left(\frac{T}{L}\right)^3 \quad (2.19)$$

où  $E$  est le module d'Young du quartz ( $E_{\text{quartz}} = 7.87 \times 10^{10} \text{ N.m}^2$ ). Dans notre cas, le diapason a donc une constante de raideur de  $k = 25500 \text{ N.m}^{-1}$ .

Le montage de la tête sonde est une succession d'étapes délicates qui nécessitent beaucoup de soin. Le diapason est tout d'abord dépouillé de son emballage en écrasant la résine de son embase et ses fils de contact sont ensuite dessoudés: il ne reste à proprement parler que le diapason seul. Il est alors collé par un de ses bras avec de l'Araldite standard sur une plaquette en fibre de verre sur laquelle sont implémentés des contacts cuivrés par photolithographie (cf figure 2.23). Le diapason est contacté par des fils de cuivre de diamètre  $70 \mu\text{m}$  plus souples que ceux d'origine.

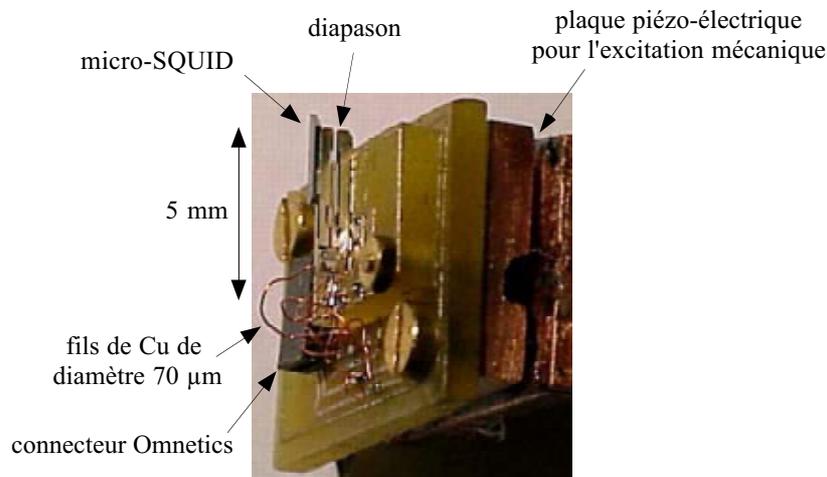


FIG. 2.23 – Photographie du dispositif expérimental de la tête sonde.

La pointe en silicium long de  $2.5\text{ mm}$  contenant le micro-SQUID est fixée avec la même colle sur l'autre bras du diapason et contactée sur les plots de la fibre de verre par des fils d'aluminium micro-soudés de diamètre  $33\ \mu\text{m}$  (visibles sur la figure 2.22). Par la suite, le support en fibre de verre est vissé sur une plaque en cuivre par des vis en laiton. La différence de contraction thermique entre le laiton ( $\Delta L/L = 380 \times 10^{-5}$  à  $300\text{ K}$ ) et la fibre de verre ( $\Delta L/L = 280 \times 10^{-5}$  à  $300\text{ K}$ ) nous assure une bonne rigidité du dispositif à basse température. Le support en cuivre est solidaire (colle Ecobond) d'une plaque piézo-électrique qui excite mécaniquement le diapason: ce support métallique permet également de blinder le diapason contre les ondes électro-magnétiques générées par la tension d'excitation aux bornes de l'élément piézo-électrique. L'utilisation de connecteurs Omnetics donne une grande souplesse dans la manipulation du module de la tête sonde.

L'excitation mécanique ou électrique (nous reviendrons sur les deux modes d'excitation par la suite) induit une torsion des bras du diapason qui est maximale à la résonance. La vibration induit par effet piézo-électrique une accumulation de charges au niveau des contacts créant une différence de potentiel aux bornes du diapason. Les courbes de résonance en amplitude et en phase sont montrées sur la figure 2.24 pour une température de  $400\text{ mK}$  et sous vide: la fréquence de résonance est typiquement  $f_0 = 25\text{ kHz}$  et le facteur de qualité varie entre 15000 et 20000 selon le montage. A température ambiante, le facteur Q est diminué d'un facteur 100 et la fréquence de résonance se décale de  $300 - 400\text{ Hz}$  vers les plus basses fréquences. La contraction thermique du quartz et la solidification de la colle qui fixe le SQUID, sont à l'origine des variations des caractéristiques du diapason avec la température.

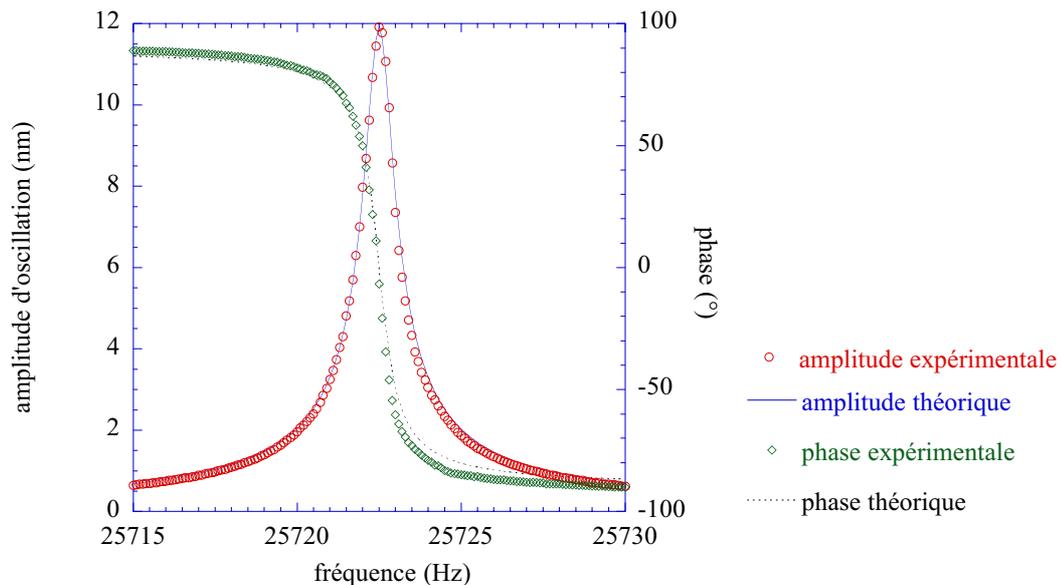


FIG. 2.24 – Courbe de résonance du diapason avec un SQUID à une température de  $400\text{ mK}$  et sous vide secondaire. La fréquence de résonance est de  $25722.5\text{ Hz}$  et le facteur de qualité de  $17150$ . La ligne continue et celle en pointillés sont calculées à partir du modèle de l'oscillateur harmonique. Les paramètres utilisés pour le calcul et issus des mesures expérimentales sont la fréquence de résonance, l'amplitude d'oscillation à la résonance ( $u_0 = 12\text{ nm}$ ) et la largeur à mi-hauteur ( $\Delta f = 1.5\text{ Hz}$ ).

### 2.2.3.2 Modèle théorique: l'oscillateur harmonique

Le diapason peut être traité phénoménologiquement de façon très satisfaisante comme un oscillateur harmonique unidimensionnel [55]. Dans l'approximation de faibles amplitudes d'oscillation,

le bras supportant le SQUID (l'autre étant fixe) peut être considéré comme un ressort de raideur  $k$ . L'amplitude d'oscillation de ce bras,  $u_L(t)$ , est alors solution de l'équation de mouvement d'un oscillateur harmonique effectif de fréquence  $\omega$ . Cette équation s'écrit:

$$m_0 \frac{\partial^2 u_L}{\partial t^2} + F_D + k u_L = F \exp(i\omega t) \quad (2.20)$$

où  $m_0$  est la masse effective du bras et  $F$  la force mécanique d'excitation. Le terme  $F_D$  est un terme de perte qui représente la force de viscosité opposée au mouvement du bras. Il est le reflet de l'ensemble des forces résultant de l'interaction pointe-échantillon et d'une force interne correspondant aux pertes dissipées à l'intérieur même du bras du diapason.  $F_D$  peut être ré-écrit sous la forme:

$$F_D = m_0 \gamma \frac{\partial x}{\partial t} \quad (2.21)$$

où  $\gamma$  est un paramètre qui a les dimensions d'une fréquence et qui caractérise la viscosité. Dans la limite où les forces de viscosité mises en jeu sont faibles, c'est-à-dire que  $\gamma \ll \omega_0$  ( $\omega_0 = 2\pi f_0$ ,  $f_0$  étant la fréquence de résonance), la dépendance temporelle de  $u_L(t)$  est simplement  $u_L \exp(i\omega t)$ . La solution de l'équation 2.16 s'écrit alors:

$$u_L(t) = \exp(i\omega t) \frac{F/m_0}{(\omega_0^2 - \omega^2 + i\gamma\omega)} \quad (2.22)$$

$u_L(t)$  montre un pic de résonance à la fréquence  $f_0$ . L'amplitude de  $u_L(t)$  peut s'exprimer comme:

$$\left| \frac{u_L}{u_{L0}} \right| = \frac{\gamma\omega_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2\omega^2}} \quad (2.23)$$

où  $u_{L0} = \frac{i k \gamma F}{\omega_0}$  est l'amplitude d'oscillation à la résonance (quand  $\omega = \omega_0$ ). L'équation 2.23 montre que l'amplitude d'oscillation du diapason en fonction de la fréquence suit une Lorentzienne avec un maximum pour  $\omega = \omega_0$ . Ce résultat est très bien vérifié expérimentalement (cf. figure 2.24).

Une résonance en forme de Lorentzienne peut être entièrement caractérisée par sa largeur en fréquence et son amplitude maximale. Le facteur de qualité  $Q$  est défini comme:

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} \quad (2.24)$$

où  $\Delta f$  est la largeur à mi-hauteur du pic de résonance. En résolvant  $\left| \frac{u_L}{u_{L0}} \right| = \frac{1}{2}$ , nous trouvons une relation simple liant  $\gamma$  et  $\Delta f$ :

$$\gamma = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \Delta f \quad (2.25)$$

A la résonance, l'amplitude d'oscillation  $u_{L0}$  de la pointe et la force de viscosité  $F_{D0}$  deviennent alors:

$$u_{L0} = \frac{\sqrt{3}Q}{ik} F \quad (2.26)$$

$$F_{D0} = i \frac{k}{\sqrt{3}Q} u_{L0}$$

L'expression 2.26 montre que le diapason est effectivement un capteur de force: c'est l'équation d'un ressort effectif de constante de raideur effective  $k_0 = \frac{k}{\sqrt{3}Q}$ . En restant toujours à la résonance, la constante de raideur effective est  $\sqrt{3}Q$  plus faible que  $k$ . Dans le cas présent,  $Q$  est de l'ordre de  $10^4$ , ce qui explique pourquoi le diapason (qui est très raide comparé aux poutres utilisées habituellement dans la microscopie AFM), est rendu dynamiquement plus souple et peut finalement être envisagé comme un moyen de contrôle très précis de la distance pointe-échantillon.

### 2.2.3.3 Sensibilité du capteur de force et bruit intrinsèque

Le principe de fonctionnement du diapason est basé sur l'effet piézo-électrique: la flexion  $z$  du bras du diapason induit une contrainte dans le cristal qui fait apparaître des charges de surface. Ces charges sont alors collectées dans le métal des électrodes. La sensibilité,  $S$ , du capteur est donnée par le rapport entre l'amplitude  $z$  d'oscillation du diapason et l'amplitude de courant  $I$  mesurée à ses bornes. Nous avons à notre disposition deux méthodes [56] pour déterminer cette sensibilité: l'estimation théorique et l'analyse thermique du spectre de bruit.

#### • Estimation théorique

En utilisant les lois de la mécanique pour une poutre et celle de la piézo-électricité, F. Giessibl montre que le rapport entre les charges accumulées en surface du diapason ( $q$ ) et la flexion d'un bras ( $z$ ) est donné par:

$$\frac{q}{z} = 12d_{21}k \frac{L_e \left( \frac{L_e}{2} - L \right)}{T^2} \quad (2.27)$$

où  $d_{21}$  est la constante de couplage piézo-électrique du quartz ( $d_{21} = 2.31 \times 10^{-12} C.N^{-1}$ ) et  $L_e$  la longueur des électrodes ( $L_e = 4.04 \text{ mm}$ ) (cf. figure 2.22). Nous obtenons donc  $\frac{q}{z} = 14.3 \mu C.m^{-1}$ . La sensibilité recherchée  $S$  est donnée par:

$$S \simeq 2\pi f_0 \frac{q}{z} \quad (2.28)$$

où  $f_0$  est la fréquence de résonance de notre capteur de force,  $f_0 \simeq 25 \text{ kHz}$ . Le calcul théorique nous donne par conséquent:  $S_{th} \simeq 0.44 \text{ nm.nA}^{-1}$ .

#### • Analyse thermique du spectre de bruit

Cette calibration consiste à comparer l'amplitude d'oscillation thermique avec le bruit en courant mesuré aux bornes du diapason pour une même température. D'une part, le théorème d'équirépartition ( $k \langle A_{th-rms}^2 \rangle = k_B T$ ) donne l'amplitude moyenne d'oscillation thermique:

$$A_{th-rms} = \sqrt{\frac{k_B T}{k}} \quad (2.29)$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann ( $k_B = 1.38 \times 10^{-23} J.K^{-1}$ ) et  $T$  la température. A température ambiante ( $T = 300K$ ), d'où  $A_{th-rms} = 0.4 \text{ pm}$ . D'autre part, la figure 2.25 montre un spectre de bruit thermique du courant dans le diapason à température ambiante. Ce bruit a été mesuré avec un analyseur de spectre (HP3562A) après avoir converti et amplifié d'un gain  $G = 35.10^{-9} A.V^{-1}$  le signal du diapason. Ce bruit est en unité de  $V_{rms}^2/Hz$ . L'intégrale sous la courbe est donc le carré de l'amplitude en tension mesurée aux bornes du diapason, soit  $V_{rms}^2 = 2.07 \cdot 10^{-10} V^2$ . Finalement, l'amplitude du bruit thermique en tension est  $14.4 \mu V_{rms}$ . En considérant le gain d'amplification ( $G$ ), l'amplitude de ce bruit en courant correspond à  $I = 0.5 \text{ pA}$ . La sensibilité résultante donnée par  $S_{exp} = A_{th-rms}/I$  est donc  $S_{exp} \simeq 0.8 \text{ nm.nA}^{-1}$ .

En utilisant l'expression 2.26 ( $F_{D0} = k_0 u_{L0}$  où  $F_{D0}$  est la force,  $k_0$  la constante de raideur effective et  $u_{L0}$  l'amplitude d'oscillation à la résonance), la sensibilité  $S_{force}$  du capteur de force devient donc:  $S_{force} = k_0 S$ , soit  $S_{force} = 0.7 \text{ nN.nA}^{-1}$ .

Le calcul théorique et l'analyse du bruit spectral donne le même ordre de grandeur de sensibilité du diapason. Il est possible que la limitation de la bande passante du convertisseur courant/tension, les capacités parasites et les effets de bords du diapason (les électrodes ont une largeur finie) soient la cause de l'écart entre la théorie et l'expérience. Grober *et al.* [57] trouve une sensibilité de  $0.5 \text{ nm.nA}^{-1}$  par des mesures d'interférométrie ce qui donne un facteur 0.6 par rapport à notre calibration. Ce facteur de 0.6 s'explique par le fait que dans leur cas les deux bras du diapason oscillent alors que dans le notre, seulement un bras est libre de vibrer.

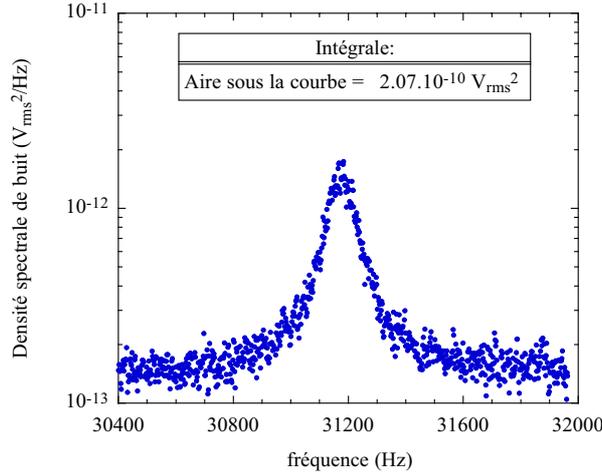


FIG. 2.25 – Bruit thermique du diapason à 300K amplifié par un gain de  $35 \times 10^{-9} A.V^{-1}$  et mesuré par un analyseur de spectre HP3562A. Un des bras du diapason est fixé sur un support alors que l'autre est libre d'osciller et ne contient pas de SQUID.

#### 2.2.3.4 Puissance dissipée par le diapason

La puissance dissipée par le diapason suit les lois de la dynamique du ressort:

$$P = \frac{k_0 u_{L0}^2}{2T} \quad (2.30)$$

où  $u_{L0}$  est l'amplitude à la résonance,  $T$  la période d'oscillation et  $k_0$  la constante de raideur effective. Ici,  $u_{L0} = 5 - 10 \text{ nm}$ ,  $T = \frac{1}{f_0} = 40 \text{ } \mu\text{s}$  et  $k_0 = 1.4 \text{ N.m}^{-1}$ , donc  $P = 0.4 - 1.8 \text{ pW}$ . Cette valeur est confirmée par un calcul de puissance électrique dissipée:  $P = RI^2$  où  $R \sim 10^5 \text{ } \Omega$  et  $I \sim 7 \text{ nA}$ , soit  $P \sim 0.5 \text{ pW}$ . Finalement, cette puissance dissipée est tout à fait compatible avec un cryostat à dilution. Le diapason est par conséquent un outil très adapté pour des mesures cryogéniques, contrairement à l'AFM standard qui utilise le plus généralement un mode de détection optique.

#### 2.2.3.5 Excitation du diapason

Il existe deux méthodes pour exciter le diapason à sa fréquence de résonance: l'excitation mécanique et l'excitation électrique.

- **Excitation mécanique**

Dans ce cas, le diapason est monté sur une céramique piézo-électrique qui vibre sous l'action d'une tension oscillante. Nous mesurons alors le courant aux bornes du diapason. La facilité de mise en oeuvre de cette excitation est véritablement son point fort. Cependant comme la bande passante de l'excitation n'est pas infiniment étroite, que l'orientation cristallographique du quartz est complexe et que le montage du diapason sur son support est délicat, nous ne savons pas exactement combien de modes de vibration nous excitons et quels sont-ils. Dans l'ensemble des expériences présentées dans ce manuscrit, le diapason a été excité mécaniquement.

- **Excitation électrique**

L'équivalent électrique du diapason est un circuit résonant RLC (cf figure 2.26) avec une capacité parasite  $C_p$  due aux contacts métalliques sur le diapason. L'excitation électrique consiste à appliquer aux bornes du diapason une tension oscillante  $V_D$  à la fréquence voulue et à mesurer le courant  $I$  qui traverse le diapason.

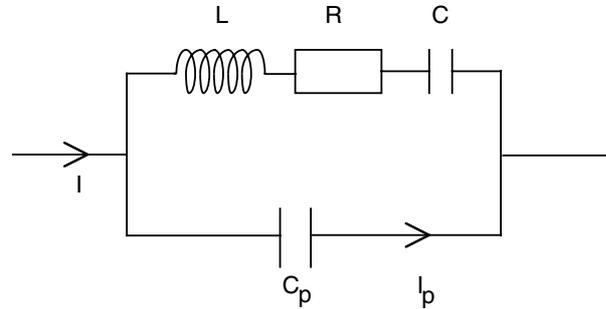


FIG. 2.26 – Le diapason est électriquement équivalent à un circuit RLC avec une capacité parasite en parallèle.

Hors résonance, le diapason se réduit à un diélectrique entre deux électrodes métalliques: il se comporte alors comme une capacité  $C_p$  de quelques picoFarad typiquement. Le courant qui le traverse s'écrit:  $I_p = 2\pi f C_p V_D$  et augmente linéairement avec la fréquence. En calculant l'impédance du circuit décrit dans la figure 2.26, le courant complexe quelque soit la fréquence  $\omega$  s'exprime alors comme:

$$\hat{I} = \left( \frac{jC\omega}{(1 - LC\omega^2) + jRC\omega} + jC_p\omega \right) V_D \quad (2.31)$$

Le premier terme entre parenthèses représente le courant dû au circuit équivalent RLC, sensible aux forces d'interaction pointe-échantillon; il joue un rôle seulement pour des fréquences proches de la fréquence de résonance. Le second terme est responsable d'un signal capacitif permanent et contrairement au premier, il est présent pour toute fréquence et augmente avec celle-ci. En calculant le module de  $\hat{I}$ , on aboutit à deux résonances: l'une associée au circuit RLC avec une fréquence  $f_0 = 1/(2\pi\sqrt{LC})$  et l'autre qui est issue d'un couplage entre  $C$  et  $C_p$  et dont la fréquence est donnée par  $f_1 = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{1+C/C_p}{LC}}$ . La figure 2.27 montre les mesures expérimentales de la phase et de l'admittance ( $= I/V_D$ ) du diapason autour des fréquences de résonance  $f_0$  et  $f_1$ . En comparant les résultats expérimentaux de la figure 2.27 et l'équation 2.31, on trouve  $R = 22 \text{ k}\Omega$ ,  $L = 6508 \text{ H}$ ,  $C = 3.62 \text{ fF}$  et  $C_p = 1.6 \text{ pF}$ , ces valeurs sont en bon accord avec celles mesurées par Rychen *et al.* [58]. Finalement les deux résonances correspondent à  $f_0 = 32764 \text{ Hz}$  et  $f_1 = 32801 \text{ Hz}$ .

Il est toutefois possible de supprimer ce signal capacitif provenant de  $C_p$  en utilisant un circuit parallèle (cf figure 2.28). Le transformateur fournit deux tensions sinusoïdales en opposition de phase l'une par rapport à l'autre. En ajustant convenablement la capacité variable, le courant généré par l'effet capacitif des contacts du diapason est alors annulé par le courant traversant la capacité variable. La figure 2.29 représente une courbe de résonance en amplitude et en phase pour un diapason avec et sans compensation capacitive.

Cette méthode d'excitation permet de n'exciter qu'un seul mode de vibration correspondant à la résonance du circuit RLC. De plus elle permet au diapason d'être une sonde totalement autonome sans nécessité d'une excitation externe, ce qui en fait un instrument d'utilisation encore plus souple.

Dans notre dispositif, un des bras du diapason est fixé sur le support tandis que l'autre porte le micro-SQUID. Cette dissymétrie de montage est à l'origine de l'amortissement de l'excitation électrique et rend ce mode d'excitation délicat à mettre en œuvre. Prochainement, nous envisageons

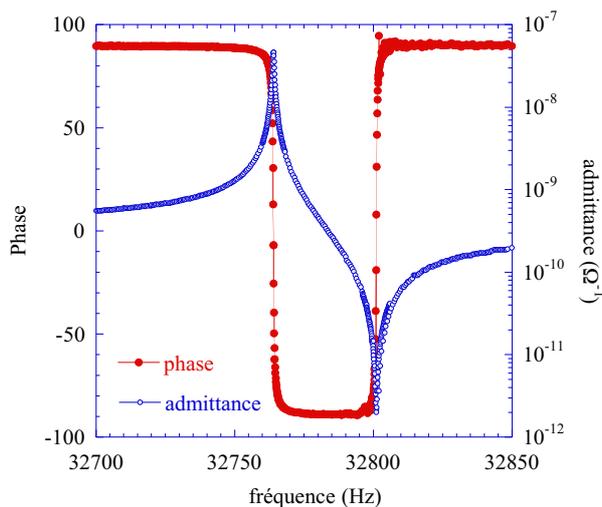


FIG. 2.27 – Résonance électrique du diapason seul: signal en phase et admittance. La mesure a été réalisée à température ambiante sous pression atmosphérique. Il y a deux résonances: la première correspond à la fréquence  $f_0$  et la deuxième à  $f_1$ .

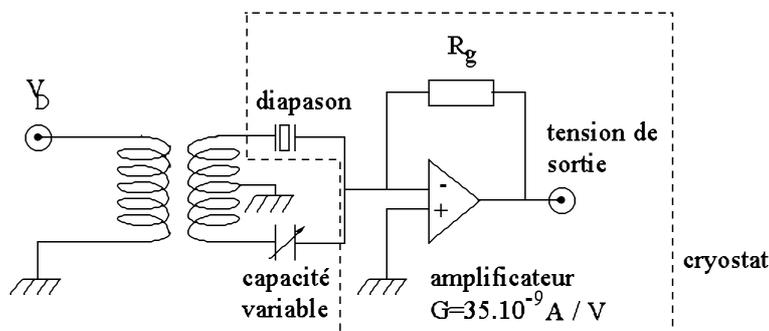


FIG. 2.28 – Schéma électrique du circuit où la capacité variable permet de compenser la capacité parasite des contacts du diapason.

de fixer le diapason par sa base en laissant les deux bras libres d'osciller. Une languette de Si sera collée sur chacun des bras sachant qu'une seule contiendra un micro-SQUID. Ce montage permettra de symétriser le diapason et de l'exciter électriquement sans perte d'énergie importante. Nous avons réalisé des premiers tests très encourageants comparant un diapason dissymétrique et un symétrique, tout deux excités électriquement sans compensation capacitive. Dans le premier cas, nous avons observé de nombreux pics de résonance variant irrégulièrement avec la température. Dans le cas du diapason symétrisé, les deux pics attendus ont été mesurés, l'un correspondant à la résonance du circuit RLC et l'autre à celle du circuit  $RLC_p$ .

### 2.2.3.6 Diapason: contrôle de la distance SQUID-échantillon

Depuis quelques années, le diapason est de plus en plus couramment utilisé comme capteur de force dans la microscopie en champ proche (notamment en microscopie optique champ proche (SNOM)). Considéré comme une poutre AFM en mode dynamique, il permet de contrôler la distance entre la sonde fixée sur un de ses bras, et l'échantillon.

La figure 2.30 présente une vue schématique du dispositif expérimental: lorsque la pointe en silicium s'approche de l'échantillon à une distance inférieure à une centaine de nanomètres, elle

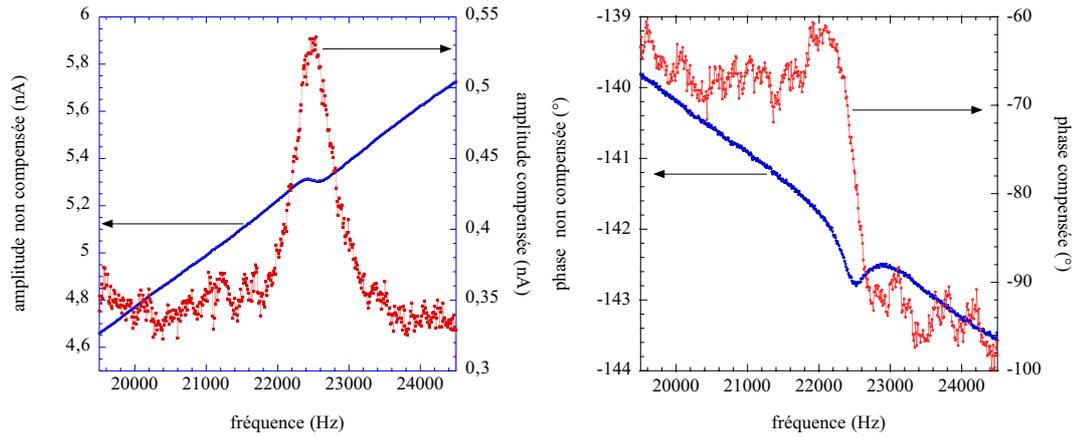


FIG. 2.29 – Courbes de résonance en amplitude (à gauche) et en phase (à droite) d'un diapason avec une jambe collée et l'autre supportant un squid. La capacité parasite des contacts est compensée en réglant la capacité variable à une valeur de l'ordre de 200 pF. La tension d'excitation est de  $V_D = 1$  mV et de  $V_D = 20$  mV dans le cas de l'excitation électrique sans compensation et avec compensation respectivement.

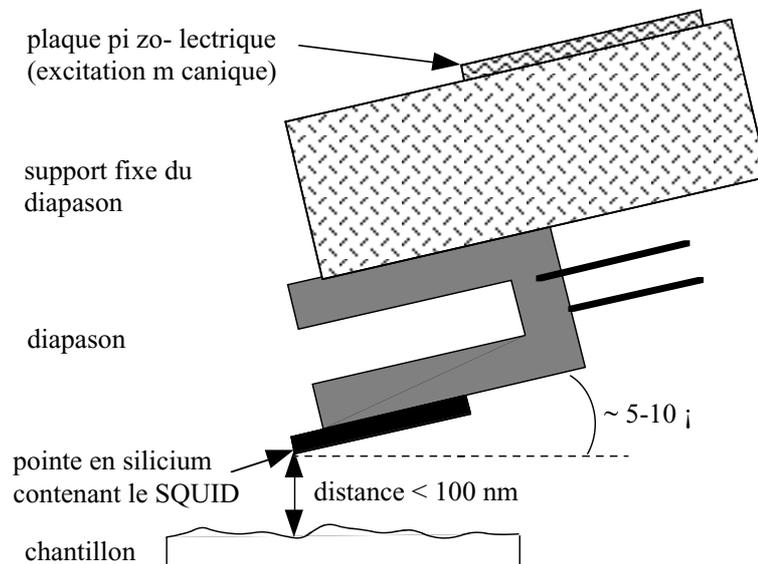


FIG. 2.30 – Schéma de la tête sonde (SQUID et diapason) s'approchant de la surface de l'échantillon: la pointe en silicium interagit avec le potentiel de surface quand la distance pointe-échantillon est réduite à quelques dizaines de nanomètres.

commence à interagir avec le potentiel surfacique de celui-ci et la résonance du diapason change. La figure 2.31 montre le décalage de la fréquence de résonance et la diminution de l'amplitude d'oscillation du diapason en fonction de l'approche et du retrait de la pointe vers l'échantillon. Comme l'ont très bien montré J.P. Cleveland *et al.* [59], le décalage en fréquence et la baisse en amplitude lors de l'approche de la pointe sont liés à une dissipation d'énergie dans le système pointe-échantillon. Ces variations sont utilisées comme contrôle de la distance pointe-échantillon. Les mesures de la partie supérieure et celles de la partie inférieure ont été réalisées sous vide et pour deux températures différentes, 300 K et 5 K. A température ambiante, l'amplitude commence à diminuer pour une distance pointe-échantillon de 200 nm alors que la fréquence de résonance se décale seulement pour une distance inférieure à 100 nm. Cet écart entre les variations d'amplitude qui sont liées aux variations du facteur de qualité et celles de la fréquence

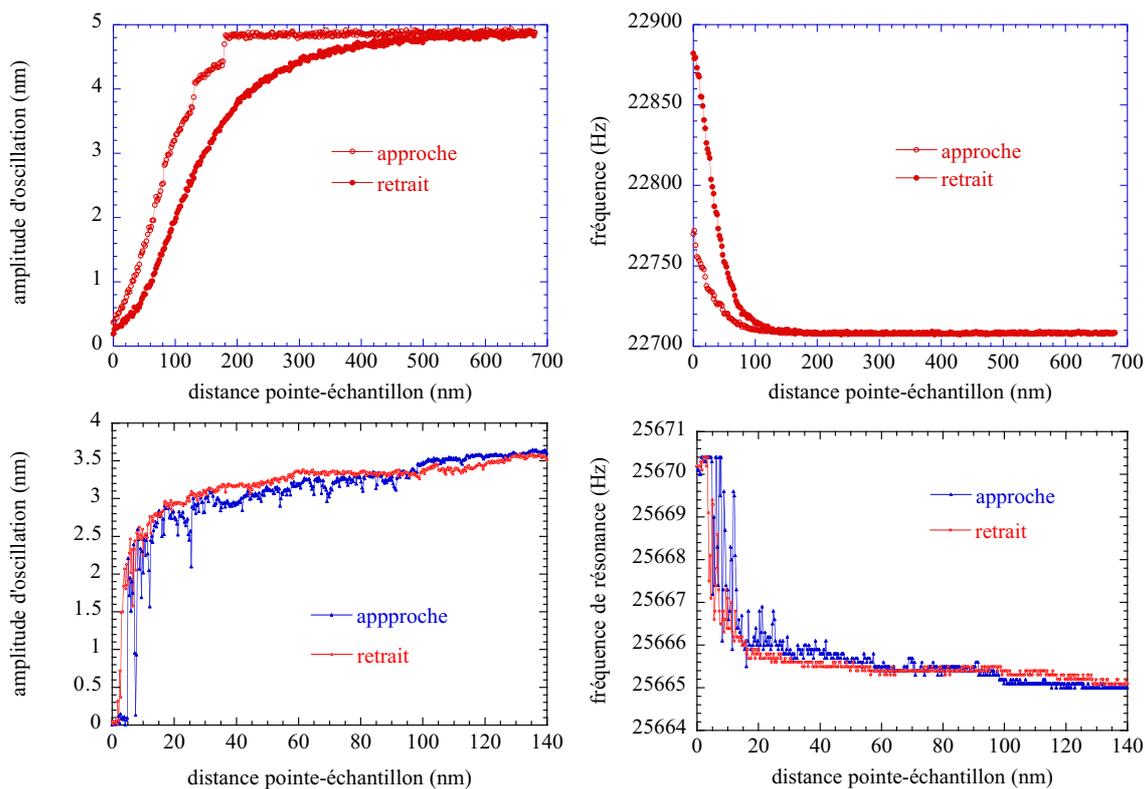


FIG. 2.31 – Courbes d’approche-retrait en amplitude (à gauche) et en fréquence de résonance (à droite) sous vide pour deux températures différentes: (en haut) 300 K et (en bas) 5 K.

de résonance, peut s’expliquer par une contamination en surface de l’échantillon. En effet, à température ambiante et sous environnement atmosphérique, la fine pellicule d’eau qui recouvre l’échantillon peut-être à l’origine des forces de dissipations qui provoquent la baisse du facteur Q bien avant le décalage en fréquence. D’après les courbes de résonance mesurées pour des distances pointe-échantillon décroissantes (cf figure 2.32), il est possible de voir qu’effectivement les forces dissipatives (correspondant aux variations de Q) dominant pendant la plus grande partie de l’approche de la pointe vers l’échantillon tandis que le décalage de la fréquence de résonance devient significatif seulement pour de petites distances. L’hystérésis observée dans les courbes d’approche-retrait (cf. figure 2.31) est également causée par la présence de la pellicule d’eau. Par contre à basse température, les variations de l’amplitude et de la fréquence de résonance apparaissent à la même distance pointe-échantillon (environ 30 nm) ce qui tend à confirmer l’hypothèse de la pellicule d’eau. Ce phénomène a également été observé par d’autres groupes [58].

Le bruit supplémentaire observé dans le cas des mesures à basse température provient de vibrations mécaniques. Malgré les nombreuses précautions prises dans le choix des matériaux et celui de la géométrie des déplacements piézo-électriques, l’augmentation de la rigidité à basse température est source de nouvelles vibrations.

L’originalité de notre microscope réside entre autre dans le choix de la sonde implémentée sur le bras du diapason. En effet, contrairement à la souplesse et à la légèreté des fibres optiques des SNOM, la languette de silicium représente 30% du poids du diapason et sa rigidité ainsi que les fils d’aluminium contactant le SQUID, augmente considérablement la raideur du diapason. En dépit de ces contraintes, le diapason demeure un capteur de force extrêmement sensible.

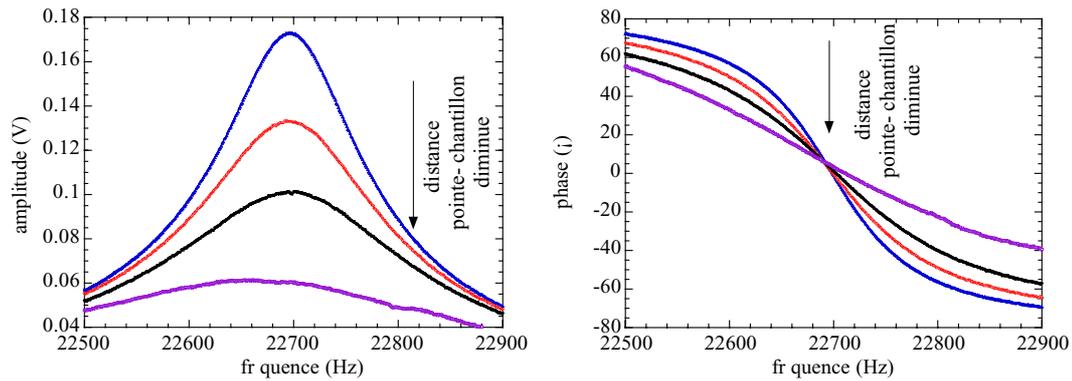


FIG. 2.32 – Courbes de résonance en amplitude et en phase du diapason pour des distances pointe-surface décroissantes, à 300 K et sous air. On observe une diminution sensible du facteur  $Q$  tandis que la fréquence de résonance reste fixe [60].

Comme c'est le cas dans toutes les microscopies AFM, les forces d'interaction mises en jeu entre la pointe et l'échantillon sont relativement complexes. De façon générale, cette interaction se compose principalement des forces de capillarité, de la force de Van der Waals, des forces électrostatiques, des forces magnétiques et des forces chimiques [56]. Dans la plupart des cas, la force de Van der Waals est considérée comme prépondérante et les autres forces sont négligées.

Dans le cadre de l'imagerie AFM en mode dynamique non destructif, de nombreuses théories modélisant ces forces d'interaction ont été développées. Elles sont basées sur différentes approximations qui représentent de façon "simplifiée" cette interaction complexe (modèle Hertzien [61], modèle de van der Waals [62], modèle de Lennard-Jones [63], modèle basé sur l'assymétrie du puits de potentiel [64]).

Le microscope a donné ses premiers résultats très récemment, aussi tous les paramètres n'ont-ils pas encore été complètement optimisés. Certaines vibrations mécaniques parasites perturbent l'interaction et le système demeure complexe pour comprendre l'interaction pointe-échantillon, car la pointe de par son profil, ne peut être considérée comme un objet ponctuel. Par conséquent nous n'avons développé jusqu'à présent aucun modèle illustrant cette interaction. Cependant, il semblerait assez probable de penser qu'étant donné la géométrie du problème, la pointe est en contact physique intermittent avec l'échantillon.

#### 2.2.4 Electronique d'asservissement du diapason

L'asservissement électronique du signal du diapason est un élément clef du microscope car il permet de maintenir le micro-SQUID à quelques dizaines de nanomètres de la surface de l'échantillon. Il est, de ce fait, un des facteurs essentiels pour l'optimisation de la résolution spatiale magnétique du microscope. Lorsque la distance pointe-échantillon est suffisamment petite, la fréquence de résonance ( $f_0$ ) et le facteur de qualité ( $Q$ ) du diapason sont modifiés par l'interaction pointe-surface: la fréquence de résonance est sensible au gradient de force tandis que le facteur  $Q$  est fonction de la force de dissipation [65].

### 2.2.4.1 Limitations des méthodes conventionnelles d'asservissement

La méthode d'asservissement la plus couramment utilisée consiste à exciter le diapason à fréquence et amplitude fixées (cf figure 2.33). Les variations en amplitude ou en phase du signal du diapason qui sont le reflet de changements de la fréquence de résonance ou du facteur  $Q$ , sont injectées comme signal d'erreur dans la boucle de rétro-action. En fournissant une correction en tension sur une lame piézo-électrique, cette boucle maintient la distance pointe-échantillon constante.

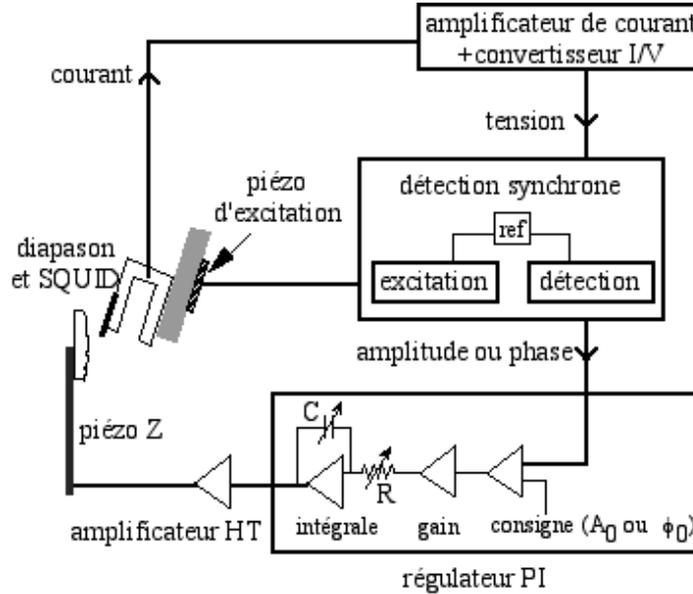


FIG. 2.33 – Représentation schématique d'une boucle d'asservissement PI standard. La rétro-action est basée sur le signal du diapason soit en amplitude, soit en phase, soit en utilisant une combinaison des deux. La distance pointe-échantillon de travail est choisie en ajustant la valeur de consigne. Un bon réglage des paramètres du régulateur (gain en proportionnel et gain en intégral) permettent d'optimiser le temps de réponse du système.

La source de bruit principale est l'énergie thermique. En considérant que l'amplitude d'oscillation du diapason dans la bande passante est donnée par l'activation thermique ( $\sqrt{\langle u_L^2 \rangle} = \sqrt{k_B T/k}$ ), l'équation 2.26 correspondant alors au minimum de force détectable devient [55]:

$$\delta F_{min} = \frac{\sqrt{k k_B T}}{\sqrt{3} Q} \quad (2.32)$$

où  $k$  et  $Q$  sont respectivement la constante de raideur et le facteur de qualité de l'oscillateur sans interaction et  $k_B T$  l'énergie thermique. La dépendance de  $\delta F_{min}$  en  $Q$  montre qu'il est possible d'optimiser la sensibilité du diapason en maximisant le facteur  $Q$ .

Cependant, dans ce cas, augmenter le facteur  $Q$  restreint la bande passante du système. En effet, le diapason répond à un changement d'état avec une certaine constante de temps. La résolution de l'équation du mouvement 2.20 pour des solutions transitoires permet d'obtenir la dépendance en  $Q$  du temps de réponse du diapason en boucle ouverte. Cette méthode consiste à annuler la force d'excitation à  $t = 0$  et à mesurer la constante de temps  $\tau$  pendant laquelle l'oscillation du diapason relaxe librement. Ce temps de relaxation est caractéristique de la bande passante du diapason. L'équation 2.20 est alors une simple équation linéaire différentielle sans

terme d'excitation et sa solution physique est [55]:

$$u_L(t) = u_L(0) \exp\left(i\left(\omega - \frac{2\gamma^2}{\omega}\right)t\right) \exp\left(\frac{-\gamma t}{2}\right) \quad (2.33)$$

Cette solution correspond à une fonction oscillante avec une enveloppe exponentiellement décroissante. La fréquence des oscillations est légèrement décalée par rapport à la fréquence de résonance du diapason sans force appliquée. Le temps de relaxation de la décroissance exponentielle est donné par:

$$\tau = \frac{2}{\gamma} = \frac{\sqrt{3}Q}{\pi f_0} \quad (2.34)$$

Si nous considérons  $f_0 = 25 \text{ kHz}$ ,  $Q = 10000$  qui sont les valeurs typiques de notre oscillateur, la constante de temps devient 220 ms: la bande passante correspondante est inférieure à 5 Hz et rend le diapason incompatible avec toute application en microscopie de champ proche. Cependant, si le diapason est couplé avec une boucle d'asservissement PI (proportionnel et intégrateur) standard, le temps de réponse du système peut être considérablement réduit.

En effet, à température ambiante et à pression atmosphérique, Grober et al. [57] ont mesuré un temps de réponse de leur système en boucle fermée 40 fois plus court que celui en boucle ouverte (avec  $Q = 8500$  et  $f_0 = 33 \text{ kHz}$ ). Ils montrent théoriquement comment le temps de réponse peut être considérablement réduit dans le cas d'un système où les variations de  $Q$  apparaissent bien avant celle de la fréquence de résonance (utilisation à température ambiante et sous environnement atmosphérique). En revanche, ceci n'est plus vérifié si le facteur  $Q$  est important et s'il varie en même temps que la fréquence de résonance (utilisation à basse température ou sous ultravide). Par conséquent, afin d'assurer un temps de réponse suffisamment faible, nous avons développé un asservissement électronique plus complexe.

Nous avons fait le choix d'utiliser une double boucle d'asservissement avec modulation de la fréquence d'excitation de l'oscillateur. Dans ce système de détection à modulation de fréquence (ou FM), le diapason est en permanence excité à sa fréquence de résonance quelque soit l'interaction pointe-surface.

#### 2.2.4.2 Présentation générale de la boucle

Le diapason est excité mécaniquement par un élément piézo-électrique. Le courant aux bornes du diapason, caractéristique de son oscillation, est amplifié et converti en tension avec un gain de  $G_1 = 35 \cdot 10^{-9} \text{ A.V}^{-1}$  et une bande passante de 3-30 kHz. Le signal en quadrature ( $A \sin \phi$ ) est alors utilisé pour asservir le système. En pratique, il correspond à la sortie "Y" de notre détection synchrone EGG 7280 dont la constante de temps peut être aussi petite que  $10 \mu\text{s}$  (sorties "FAST X" et "FAST Y"). Si  $S$  est la sensibilité choisie et  $A$  l'amplitude du signal mesuré, le gain de la détection synchrone correspond à  $G_2 = 143 \frac{\text{A}}{\text{S}}$  en unité de Volt/degré. Sa bande passante est donnée par la constante de temps utilisée.

La tension de sortie est alors injectée dans un double régulateur PI numérique dont le fonctionnement sera détaillé dans le paragraphe suivant et qui régit deux boucles d'asservissement en série.

La première boucle du régulateur force l'excitation piézo-électrique à être toujours à la fréquence de résonance du diapason. Le signal "Y" de la détection synchrone est utilisé comme signal d'entrée de cette boucle. En sortie la tension correctrice est transmise à un VCO Yokogawa qui pilote l'excitation du diapason. Ce dernier convertit la tension d'entrée en décalage de fréquence

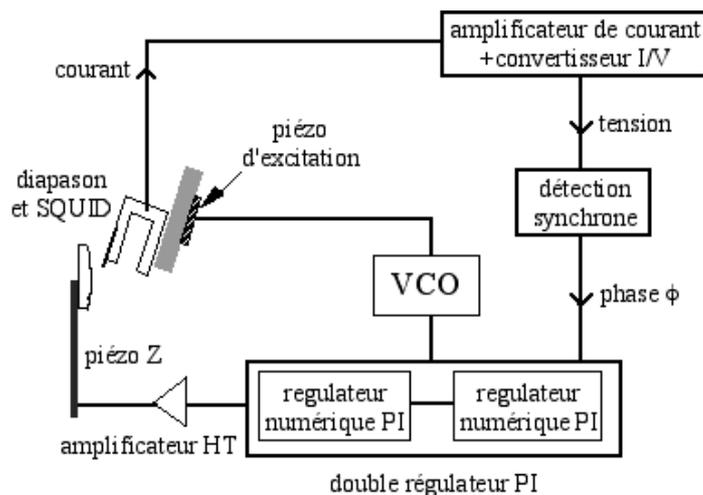


FIG. 2.34 – Représentation schématique d'une double boucle d'asservissement PI numérique avec modulation de fréquence.

maintenant par-là même le diapason à sa résonance. Le gain du VCO dépend de la conversion tension/fréquence du signal: nous pouvons faire varier ce gain en changeant la plage de fréquence (appelée  $S_f$ ) qui correspond à la pleine échelle de tension (20 V). Le gain peut alors s'écrire:  $G_4 = S_f/20 \text{ Hz.V}^{-1}$ .

La deuxième boucle régule la distance pointe-échantillon en adaptant la tension aux bornes de la lame piézo-électrique située à l'extrémité du scanner. Le signal d'entrée de cette boucle correspond au signal de sortie du premier asservissement et la tension en sortie est amplifiée d'un gain  $G_6$  avant d'être envoyée au piézo-électrique.

### 2.2.4.3 Boîtier de régulation

La figure 2.35 présente le boîtier de régulation qui se compose de deux régulateurs numériques PI en cascade: le signal en sortie de la détection synchrone est le signal d'entrée du premier régulateur tandis que le signal de sortie de ce dernier est le signal d'entrée du deuxième régulateur. A l'entrée du boîtier, se trouve un convertisseur A/N et à la sortie de chaque régulateur, un convertisseur N/A envoie la tension corrigée soit au VCO, soit au piézo-électrique Z. Nous avons conçu, développé et réalisé ce boîtier de régulation. Celui-ci a été programmé en langage Altera.

- Conversions analogique/numérique et numérique/analogique:

Le convertisseur analogique/numérique utilisé à l'entrée du boîtier est un convertisseur Analog Devices AD976. Il a été choisi pour les caractéristiques suivantes:

- un temps de conversion très court de  $6.4 \mu s$ ,
- une tension d'entrée pleine échelle de  $\pm 10 \text{ V}$ ,
- une conversion sur 16 bits parallèles en sortie.

Un temps de conversion aussi court nous permet d'avoir une boucle d'asservissement qui répond très rapidement à la moindre perturbation agissant sur le système. Le gain du convertisseur est donné par le rapport des pleines échelles en sortie et en entrée, c'est-à-dire  $g_1 = 3276 \text{ bit.V}^{-1}$ .

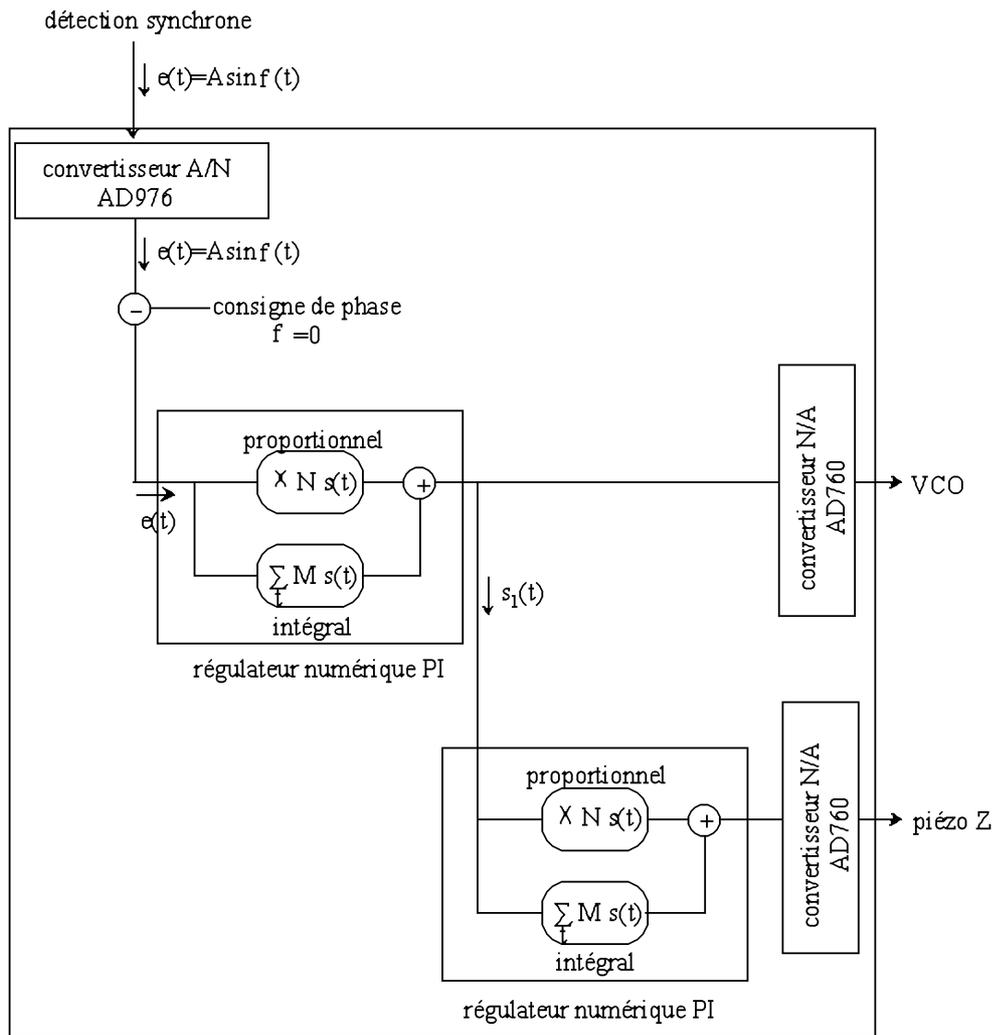


FIG. 2.35 – Vue schématique du boîtier de régulation numérique.

Les convertisseurs numérique/analogique qui se trouvent à la sortie de chaque régulateur sont des convertisseurs Analog Devices AD760. Ils garantissent une très bonne résolution: le signal d'entrée est codé sur 18 bits avec un mode de conversion en série. Le temps de conversion est de  $2.4 \mu s$ . En sortie, la tension pleine échelle est  $\pm 10 V$  pour un bruit de  $120 nV/\sqrt{Hz}$  dans la bande passante  $1 kHz - 1 MHz$ . Le gain de ces convertisseurs est  $g_2 = 77 \mu V.bit^{-1}$ .

- Consignes des régulateurs:

Chaque régulateur a un point de fonctionnement, c'est-à-dire que la tension d'entrée est comparée à une valeur de consigne et la différence représente le signal d'erreur de l'asservissement.

Cas du premier régulateur PI:

Dans le cas présent, la valeur de consigne utilisée est  $A \sin \phi = 0$  (cf figure 2.36.(gauche)). En mode normal de fonctionnement, la fréquence d'excitation est toujours très proche de la fréquence de résonance du diapason, par conséquent on peut considérer que l'amplitude reste maximale pendant l'asservissement. D'autre part, la différence de phase entre l'excitation et le capteur a été choisie de façon à s'annuler à la résonance:  $A \sin \phi$  est aussi égal à zéro à la résonance. Par ce

choix, nous forçons le régulateur à travailler sur le signal de phase et non sur celui de l'amplitude.

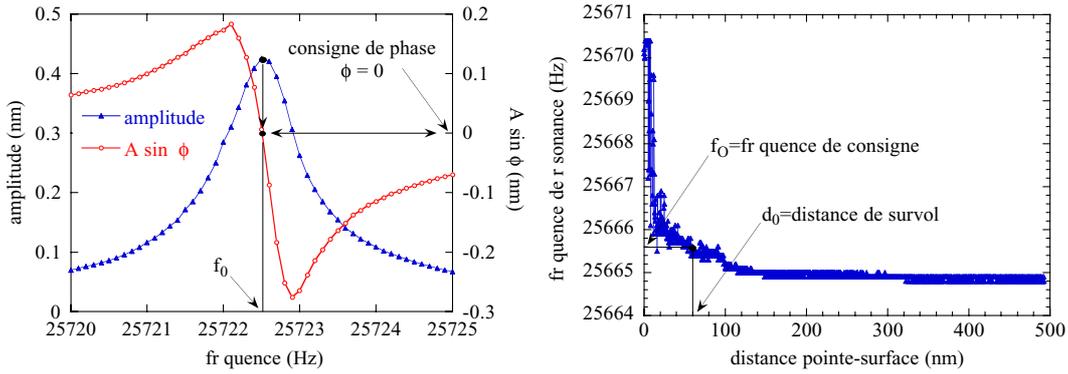


FIG. 2.36 – (gauche) Amplitude et signal en quadrature du diapason en fonction de la fréquence d'excitation.  $A \sin \phi = 0$  est le signal de consigne du premier régulateur PI et correspond à une excitation à la fréquence de résonance du diapason. (droite) Variation de la fréquence de résonance du diapason en fonction de la distance pointe-échantillon: la fréquence se décale vers les plus hautes valeurs lorsque la pointe vient au contact de la surface. On choisit alors une fréquence  $f_0$  comme valeur de consigne pour le second régulateur, elle correspond à une distance de survol  $d_0 < 100$  nm.

Cas du deuxième régulateur PI:

Dans le deuxième régulateur, il existe une petite astuce qui consiste à choisir la valeur de consigne non comme paramètre d'entrée du régulateur mais par l'intermédiaire des réglages du VCO. En effet, la fréquence centrale de la plage de fréquence du VCO correspond au zéro du signal d'erreur du régulateur PI. Ainsi la distance de survol de la pointe est définie en adaptant correctement les bornes en fréquence du VCO (cf figure 2.36.(droite)).

L'ordinateur de contrôle communique avec le boîtier de régulation numérique via une deuxième carte, appelée carte PCI. Cette carte possède une mémoire tampon qui permet de stocker un grand nombre de valeurs numériques des tensions de correction en sortie des deux régulateurs. Les paramètres d'entrée de l'asservissement comme la phase de consigne et les gains en proportionnel et en intégral, transitent également par la carte PCI enfichée sur un bus PCI qui se compose de 34 voies logiques dont 18 sont attribuées à la lecture des sorties des régulateurs et 9 à l'écriture des paramètres d'entrée.

• Réponse en fréquence des régulateurs PI:

Le gain  $g(\omega)$  d'un régulateur PI standard en fonction de la fréquence  $\omega$  de travail s'écrit comme:

$$g(\omega) = \frac{Z_0}{j\omega\tau} (1 + j\omega\tau) \quad (2.35)$$

où  $Z_0$  est le gain en proportionnel et  $\tau$  la constante d'intégration ( $\tau = RC$  dans un régulateur analogique PI standard). Dans le cas d'un régulateur numérique PI, cette formule est toujours valable. Si l'on considère  $N$  comme le gain en proportionnel,  $M$  comme celui en intégral et  $F$  comme la fréquence d'intégration, alors le temps d'intégration devient  $\tau = \frac{N}{MF}$ . Le gain de l'intégrateur est finalement donné par:

$$g_3(\omega) = \frac{MF}{j\omega} \left( 1 + j \frac{N}{MF} \omega \right) \quad (2.36)$$

Afin de vérifier que le gain de notre régulateur est de la même forme que l'équation 2.36, nous appliquons à son entrée un signal sinusoïdal d'amplitude crête-à-crête 400 mV et de fréquence

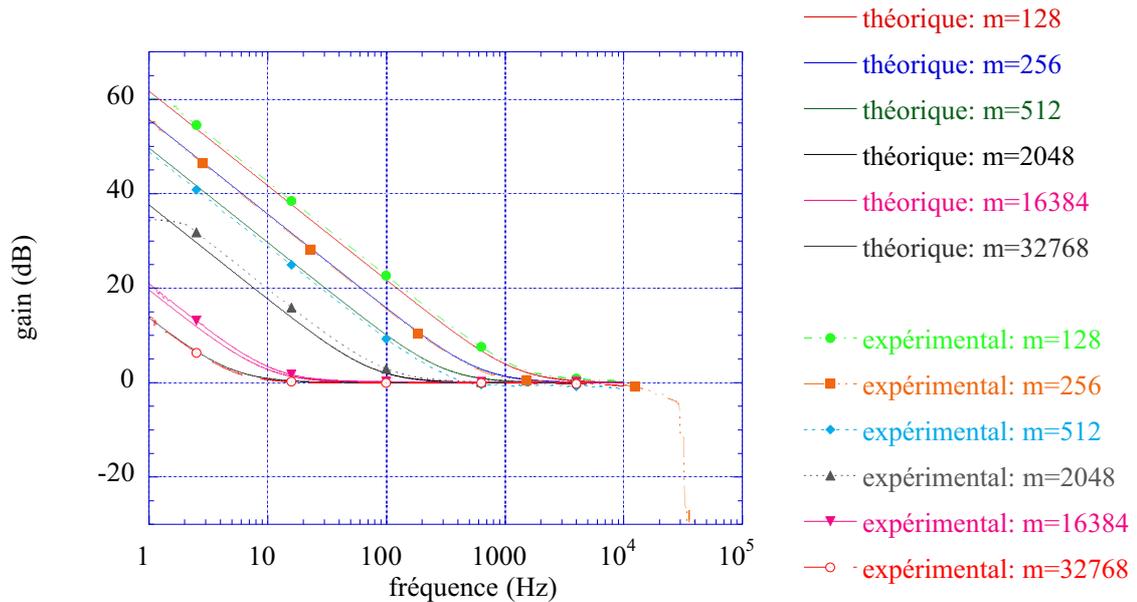


FIG. 2.37 – Réponse en fréquence théorique et expérimentale du gain du régulateur PI pour différents gains de l'intégrale ( $M = 1/m$ ). Le gain en proportionnel est fixe:  $N=1$ .

variable et nous mesurons grâce à un analyseur de spectre HP3562A la réponse en fréquence à la sortie du régulateur. La figure 2.37 présente les résultats obtenus sur une plage de fréquence de 100 kHz. On peut noter un bon accord entre le gain mesuré et celui calculé à partir de l'équation 2.36 dans laquelle  $F = 160 \text{ kHz}$ ,  $N = 1$  et  $M = 1/m$  (valeurs de  $m$  sont données sur la figure). La coupure mesurée à  $30 \text{ kHz}$  montre la limite de la fréquence d'échantillonnage du signal en sortie du régulateur PI qui est donnée par la vitesse de conversion  $A/N$ , soit  $160 \text{ kHz}$ . A  $30 \text{ kHz}$ , cette fréquence d'échantillonnage devient trop faible et l'analyseur de spectre ne parvient plus à trouver le signal. La bande passante de la boucle d'asservissement est limitée par le principe de la détection synchrone. En effet, pour mesurer proprement le signal du diapason, la détection synchrone doit avoir une constante de temps qui soit au moins trois fois supérieure à la période du diapason pour mesurer un signal propre ce qui correspond à une fréquence de coupure maximale de  $8 \text{ kHz}$ . Il est donc inutile de chercher une fréquence de coupure du régulateur au-delà de  $10 \text{ kHz}$ .

#### 2.2.4.4 Vitesse de régulation

En boucle ouverte, le temps de réponse du diapason est inversement proportionnel à la largeur du pic de sa résonance: c'est-à-dire environ  $10 \text{ ms}$  à  $300 \text{ K}$  et sous air, et  $500 \text{ ms}$  à basse température. Pour rendre compte de ce temps de réponse, nous avons mesuré par l'intermédiaire de l'analyseur de spectre la bande passante de la chaîne de mesure (VCO + diapason + détection synchrone) en boucle ouverte à température ambiante.

Sur l'entrée du VCO est envoyé un signal sinusoïdal d'amplitude crête-à-crête  $10 \text{ V}$  et de fréquence variable (cf. figure 2.38): le diapason est excité avec une petite variation autour de sa fréquence de résonance ( $f_0 \pm 7.5 \text{ Hz}$ ). Puis le signal du diapason en quadrature à la sortie de la détection synchrone est mesuré par l'analyseur de spectre. La fréquence  $f_1$  de variation autour de la résonance est progressivement augmentée jusqu'à la fréquence de coupure du diapason. Les mesures sont présentées sur la figure 2.39: la fréquence de coupure utilisée pour la détection

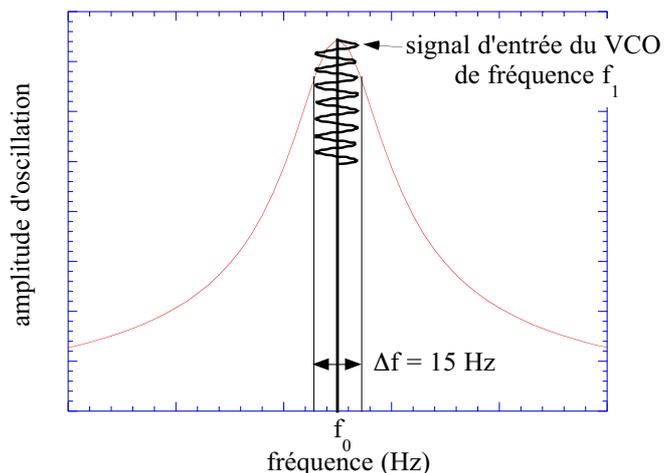


FIG. 2.38 – Pour mesurer le diagramme de Bode de la chaîne de mesure (VCO + diapason + détection synchrone), le pic de résonance est balayé de  $\pm 7.5$  Hz à une fréquence  $f_1$  qui augmente progressivement jusqu'à la fréquence de coupure du dispositif.

synchrone est 5 kHz, celle du VCO est 80 kHz, par conséquent celle observée à 20 Hz sur la figure 2.39 correspond à celle du diapason.

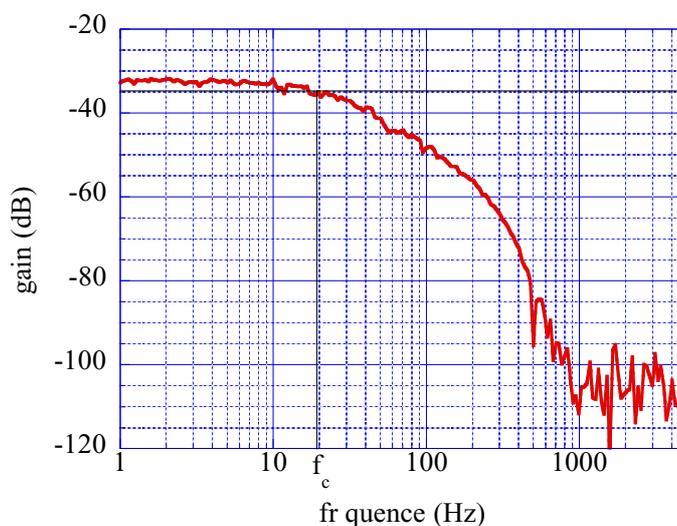


FIG. 2.39 – Réponse en fréquence du gain de la chaîne de mesure (VCO + diapason + détection synchrone) en boucle ouverte à température ambiante. La fréquence de coupure à  $-3$  dB se situe à 20 Hz.

Pour tester la vitesse de réponse du premier asservissement à basse température, la consigne en phase du régulateur suit un signal carré dont l'amplitude oscille entre  $\phi = 0$  et  $\phi = 10^\circ$  à une fréquence de 1 Hz. L'optimisation des paramètres de la boucle de rétro-action permet de réduire le temps de réponse du diapason jusqu'à 3 ms (cf figure 2.40). Sachant qu'en boucle ouverte et à basse température, ce temps de réponse est de 140 ms, la boucle d'asservissement permet de gagner plus d'un facteur 40 sur la vitesse de réaction du diapason.

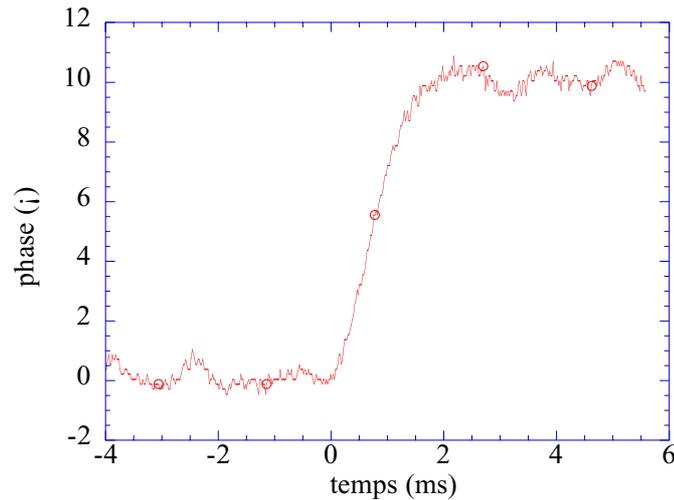


FIG. 2.40 – Réponse du diapason à un échelon de consigne de  $10^\circ$  en boucle fermée à basse température. Le temps de montée est optimisé à 3 ms ce qui correspond à un facteur 40 par rapport à la mesure en boucle ouverte.

## 2.3 Conclusion

L'originalité de la sonde réside dans l'association d'un micro-SQUID et d'un capteur de force (le diapason). De par sa géométrie, le micro-SQUID nous offre une grande résolution spatiale qui est optimisée dans le cas des pointes en Si gravée. La sensibilité magnétique obtenue pendant l'imagerie est actuellement  $10^{-3} \Phi_0 / \sqrt{Hz}$ . Un des facteurs de cette limitation est le temps d'acquisition des mesures du courant critique du micro-SQUID. En effet, à cause de l'hystérésis thermique, une mesure dure 1 ms. C'est pourquoi nous sommes entrain de développer des micro-SQUID shuntés dans lesquels le problème de l'hystérésis n'est plus présent. Nous espérons ainsi augmenter considérablement la vitesse d'acquisition de l'information magnétique et par-là même la sensibilité du micro-SQUID. Les vibrations mécaniques engendrent également un bruit de flux dans la boucle du micro-SQUID qui limite sa sensibilité magnétique. Comme nous le verrons par la suite, une meilleure stabilité du microscope est en cours d'étude qui permettra de réduire cette source de bruit.

Dans le cadre de l'imagerie des vortex dans les films supraconducteurs, le champ magnétique créé par le micro-SQUID lui-même ne doit pas être négligé et peut avoir un rôle dans la distribution des vortex sous-jacente. Cependant, dans l'ensemble des images réalisées pendant ma thèse, la distance SQUID-surface est de  $1 \mu m$ , par conséquent, la force exercée par le micro-SQUID sur les vortex est inférieure à  $1 fN$  ce qui devient faible devant les forces de piégeage.

Pour permettre une grande proximité entre le micro-SQUID et l'échantillon, nous avons intégré le micro-SQUID sur un diapason qui maintient la distance pointe surface inférieure à  $100 nm$ . Actuellement, le micro-SQUID étant situé à  $\sim 10 \mu m$  de l'apex de la pointe, la résolution obtenue avec le microscope est donnée par le diamètre de la boucle (soit  $1 \mu m$ ): une telle résolution spatiale n'a encore jamais été atteinte avec un microscope à SQUID. Grâce à des techniques de lithographie, nous sommes capables de positionner le micro-SQUID à  $1 - 2 \mu m$  de l'extrémité de cette pointe: la résolution spatiale sera alors donnée par la largeur des bras du micro-SQUID, c'est-à-dire  $200 nm$ .

Nous avons conçu et réalisé un dispositif électronique à modulation de fréquence qui permet

d'asservir le signal du diapason avec un temps de réponse de 3 *ms*. Finalement le temps d'acquisition d'une image de  $256 \times 256$  pixels et  $28 \times 28 \mu m^2$  est de 80 minutes. Les vibrations mécaniques du microscope ne permettent pas de conclure si cet asservissement électronique est préférable à une simple boucle classique de rétro-action. Nous espérons que le travail actuel visant une meilleure stabilité du microscope devrait permettre de répondre rapidement à la question.

## Chapitre 3

# Dispositif Expérimental

NOUS nous sommes fixés pour objectif de réaliser un microscope à micro-SQUID monté sur une pointe AFM fonctionnant à la température du réfrigérateur à dilution. Ce microscope doit pouvoir effectuer des images magnétiques et topographiques de grande taille ( $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ ) tout en gardant une bonne stabilité. La microscopie de champ proche est un développement tout à fait récent au laboratoire: seul un microscope STM travaillant à 50 mK a été réalisé par N. Moussy et H. Courtois [66]. Toutefois le laboratoire recèle de nombreuses compétences de mesure bas niveau, de basse température et de fabrication de pièces métalliques de grande précision qui ont permis de mener à bien le projet. La conception, le dessin et la réalisation du microscope se sont faits cependant par tâtonnements successifs.

Avant de faire une présentation générale du microscope et de discuter ses différentes composantes techniques, nous allons décrire dans un premier temps le type de cryostat utilisé pour mieux rendre compte des contraintes géométriques et thermiques avec lesquelles nous avons travaillé.

### 3.1 Le Sionludi

Le cryostat dont nous disposons a été développé par A. Benoît et M. Caussignac au laboratoire (il est commercialisé sous licence par Air Liquide). Sa dénomination vient de sa disposition renversée par rapport au mode normal de fonctionnement d'une dilution: la platine froide est placée au sommet du réfrigérateur. Cette inversion est rendue possible grâce à un système de circulation à fort débit de mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$  permettant de refroidir rapidement les éléments du réfrigérateur à dilution à 4.2 K. Il n'y a donc ni garde d'azote, ni garde d'hélium comme sur un cryostat à dilution standard. Cinq étages de thermalisation sont disposés de bas en haut avec des températures décroissantes: cinq écrans sont vissés en poupées russes sur chacun de ces étages afin de diminuer les apports de chaleur par rayonnement. Le sixième écran extérieur est une cloche à température ambiante dans laquelle est réalisé un vide secondaire. Le même vide est utilisé entre tous les écrans ce qui facilite le montage et démontage de l'expérience (cf figure 3.1).

Le cryostat comporte un circuit d' $^4\text{He}$  liquide séparé du circuit  $^3\text{He}/^4\text{He}$  (cf figure 3.2). Il permet de refroidir les étages inférieurs du cryostat ainsi que de pré-refroidir le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$ . La circulation d' $^4\text{He}$  est assurée par un vase de 100 l d'hélium liquide suspendu sous le réfrigérateur et porté à une pression de 400 g. Un mélange d'hélium gazeux et d'hélium liquide est injecté directement dans une boîte vissée sur l'étage à 4 K. Les vapeurs froides d' $^4\text{He}$  sortent alors par un échangeur tubulaire à contre-courant sur lequel vient se thermaliser les écrans anti-radiation.

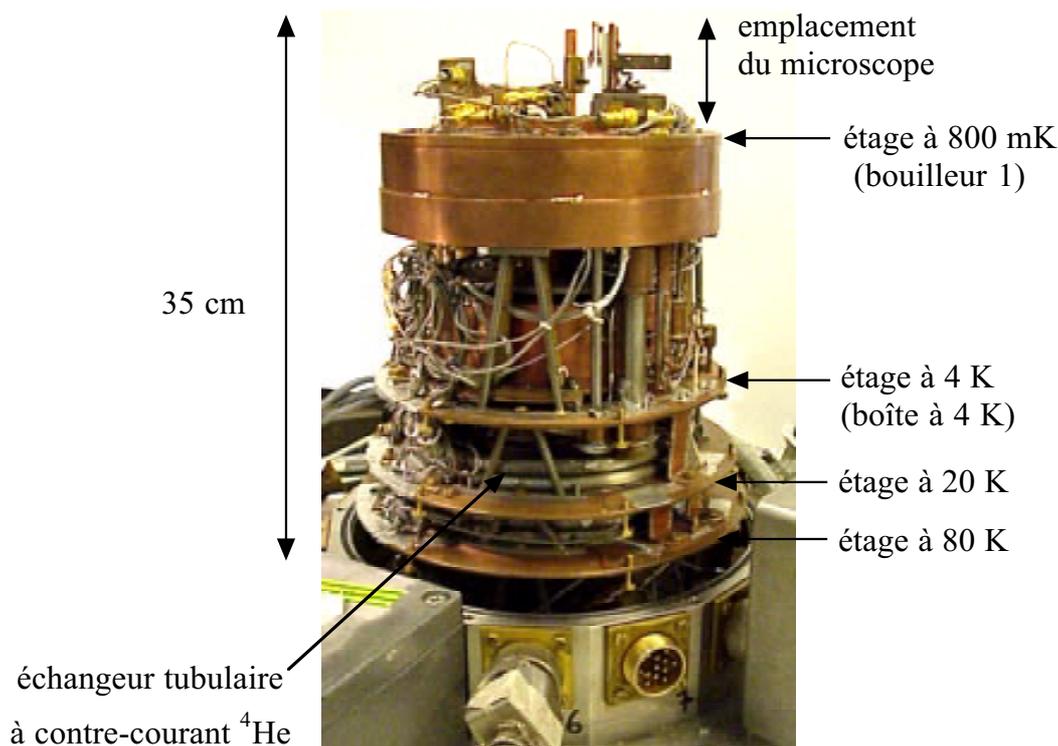


FIG. 3.1 – Photographie du Sionludi avec le microscope SQUID-FM placé à son sommet.

Le débit de gaz est régulé en aval à température ambiante à une valeur nominale de 62 ml/s. La chaleur latente de l' $^4\text{He}$  étant de 21 J/g, ce débit assure une puissance frigorifique de 290 mW sur l'étage à 4 K. Cette puissance est nécessaire pour compenser les pertes par les supports du réfrigérateur et par rayonnement [67].

Dans un réfrigérateur à dilution classique, l'étage à dilution est refroidi par un gaz d'échange dans le calorimètre établissant le contact thermique entre le bain d' $^4\text{He}$  et les étages du réfrigérateur à dilution. Le pré-refroidissement dans un sionludi se fait par une circulation rapide à travers deux bouilleurs du mélange thermalisés à la boîte à 4 K. En mode dilution, le lien thermique par le gaz est interrompu en baissant la pression par pompage au niveau des bouilleurs remplis de liquide. Le refroidissement jusqu'à la température de base se déroule en trois étapes. A chaque étape, le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$  est dirigé suivant différents chemins. Ceci fait la spécificité du sionludi.

Tout d'abord le refroidissement des deux étages supérieurs entre la température ambiante et 4 K est réalisé par une circulation à fort débit (125 ml/s gaz) du mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$ . Le circuit rapide du mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$  est injecté par un compresseur et refroidi à travers l'échangeur tubulaire à contre-courant. La figure 3.3 présente une vue schématique de l'échangeur à contre-courant. Le mélange est thermalisé dans cet échangeur à la température de l' $^4\text{He}$ . Le tuyau du circuit rapide d' $^3\text{He}/^4\text{He}$  contient trois tuyaux hermétiques de différents diamètres: l'un destiné à la circulation de l' $^4\text{He}$ , l'autre à celle de circuit (4 K  $\rightarrow$  1 K) de l' $^3\text{He}/^4\text{He}$  et le dernier correspond à l'injection. Le circuit rapide est donc utilisé comme gaz d'échange pour thermaliser le mélange et les écrans successifs à la température de l' $^4\text{He}$ . Après l'échangeur à contre courant, le mélange passe par le bouilleur numéro 2, la boîte à mélange et le bouilleur numéro 1, puis ressort de la dilution pour être ré-injecté à nouveau à l'aide d'un compresseur. Quand toutes les parties de la dilution sont thermalisées à 4 K, le circuit rapide du mélange est fermé.

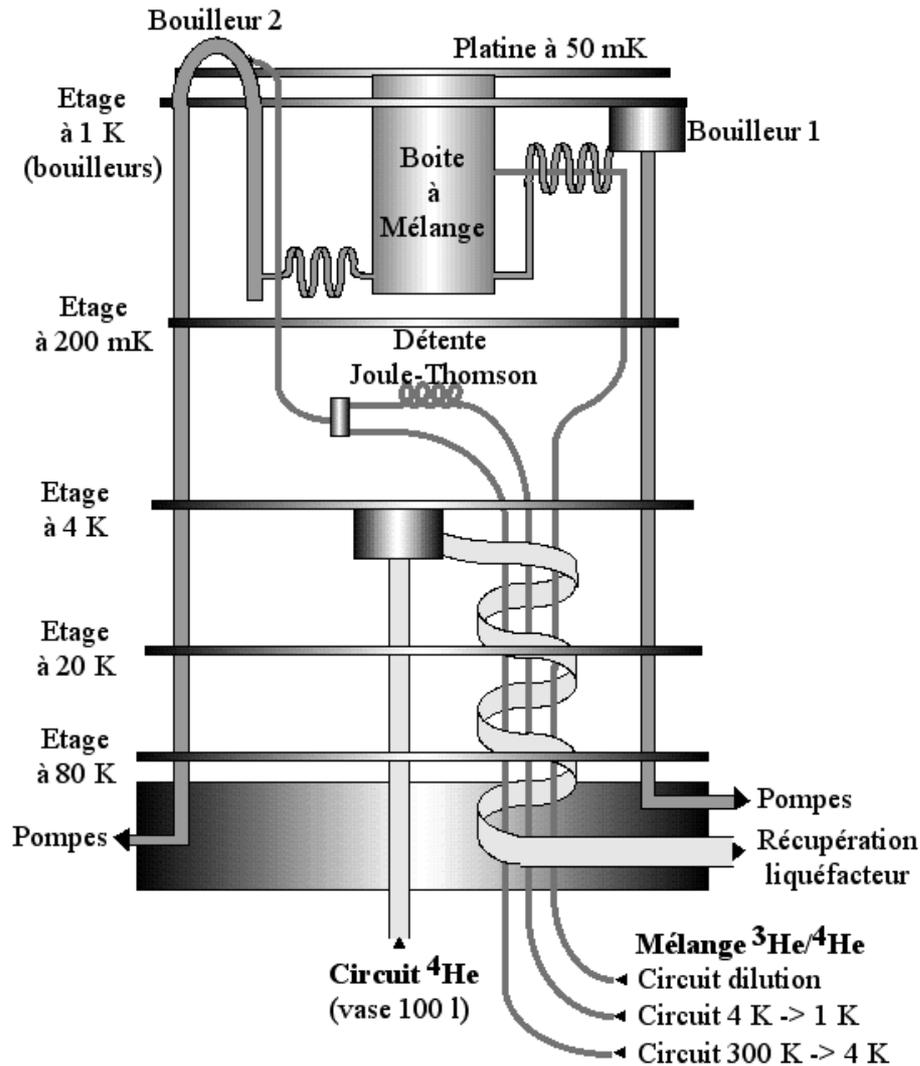


FIG. 3.2 – Schéma du sionludi représentant les différents circuits empruntés par l' $^4\text{He}$  et le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$ . Pour gagner en compacité et réaliser un écran thermique entre l'étage à 4 K et la boîte à mélange, l'étage à 200 mK est placé au-dessous de l'étage des bouilleurs à 1 K.

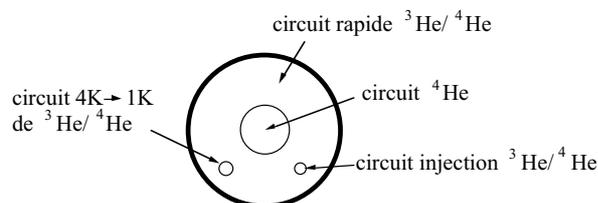


FIG. 3.3 – Vue schématique de l'échangeur tubulaire à contre-courant. Le circuit ( $4\text{ K} \rightarrow 1\text{ K}$ ) sert de gaz d'échange pour thermaliser le mélange à la température de l' $^4\text{He}$ .

La masse de cuivre du sionludi étant assez faible, le temps de refroidissement jusqu'à 4 K dépend essentiellement du dispositif fixé sur la platine froide et des débits de circulation de l' $^4\text{He}$  et du mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$ . Dans les conditions normales de refroidissement, la descente en température jusqu'à 4 K du cryostat à vide prend environ 4 heures alors qu'avec le microscope, il faut compter 10 heures. La seconde étape consiste à refroidir la dilution jusqu'à environ 1.3

K pour condenser le gaz et entamer le remplissage de la boîte à mélange. Le mélange comprimé à 2.5 bars à l'entrée du circuit  $4\text{ K} \rightarrow 1\text{ K}$  et refroidi jusqu'à 4 K dans l'échangeur tubulaire, subit une détente Joule-Thomson juste avant l'injection dans le bouilleur 2. Cette détente le porte à une température d'environ 1.3 K. Il thermalise ensuite la boîte à mélange et le bouilleur 1 en empruntant le même chemin que précédemment. Un vide primaire est réalisé à la sortie du bouilleur 1 par une pompe roots et une pompe à palettes. Cette étape est nécessaire car le circuit dilution a un débit trop faible pour thermaliser les étages avec une simple détente. Le débit autour de  $4.7 \times 10^{-3} \text{ mol.s}^{-1}$  est au moins 10 fois supérieur au débit en mode dilution.

Lorsque la température tombe à 1.3 K, la circulation au niveau du bouilleur 2 est coupée et l'injection se fait alors directement dans la boîte à mélange. On établit un régime standard pour un réfrigérateur à dilution. Le liquide ne circulant plus dans le bouilleur 2, celui-ci se réchauffe jusqu'à 4 K puis redescend progressivement. Après environ 2 heures d'injection, le bouilleur 1 est rempli. Le système de dilution devient opérationnel et la température se stabilise à 400 mK. La température du sionludi à vide (c'est-à-dire sans le microscope SQUID-FM) est typiquement de 25 mK en mode dilution. Ce sont les différents choix de thermalisation qui sont à l'origine de cet écart en température. Seuls la tête sonde et l'échantillon sont thermalisés sur la boîte à mélange et le reste du microscope est fixé sur le bouilleur 1 (800 mK). Le support de la tête sonde et celui de l'échantillon ainsi que les fils de mesures expliquent les fuites thermiques entre la boîte à mélange et l'étage du bouilleur 1 qui empêchent la descente en température en-dessous de 400 mK. Cependant, un meilleur isolement thermique est tout-à-fait envisageable en utilisant des matériaux de plus faible conductivité thermique, en optimisant la géométrie des supports des sondes et de l'échantillon, et en minimisant le nombre de fils de mesures.

Une fois le mélange condensé, un pompage du bouilleur 2 permet de gagner en puissance et de descendre la boîte à mélange plus bas en température. Dans notre cas, ce pompage n'est pas utilisé car il provoque un léger réchauffement du bouilleur 1 sur lequel se thermalise le corps du microscope.

Dans notre prototype, l'échangeur tubulaire à contre-courant assure la thermalisation des écrans et des autres circuits d'injection grâce à la pression du gaz au niveau du bouilleur 2. Cette pression baisse considérablement quand le réfrigérateur est en régime dilution et la thermalisation des écrans se dégrade. Ce défaut est corrigé dans les nouveaux sionludis. La géométrie de l'échangeur tubulaire a été modifiée: le gaz d'échange est assuré par le circuit d' $^4\text{He}$  ce qui permet une thermalisation constante des écrans et des circuits d'injection au cours du refroidissement.

Le réfrigérateur repose sur une table à suspension d'air qui isole le microscope des vibrations mécaniques extérieures pour toutes les fréquences supérieures à 2 Hz.

## 3.2 Dispositif expérimental

La microscopie à micro-SQUID à très basse température est une activité très originale, le bénéfice de précédentes expériences est donc très limité.

### 3.2.1 Description du microscope

La figure 3.4 montre une vue schématique du microscope. L'espace dont nous disposons, est un volume à base circulaire de diamètre 15 cm et de hauteur 8 cm: ce volume est nettement plus important que dans les cryostats classiques à dilution. L'ensemble du dispositif est thermalisé

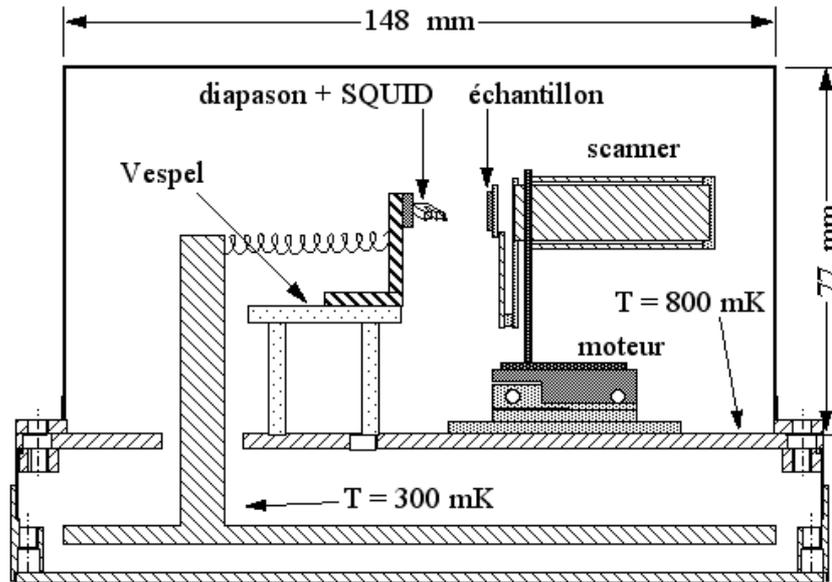


FIG. 3.4 – Représentation schématique du microscope SQUID-FM dans le sionludi.

à une température de 800 mK sur l'étage du bouilleur 1 car les puissances dissipées par les déplacements sont trop importantes pour être reçues par la boîte à mélange. Seule la tête sonde est à la température de la boîte à mélange grâce à un lien thermique. Ce découplage thermique nous permet de chauffer ou de refroidir les sondes ou l'échantillon indépendamment l'un de l'autre.

Ce microscope se partage en deux parties: l'une fixe contenant la tête sonde et l'autre mobile qui porte l'échantillon. Dans ce prototype, nous déplaçons l'échantillon par rapport aux sondes qui restent fixes.

### 3.2.2 Thermalisation des amenées de tension

Pour les connexions du microscope, nous utilisons quatre câbles de 12 fils en constantan: trois d'entre eux se terminent sur l'étage du bouilleur 1, le dernier continue jusqu'à la boîte à mélange. Douze câbles thermocoaxiaux assurent le transport des signaux qui demandent un environnement plus protégé: ils sont tous thermalisés sur la boîte à mélange.

Les câbles de connexion entre la température ambiante et l'étage du bouilleur 1 sont composés de 12 fils de 1/10 mm en constantan isolés par une gaine plastique et enrobés d'une tresse de  $7 \times 16$  fils de constantan 5/100. La tresse est thermalisée tous les 10 cm sur chaque étage du cryostat. On peut ainsi calculer la chaleur apportée par chaque câble (Tab. 3.1).

Etages	Longueurs	Puissance de conduction
300 K -> 80 K	10 cm	20 mW
80 K -> 20 K	10 cm	3.8 mW
20 K -> 4 K	10 cm	0.7 mW
4 K -> 1 K	10 cm	0.1 mW
1 K -> 50 mK	60 cm	$3 \mu\text{W}$

TAB. 3.1 – Conduction thermique d'un câble 12 fils avec une tresse en constantan thermalisé à chaque étage du sionludi avec les longueurs indiquées.

Au dessus de 4 K, l'âme centrale se thermalise assez bien sur la tresse extérieure. De plus, la boîte à 4 K est capable de supporter un fort apport de chaleur. Mais à basse température, le découplage entre l'âme et la gaine devient important et les fils sont plus difficiles à thermaliser. Nous avons laissé une longueur de câble importante entre 1 K et l'étage de la boîte à mélange.

### 3.3 Système de déplacement

Les déplacements sont assurés par des éléments piézo-électriques. L'effet piézo-électrique est le seul moyen de mouvoir un objet in situ sur plusieurs millimètres à basse température sans intervention externe et sans champ magnétique perturbant l'imagerie.

Les déplacements se décomposent en deux éléments: d'une part, le déplacement grossier assuré par un moteur piézo-électrique et d'autre part, un scanner basé sur un ensemble de plaques piézo-électriques bimorphes permettant le balayage bidimensionnel pour l'imagerie. Une dernière plaque piézo-électrique sur laquelle est fixé l'échantillon, ajuste la distance pointe-échantillon par l'intermédiaire d'une régulation électronique. L'ensemble du dispositif repose sur la platine du bouilleur 1: en mode classique de fonctionnement, sa température est alors de 800 mK environ.

#### 3.3.1 Le moteur pas-à-pas

Dans le cadre de notre microscope SQUID-FM, nous avons choisi de reprendre la géométrie du chariot mis au point par M. Bravin et D.M. Chen [68] qui répondait à la plupart de nos contraintes (principalement: expérimentation à basse température et sous vide, chariot compact et rigide, système de contrôle du déplacement à distance, possibilité de superposer plusieurs chariots pour permettre de grands déplacements dans les trois directions de l'espace).

##### 3.3.1.1 Géométrie et principe de fonctionnement

- Géométrie:

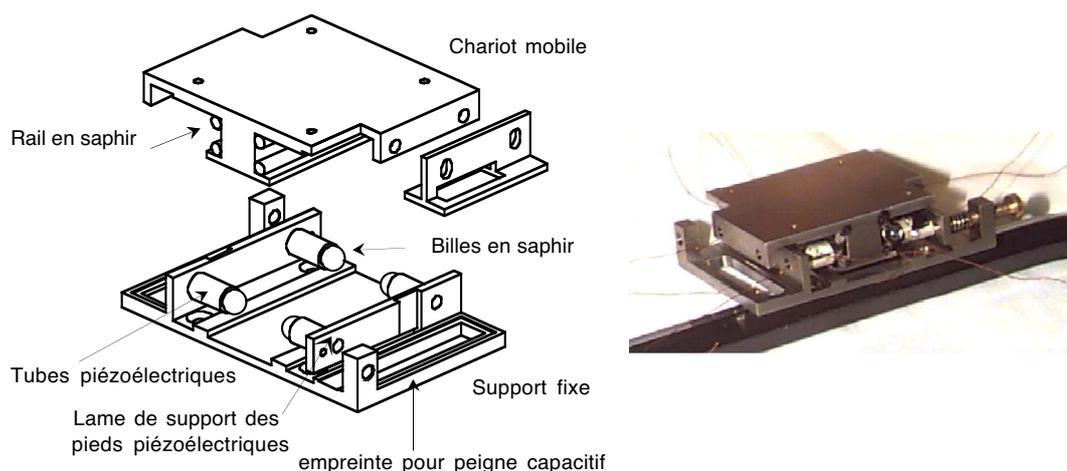


FIG. 3.5 – Dessin détaillé et photo du moteur de déplacement linéaire. Largeur 40 mm, longueur 30 mm, hauteur 12 mm.

Le chariot est composé de deux parties indépendantes: la base et le plateau. L'ensemble des

pièces qui le constitue, est en titane car c'est un matériau non magnétique et son coefficient de dilatation thermique [69] est très proche de celui des éléments piézo-électriques qui assurent les déplacements. La figure 3.5 représente une vue schématique du moteur :

- La base se présente sous la forme d'une pièce en titane de  $30\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ , supportant quatre tubes piézo-électriques de longueur 6.5 mm, de diamètre 4 mm et d'épaisseur 0.5 mm. Au bout de chaque tube est collée une bille de diamètre 3.5 mm. Les tubes sont eux-même collés deux à deux symétriquement à chaque extrémité des lames de la base du chariot. La base est la partie fixe du chariot.
- Le plateau a la forme d'un rail renversé avec une paire de petit tube de diamètre 2 mm collée de chaque côté qui vont guider le mouvement des billes. Cette pièce est insérée entre les quatre billes, permettant d'avoir huit points de contact avec la base. Le plateau est la partie mobile.

- Câblage:

Les tubes piézo-électriques utilisés sont des tubes métallisés à l'argent type EBL#2 de Staveley Sensors INC équivalent au type PZT5A avec une polarisation radiale. La face externe de chaque tube est divisée en deux sections de polarité différente: le tube peut donc se déformer sous l'application d'une tension adaptée dans une direction normale à l'axe du tube. La face externe des tubes est connectée à la masse et la face interne à la tension voulue (entre -200 V et +200 V). Ce choix de câblage permet d'isoler électriquement le reste du chariot car la face interne du tube n'a de vis-à-vis avec aucun autre élément du microscope.

- Amplificateurs haute tension:

Les tensions piézo-électriques sont réalisées par cinq amplificateurs PA15 dont la tension de sortie est limitée à  $\pm 210\text{ V}$ . Ces amplificateurs sont communs au chariot et au scanner, l'aiguillage entre les deux éléments se fait à l'aide de relais en entrée et en sortie des amplificateurs. Un EPLD programmable permet d'actionner les relais et de gérer les tensions de commande en entrée et en sortie des amplificateurs. Cet EPLD est piloté par ordinateur via une carte DIO 96 voies. A la sortie des amplificateurs se trouvent des thyristors BSS98 qui permettent une remise à la masse des rampes de tension en 200 ns (ce qui correspond à un courant de décharge de 1 A).

En dessous de  $200\text{ kHz}$ , le bruit en sortie des amplificateurs est inférieur au millivolt, ce qui induit des vibrations de quelques Angströms (typiquement  $5\text{ \AA}$ ) sur le balayage XY. L'ordre de grandeur des objets magnétiques observés étant  $0.1 - 1\text{ }\mu\text{m}$ , ces vibrations ne perturbent pas l'imagerie de façon notable.

- Mode opératoire:

Ce moteur cryogénique exploite la différence entre le frottement statique et dynamique des billes sur les rails.

Les tubes piézo-électriques sont assemblés de façon coopérative c'est-à-dire qu'ils se déforment tous dans le même sens. Un pas de déplacement est obtenu de la manière suivante (cf figure 3.6):

- la position initiale correspond à la situation (1) de la figure 3.6 où tous les tubes sont au repos (tension nulle à leur borne). Les quatre tubes sont tout d'abord défléchis simultanément en utilisant une rampe lente de tension de  $6\text{ ms}$  jusqu'à la tension finale choisie (2) (cf figure 3.6). Le frottement statique entre les billes et les rails est alors assez fort pour que le plateau suive le mouvement des tubes.

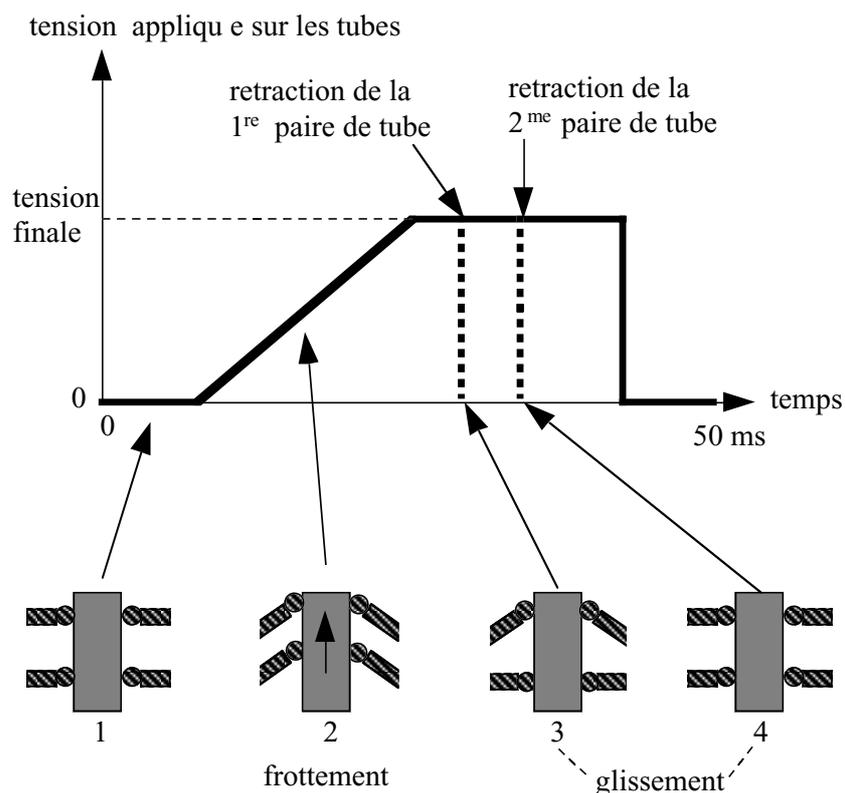


FIG. 3.6 – Rampe de tension appliquée aux bornes des tubes piézo-électriques et vue de dessus des déformations mécaniques correspondantes des tubes qui engendrent le déplacement du chariot.

- deux par deux, les tubes en vis-à-vis sont alors successivement rétractés dans leur position initiale par une brutale coupure de la tension (3 et 4) (cf figure 3.6). L'utilisation des thyristors BSS98 permet un meilleur glissement des billes sur les rails. Idéalement, la position du plateau n'est pas affectée par ce dernier procédé car le frottement dynamique est faible: le plateau reste donc immobile.

La direction du déplacement est inversée en appliquant une tension de signe opposé sur les piézo-électriques. La rampe de tension est fournie par un générateur de tension programmable HP 33120A. A 300 K, la fréquence de répétition d'un pas de déplacement est de 25 Hz avec une durée de rampe en tension de 6 ms. A basse température, la fréquence des pas est diminuée de moitié (12.5 Hz) pour une durée de rampe de 40 ms. Le frottement des billes sur les rails est réglable par l'intermédiaire d'une vis qui permet de contrôler la pression entre les deux parties: nous verrons par la suite comment faire varier l'efficacité du chariot en jouant sur ce frottement.

### 3.3.1.2 Mesure du déplacement

Une fois dans le cryostat, le microscope est hors de tout accès visuel, nous utilisons donc un système de lecture à distance qui permet de contrôler l'approche et le retrait de l'échantillon avec une très bonne résolution. Ce système de détection est excessivement simple dans sa réalisation et son utilisation. De plus il est très fiable, compact et reproductible.

Le dispositif est basé sur des mesures capacitives (cf figure 3.7). Sur la partie fixe du chariot, est collé un double peigne cuivré lithographié qui représente une première électrode. Un générateur

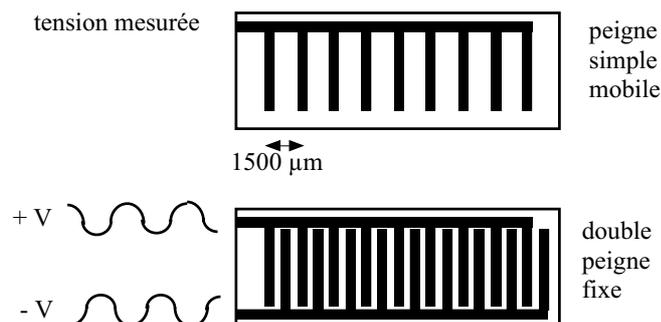


FIG. 3.7 – Schéma des peignes pour la mesure capacitive du déplacement. Ils sont espacés l'un de l'autre d'une distance inférieure à  $500 \mu\text{m}$ .

de fonction Thandar TG503 associé à un transformateur OEP fournit à chacun de ces deux peignes une tension sinusoïdale de valeur crête-à-crête  $500 \text{ mV}$  et de fréquence  $45 \text{ kHz}$  déphasée de  $\pi$  l'une par rapport à l'autre. Cette fréquence est choisie en dehors de la bande passante du transformateur ( $f_c = 35 \text{ kHz}$ ) afin d'éviter toute perturbation des mesures du diapason (qui se situent autour de  $25 \text{ kHz}$ ). Ce faisant, un champ électrostatique périodique est créé à la surface de cette électrode. Sur le plateau mobile, on installe un autre peigne cuivré en vis-à-vis du système précédent. La période des dents de ce peigne est  $1500 \mu\text{m}$  et la distance entre les deux peignes est de l'ordre de  $500 \mu\text{m}$ . La capacité entre le peigne simple mobile et le double peigne fixe est donnée par [48]:  $C = \epsilon_0 S/e$  où  $\epsilon_0$  est la constante diélectrique du vide,  $S$  la surface en regard de ces deux capacités et  $e$  la distance entre elles. On estime alors cette capacité à  $1 \text{ pF}$ . La tension aux bornes de ce peigne est mesurée par l'intermédiaire d'une détection synchrone EGG 7220 et d'un convertisseur analogique/numérique 16 bits (temps de conversion de  $160 \mu\text{s}$ ). Cette tension reflète par effet capacitif, le champ électrostatique créé par le double peigne inférieur. Lors d'un déplacement, les dents du peigne supérieur passent alternativement au-dessus de la tension positive puis au-dessus de la tension négative. Cette mesure capacitive est sensible aux déplacements latéraux et verticaux. Finalement, les oscillations mesurées sur le peigne du plateau représentent le déplacement du chariot (cf figure 3.8). La tension aux bornes de la capacité étant mesurée avec une précision de  $2 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ , le déplacement est donné avec une résolution meilleure que  $10 \text{ nm}$ .

### 3.3.1.3 Efficacité du chariot

L'efficacité du chariot est définie comme étant la distance parcourue lors d'un pas de déplacement. Elle est tributaire de nombreux paramètres qui doivent être optimisés pour assurer un bon déplacement. En effet, en jouant sur des facteurs comme la tension aux bornes des tubes piézo-électriques, la force de serrage des billes sur les rails ou le choix des matériaux en contact, nous pouvons améliorer de façon importante cette efficacité. D'autres paramètres, principalement la diminution de l'effet piézo-électrique avec la température, échappent à notre contrôle.

- Efficacité en fonction du frottement entre les billes et les rails:

Le problème du frottement [70] entre deux surfaces est extrêmement complexe, il fait intervenir un ensemble de phénomènes microscopiques et nanoscopiques difficilement résolubles de façon théorique: le frottement est à la fois proportionnelle à la force normale appliquée et à l'aire réelle de contact entre les deux matériaux concernés. La principale difficulté réside alors dans la connais-

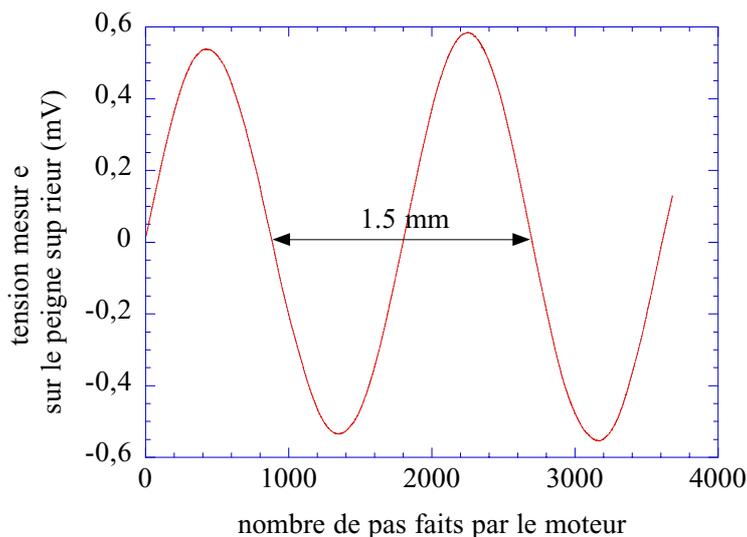


FIG. 3.8 – Visualisation du déplacement du chariot à une température de 300 K: mesure de la tension aux bornes du peigne supérieur en fonction du nombre de pas faits par le moteur. Une période du signal sinusoïdal correspond à un déplacement du chariot de 1.5 mm.

sance exacte de l'aire de contact car ceci nécessite l'établissement d'une fonction de corrélation entre les deux rugosités des matériaux en jeu. La complexité du problème et la méconnaissance des états de surface rendent le problème mathématique rapidement fastidieux voire impossible. Finalement, la plupart des connaissances sur le frottement est empirique et chaque système est un cas particulier.

En ce qui concerne le microscope, nous avons modifié le frottement entre les billes et les rails en jouant sur deux paramètres: les matériaux composant les deux objets en contact et la force de serrage des billes sur les rails.

La figure 3.10 montre comment l'amplitude du déplacement varie en fonction du frottement appliqué. Ces différents réglages sont faits à température ambiante en utilisant un contact saphir/saphir (c'est-à-dire billes en saphir sur rails en saphir). Le saphir étant un matériau d'une grande dureté, nous faisons l'approximation que la surface de contact reste inchangée au cours de l'expérience. En mesurant la force de serrage appliquée  $F_s$  et en connaissant le coefficient de friction saphir/saphir ( $\mu = 0.2$ ), nous avons alors accès au frottement  $f$  grâce à la relation [71]:  $f = \mu F_s$ .

Pour mesurer la force de serrage  $F_s$ , on considère la lame qui supporte les pieds piézoélectriques (cf. figure 3.5) comme une poutre simple. En utilisant les lois classiques régissant la mécanique des poutres [72], on obtient la relation liant l'écart à la position d'équilibre ( $\Delta x$ ) et la force de rappel exercée sur la poutre  $F_r$  (cf. figure 3.9), soit:  $F_r = \frac{3EI}{l^3} \Delta x$  où  $E$  est le module d'Young du titane ( $E = 120.2 \cdot 10^9 \text{ Pa}$ ),  $I$  et  $l$  sont le moment d'inertie et la longueur de la poutre respectivement. Comme la lame est en équilibre, la somme des forces (c'est-à-dire  $\vec{F}_r + \vec{F}_s$ ) est nulle, d'où  $\vec{F}_r = -\vec{F}_s$ . On trouve finalement  $|F_s| = |F_r| = \frac{3EI}{l^3} \Delta x$ . La déviation  $\Delta x$  est mesurée sous une binoculaire et en faisant varier la force de serrage, on observe les variations de l'efficacité du chariot (cf. figure 3.10).

La figure 3.10 a une valeur plus qualitative que quantitative. En effet, tout d'abord les barres d'erreur sont relativement grandes car les mesures sont délicates. Ensuite, s'il est vrai que nous connaissons la force de serrage appliquée sur la lame, il est moins évident de savoir comment elle

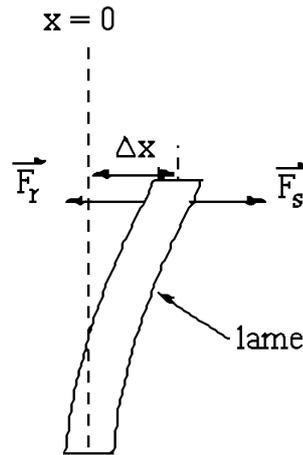


FIG. 3.9 – Flexion d'une poutre.  $F_r$  est la force de rappel exercée pour une déviation  $\Delta x$  et  $F_s$  est la force de serrage nécessaire pour une flexion  $\Delta x$ .

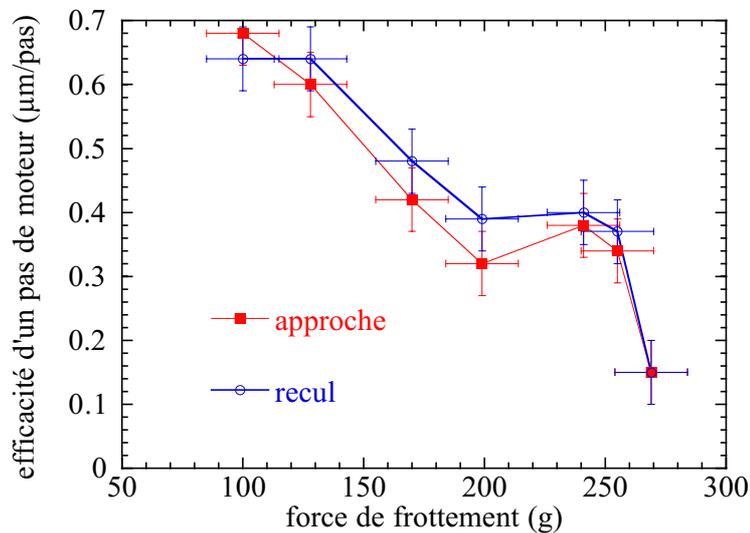


FIG. 3.10 – Dépendance de la distance parcourue lors d'un pas de moteur en fonction du frottement des billes sur les rails à température ambiante.

est transmise aux billes. En effet, un léger mésalignement des pièces au montage du microscope est responsable d'une transmission inhomogène du serrage sur les billes: l'anomalie qui apparaît sur la courbe entre 200 et 250 g est le reflet typique de ce décalage. Il apparaît, d'après la figure 3.10, que le serrage du chariot s'accompagne d'une diminution de son efficacité. Nous sommes cependant très intéressés dans le fait de pouvoir augmenter la force de serrage quitte à perdre en efficacité de déplacement car ceci nous assure une plus grande stabilité du plateau, point essentiel dans la microscopie en champ proche.

Le deuxième paramètre sur lequel nous avons joué pour optimiser l'efficacité du chariot est le coefficient de frottement qui est caractéristique des matériaux en contact et des surfaces considérées. De par la multiplicité des états de surface et la diversité des matériaux, ces coefficients sont méconnus dans la littérature. De plus les manipulations à basse température et sous vide nous interdisent l'utilisation de lubrifiant supplémentaire. Toutefois en s'inspirant de l'expérience d'autres groupes et des connaissances théoriques relatives au frottement, nous avons testé quelques couples de matériaux. Les résultats sont synthétisés dans le tableau 3.2. Le saphir et l'alumine

ont été choisis pour leur dureté et le laiton pour ses propriétés d'auto-lubrification.

bille	rail	conclusions
saphir	alumine	frottement trop important et usure des billes
saphir	saphir	bon glissement
laiton	saphir	bon glissement
laiton	laiton	bon glissement mais usure

TAB. 3.2 – Tableau récapitulatif des tests effectués sur différents couples de matériaux.

Finalement, notre choix s'est porté sur le couple billes en laiton sur rails en saphir.

Au cours du refroidissement jusqu'à 20 K, le chariot est maintenu à 60 K au-dessus de la température du cryostat de manière à cryopomper les gaz sur les surfaces froides. Ceci évite de dégrader l'état de surface des billes et des rails par des dépôts de gaz. Sans ce chauffage continu, le moteur se bloque en dessous de 100 K.

- Efficacité fonction de la tension appliquée et de la température:

De façon théorique, nous savons que la déformation piézo-électrique évolue linéairement avec la tension appliquée: en effet, dans le cas d'un tube, la déviation en fonction des grandeurs caractéristiques et de la tension appliquée est donnée par:

$$\Delta x = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2V}{\pi dt} \quad (3.1)$$

où  $d_{31}$  est le coefficient piézo-électrique ( $d_{31} = -171.10^{-12} m.V^{-1}$ ),  $V$  la tension appliquée et  $L$ ,  $d$ ,  $t$  sont la longueur, le diamètre moyen et l'épaisseur des parois du tube respectivement. Dans le cas présent  $\Delta x = 3.2 nm.V^{-1}$ . Cette déformation est aussi très sensible à la température ambiante: entre 300 K et 4 K le coefficient baisse d'un facteur 7 (la complexité des contraintes mécaniques sont à l'origine des variations autour de ce facteur). La figure 3.11 présente les résultats des tests expérimentaux effectués sur notre moteur pas-à-pas: ceux-ci semblent bien confirmer les prédictions théoriques sur la dépendance linéaire et celle en température.

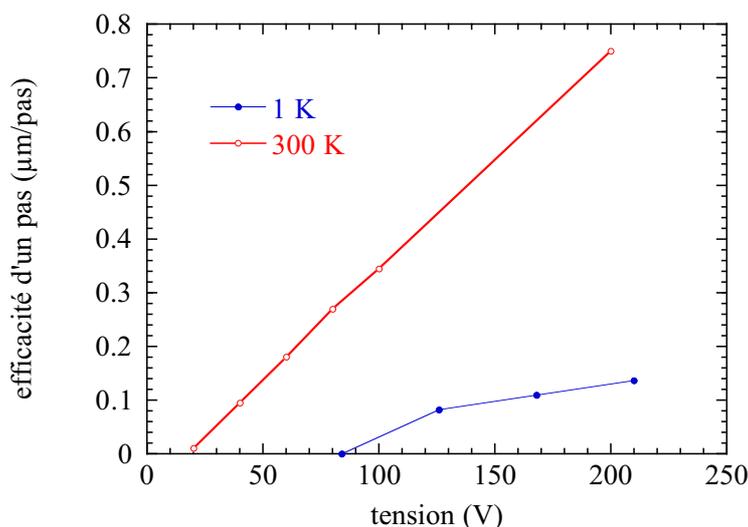


FIG. 3.11 – Distance parcourue lors d'un pas de moteur pour différentes amplitudes en tension appliquées sur les piézo-électriques à température ambiante.

Il est intéressant de noter, d'après la figure 3.11, l'existence d'une tension de seuil (ici environ 20 V à 300 K et 80 V à 1 K) en-dessous de laquelle le chariot ne se déplace pas. En effet, les

faibles amplitudes électriques ne permettent pas le décrochement des billes par rapport aux rails lors de la remise à la masse de la tension aux bornes des tubes piézo-électriques: on est alors toujours dans des conditions de frottement statique. Cette tension de seuil dépend donc beaucoup du frottement entre les billes et les rails (force de serrage et matériaux en contact).

L'efficacité du chariot est différente dans les deux directions de déplacement du chariot. La cause de cette dispersion vient d'une légère dissymétrie dans la géométrie du chariot: de ce fait, il semble que le recul soit mécaniquement plus contraint que l'approche. Cette petite différence n'a pas de conséquence notable pour le microscope car grâce à la mesure capacitive, la position du chariot est toujours connue.

Nous avons également testé l'efficacité du chariot en changeant la forme de la montée de la rampe en tension. Les différentes formes envisagées ont été une forme linéaire, une forme sinusoïdale et une forme exponentielle car elles correspondent toutes trois à différentes accélérations des billes par rapport aux rails. Aucune différence vraiment concluante n'est apparue ce qui signifie que le moteur n'est pas basé sur un mouvement inertiel dépendant fortement de l'accélération finale de la rampe, mais plutôt sur une différence entre un frottement statique pendant la lente montée en tension et un frottement dynamique pendant le retrait rapide des tubes.

### 3.3.2 Le scanner large champ

Pour les techniques de microscopie en champ proche, Binnig et Smith [73] ont eu l'idée d'utiliser le tube piézo-électrique comme scanner car celui-ci répond parfaitement aux contraintes imposées par le STM (stabilité et fréquence de résonance). L'amplitude de balayage d'un tube reste assez faible, typiquement quelques micromètres dans le meilleur des cas, ce qui est tout-à-fait adapté à l'imagerie STM. Dans le cas présent, nous désirons regarder les variations spatiales de paramètres magnétiques sur une échelle beaucoup plus grande que celle utilisée dans le cadre de la microscopie STM (qui est typiquement l'Angström). En effet, un des intérêts de notre microscope est la possibilité de faire une étude magnétique statistique sur des réseaux de taille micrométrique. Ceci nécessite donc la visualisation de plusieurs mailles de ce réseau: l'aspect statistique n'est donc valide qu'à partir d'une taille donnée de l'image.

Finalement le scanner mis au point par J. Siegel et al. en 1995 [38], nous a semblé avoir la géométrie et les caractéristiques les mieux adaptées à notre problème. Il nécessite toutefois un montage délicat. Comme indiqué sur la figure 3.12 (à gauche), ce scanner se compose de quatre lames piézo-électriques agencées par trois pièces en céramique Macor: une base, un étage secondaire et une tête de balayage. Le Macor est une matière relativement facile à usiner et son coefficient de contraction thermique est similaire à celui de la céramique piézo-électrique. Les pièces en Macor et les lames piézo-électriques sont assemblées grâce à de la colle Ecobond qui résiste très bien aux cyclages thermiques.

Dans la base, qui demeure fixe, un trou rectangulaire suffisamment large permet à la tête de scan de bouger dans les deux directions X et Y. Les extrémités de deux des lames sont collées sur les côtés opposés à l'intérieur de ce trou et l'étage secondaire est fixé sur les autres extrémités de ces lames. De cette façon, l'étage secondaire se déplace dans la direction que nous appelons X, lorsqu'une tension est fournie aux bornes des lames. De la même manière, les deux autres lames piézo-électriques lient l'étage secondaire et la tête de balayage et permettent le déplacement Y de la tête de balayage par rapport à l'étage secondaire.

Les lames piézo-électriques [74] utilisées ont une longueur de 31.8 mm, une largeur de 6.4 mm et une épaisseur de 0.5 mm. Elles ont chacune de leurs électrodes partagées en deux dans le sens de la

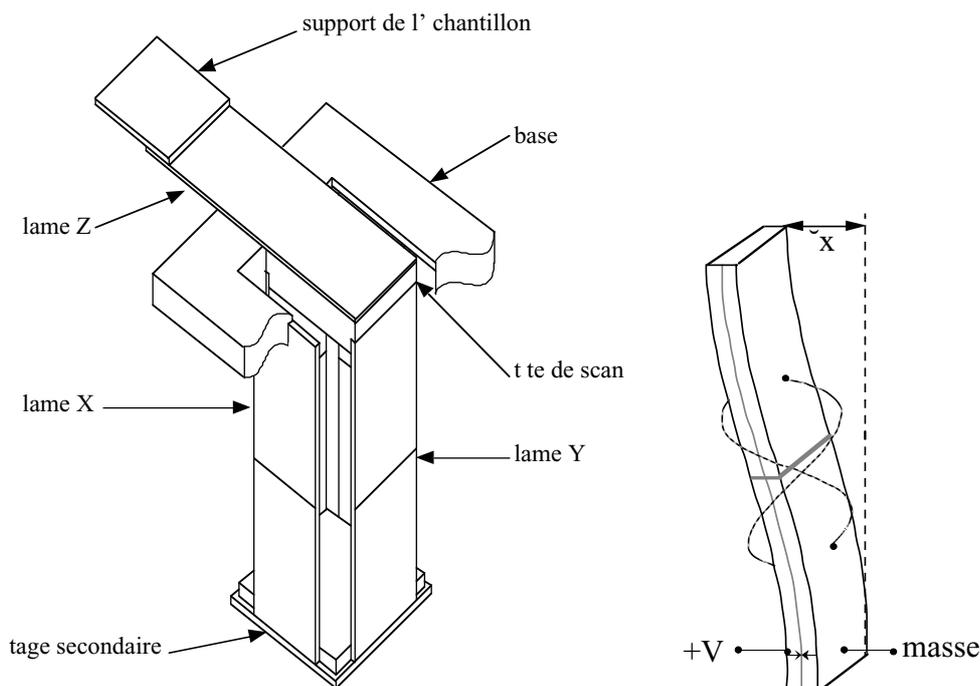


FIG. 3.12 – Flexion d'une lame piézo-électrique du scanner. Une fois partagées en deux parties, les électrodes sont connectées par deux fils de cuivre de  $170 \mu\text{m}$ .

largeur et sont connectées comme indiqué dans la figure 3.12 (à droite): la moitié inférieure d'une face de la lame est reliée à la moitié supérieure de l'autre face et les deux autres moitiés restantes sont connectées l'une à l'autre. Nous avons donc deux électrodes indépendantes. Avec une telle segmentation, lors de la mise sous tension, la moitié inférieure de la lame se courbe dans une direction tandis que l'autre moitié se courbe dans la direction inverse: la lame adopte une flexion en forme de "S". De cette façon, les deux extrémités des lames restent toujours perpendiculaires au déplacement, comme requis par les conditions aux limites imposées par les pièces en Macor.

Une lame réduite de moitié en longueur ( $L = 16\text{mm}$ ) est collée sur la tête de scan et assure les déplacements fins dans la direction Z. Ainsi, les mouvements en Z sont totalement découplés des déplacements X-Y. La figure 3.13 montre une vue d'ensemble du scanner en place dans le cryostat.

L'amplitude de balayage d'un tel scanner est donnée par:

$$x = d_{31}V \frac{L^2}{T^2} \quad (3.2)$$

où  $V$  est la tension appliquée sur les électrodes,  $L$  et  $T$  la longueur et la largeur des lames respectivement et  $d_{31}$  la constante piézo-électrique. Par conséquent, les sensibilités calculées à partir des données du fabricant ( $d_{31} = 190 \text{ pm.V}^{-1}$ ) donnent à température ambiante  $\Delta X/\Delta V = 770\text{nm/V}$  au niveau du sommet de la lame piézo-électrique.

A titre de comparaison, la sensibilité d'un tube piézo-électrique de même longueur ( $l = 31.8 \text{ mm}$ ), de diamètre  $6.4 \text{ mm}$  et d'épaisseur de paroi  $0.5 \text{ mm}$  (dimensions typiquement utilisées dans la microscopie en champ proche), est  $110 \text{ nm/V}$  à température ambiante: pour une même tension, l'amplitude de balayage d'un scanner à lame piézo-électrique est supérieure à celle d'un tube d'un facteur sept.

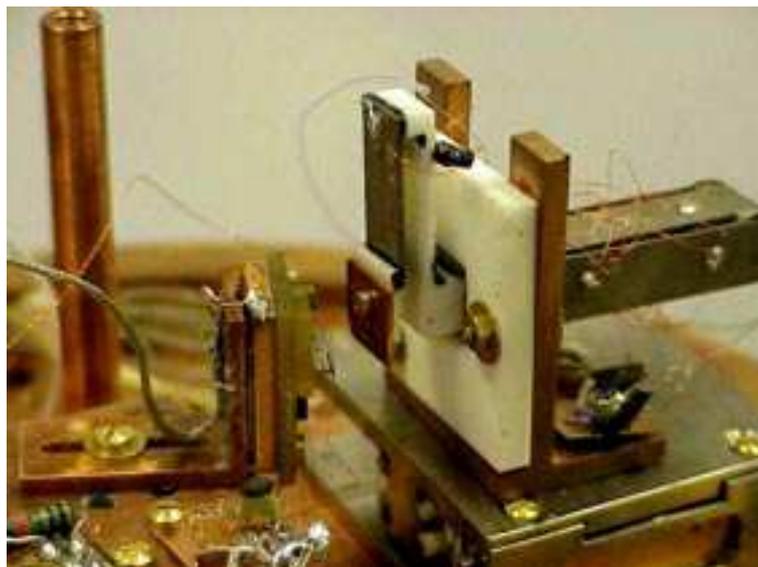


FIG. 3.13 – Photo du scanner en place sur le moteur pas-à-pas et face à l'échantillon.

Expérimentalement, les sensibilités ont été étalonnées en réalisant une image d'un échantillon avec des structures de taille connue (cf tab 3.3). La non-linéarité des piézo-électriques et les contraintes anisotropes du montage sont à l'origine du décalage entre les sensibilités en X et en Y: l'aire balayée par le scanner au cours d'une image n'est pas donc tout-à-fait carrée.

sensibilités	300 K	4 K
$\Delta X/\Delta V (nm/V)$	810	140
$\Delta Y/\Delta V (nm/V)$	850	140

TAB. 3.3 – Sensibilités mesurées des déplacements piézo-électriques suivant les différentes directions à basse température et à température ambiante.

A basse température, la taille maximale des images est  $60 \times 60 \mu m^2$  pour une tension de  $\pm 210V$  sur les lames du scanner.

Le choix d'un scanner large champ peut faire apparaître des problèmes qui sont moins importants dans le cas des scanner de faible amplitude de débattement. En particulier, les fréquences de résonance dans les directions X et Y peuvent être relativement basses et l'amplitude de vibration plus grande que dans le cas d'un tube. Ces deux facteurs sont limités au maximum en utilisant deux lames plutôt qu'une pour chaque direction de scan ce qui tend à rigidifier l'ensemble du dispositif. La fréquence de résonance de deux lames plates mécaniquement liées de manière à rester parallèles l'une par rapport à l'autre est donnée par:

$$f_0 = 0.262 \left( \frac{T}{L^2} \right) \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (3.3)$$

où T et L sont l'épaisseur et la longueur de la lame respectivement, E le module d'Young du piézo-électrique ( $E = 6.6 \cdot 10^{10} N.m^{-2}$ ) et  $\rho$  la masse volumique de la céramique ( $\rho = 7800 kg.m^{-3}$ ). Avec les dimensions considérées, la fréquence de résonance des lames est  $f_0 = 380 Hz$ . A titre de comparaison, celle du tube scanner considéré auparavant est de  $3.5 kHz$ .

Expérimentalement, les fréquences de résonance ont été trouvées en mesurant la réponse du scanner à une faible tension sinusoïdale. L'ensemble des mesures a été fait à température ambiante



- l'électronique de commande des déplacements piézo-électriques
- la mesure capacitive du déplacement du chariot
- l'électronique régissant le SQUID.

La boucle de régulation de la distance pointe-échantillon est le dispositif électronique de base du microscope. Elle comprend un amplificateur et convertisseur courant/tension pour détecter le courant du diapason, une détection synchrone, un double régulateur PI (proportionnel et intégrateur) numérique, un oscillateur contrôlé par tension (OCT ou plus connu sous le nom de VCO pour Voltage Controlled Oscillateur) et un amplificateur haute tension qui actionne les piézo-électriques. Cette boucle est une association d'électronique analogique et numérique. Mis à part certains paramètres de régulation qui sont choisis à travers l'informatique de contrôle, l'asservissement du diapason est totalement indépendant de l'ordinateur.

Parallèlement un générateur de fonctions arbitraires et des amplificateurs de tension pilotés par l'ordinateur permettent de réaliser les déplacements piézo-électriques. La détection capacitive est capable de mesurer ces déplacements. La figure 3.14 présente les principaux éléments de ce dispositif.

Le potentiel de référence du système électronique dans son ensemble est donné par le sionludi. Toutes les masses ont été découplées de la terre du secteur avec un simple adaptateur sur les prises secteur ou une diode Zener. Les boucles de masse ont été éliminées notamment autour du circuit d'asservissement du signal du diapason et de l'électronique du SQUID.

## 3.5 Informatique de contrôle

### 3.5.1 Interface avec l'ordinateur

Les appareils commerciaux (les détections synchrones EGG, le générateur de fonctions HP, le VCO Yokogawa) sont commandés par GPIB. La gestion des tensions pour les déplacements piézo-électriques au niveau des amplificateurs HT ainsi que l'écriture et la lecture de tension des convertisseurs (numérique/analogique et analogique/numérique respectivement) sont contrôlées par une carte DIO 96 voies. Cette carte a été choisie pour sa rapidité de transfert d'information (900 kHz). La régulation du signal du diapason et l'électronique du SQUID sont entièrement gérées par deux cartes développées au laboratoire. Les entrées et les sorties entre l'ordinateur et les cartes de la régulation du signal du diapason et de l'électronique du SQUID, s'exécutent par l'intermédiaire de deux cartes identiques d'acquisition, développées également au laboratoire. Ces deux cartes s'enfichent dans les slot PCI de l'ordinateur et elles sont équipées de deux mémoires de type FIFO dans lesquelles sont stockées les mesures envoyées à l'ordinateur. La taille de ces mémoires est de 8000 mots de 18 bits.

### 3.5.2 Logiciel

Le logiciel de contrôle a entièrement été écrit en langage C avec une librairie d'interfaces graphiques développée au laboratoire et nommée "Manip". Cependant pour le traitement des images, affichage, correction de pente, nous avons développé une interface spécifique plus rapide que celle proposée par Manip.

### 3.6 Thermalisation

L'ensemble du microscope est thermalisé sur l'étage du bouilleur 1 à une température de 800 mK. Les sondes topographique et magnétique sont isolées thermiquement de cet étage et sont refroidies par une feuille d'argent qui assure un très bon couplage thermique entre celles-ci et la boîte-à-mélange. L'échantillon est relié à l'étage du bouilleur par une feuille d'argent pour une bonne connaissance de sa température. Au cours du refroidissement, trois thermomètres assurent le suivi en température du système: un thermomètre de platine et un de carbone indiquent la température du chariot, le dernier thermomètre est en carbone et se situe sur le support des sondes. Un chauffage placé sur le chariot maintient sa température 60 K au-dessus de celle du cryostat de manière à cryopomper les gaz sur les surfaces froides. A basse température, trois thermomètres Allen-Bradley indiquent les températures des sondes, de l'échantillon et du chariot. Un thermomètre de germanium est placé sur la boîte-à-mélange. Tous les fils de mesure des thermomètres sont en constantan, mauvais conducteur thermique et de faible diamètre. La température mesurée est donc peu perturbée par la présence des ces fils.

### 3.7 Conclusion et perspectives

Durant ces trois années de thèse, nous avons développé un dispositif expérimental fonctionnant à très basse température capable d'imager magnétiquement des objets submicrométriques. Ce microscope s'inscrit dans les techniques dites de champ proche et la sonde magnétique utilisée est le micro-SQUID. Le refroidissement est réalisé par un sionludi qui offre un espace de travail très supérieur à celui des cryostats classiques. De plus, celui-ci permet de thermaliser indépendamment chacun des éléments du microscope. L'ensemble du dispositif a été développé pendant la thèse: le moteur "pas-à-pas" piézo-électrique est capable de déplacer l'échantillon sur plusieurs millimètres et le scanner d'imager des surfaces jusqu'à  $60 \times 60 \mu m^2$  à basse température.

Les résultats obtenus avec le microscope SQUID-FM sont très encourageants. Cependant, les différentes images réalisées ont montré les limites du dispositif expérimental actuel. En effet, les vibrations mécaniques sont apparues comme l'un des principaux facteurs limitatifs de la résolution spatiale et d'un asservissement propre de la distance pointe-échantillon. Conscient de ces problèmes, nous cherchons à présent à optimiser la stabilité mécanique du dispositif expérimental en utilisant une nouvelle géométrie du moteur piézo-électrique.

Le moteur présenté dans ce chapitre est, en effet, la source principale des vibrations mécaniques. En s'appuyant sur les connaissances que nous avons acquises pendant ces trois années, nous avons choisi un nouveau modèle de moteur plus classiquement utilisé dans le domaine de la microscopie tunnel [75]. Une vue schématique de ce moteur est présentée sur la figure 3.15: l'axe de déplacement est vertical et le prisme central qui est mobile se déplace sous l'action de six pieds piézo-électriques sur lesquels il repose. Cette géométrie permet un meilleur serrage de la partie mobile entre les pieds, ce qui tend à limiter les vibrations mécaniques éventuelles. Actuellement, nous assemblons les pièces constituant ce moteur et très prochainement celui-ci fera partie intégrante du microscope.

En améliorant l'isolation thermique de la tête sonde et de l'échantillon dans ce futur dispositif expérimental, nous aimerions également pouvoir travailler à plus basse température.

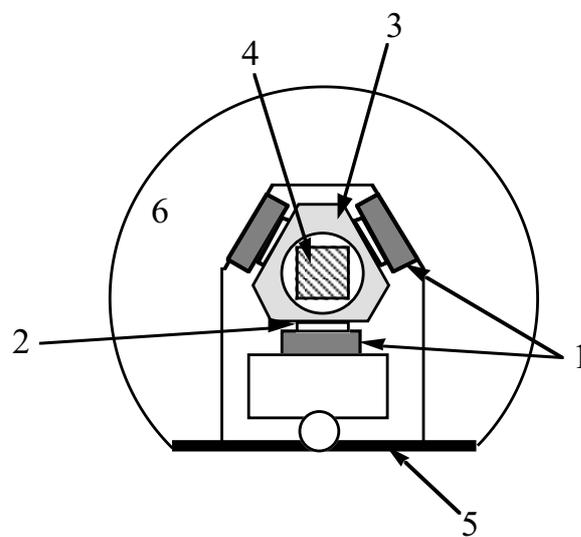


FIG. 3.15 – Vue de dessus du nouveau moteur en cours de montage. Le prisme central en titane (3) se déplace verticalement sous l'action des pieds piézo-électriques (1). De minces plaques d'alumine (2) finement polies assurent un bon glissement entre ces deux parties. A l'intérieur du prisme est monté le scanner (4) sur lequel est fixé l'échantillon. Le maintien du prisme entre les pieds est géré à l'aide d'un ressort plan (5) qui exerce une force de serrage réglable sur l'un des pieds. La base (6) du moteur sur laquelle sont collés les pieds est en titane.



## Chapitre 4

# Imagerie à micro-SQUID

CET CHAPITRE est une présentation des techniques d'imagerie utilisées en tenant compte des limitations de notre microscope (par la suite nommé microscope SQUID-FM à cause des deux techniques utilisées: microscopie à SQUID et microscopie à force). Nous présentons les résolutions obtenues pour les deux modes d'imagerie ainsi que les limitations et les difficultés rencontrées pour le microscope actuel. Finalement, nous décrivons deux modèles que nous avons développés, permettant de quantifier l'information magnétique recueillie.

Les différentes images présentées dans cette partie sont faites sur trois échantillons différents:

- échantillon n°1: un réseau régulier de lignes parallèles de niobium d'épaisseur  $70\text{ nm}$ , de largeur  $6\text{ }\mu\text{m}$  sur un wafer de silicium (cf figure 4.1). Le pas du réseau est de  $14\text{ }\mu\text{m}$ . Cet échantillon a été fabriqué au laboratoire: dans une chambre ultra-vide ( $P = 1.10^{-9}\text{ mbar}$ ), nous avons déposé grâce à un canon à électron une couche uniforme de Nb d'épaisseur  $70\text{ nm}$  sur un wafer en silicium 2 pouces. Les motifs ont été ensuite dessinés grâce à l'insolation au microscope électronique à balayage d'une résine positive étalée sur la couche de Nb. La dernière étape consiste alors à enlever par gravure ionique réactive (RIE) le Nb qui n'est pas protégé par la résine.

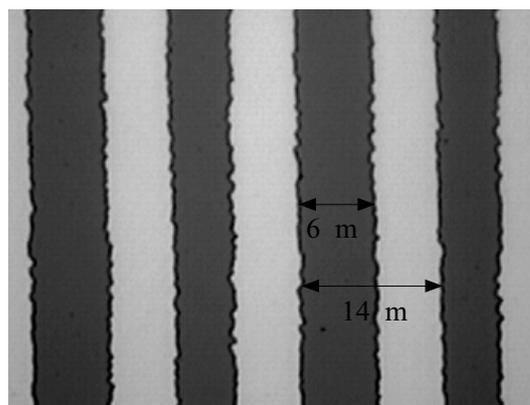


FIG. 4.1 – Photographie du réseau de lignes de niobium au microscope électronique à balayage. Le pas du réseau est de  $14\text{ }\mu\text{m}$  et la largeur des lignes (en noir) est de  $6\text{ }\mu\text{m}$ .

- échantillon n°2: un disque d'enregistrement à mémoire magnétique (ZIP). Il a été préalablement saturé en mémoire pour garantir une magnétisation totale de sa surface.

- échantillon n°3: une couche uniforme de Nb d'épaisseur 200 nm sur un wafer de silicium 2 pouces, protégée par 5 nm de Si. Les deux matériaux ont été déposés par canon à électrons dans une chambre ultra-vide.

## 4.1 Techniques d'imagerie

Dans cette section, nous mentionnons les différentes observations que nous avons pu faire sur l'imagerie à micro-SQUID et dont il faudra tenir compte pour les études qui suivront.

### 4.1.1 Déformation des piézo-électriques

Jusqu'à présent, nous avons eu à cœur de simplifier au maximum l'acquisition de l'information qu'elle soit magnétique ou topographique. C'est pourquoi ces deux imageries sont totalement indépendantes l'une de l'autre: chacune des informations topographiques et magnétiques sont collectées au cours de deux balayages piézo-électriques différents. L'intérêt de ce découplage vient du fait qu'avant toute image magnétique, nous pouvons repérer la zone utile grâce à une étude topographique. A terme, il serait toutefois intéressant de mettre au point une acquisition simultanée de l'information magnétique et topographique car l'hystérésis et la non-linéarité des piézo-électriques rendent difficile l'imagerie répétée d'une même zone de l'échantillon. La figure 4.2 montre l'image topographique de l'échantillon n°1, faite à 300 K et sous air. Au début du balayage la déformation des lignes reflète la non-linéarité en tension des lames piézo-électriques. Toutefois, de telles distortions n'ont pas été remarquées à basse température. Les effets dûs à l'hystérésis sont limités en n'enregistrant la topographie que sur le trajet aller du balayage piézo-électrique et non sur le trajet retour.

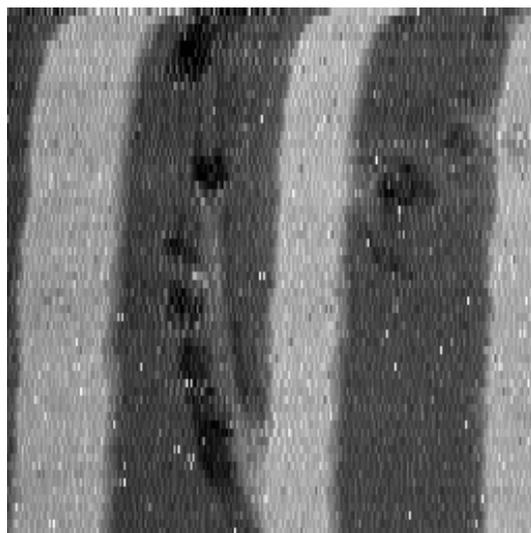


FIG. 4.2 – Image d'un réseau de lignes de Nb réalisée par le microscope SQUID-FM à température ambiante sous air. Les dimensions de l'image sont  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ .

### 4.1.2 Décalage entre l'image topographique et l'image magnétique

L'espace entre le micro-SQUID et l'apex de la pointe en silicium entraîne un léger décalage entre l'image topographique et l'image magnétique. Dans l'expérience faite sur les lignes de Nb, la pointe utilisée a été découpée à la scie diamantée et le micro-SQUID se situe à  $15\ \mu\text{m}$  de l'apex de la pointe (cf figure 4.3). L'angle entre la pointe et l'échantillon étant très faible ( $10^\circ$ ), les deux types d'image mesurées à basse température conservent cet écart de  $15\ \mu\text{m}$ . Celui-ci n'apparaît cependant pas clairement dans le cas présent car ce décalage correspond à peu près à un pas du réseau (cf figure 4.4). Afin de prévenir cet écart pendant les expériences, la distance entre le micro-SQUID et l'apex de la pointe est mesurée au microscope optique Leica avec une précision de  $0.8\ \mu\text{m}$  avant chaque refroidissement.

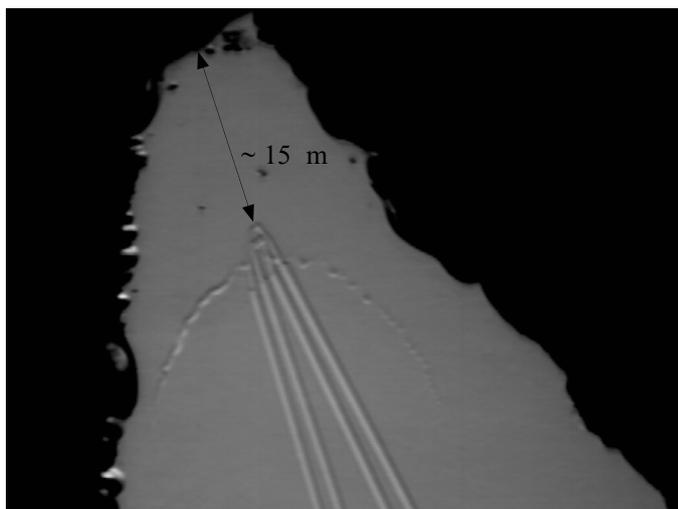


FIG. 4.3 – Photographie au microscope électronique à balayage d'un micro-SQUID au bout d'une pointe en silicium. La distance séparant le micro-SQUID de l'apex de la pointe est de  $15\ \mu\text{m}$ .

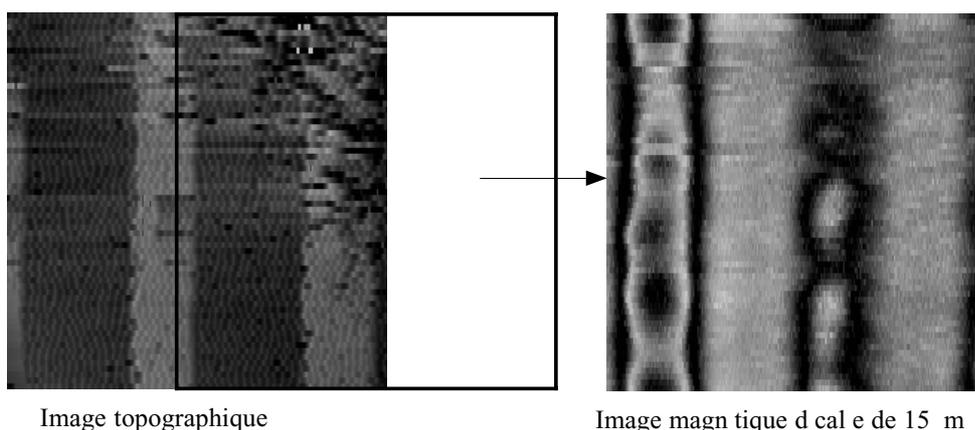


FIG. 4.4 – Images topographique et magnétique des lignes de Nb faites avec le microscope SQUID-FM à une température de  $4\ \text{K}$ . Ces images ont été réalisées avec le même balayage piézo-électrique qui correspond à une taille de  $30 \times 30\ \mu\text{m}^2$ . L'écart spatial entre le micro-SQUID en Nb et l'apex de la pointe provoque un décalage de  $15\ \mu\text{m}$  entre les deux types d'images.

### 4.1.3 Vitesse de balayage

La vitesse de balayage d'une image varie sensiblement qu'on soit en mode topographique ou en mode magnétique. Dans les deux cas, cependant, elle a une valeur minimale qui est donnée par la boucle d'asservissement. En effet, la vitesse de balayage piézo-électrique ne doit pas être supérieure à celle de la boucle d'asservissement: en d'autres termes, il faut un temps de balayage suffisamment faible pour permettre à l'asservissement de toujours rester au contact sans que la pointe s'écrase sur la surface. Le temps caractéristique pour la réalisation d'une image de  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  avec une résolution de  $256 \text{ pixels} \times 64 \text{ pixels}$  est typiquement 10 minutes. Le choix de cette pixelisation s'explique par le désir de réduire le temps d'acquisition d'une image tout en conservant une cohérence dans l'image. Comme la pointe est asservie pendant l'aller et le retour du balayage, la vitesse de balayage correspondante est de  $6.5 \mu\text{m.s}^{-1}$  (soit un temps de 18 ms par pixel).

Dans le cas de la topographie, l'image représente la mesure de la tension appliquée sur la lame piézo-électrique Z (qui ajuste la distance pointe-surface). Pour chaque pixel, cette tension est moyennée sur cinq valeurs. Le temps de conversion analogique/digital pour la lecture de cette tension est de  $150 \mu\text{s}$ . Chaque pixel correspond donc à un temps de lecture d'environ 0.8 ms ce qui est bien inférieur au temps d'asservissement. L'imagerie topographique est essentiellement limitée par le temps de la boucle de régulation.

En ce qui concerne l'imagerie magnétique, chaque pixel est une valeur moyennée de 20 mesures de courant critique du micro-SQUID. Comme une lecture de ce courant critique dure 1.6 ms, chaque pixel correspond à un temps de lecture de 32 ms ce qui est du même ordre que le temps d'asservissement. Finalement, la lecture de l'information magnétique double le temps d'acquisition et l'image magnétique correspondant aux dimensions de l'image topographique citée précédemment se réalise en une vingtaine de minutes.

Les instabilités mécaniques présentes dans le microscope (essentiellement dues au moteur et au scanner) engendrent des problèmes importants d'asservissement. Elles sont suffisamment importantes pour masquer l'avantage probable de la régulation à modulation de fréquence par rapport à celle à fréquence fixe. Actuellement nous travaillons activement à réduire les vibrations mécaniques du microscope en modifiant dans un premier temps la géométrie du moteur.

### 4.1.4 Endommagement des surfaces et de la pointe en silicium

Les vibrations mécaniques sont également la source de la dégradation de l'état de surface des échantillons et de celle des pointes en silicium au cours de balayages successifs. En effet, elles occasionnent un contact physique intermittent entre la pointe et l'échantillon qui dégrade les deux matériaux. L'expérience sur les lignes de Nb a très bien rendu compte du problème. Les photographies présentées sur la figure 4.5 ont été prises au microscope optique, elles montrent l'état de la pointe (en haut) et celui de l'échantillon (en bas) après 27 balayages de la surface. Il apparaît très clairement d'après ces clichés que l'échantillon et la pointe ont souffert pendant l'expérience. Il est intéressant de remarquer que cette dégradation est bien visible sur notre imagerie, autant en mode topographique qu'en mode magnétique. La figure 4.6 présente des images topographique et magnétique effectuées à basse température avec le microscope: dans le coin en bas à gauche des images les lignes de Nb sont visibles et elles disparaissent totalement dans le coin opposé. Ceci se confirme par les observations faites au microscope optique (cf figure 4.5.(droite)). De plus, du fait de la détérioration de la pointe, la distance pointe-surface se réduit au cours de l'imagerie, augmentant le signal capté jusqu'à la destruction du micro-SQUID.

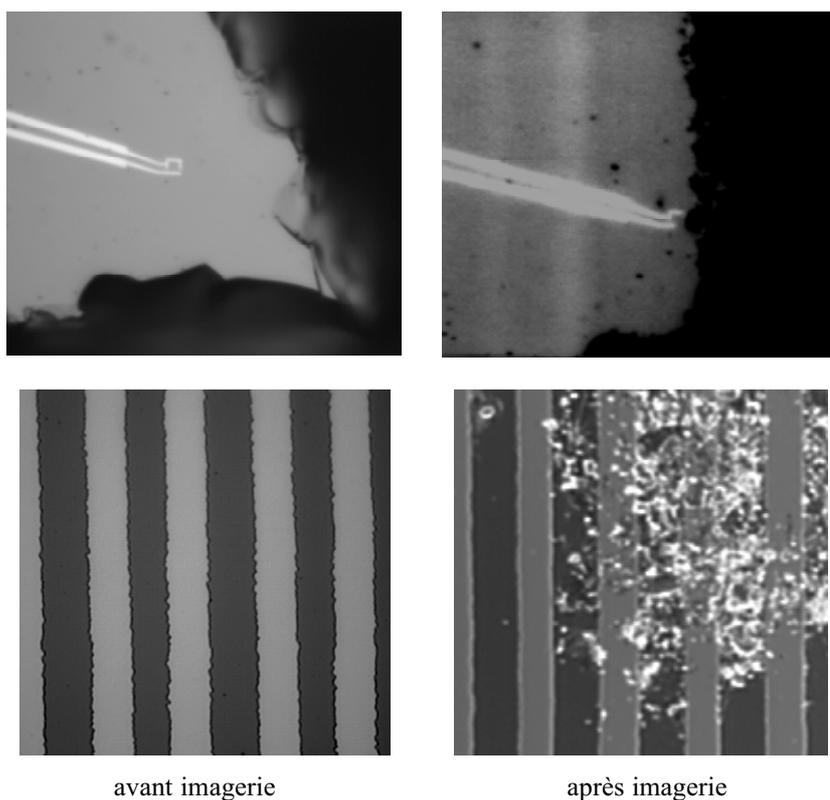


FIG. 4.5 – Photographie au microscope optique de la pointe (en haut) et de l'échantillon (en bas) contenant les lignes de Nb avant (gauche) et après (droite) le refroidissement. La surface et la pointe ont subi 27 balayages et l'état de surface a été dégradé par le contact intermittent de la pointe.

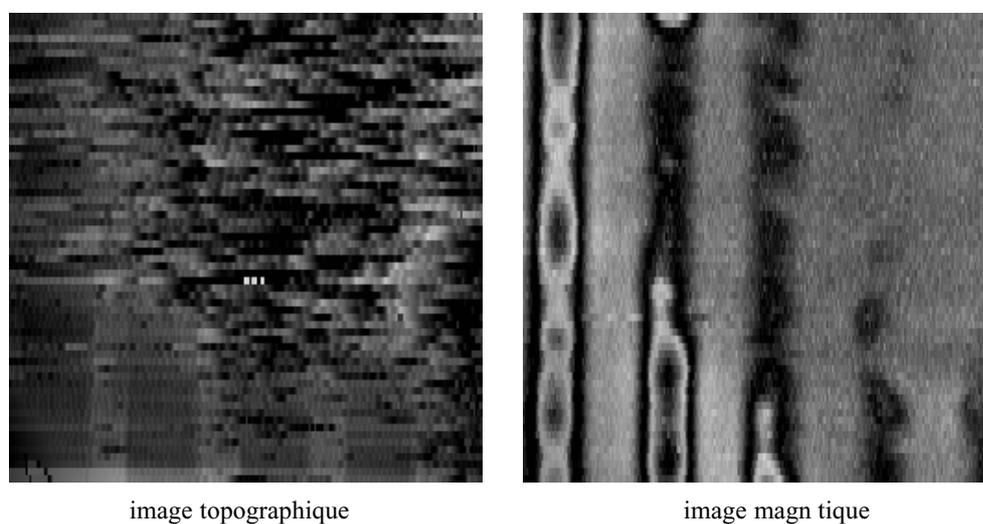


FIG. 4.6 – Images topographique et magnétique des lignes de Nb faites avec le microscope SQUID-FM à une température de 4 K. Les dimensions sont  $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ . Le contraste topographique et magnétique disparaît là où les lignes ont été endommagées.

Afin d'éviter une telle dégradation des surfaces, il est possible de balayer la surface en étant légèrement hors contact. La méthode consiste à repérer trois points de la surface de l'échantillon puis à reconstruire un plan de balayage parallèle à celui-ci mais légèrement éloigné (typiquement

$1 - 2 \mu\text{m}$ ) pour éviter tout contact physique entre la pointe et l'échantillon. Un tel système peut être très utile et non destructif pour l'imagerie magnétique; toutefois, il ne permet pas d'avoir accès à la topographie de la surface et en plus la distance pointe-échantillon étant plus grande que dans le mode d'asservissement habituel, la résolution magnétique spatiale en est diminuée. Cette méthode n'est utilisée que temporairement dans l'attente d'une plus grande stabilité mécanique de l'ensemble du microscope.

#### 4.1.5 Interprétation des images

L'interprétation des images magnétiques est parfois délicate. Le problème vient de la périodicité du courant critique du micro-SQUID en fonction du flux extérieur: une valeur de courant critique correspond à plusieurs valeurs de flux magnétique.

L'imagerie d'un disque d'enregistrement à mémoire magnétique à haute densité (un ZIP) a montré la difficulté d'interprétation d'un objet à fort champ magnétique et la nécessité dans ce cas-là d'une boucle de rétro-action sur le signal du micro-SQUID. Un ZIP est constitué d'une fine couche de  $200 \text{ nm}$  d'épaisseur de particules de fer dont le champ coercitif est de  $1500 \text{ G}$ . Le substrat est un film plastique. Une couche intermédiaire en polymère permet de lier les particules magnétiques entre elles et de les faire adhérer sur le substrat en plastique. La couche magnétique est protégée contre l'oxydation par une couche de ferrite de cobalt. L'axe d'aimantation des particules de fer est planaire. Par conséquent, le balayage d'une sonde magnétique à la surface du ZIP mesure le champ magnétique de fuite de la couche aimantée. La figure 4.7 présente deux images d'une surface d'un ZIP préalablement saturé en mémoire afin d'assurer d'une aimantation globale du disque. A gauche, l'image de  $28 \times 28 \mu\text{m}^2$  a été réalisée avec le microscope SQUID-FM à  $0.9 \text{ K}$  en utilisant un micro-SQUID en Al à  $0.3 \text{ K}$ . La taille d'un bit a été schématisée à droite de l'image ainsi qu'une piste de lecture. L'image de droite ( $32 \times 32 \mu\text{m}^2$ ) a été faite à l'aide d'un microscope à force magnétique (MFM) commercial à  $300 \text{ K}$  par J.P. Attane (DRMFC-CEA, Grenoble). Les deux images possèdent globalement la même information cependant l'apparence physique des bits d'information est plus facile à interpréter dans le cas du MFM. En effet, la très grande sensibilité du micro-SQUID et les forts champs de fuite mesurés obligent le micro-SQUID à parcourir quelques fois plusieurs périodes de la caractéristique  $I_c(\Phi)$ : il est alors difficile de savoir si un changement dans le signe des variations du courant critique correspond à une augmentation ou à une baisse du flux extérieur.

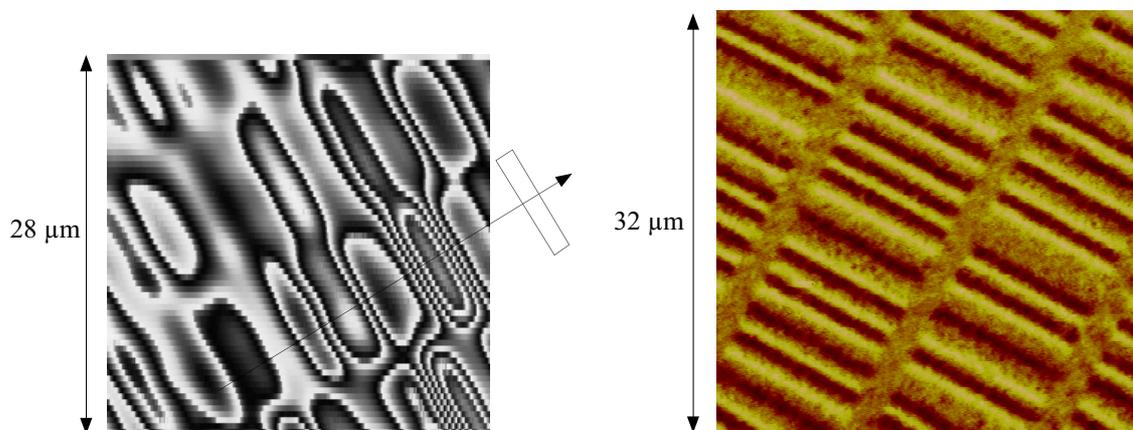


FIG. 4.7 – Images d'une surface d'un ZIP réalisées (à gauche) par le microscope SQUID-FM à  $0.9 \text{ K}$ , (à droite) par un microscope MFM commercial à  $300 \text{ K}$ . Dans le cas du micro-SQUID, l'interprétation de l'image est un peu plus délicate.

Ce problème n'est pas présent dans le cas de la microscopie à sonde Hall car l'effet Hall est linéaire avec le champ magnétique: le traitement de l'information magnétique est plus direct. En ce qui concerne les SQUID, la solution serait de pouvoir réguler le flux à travers la boucle du micro-SQUID par l'intermédiaire d'une petite bobine de façon à rester sur un point de fonctionnement fixe de la caractéristique  $I_c(\phi)$ . Cette méthode est déjà utilisée dans le cas des SQUID conventionnels. Dans notre cas, cependant, comme la bobine doit être placée à proximité du micro-SQUID, le champ créé par celle-ci perturberait fortement la distribution magnétique dans l'échantillon. De plus, pour l'observation de vortex, cette multivaluation du courant critique n'est pas vraiment un problème car même dans le cas d'un couplage optimal entre le micro-SQUID et l'échantillon, les variations maximales de flux magnétiques mesurés sont généralement  $\Phi_0$  voire  $2\Phi_0$ , rarement plus.

## 4.2 Sensibilité de l'imagerie

### 4.2.1 Topographie

La résolution topographique est très dépendante du profil de sonde utilisé. En effet, l'information mesurée est une convolution entre la topographie réelle de l'échantillon et la forme de la pointe: plus celle-ci est ponctuelle, plus le profil de surface mesuré est proche du profil réel de l'échantillon. Dans notre cas, les pointes ont été découpées avec une scie diamantée: elles ont par conséquent une forme assez grossière et ne permettent pas d'avoir accès à une information fine sur la topographie. Si l'on considère à nouveau le réseau de lignes de Nb, on remarque dans les images réalisées par le microscope SQUID-FM, un élargissement du profil des lignes par rapport à la réalité. En effet, la figure 4.8 montre deux sections différentes de lignes: l'un correspond à une ligne de balayage mesurée avec le microscope SQUID-FM, l'autre au profil des lignes donné par le microscope optique. Dans le premier cas, la largeur des lignes est de  $9 \mu m$  ce qui est plus important que le profil réel: ceci est dû à un effet de la pointe en silicium. Comme le montre la figure 4.9, l'angle entre la pointe et l'échantillon étant faible (environ  $10^\circ$ ), plusieurs bords de la pointe sont susceptibles d'interagir avec l'échantillon ce qui fausse la topographie mesurée.

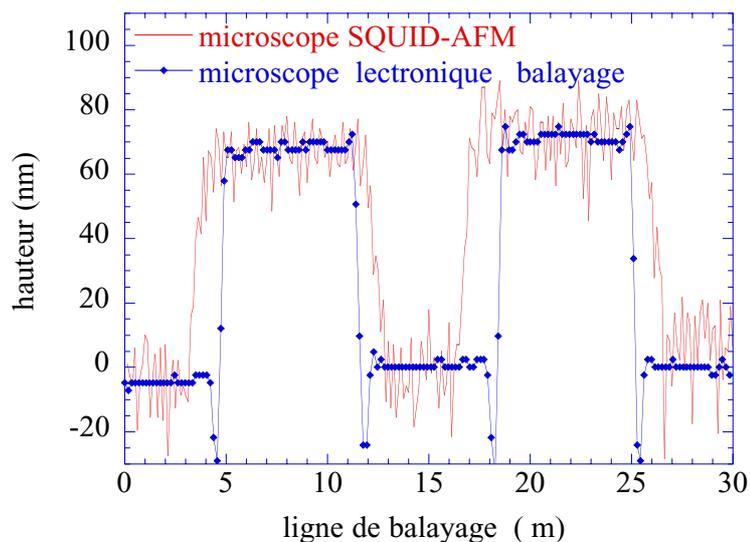


FIG. 4.8 – Comparaison entre deux profils de ligne de Nb. Le profil mesuré par le microscope SQUID-FM est plus large que celui réalisé par microscopie à balayage car il résulte du produit de convolution entre la topographie réelle de l'échantillon et la forme de la pointe

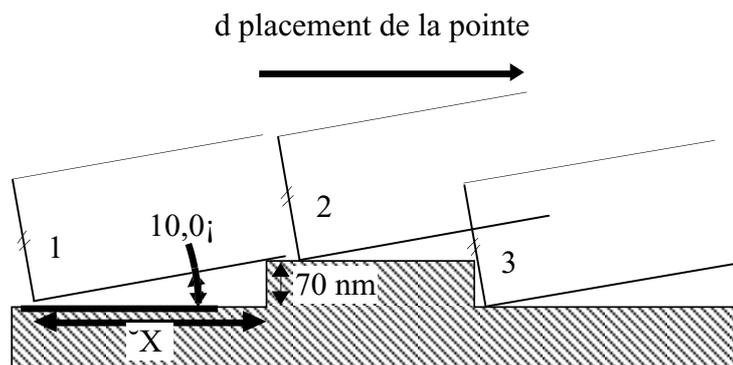


FIG. 4.9 – Représentation schématique de trois positions différentes de la pointe lors du balayage piézo-électrique. Dans la position 1, même si son apex est hors de portée des interactions du relief, la pointe s'est déjà légèrement rétractée car le motif a été pressenti par une zone de la pointe plus proche. Ce phénomène a tendance à agrandir les dimensions du relief. La forme de la pointe est un paramètre très important pour l'imagerie topographique.

Finalement la résolution latérale est essentiellement limitée par :

- la géométrie du dispositif: les marches abruptes entre deux niveaux différents ( $\Delta Z$ ) sont élargies d'une dimension  $\Delta X = \Delta Z / \tan(10^\circ)$ , dans le cas des lignes de Nb  $\Delta Z = 70 \text{ nm}$  d'où  $\Delta X = 0.4 \mu\text{m}$  (cf figure 4.9),
- la forme de la pointe: les pointes sont découpées à la scie diamantée et elles peuvent être endommagées au cours de balayages successifs, par conséquent la pointe n'a pas un profil régulier. Ceci donne lieu à des effets multi-pointe: on ne sait pas quelle partie de la pointe interagit avec la surface de l'échantillon. Cet effet a tendance à augmenter la taille et par-là même à réduire la résolution latérale.
- les vibrations mécaniques: les vibrations mécaniques présentes dans le microscope empêchent un asservissement correct de la pointe face à l'échantillon et deviennent un facteur important dans la limitation de la résolution spatiale. Nous avons aussi mesuré expérimentalement une résolution spatiale verticale d'environ 15 nm. Cette résolution est également limitée par les vibrations mécaniques du microscope.

Dans l'état actuel, le microscope est capable d'imager topographiquement des motifs isolés mais la résolution de deux motifs espacés de  $1 - 2 \mu\text{m}$  reste encore difficile. Il ne faut, cependant, pas perdre de vue que le microscope SQUID-FM est avant tout un outil pour l'observation magnétique. L'intérêt de l'imagerie topographique est de pouvoir se positionner correctement par rapport à l'échantillon et de pouvoir comparer l'image magnétique au réseau physique sous-jacent. La résolution spatiale magnétique nous donne finalement l'ordre de grandeur de la résolution topographique souhaitée. Actuellement l'imagerie magnétique nous permet d'observer deux vortex distants de  $2 \mu\text{m}$ . Une étude visant à réduire les vibrations mécaniques est en cours et permettra d'optimiser rapidement la résolution spatiale topographique.

#### 4.2.2 Imagerie magnétique

- Sensibilité magnétique et résolution magnétique spatiale:

La sensibilité magnétique représente le flux minimal que peut mesurer le SQUID. La valeur ultime de cette résolution est donnée par la sensibilité intrinsèque du SQUID. L'optimisation des paramètres de l'électronique de lecture permet d'augmenter cette valeur. De plus le moyennage des lectures du SQUID améliore sensiblement le rapport signal sur bruit car ce dernier varie comme l'inverse de la racine carrée du nombre de mesures moyennées. Il permet de réduire également le bruit engendré par les vibrations mécaniques qui tendent à élargir la dispersion des valeurs magnétiques. Cependant comme chaque lecture du courant critique du SQUID dure 1.6 ms, un moyennage trop important ralentit considérablement l'imagerie.

Dans le cas où la sonde magnétique balaie la surface de l'échantillon à une distance infiniment petite, la résolution magnétique spatiale est donnée par la taille des bras du micro-SQUID (soit 200 nm). Dans l'état actuel du microscope, la résolution spatiale dépend non seulement des dimensions du micro-SQUID mais aussi de l'échantillon et de la distance entre eux. En effet, dans les images réalisées jusqu'à présent, le micro-SQUID est situé à  $10 \mu\text{m}$  de l'extrémité de la pointe et l'angle d'approche est environ  $7^\circ$ , par conséquent la sonde magnétique balaie l'échantillon à une hauteur typique de  $1 - 2 \mu\text{m}$  qui fluctue légèrement selon les vibrations mécaniques. A cette distance de vol, selon les objets magnétiques observés, les champs magnétiques se sont plus ou moins évasés lissant ainsi les contrastes magnétiques. Ce lissage diminue sensiblement la résolution spatiale obtenue pendant l'imagerie. Expérimentalement, l'imagerie de vortex dans une couche de Nb d'épaisseur 200 nm, a permis d'estimer la résolution spatiale du microscope lorsque la distance entre la sonde magnétique et l'échantillon est typiquement  $1 \mu\text{m}$ . L'image sur la figure 4.10.(gauche) a été réalisée en refroidissant le film de Nb à une température de 0.9 K sous un champ magnétique de 1 G. Le micro-SQUID utilisé est en aluminium avec une modulation de courant critique entre  $120 \mu\text{A}$  et  $170 \mu\text{A}$  pour une température de 0.45 K. Les dimensions de l'image sont  $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ . Chaque pic signifie la présence d'un vortex. Le minimum de courant encerclant chaque vortex ne correspond pas à un minimum de flux magnétique mais au fait que les variations de flux magnétique forcent le courant critique à passer par un minimum de la caractéristique  $I_c(\Phi)$ . La figure 4.10.(droite) montre le profil magnétique de deux vortex proches. Dans de telles conditions d'imagerie, la résolution de ces deux vortex nous donnent une valeur de la sensibilité spatiale du microscope qui est légèrement inférieure à  $2 \mu\text{m}$ .

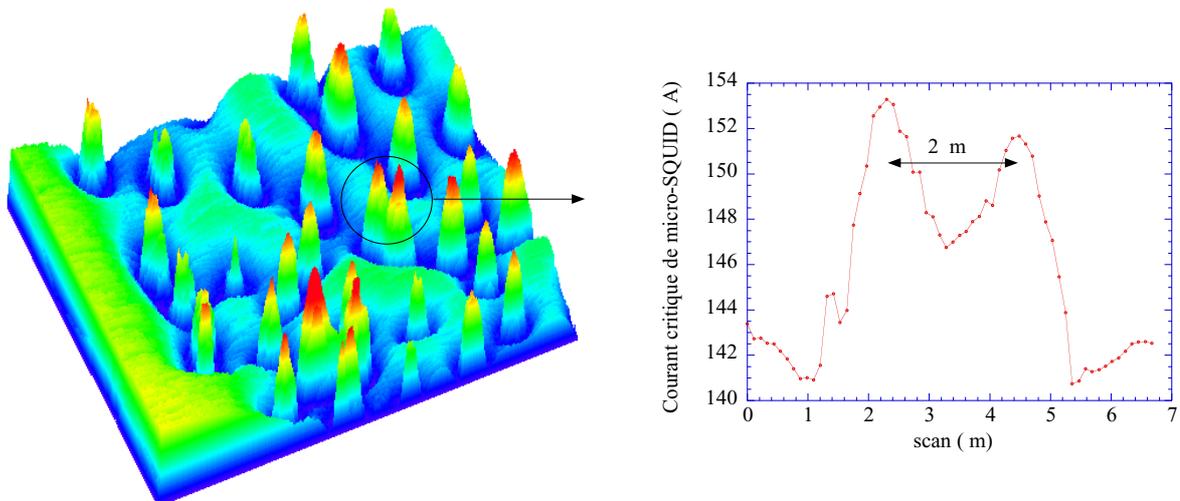


FIG. 4.10 – A gauche: image de flux magnétique d'un film de Nb épais de 200 nm à 0.9 K avec un micro-SQUID en aluminium à 0.45 K. Les dimensions de l'image sont  $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ . Chaque pixel est une moyenne sur 20 lectures de SQUID. Les pics signalent la présence d'un vortex. A droite: profil magnétique de deux vortex distants de  $2 \mu\text{m}$ .

Les résolutions spatiale et magnétique du micro-SQUID peuvent être encore améliorées. La technique de gravure ionique des pointes en silicium présentée au deuxième chapitre permet de réduire la distance micro-SQUID/échantillon à une valeur inférieure à  $0.5 \mu m$ . A cette hauteur de vol, la résolution spatiale est limitée par la largeur des bras du micro-SQUID, soit 200 nm. La sensibilité de la sonde magnétique est limitée par le système de mesure; en shuntant le micro-SQUID il est possible d'augmenter la fréquence de mesure et par-là même la sensibilité.

### 4.3 Imagerie quantitative

Nous avons mis au point deux traitements possibles pour analyser les images magnétiques réalisées par le microscope SQUID-FM. Le premier est un calcul du profil d'un vortex en fonction des différents paramètres du problème. Grâce à ce modèle, la longueur de pénétration a pu être estimée dans les couches de Nb. En revanche, les hypothèses de départ ne nous ont pas permis d'appliquer ce modèle dans le cas de l'Al. Le deuxième traitement numérique permet d'obtenir la distribution du courant à l'intérieur de l'échantillon à partir du champ magnétique mesuré. Dans les deux cas, ces modélisations sont encore des résultats très récents.

#### 4.3.1 Profil d'un vortex

##### 4.3.1.1 Méthode de régression

Cette modélisation permet d'estimer les grandeurs caractéristiques du problème, notamment la longueur de pénétration de la supraconductivité dans l'échantillon. La méthode consiste à convoluer le profil théorique du champ magnétique créé par un vortex avec la géométrie du micro-SQUID utilisé. Ensuite, le choix des paramètres qui sont la distance pointe-échantillon ( $h$ ), la longueur de pénétration ( $\lambda$ ) et le diamètre du micro-SQUID ( $R$ ), permet de trouver, par le calcul, le profil de vortex le plus proche de celui mesuré par le micro-SQUID. Ce traitement est issu d'un travail de J.R. Kirtley et al. [76] sur la modélisation pour l'imagerie de vortex dans les supraconducteurs haute  $T_c$ .

Comme présenté sur la figure 4.11, nous modélisons un vortex centré en  $x = 0$  et  $y = 0$  dont l'axe est orienté perpendiculairement au plan du film supraconducteur (c'est-à-dire parallèlement à l'axe  $z$ ) d'épaisseur  $d$ . Le centre du film est en  $z = 0$ . Les solutions du champ magnétique et de la distribution des courants créés par un vortex dont la taille du cœur est caractérisée par un rayon variable, sont données dans la référence [77]. Dans le modèle que nous présentons, le champ magnétique est calculé en considérant que le vortex a un cœur  $\xi$  de taille négligeable devant la taille de son image magnétique (c'est-à-dire devant  $\lambda$ ):  $\xi \rightarrow 0$ . Nous exposerons ici seulement les grandes lignes du raisonnement.

Le principe de résolution de ce problème a tout d'abord été mis point par J. Pearl qui traita la distribution de courant créée par un vortex dans le cas d'un film couvrant un demi-plan [78] ( $d \rightarrow \infty$ ) et dans le cas d'un film infiniment mince [8] ( $d \rightarrow 0$ ). Par la suite, J.R. Clem résolut le problème dans le cas d'un film d'épaisseur arbitraire [79]. Le point de départ du problème résolu par J. Pearl est la séparation des solutions à l'intérieur du supraconducteur qui suivent le formalisme de London et celles à l'extérieur régies par les équations de Maxwell dans le vide:

$$\begin{aligned} \lambda \Delta \vec{h} - \vec{h} &= -\frac{\Phi_0}{\mu_0} \delta(\vec{r}) && \text{dans le supraconducteur} \\ \vec{\nabla} \times \vec{h} &= 0 && \text{dans le vide} \end{aligned} \tag{4.1}$$

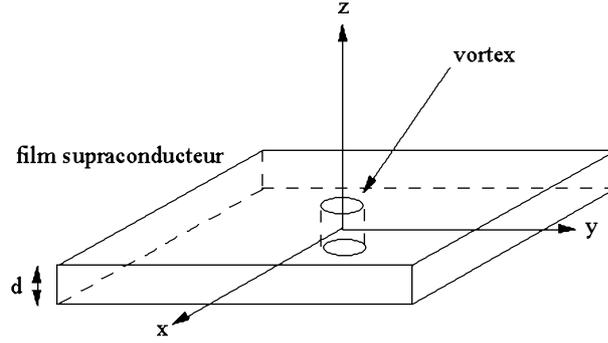


FIG. 4.11 – Vue schématique de la géométrie et des axes utilisés dans le modèle. L'axe du vortex est parallèle à l'axe  $z$  du repère choisi.

où  $h$  est le champ recherché,  $\Phi_0$  le quantum de flux,  $\mu_0$  la perméabilité du vide et  $\vec{r} = \{x, y\}$ . Puis en utilisant la transformée de Fourier dans le plan  $(xy)$  pour chacune des deux équations et la continuité de leurs solutions à l'interface vide/supraconducteur, on aboutit à l'expression 4.2 [5] du champ magnétique, également obtenue par [80]:

$$h_z(\vec{r}, z) = \frac{\Phi_0}{(2\pi\lambda)^2} \int d^2\vec{k} \exp(i\vec{k}\cdot\vec{r}) \frac{\exp(k(d/2 - z))}{\alpha(\alpha + k \coth(\alpha d/2))} \quad (4.2)$$

où  $\vec{k} = \{k_x, k_y\}$  et  $\alpha = \sqrt{k^2 + \lambda^{-2}}$ .

Le flux traversant la sonde est alors obtenu en intégrant numériquement le champ magnétique  $h_z$  à travers la géométrie connue du micro-SQUID. Il dépend de trois paramètres:  $\lambda$ ,  $z_0$  (la hauteur du micro-SQUID par rapport à la surface de l'échantillon),  $x_0$  (la position du centre du vortex). Pour comparer le modèle et le profil obtenu avec le micro-SQUID, le fond continu de l'image est soustrait des données expérimentales. Cette comparaison nous permet d'estimer une valeur de  $\lambda$  pour une hauteur  $z_0$  donnée.

#### 4.3.1.2 Détermination de la longueur de pénétration

En utilisant cette modélisation du profil d'un vortex, nous avons dans un premier temps estimé la longueur de pénétration  $\lambda$  dans un film de niobium d'épaisseur  $2000 \text{ \AA}$ . Pour cela, les valeurs de flux sur un ligne de balayage sont ajustées avec comme paramètres la hauteur  $h$  de vol du micro-SQUID et la longueur de pénétration  $\lambda$  dans le supraconducteur. La figure 4.12 présente les résultats de la modélisation et l'accord avec les données expérimentales pour deux expériences différentes.

Pour chacun de ces refroidissements, nous avons utilisé une pointe micro-SQUID et un angle d'approche différents. Dans le premier cas, une hauteur de vol de  $1 \mu\text{m}$  comme paramètre d'ajustement, correspond à une distance SQUID-pointe d'environ  $12 \mu\text{m}$  en accord avec les observations faites sur cette pointe particulière. Dans le deuxième cas, le micro-SQUID est positionné à  $18 \mu\text{m}$  de l'extrémité de la pointe et l'angle d'approche a été mesuré à  $8 - 10^\circ$  ce qui correspond à une hauteur de vol de  $2.5 - 3.1 \mu\text{m}$ . L'écart entre les hauteurs expliquent la différence de contraste magnétique mesurée. Sur chaque figure, nous avons tracé deux courbes ajustées qui représentent les cas limites en tenant compte de ces hauteurs et leurs incertitudes. Dans les deux cas, la longueur de pénétration est estimée entre  $100 - 400 \text{ nm}$ .

Dans le même esprit, nous avons voulu également utiliser ce modèle sur les mesures faites

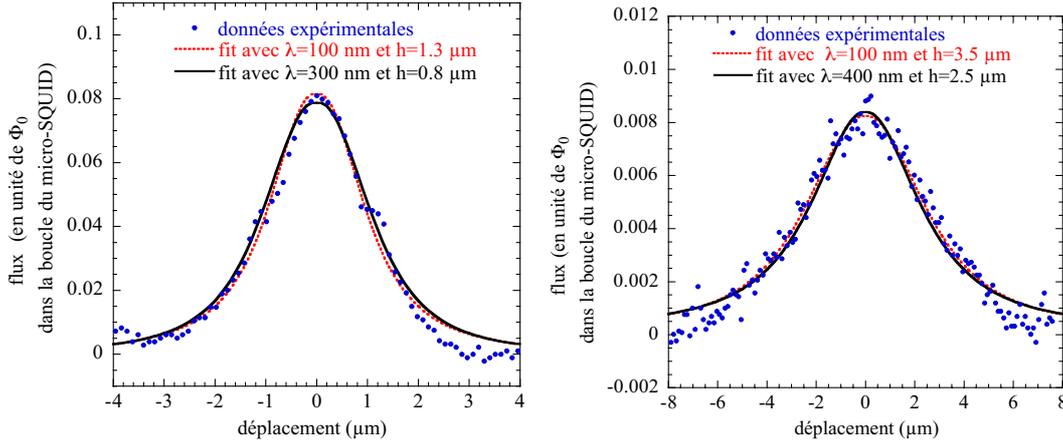


FIG. 4.12 – Profil d'un vortex dans un film de Nb épais de 200 nm. Le flux a été normalisé par un  $\Phi_0$  dans la boucle du micro-SQUID. Les deux fits correspondent aux couples limites des paramètres  $\lambda$  (la longueur de pénétration) et  $h$  (la hauteur de vol).

sur le film d'Al afin d'extraire la longueur de pénétration. Dans cette expérience, la distance SQUID-échantillon est de  $9\ \mu\text{m}$  avec un angle d'approche de  $6 - 7^\circ$  ce qui correspond à une hauteur de vol de  $1\ \mu\text{m}$ . La figure 4.13 présente les données expérimentales et la courbe théorique correspondante.

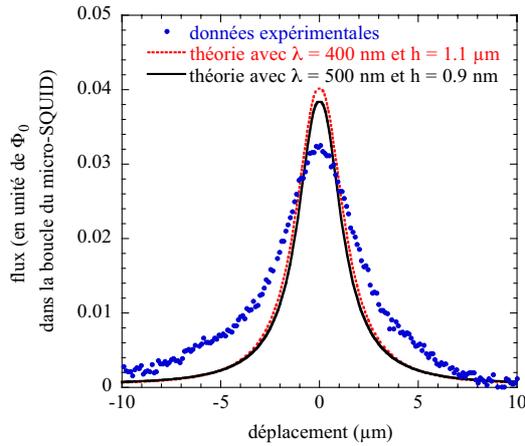


FIG. 4.13 – Profil d'un vortex dans un film d'Al épais de 170 nm. Le flux a été normalisé par un  $\Phi_0$  dans la boucle du micro-SQUID.

Même en jouant sur les paramètres  $h$  et  $\lambda$ , il est impossible de faire correspondre le fit avec les mesures. Ce désaccord montre que le modèle utilisé n'est pas valable dans le cas de l'Al. En effet, cette modélisation repose sur l'approximation d'un cœur de vortex infiniment petit. Dans le cas du Nb, la longueur de cohérence (qui correspond à la taille du vortex) est typiquement de  $20\text{ nm}$  alors que dans l'Al, elle est de  $300\text{ nm}$ . Par conséquent, à une hauteur de vol typique de  $1\ \mu\text{m}$ , il nous est impossible de résoudre le cœur d'un vortex dans le Nb; par contre, dans le cas de l'Al, même à cette hauteur de vol, on ne peut pas considérer  $\xi \rightarrow 0$ . C'est pourquoi le modèle est bien vérifié dans le cas le Nb mais pas dans celui de l'Al. Très prochainement, nous espérons mettre au point un modèle plus complet en utilisant les calculs de J.R. Clem [77] dans lesquels la longueur de cohérence est un paramètre variable.

### 4.3.2 Distribution des courants électriques

#### 4.3.2.1 Modèle et traitement de l'image

Le modèle permet de calculer à partir d'une configuration de champ magnétique donnée, la distribution de courant électrique correspondante. Ces techniques de reconstruction sont couramment utilisées en imagerie médicale. Elles sont cependant difficile d'utilisation dans le cas d'un problème à trois dimensions car elles ne présentent pas une solution unique. Dans notre cas, l'échantillon supraconducteur étant un film mince, le problème peut être traité dans un espace à deux dimensions et aboutit alors à une solution unique.

Cette étude basée sur les travaux de B. J. Roth et al. [81] fait appel à des techniques mathématiques de transformée de Fourier et de filtrage spatial, fréquemment utilisées dans l'imagerie optique. Elle s'est réalisée avec l'aide de C. Vignal.

Dans un premier temps, nous formalisons le champ magnétique créé par une distribution de courant donnée pour ensuite traiter le problème inverse. Considérons une densité de courant  $\vec{J}(\vec{r})$  dans une couche mince d'épaisseur  $d$  dans le plan  $(xy)$ . Nous mesurons le champ magnétique,  $\vec{B}(\vec{r})$  créé par ce courant à une hauteur  $z$  au-dessus de la surface de l'échantillon. La distribution de courant est assez fine pour être considérée bidimensionnelle en bonne approximation. De plus, ce courant étant quasi-statique, la divergence de la densité de courant s'annule:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{J} = 0 \quad (4.3)$$

Dans ce cas, la densité de courant et le champ magnétique sont liés par la loi de Biot et Savart:

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \frac{\vec{J}(\vec{r}') \times (\vec{r} - \vec{r}')}{|\vec{r} - \vec{r}'|^3} d^3r' \quad (4.4)$$

où  $\mu_0$  est la perméabilité du vide ( $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Tm/A}$ ). Examinons alors la composante selon  $x$  du champ magnétique,  $B_x$ . Le produit vectoriel implique que  $B_x$  est produit par la composante selon  $y$  de la densité de courant,  $J_y$ :

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 d}{4\pi} z \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{J_y(x', y')}{((x - x')^2 + (y - y')^2 + z^2)^{3/2}} dx' dy' \quad (4.5)$$

Cette équation représente la convolution de la densité de courant  $J_y(x', y')$  avec une fonction de Green qui dépend seulement de la distance entre  $\vec{r}$  et  $\vec{r}'$ . Nous pouvons l'écrire sous la forme:

$$b_x(k_x, k_y, z) = g(k_x, k_y, z) j_y(k_x, k_y) \quad (4.6)$$

où  $b_x(k_x, k_y, z)$  et  $j_y(k_x, k_y)$  sont les transformées de Fourier bidimensionnelles du champ magnétique et de la densité de courant respectivement, et  $g(k_x, k_y, z)$  est la transformée de Fourier de la fonction de Green  $G(x - x', y - y', z)$ :

$$G(x - x', y - y', z) = \frac{\mu_0 d}{4\pi} z \frac{1}{((x - x')^2 + (y - y')^2 + z^2)^{3/2}} \quad (4.7)$$

La transformée de Fourier est définie comme:

$$j_y(k_x, k_y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} J_y(x, y) \exp(i(k_x x + k_y y)) dx dy \quad (4.8)$$

avec la transformée de Fourier inverse donnée par:

$$J_y(x, y) = \frac{1}{(2\pi)^2} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} j_y(k_x, k_y) \exp(-i(k_x x + k_y y)) dk_x dk_y \quad (4.9)$$

Les variables  $k_x$  et  $k_y$  sont les composantes de la fréquence spatiale  $\vec{k}$ . La résolution analytique de la transformée de Fourier de l'équation 4.7 donne l'expression:

$$g(k_x, k_y, z) = \frac{\mu_0 d}{2} \exp\left(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2} z\right) \quad (4.10)$$

Par conséquent, la composante selon  $x$  du champ magnétique est une convolution de la composante selon  $y$  de la densité de courant et d'un filtre passe-bas qui dépend de la hauteur  $z$  par rapport à la surface.

De la même façon, nous pouvons calculer les composantes selon  $y$  et selon  $z$  du champ magnétique:

$$b_y(k_x, k_y, z) = -\frac{\mu_0 d}{2} \exp\left(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2} z\right) j_x(k_x, k_y) \quad (4.11)$$

et

$$b_z(k_x, k_y, z) = i \frac{\mu_0 d}{2} \exp\left(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2} z\right) \left( \frac{k_y}{\sqrt{k_x^2 + k_y^2}} j_x(k_x, k_y) - \frac{k_x}{\sqrt{k_x^2 + k_y^2}} j_y(k_x, k_y) \right) \quad (4.12)$$

Dans notre cas, le micro-SQUID mesure la composante du champ magnétique selon  $z$ . L'équation 4.12 montre que la détermination de  $B_z$  conduit à une mesure d'une combinaison linéaire de  $J_x$  et  $J_y$  et non à  $J_x$  et  $J_y$  à proprement parler. Cependant, la densité de courant obéit à l'équation de continuité donc l'équation 4.3 devient dans l'espace réciproque:

$$-ik_x j_x(k_x, k_y) - ik_y j_y(k_x, k_y) = 0 \quad (4.13)$$

En utilisant cette relation entre  $j_x$  et  $j_y$ , nous obtenons les deux composantes de la densité de courant par la seule mesure de la composante  $z$  du champ magnétique.

Dans le cas présent, nous aimerions pouvoir résoudre le problème inverse: à savoir, calculer une densité de courant à partir d'un champ magnétique. Une des grandes forces de la technique de filtrage, c'est que le processus inverse peut être résolu en divisant simplement le champ magnétique par le filtre pour obtenir la densité de courant:

$$j_y(k_x, k_y) = \frac{b_x(k_x, k_y, z)}{g(k_x, k_y, z)} \quad (4.14)$$

Tant que  $g(k_x, k_y, z)$  est non nulle,  $j_y(k_x, k_y)$  a une solution. D'après les équations 4.6, 4.10 et 4.13, la relation entre  $b_x$  et  $j_x$  est donnée par:

$$j_x(k_x, k_y) = -\frac{2}{\mu_0 d} \frac{k_y}{k_x} \exp\left(-\sqrt{k_x^2 + k_y^2} z\right) b_x(k_x, k_y, z) \quad (4.15)$$

Dans la mesure expérimentale du champ magnétique intervient la taille du micro-SQUID et la présence du bruit. Ces deux paramètres sont à prendre en compte dans la reconstitution de la distribution de courant.

Les calculs effectués sur le profil d'un champ magnétique théorique à la surface de l'échantillon grâce à la déconvolution de la taille de la sonde et du flux magnétique mesuré ont montré qu'une très légère modification de la géométrie du micro-SQUID pouvait conduire à un résultat très différent du champ magnétique de base. De plus, la taille de notre sonde étant du même ordre de grandeur que les objets magnétiques observés, les profils obtenus avec le micro-SQUID (sans traitement) sont déjà très proches des profils réels des champs magnétiques. Par conséquent, dans l'attente d'une meilleure modélisation de notre problème, nous considérerons en première

approximation que la géométrie de la sonde ne joue qu'un rôle secondaire dans le traitement de l'image magnétique réalisée.

En revanche, la présence du bruit a d'importantes conséquences dans la résolution du traitement. Le spectre de fréquence du champ magnétique mesuré est dominé par le bruit dans les hautes fréquences et lorsque nous calculons la densité de courant, nous amplifions ces composantes à hautes fréquences. Pour éviter cette difficulté, avant de calculer la densité de courant, nous utilisons un filtre passe-bas sur les données magnétiques qui élimine les composantes spatiales à hautes fréquences. Le filtre utilisé est une fenêtre de Hanning:

$$W(k) = \begin{cases} 0.5(1 + \cos(\pi k/k_{max})) & k < k_{max} \\ 0 & k > k_{max} \end{cases} \quad (4.16)$$

La fréquence de coupure  $k_{max}$  doit être déterminée expérimentalement et elle dépend de l'amplitude de bruit du micro-SQUID, des fréquences spatiales de la distribution de courant et de la hauteur  $z$  de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon. L'atténuation des composantes hautes fréquences du champ magnétique conduit à une diminution de la résolution spatiale de la distribution de courant calculée. Finalement, les différentes étapes du traitement d'image qui mènent du champ magnétique mesuré à la distribution de courant sont résumées sur la figure 4.14.

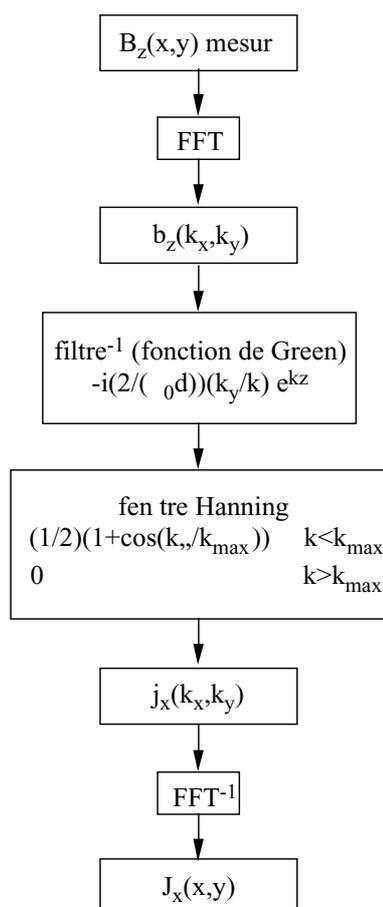


FIG. 4.14 – Résumé schématique des étapes du traitement de l'imagerie pour obtenir la distribution des courants à partir du champ magnétique mesuré.

### 4.3.3 Distribution de courant d'un vortex

En utilisant ce programme de déconvolution, nous avons accès à la cartographie de la distribution de courant  $\vec{J}$  autour du vortex dans le film d'Al. Sur la figure 4.15, l'image de droite est l'image d'un vortex en courant critique du SQUID réalisée par notre microscope. Afin d'éliminer le bruit provenant des fausses lectures du SQUID (ce qui correspond aux points blancs sur l'image), nous utilisons un filtre passe-bas ou fenêtre de Hanning (cf image au centre). Finalement la distribution de courant présentée sur la troisième image est le résultat de la déconvolution à partir de l'image filtrée: nous visualisons, ici, le module de la densité de courant  $|J(x, y)|$ .

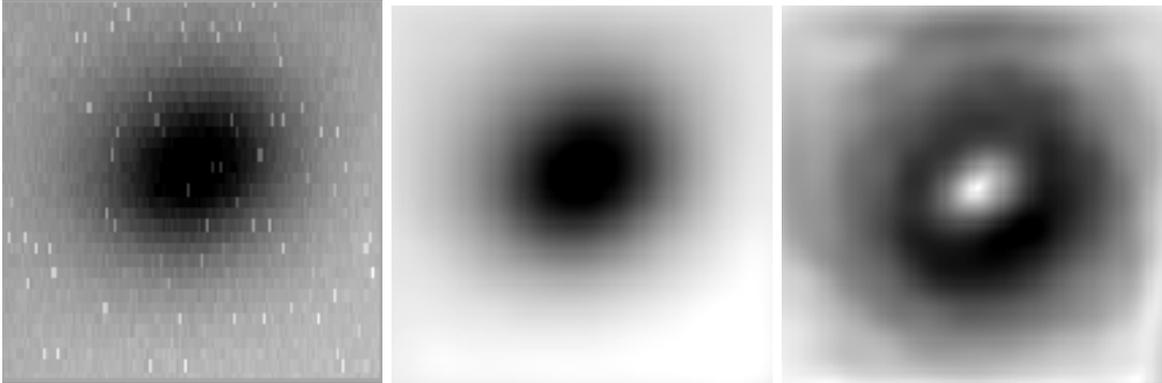


FIG. 4.15 – Différentes étapes de la déconvolution d'une image réalisée avec le microscope sur le film d'Al jusqu'à la distribution de la densité de courant correspondante. (à gauche) L'image brute (sans traitement) d'un vortex en courant critique du SQUID. (au centre) Même image que celle de gauche mais filtrée pour éliminer les bruits à haute fréquence. (à droite) Image de la distribution de courant autour du vortex. La taille des images est  $14 \times 14 \mu\text{m}^2$ .

Dans chacune des images, le code des niveaux de gris est choisi de telle façon que le blanc correspond aux plus faibles valeurs et le noir aux plus fortes. Sur le résultat de la déconvolution, une boucle de courant circule autour du vortex pour écranter le champ magnétique extérieur et cette densité de courant décroît dans le supraconducteur au fur et à mesure qu'on s'éloigne du centre. Au coeur du vortex, l'Al est dans l'état normal sur une distance  $\xi$  et la densité de courant supraconducteur s'annule comme attendu.

Cette modélisation est encore très récente et pour l'instant, elle ne permet d'avoir qu'un aperçu qualitatif de la distribution de courant. Cependant, nous travaillons dès à présent, sur une méthode qui nous donnera une information quantitative des courants circulant autour d'un vortex.

## 4.4 Conclusion

A partir des images déjà réalisées, nous avons déterminé une résolution spatiale inférieure à  $2 \mu\text{m}$  qui est bien supérieure à celle obtenue par la microscopie à SQUID, et comparable au cas de la microscopie à sonde Hall. Nous avons aussi une bonne sensibilité magnétique de  $10^{-3} \Phi_0/\sqrt{Hz}$  capable d'être sensiblement augmentée en utilisant des micro-SQUID shuntés. A travers ce chapitre, nous avons finalement montré les limites du microscope et les précautions à prendre dans l'interprétation des images.

Dans un soucis de mieux comprendre les objets magnétiques observés, nous avons développé

deux modèles numériques pour quantifier nos mesures expérimentales. Le premier modèle donne une estimation de la longueur de pénétration. Dans le cas du Nb, nous avons trouvé  $\lambda = 100 - 300 \text{ nm}$ . Ce modèle n'est cependant pas valable dans le cas de l'Al car l'hypothèse de départ ( $\xi \rightarrow 0$ ) n'est plus vérifiée. Nous aimerions prochainement le modifier pour tenir compte d'une longueur de cohérence non nulle dans le supraconducteur. Il serait effectivement intéressant de pouvoir faire une étude complète de la dépendance de  $\lambda$  en fonction de la température et de l'épaisseur du film supraconducteur car les mécanismes qui expliquent la transition d'un comportement Meissner vers un comportement d'état de vortex dans les supraconducteur de type I en couche mince, sont jusqu'à présent assez méconnus. En effet, l'expression de la longueur de pénétration  $\lambda_{eff}$  dans une couche mince ( $\lambda_{eff} = \lambda^2/d$ ,  $d$ =épaisseur du film) est une approximation. Grâce à des mesures macroscopiques de l'échantillon, plusieurs groupes ont tenté de décrire leurs résultats sur la dépendance de  $\lambda$  en fonction de l'épaisseur de la couche avec les théories existantes. Leurs résultats ont montré des disparités selon le supraconducteur considéré et la mesure utilisée. Il serait donc indispensable d'étudier microscopiquement cette dépendance en utilisant le microscope SQUID-FM pour observer un vortex unique. Le deuxième modèle que nous avons développé, est basé sur des outils mathématiques et permet, à partir d'une carte de champ magnétique (d'un vortex par exemple) de remonter à la distribution de courant électrique dans l'échantillon, à l'origine du signal magnétique.



## Chapitre 5

# Observation et piégeage de vortex dans un film supraconducteur perforé

GRÂCE au microscope SQUID-FM, nous avons été capables d'observer de façon microscopique la distribution des vortex dans un film mince d'Al contenant un réseau de trous en faisant varier les paramètres extérieurs. Nous avons choisi l'Al pour sa grande longueur de cohérence (typiquement quelques centaines de nanomètres). Par conséquent, même à faible champ magnétique, nous pouvons observer la transition entre une distribution de vortex individuels et un réseau ordonné de vortex qui interagissent. De plus, cette longueur permet d'étudier un système dans lequel le piégeage des vortex est faible. Les trous dans le film d'Al sont suffisamment éloignés pour être considérés comme isolés à basse température.

Nous présenterons dans un premier temps la fabrication de l'échantillon et les conditions d'expérimentation. Puis après avoir caractérisé l'échantillon par des mesures macroscopiques, nous montrerons l'influence de la taille des trous sur le piégeage des vortex ainsi que les phénomènes de relaxation dans la distribution magnétique. Finalement, nous mettrons en évidence le dépiégeage des vortex avec la température.

### 5.1 Préparation de l'échantillon

L'échantillon que nous avons utilisé est un film d'aluminium de  $1700 \text{ \AA}$  d'épaisseur avec un réseau de trous dont le pas est  $d = 10 \text{ \mu m}$ . Ces trous peuvent avoir trois diamètres différents:  $0.5 \text{ \mu m}$ ,  $1.0 \text{ \mu m}$  et  $1.5 \text{ \mu m}$  régulièrement répartis (figure 5.1). Ces différents diamètres ont été choisis pour assurer un couplage optimal avec le micro-SQUID.

L'échantillon a été fabriqué au laboratoire en utilisant la technique du lift-off. Nous nous sommes inspirés du procédé mis au point par A. Bezryadin [19] pour réaliser notre échantillon. Le substrat est un wafer de silicium de deux pouces. Les étapes de lithographie sont les suivantes (cf figure 5.3):

- dépôt de la résine PRIMER à la tournette: vitesse=2700 tours/min, accélération=2000 tours/min/s pendant 30 s. La couche de résine a une épaisseur de  $0.43 \text{ \mu m}$ . Cette résine assure une meilleure adhésion sur le Si de la résine à insoler.
- dépôt de la résine positive UV3 à la tournette: vitesse=4000 tours/min, accélération=2000

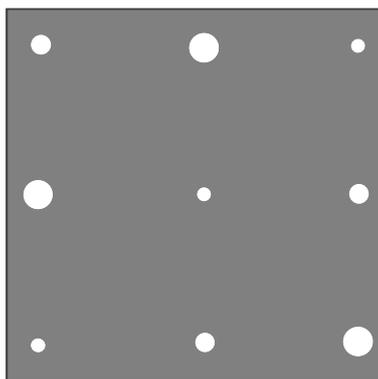


FIG. 5.1 – Vue schématique d'une cellule unitaire du réseau de trou fabriqué dans un film d'Al. Les trous sont espacés de  $10\ \mu\text{m}$  et ils ont trois diamètres:  $0.5\ \mu\text{m}$ ,  $1.0\ \mu\text{m}$  et  $1.5\ \mu\text{m}$ . Le réseau de trous recouvre une surface de  $3 \times 3\ \text{mm}^2$ .

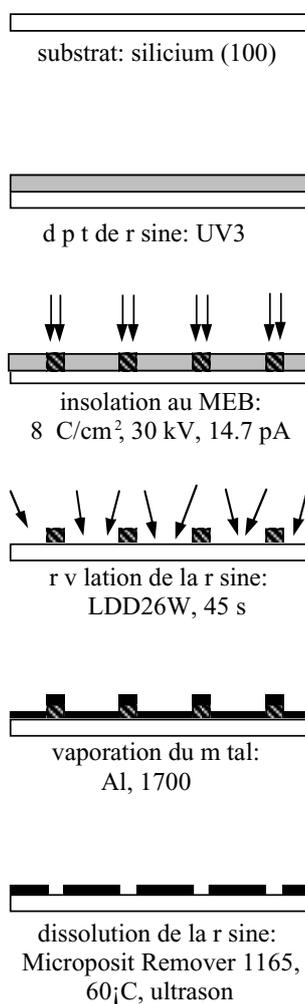


FIG. 5.2 – Présentation par ordre chronologique des différentes étapes de lithographie nécessaire à la fabrication du film d'Al perforé.

tours/min/s pendant 30 s.

– recuit des couches à  $130^\circ\text{C}$  pendant 1 min.

- insolation par faisceau d'électrons (grâce à un microscope électronique à balayage Cambridge S 240):  $dose = 8 \mu C/cm^2$  et résolution notée 12, grandissement 1140 pour un champ d'écriture de  $100 \mu m$ , ce champ est répété de façon à recouvrir une surface de  $3 \times 3 mm^2$  ce qui correspond à un temps d'exposition de 10 heures.
- recuit de la résine à  $110^\circ C$  pendant 20 s.
- révélation de la résine dans le développeur LDD26W pur pendant 45 s. La figure 5.3 montre le masque de résine obtenu.
- rinçage à l'eau DI et séchage à l'azote.
- évaporation par effet Joule d'une couche de  $1700 \text{ \AA}$  d'Al: vitesse de dépôt= $6 \text{ \AA/s}$ ,  $vide = 1.10^{-7} mbar$ .
- lift-off: dissolution de la résine qui reste et de l'Al sur la résine dans le Microposit Remover 1165 à  $60^\circ C$  pendant 25 min puis avec des ultrasons pendant 2 min.
- rinçage à l'alcool

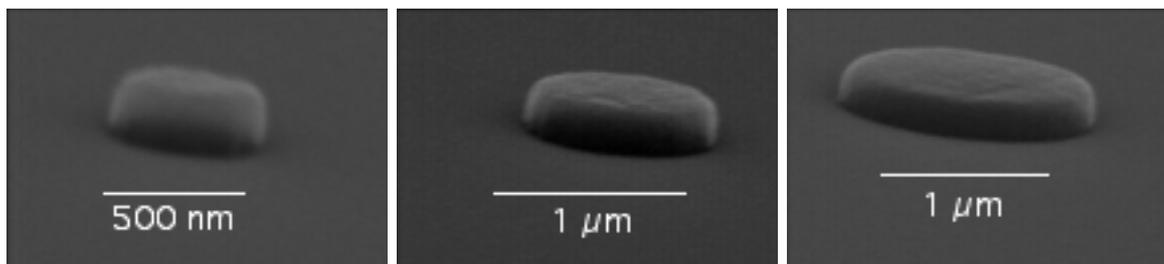


FIG. 5.3 – Images par microscopie électronique du masque positif de résine pour les trous, après révélation de l'insolation. De gauche à droite les images correspondent aux plots de résine d'épaisseur  $0.43 \mu m$  et de diamètre croissant ( $0.5 \mu m$ ,  $1 \mu m$  et  $1.5 \mu m$ ).

La figure 5.4 présente l'échantillon obtenu en fin de fabrication. Les légères collerettes autour des trous, plus visibles sur ceux de plus petit diamètre, s'explique par l'épaisseur de la couche d'Al relativement importante comparée à celle de la résine. Dans ces conditions, il apparaît clair que l'utilisation des ultrasons est une étape nécessaire pour assurer un bon lift-off de l'Al.

## 5.2 Conditions expérimentales de l'imagerie à micro-SQUID

Le champ magnétique perpendiculaire au plan de l'échantillon est appliqué à l'aide d'une bobine de Helmholtz placée à l'extérieur du cryostat nous garantissant un champ homogène sur l'ensemble de l'échantillon. L'imagerie des vortex dans la couche d'Al perforée a été réalisée grâce à un micro-SQUID en aluminium fabriqué par D. Mailly au LPN. Sa géométrie est très simple: la taille de la boucle est de  $1 \mu m$ , la largeur des bras  $200 nm$  et la longueur et la largeur des micro-ponts  $200 nm$  et  $50 nm$  respectivement. La modulation du courant critique du micro-SQUID en fonction du champ magnétique extérieur pour une température de  $450 mK$  est présentée sur la partie gauche de la figure 5.5: à cette température, la valeur moyenne du courant critique est de  $100 \mu A$  avec une profondeur de modulation de 30%. La différence de longueur des bras du micro-SQUID entraîne une dissymétrie dans les arches de la caractéristique  $I_c(H)$ .

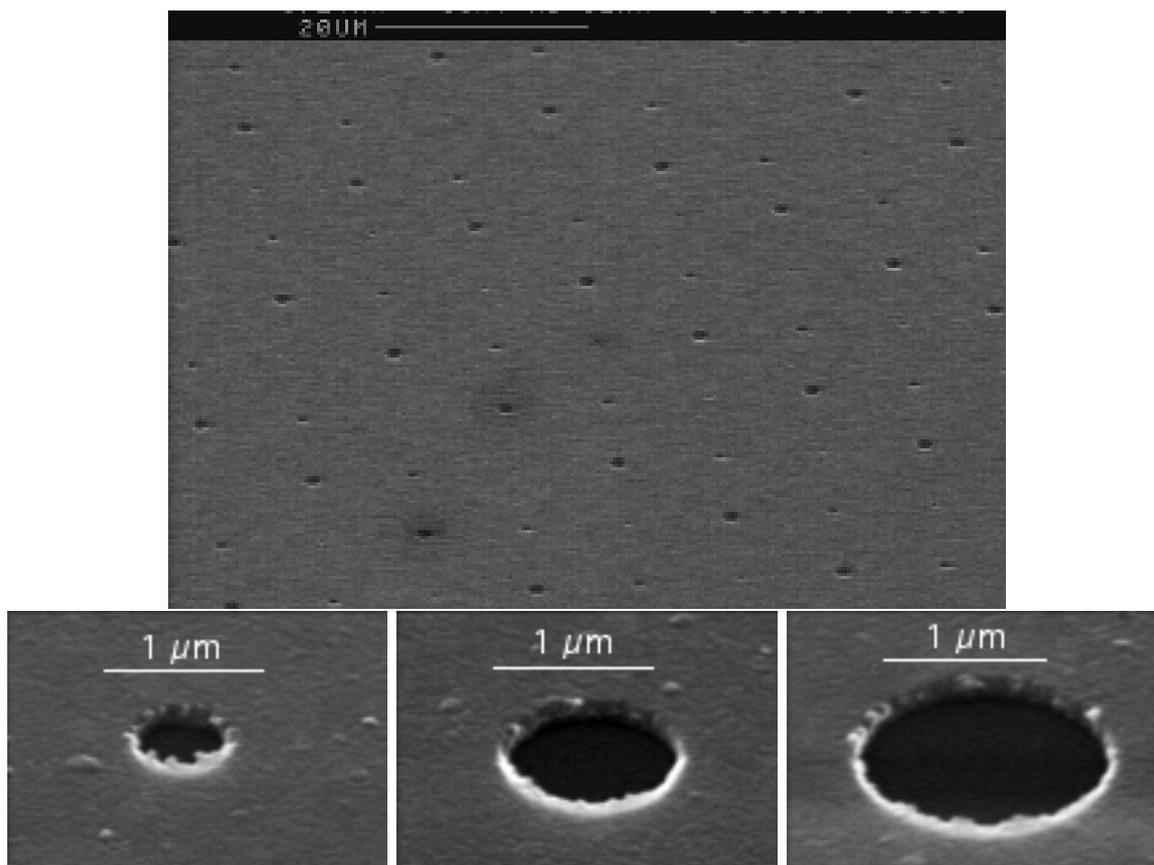


FIG. 5.4 – Images par microscopie électronique du film d'Al d'épaisseur 1700 Å avec un réseau de trous de pas 10  $\mu\text{m}$ . En haut: vue d'ensemble du réseau de trous. En bas, de gauche à droite sont montrés les trous de diamètre croissant (0.5  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  et 1.5  $\mu\text{m}$ ).

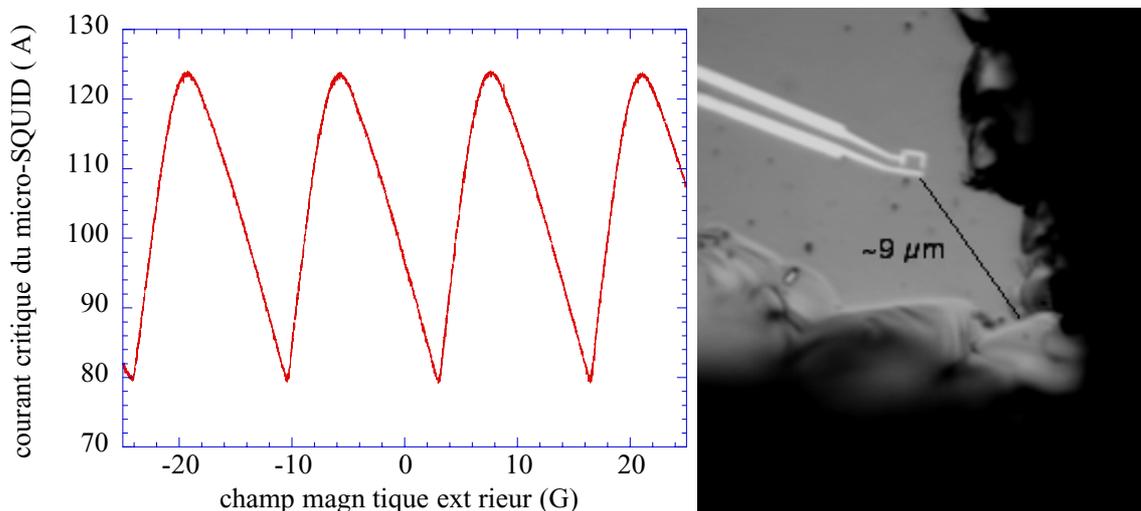


FIG. 5.5 – (gauche) Caractéristique  $I_c(H)$  du micro-SQUID à 400 mK. (droite) Photographie avant l'expérience montrant la position du micro-SQUID par rapport à l'extrémité de la pointe en silicium. Découpe à la scie diamantée du wafer Si. Ce cliché a été réalisé avec un microscope optique.

Le micro-SQUID se trouve approximativement à  $9 \mu m$  de l'apex de la pointe (cf figure 5.5). L'angle d'approche entre la pointe en silicium et la surface de l'échantillon étant de  $7^\circ$ , la distance entre le micro-SQUID et la surface est de  $1 \mu m$  lorsque le signal du diapason est asservi.

A température ambiante, le diapason sur lequel est monté le SQUID résonne à  $24550 Hz$  avec  $Q = 250$ . A basse température ( $<1 K$ ), la fréquence de résonance est décalée à  $24856 Hz$  et le facteur de qualité est égal à  $19000$ . A cette température, les vibrations mécaniques et le grand facteur de qualité rendent l'asservissement difficile, aussi avons nous préféré imager en survolant légèrement hors contact pour éviter d'endommager la pointe et l'échantillon. L'acquisition de l'information topographique a donc été impossible.

Au cours du refroidissement, la sonde et l'échantillon sont thermalisés tout deux sur la boîte-à-mélange. Cependant une fuite thermique vers l'étage du bouilleur maintient l'échantillon à une température toujours un peu supérieure à celle du SQUID. Cette différence en température permet de travailler très près de la température critique du film d'Al perforé sans que le SQUID transite.

## 5.3 Caractérisation de l'échantillon

Les principales grandeurs physiques caractérisant l'échantillon sont la température critique et le champ critique  $H_{c2}$  de la couche d'Al perforée. Nous avons deux méthodes pour caractériser notre échantillon: soit en mesurant l'aimantation grâce au micro-SQUID, soit en détectant le moment où la résistance s'annule par des mesures de transport.

### 5.3.1 Magnétométrie à micro-SQUID

Grâce à la mesure de son courant critique, le SQUID nous donne une information sur l'aimantation de l'échantillon: la figure 5.6 présente les caractéristiques  $I_c(H)$  du SQUID pour différentes températures. Ces courbes ont été réalisées en positionnant le micro-SQUID au-dessus d'un trou du film d'Al à une hauteur de  $1 \mu m$ . Le champ magnétique est alors balayé de  $0 G$  à  $20 G$  pendant que la température est réglée à une valeur fixe. Comparées à la caractéristique du SQUID sans échantillon (cf. figure 5.5), ces courbes présentent des sauts qui sont la signature de l'écrantage du flux magnétique dans la couche d'Al. Il existe une valeur du champ magnétique,  $H_s$ , pour laquelle ces sauts disparaissent. En effet, quand le champ augmente, la hauteur des sauts diminue progressivement et on retrouve la caractéristique initiale du SQUID quand  $H = H_s$ . Cette transition continue rend la détermination de  $H_s$  délicate. La présence du premier plateau de  $I_c$  (quand  $H$  est proche de zéro) montre que l'écrantage du champ magnétique persiste jusqu'à la température critique ( $T_c = 1.23 K$ ).

A partir des courbes  $I_c(H)$  à différentes températures, nous avons observé la dépendance de  $H_s$  en fonction de la température. Le résultat présenté sur la figure 5.7 montre très clairement que  $H_s$  augmente quand la température diminue ce qui est en très bon accord avec les variations de l'aimantation en fonction du champ appliqué présentées sur la figure 1.2. D'après cette même figure, on s'attend à ce que l'aimantation (donc les sauts) s'annulent pour  $H = H_{c2}$  et conclure que  $H_s = H_{c2}$ . Cependant la valeur du champ  $H_{c2}(T)$  que nous avons déterminée par des mesures de transport (cf. paragraphe suivant) est toujours supérieure au champ  $H_s(T)$ . Dans les mesures par micro-SQUID, la sous-estimation de  $H_s(T)$  est causée par la lente décroissance de l'aimantation en fonction du champ magnétique qui ne permet pas une mesure précise de la transition de phase.

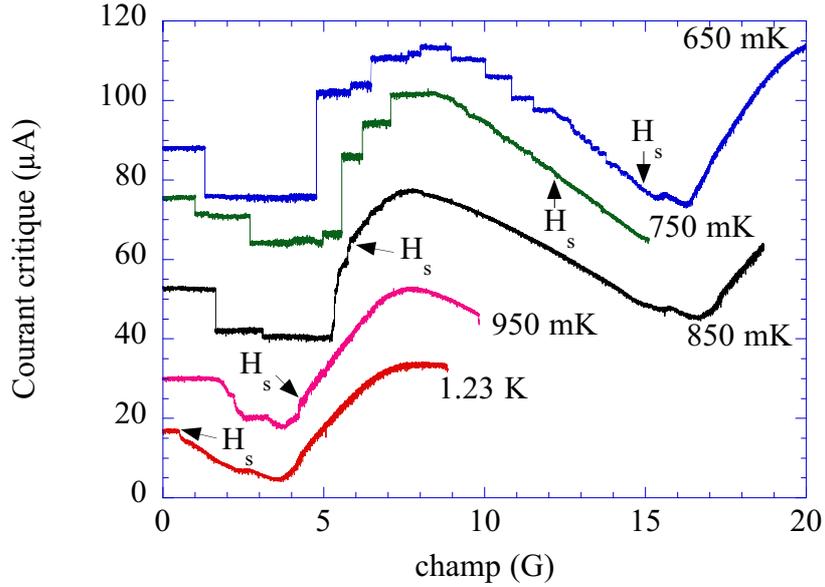


FIG. 5.6 – Caractéristiques  $I_c(H)$  du micro-SQUID pour différentes températures. Les sauts sur la courbe correspondent à la pénétration des vortex dans le film d'Al.  $H_s$  est le champ magnétique pour lequel ces sauts disparaissent: c'est la transition entre l'état mixte et l'état normal. Les courbes ont été volontairement décalées selon l'axe Y pour mieux rendre compte comment  $H_s$  diminue lorsqu'on s'approche de la température critique de l'échantillon.

### 5.3.2 Mesure de transport

Cette deuxième méthode est une mesure de transport standard en 4 fils: elle consiste à injecter un courant alternatif à une fréquence donnée et à mesurer la tension aux bornes de l'échantillon par l'intermédiaire d'une détection synchrone. La tension est mesurée avec une sensibilité de  $5 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ . On en déduit alors la résistance électrique de l'échantillon. La transition de phase de l'état normal vers l'état supraconducteur du film d'Al est détectée lorsque sa résistance électrique commence à chuter:  $H_{c2}$  correspond au champ mesuré lorsque la résistance de l'échantillon est égale à 95% de  $R_n$  ( $R_n$  étant la résistance dans l'état normal).

La variation de  $H_{c2}$  en fonction de la température est présentée sur la figure 5.7: nous trouvons alors  $T_c(H = 0) = 1.23 \text{ K}$  et  $H_{c2}(T = 0) = 43 \text{ G}$ . Proche de  $T_c$ , la dépendance théorique de  $H_{c2}$  en fonction de la température est donnée par [2]:

$$H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi(0)^2} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \quad (5.1)$$

$\xi(0)$  qui représente la longueur de cohérence, est le paramètre ajustable: dans notre cas,  $\xi(0) = 240 \text{ nm}$ . Les valeurs de  $H_{c2}(T)$ , de  $T_c$  et de  $\xi(0)$  que nous avons obtenus sont en bon accord avec les résultats de A. Bezryadin ( $T_c = 1.25 \text{ K}$  et  $\xi(0) = 250 \text{ nm}$ ) [19].

## 5.4 Piégeage des vortex dans le film d'Al perforé

Nous allons exposer les différentes observations faites grâce au microscope SQUID-FM sur le film d'Al perforé. Après la mesure du zéro de champ magnétique, nous nous concentrerons dans un premier temps sur le piégeage des vortex en bordure de l'échantillon. Puis nous montrerons

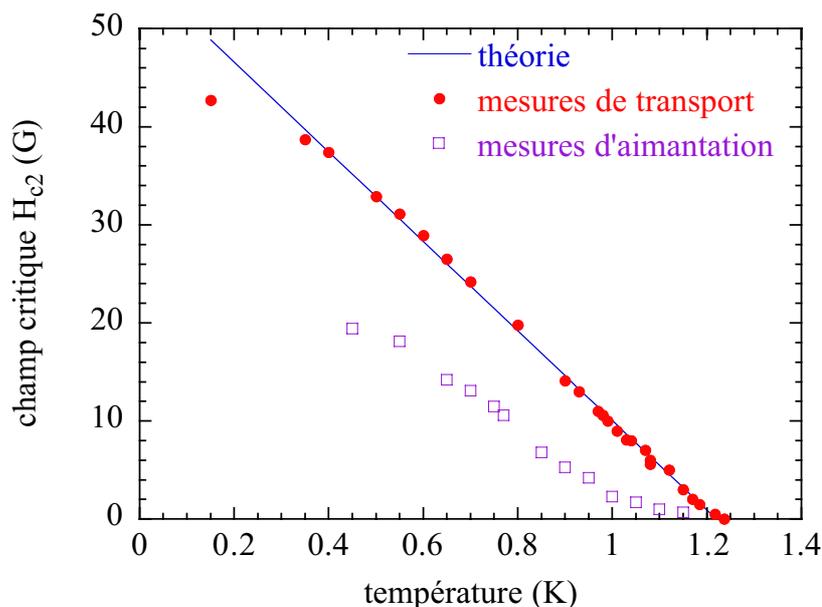


FIG. 5.7 – Champ critique  $H_{c2}$  en fonction de la température déterminé par des mesures de transport et de magnétométrie. La droite représente la dépendance  $H_{c2}(T)$  prévue par la théorie de Ginzburg-Landau avec comme paramètre la longueur de cohérence  $\xi(0) = 240 \text{ nm}$ .

le phénomène de saturation du flux magnétique dans les trous ainsi que le rôle de la taille des trous en les comparant aux prédictions théoriques. Pour finir, nous présenterons une étude en température du piégeage des vortex par le réseau de trous.

#### 5.4.1 Etalonnage du champ magnétique

Une bobine de Helmholtz est placée à l'extérieur du cryostat, elle produit un champ magnétique  $H_{bob}$  dont la valeur maximale est limitée à  $40 \text{ G}$  par la puissance de l'alimentation en courant de la bobine. Lorsque le champ créé par cette bobine est nul, il reste toujours un champ magnétique résiduel  $H_{res}$  qui provient du champ magnétique terrestre et de ceux créés par l'ensemble des appareils électriques présents autour du microscope. Le champ magnétique total  $H_{tot}$  appliqué sur l'échantillon, est donc la somme du champ résiduel et de celui créé par la bobine:  $H_{tot} = H_{bob} + H_{res}$  (nous ne considérons ici que la composante perpendiculaire au plan de l'échantillon).

Les images ont été réalisées avec le microscope SQUID-FM en refroidissant l'échantillon sous champ magnétique à une température de  $500 \text{ mK}$ . Ces images contiennent déjà de nombreuses informations sur la distribution des vortex dans l'échantillon. Nous ne nous attarderons pas à décrire ici ces arrangements magnétiques qui seront développés dans la suite de ce chapitre. Nous nous préoccupons uniquement de rechercher le zéro de champ magnétique.

Ce zéro de champ est trouvé par dichotomie. Les deux premières images de la figure 5.8 correspondent à un champ magnétique  $H_{bob} = +0.4 \text{ G}$  et  $H_{bob} = -0.4 \text{ G}$  respectivement (même module mais de sens opposé). Les contrastes magnétiques sont inversés ce qui signifie que les vortex sont de sens opposé: le zéro de  $H_{tot}$  se situe par conséquent dans la fenêtre  $H_{bob} = [-0.4 \text{ G}; 0.4 \text{ G}]$  (les points blancs sur les images qui ont la dimension d'un pixel sont des erreurs de lectures du courant critique du micro-SQUID). Pour trouver  $H_{tot} = 0$ , nous poursuivons l'imagerie en réduisant progressivement cette fenêtre jusqu'à ce que les contrastes magnétiques disparaissent. Finalement, l'image de droite de la figure 5.8 a été réalisée pour un champ  $H_{bob} = -0.14 \text{ G}$ . Le contraste

magnétique a totalement disparu et la valeur moyenne du courant critique de l'image correspond à un flux magnétique de  $-3.3 \cdot 10^{-3} \Phi_0$  avec un écart type de  $1 \cdot 10^{-3} \Phi_0$ . Par conséquent,  $H_{bob}$  compense  $H_{res}$  et  $H_{tot} = 0$ . Nous avons effectué des images pour des champs  $H_{bob} = -0.15 \text{ G}$  et  $H_{bob} = -0.13 \text{ G}$  sur lesquelles apparaissent encore des vortex avec des contrastes inversés entre les deux images. Par conséquent, nous considérons que la composante du champ résiduel perpendiculaire au plan de l'échantillon est égale à  $H_{res} = -0.14 \pm 0.01 \text{ G}$ .

Par la suite, le champ magnétique considéré sera  $H_{tot}$  et non  $H_{bob}$ .

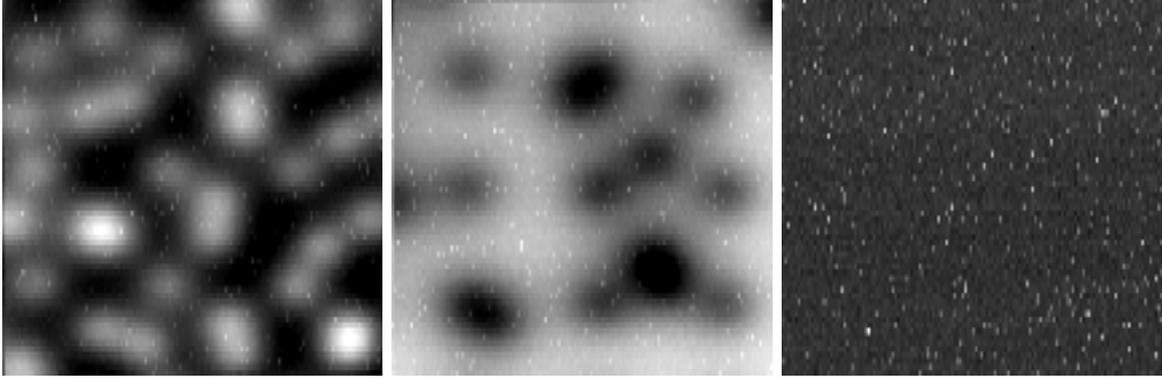


FIG. 5.8 – Images magnétiques du film d'Al perforé réalisées avec le microscope SQUID-FM pour trois valeurs différentes de champ magnétique créé par la bobine (+0.4 G, -0.4 G et -0.14 G). Les dimensions des deux premières images sont  $28 \times 28 \mu\text{m}^2$  et celles de droite  $56 \times 56 \mu\text{m}^2$ .

#### 5.4.2 Ecrantage magnétique sur les bords de l'échantillon

Lorsqu'on augmente le champ magnétique extérieur en maintenant la température basse ( $T \ll T_c$ ), les vortex pénètrent dans le supraconducteur par les bords de l'échantillon. Les courants qui circulent en bordure de l'échantillon pour écranter le champ magnétique, créent une barrière de potentiel qui retarde l'entrée des vortex dans le supraconducteur. Une fois à l'intérieur de l'échantillon, les vortex ne migrent pas immédiatement vers le centre de la couche, ils se piègent sur les inhomogénéités du supraconducteur et sur les premières rangées de trous. Ceci se vérifie surtout à bas champ magnétique car la densité de vortex étant peu élevée, la répulsion entre vortex est faible devant les forces de piégeage.

Nous avons réalisé des mesures de transport sur la couche d'Al perforée qui se sont avérées sensible au piégeage des vortex lors de rampes croissantes et décroissantes du champ magnétique à différentes températures. La figure 5.9 présente la dépendance de la résistance électrique de la couche d'Al en fonction du champ magnétique extérieur pour deux températures différentes (350 mK et 1.08 K). Dans les deux cas, le balayage du champ magnétique se fait tout d'abord de façon croissante puis une fois la transition supra/normale atteinte, le champ décroît jusqu'à 0 G.

Pour les deux températures considérées, à faible champ magnétique, la résistance mesurée aux bornes du réseau de trous est nulle: l'aluminium est supraconducteur et la densité de vortex est suffisamment faible pour ne pas perturber le courant électrique. A fort champ magnétique ( $H > H_{c2}(T)$ ), l'aluminium dépasse la transition supra/normale et la résistance mesurée est égale à la résistance normale ( $R_n = 8 \text{ m}\Omega$ ).

L'hystérésis qui apparaît lors du balayage du champ magnétique, est caractéristique de la dynamique des vortex. En effet, l'écrantage du champ magnétique en bordure de l'échantillon et

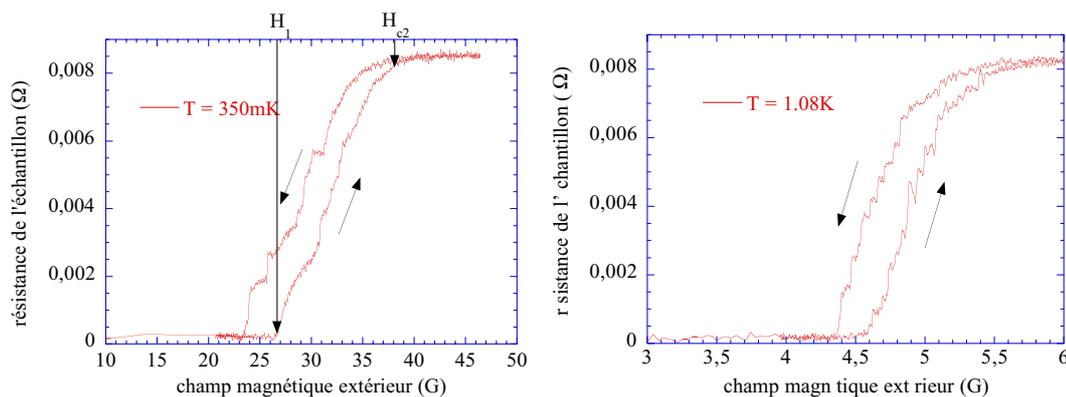


FIG. 5.9 – Résistance de la couche d'Al perforée en fonction du champ magnétique extérieur pour deux températures différentes (à gauche:  $T = 350 \text{ mK}$ ; à droite:  $T = 1.08 \text{ K}$ ). La température critique de l'échantillon est  $1.23 \text{ K}$ . Le champ magnétique est balayé dans les deux sens (croissant et décroissant): les flèches indiquent le sens du parcours en champ.

le piégeage des lignes de flux par les impuretés ou les trous, freinent la pénétration des vortex dans la couche supraconductrice quand le champ extérieur augmente. De la même façon, lorsque le champ magnétique extérieur décroît, ces phénomènes entravent l'expulsion des lignes de champ. Ce retard systématique dans la dynamique des vortex se traduit par l'hystérésis observée dans la courbe  $R(H)$ . La largeur de l'hystérésis est caractéristique du piégeage: plus l'ancrage est fort plus l'hystérésis est large. D'après la figure 5.9, la largeur de l'hystérésis est de  $2 - 4 \text{ G}$  à une température de  $T = 350 \text{ mK}$  alors qu'elle est de  $0.3 - 0.5 \text{ G}$  à  $T = 1.08 \text{ K}$ . Ce facteur 10 entre les largeurs s'explique par le fait que l'activation thermique rend le piégeage des vortex moins efficace à des températures proches de  $T_c$ . Nous reviendrons par la suite sur le dépiégeage des vortex avec la température.

La figure 5.10 confirme cet effet d'écrantage des lignes de flux par les bords de l'échantillon et les impuretés dans le cas d'une couche uniforme de Nb d'épaisseur  $200 \text{ nm}$ . Les trois images ont

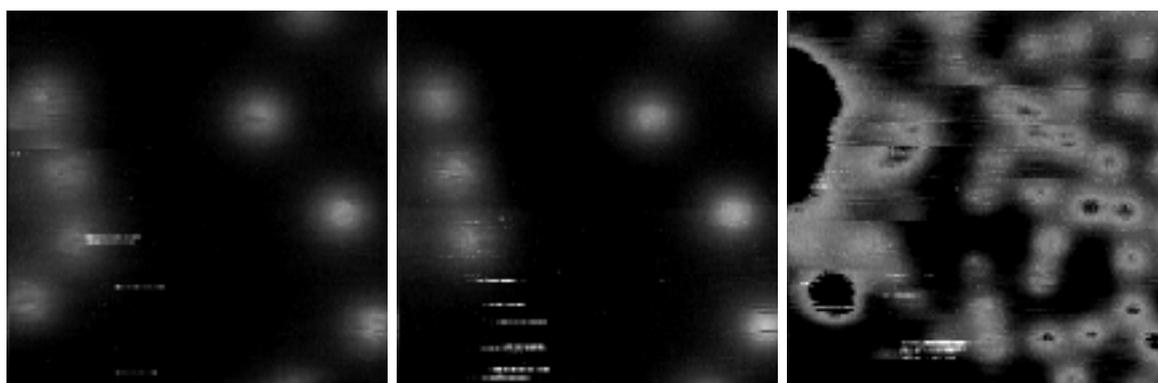


FIG. 5.10 – Images ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisées par le microscope SQUID-FM à une température de  $1 \text{ K}$  sur un film de Nb. Les taches blanches sont des vortex. A gauche: l'échantillon a été refroidi sous un champ de  $0.14 \text{ G}$ . Au centre: même image que celle de gauche mais le champ a été augmenté à  $1.14 \text{ G}$  en maintenant la température constante. A droite: l'échantillon a été refroidi sous un champ de  $1.14 \text{ G}$ .

la même dimension ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) et ont été réalisées à la même température de  $1 \text{ K}$  mais pour des conditions de champ magnétique différentes. Les taches plus claires signifient la présence de vortex.

A gauche, est présentée une image après un refroidissement sous champ résiduel, c'est-à-dire 0.14 G. On observe alors huit vortex ce qui est en bon accord, en tenant compte de l'inhomogénéité de la distribution de flux, avec les six vortex attendus pour une telle valeur de champ magnétique.

Une seconde image (au centre) de la même zone est réalisée après avoir augmenté le champ magnétique de 0.14 G à 1.14 G en maintenant la température à 1 K. Contrairement à ce qui est attendu (pour un tel champ, une quarantaine de vortex devrait être visible), on obtient une image qui ressemble étonnamment à la précédente. En fait, les vortex créés par l'augmentation du champ magnétique ont pénétré dans le supraconducteur par les bords de l'échantillon et se sont piégés sur des impuretés les empêchant de parvenir à la zone imagée. De plus, le champ magnétique étant encore peu élevé, la faible densité de vortex ne permet pas à la répulsion vortex-vortex de dominer les effets de piégeage.

Finalement la troisième image (à droite) a été réalisée après refroidissement de l'échantillon sous un champ magnétique de 1.14 G (même valeur de champ que pour l'image précédente). Cette fois les vortex sont nombreux: malgré la tache sur la gauche de l'image (peut-être une poussière ou un trou dans l'échantillon), on en dénombre plus d'une trentaine ce qui se rapproche des 40 vortex calculés théoriquement. En refroidissant l'échantillon sous champ, nous piégeons les vortex directement sur la zone considérée: il n'y a pas de mouvement de vortex qui entre en jeu comme dans le cas précédent.

En conclusion, ces trois images d'un film de Nb nous montrent que le piégeage des vortex sur le bord du supraconducteur est important et que l'état magnétique local est très dépendant de l'histoire de l'échantillon.

La présence des trous accentue le piégeage des vortex et par là-même, l'irréversibilité de leur dynamique lors d'un balayage en champ magnétique. Harada et al. [23] ont très bien rendu compte du phénomène: en augmentant progressivement le champ magnétique, ils ont visualisé par microscopie de Lorentz, la pénétration des vortex dans un film de Nb contenant un réseau régulier de défauts colonnaires. Dans leur expérience, au fur et à mesure que les vortex entrent dans la couche supraconductrice, ils s'approchent du réseau de trous et en remplissent la première rangée. Une fois cette rangée pleine, elle forme une barrière de potentiel qui empêche les autres vortex de passer pour se piéger dans le reste des trous. Finalement le champ magnétique augmentant, la densité de vortex le long de la première rangée de trous devient suffisamment dense pour que la répulsion entre vortex domine la barrière de potentiel et permette aux vortex de passer pour remplir l'ensemble du réseau de trous.

Pour éviter ces problèmes de piégeage sur les bords d'échantillon ou sur les premières rangées de trous, nous refroidissons systématiquement l'échantillon sous champ magnétique.

En considérant à nouveau les mesures de transport présentées sur la figure 5.9, nous constatons que dans la région de champ magnétique compris entre  $H_1$  et  $H_{c2}$ , l'échantillon est toujours supraconducteur pourtant la résistance à ses bornes est non nulle. La largeur de cette transition et les paliers de résistance observés sur la figure 5.9 sont en fait caractéristiques du déplacement des vortex dans l'échantillon. C'est la résistance de flux flow. Cette dynamique de vortex à travers un réseau de centres de piégeage a été modélisée par Reichardt *et al.* [82] en considérant une interaction logarithmique entre vortex. Les auteurs ont alors montré la complexité du déplacement des vortex en faisant varier le champ magnétique appliqué et la géométrie du réseau. Ils ont finalement différencié deux types d'écoulement: un écoulement stable (élastique) où les vortex suivent un nombre limité de canaux qui ne s'entrecroisent pas, et un écoulement désordonné (plastique) où les vortex se mélangent et les canaux ne sont plus identifiables. La résistance non nulle et les

paliers observés dans la région  $H_1 < H < H_{c2}$  (cf. figure 5.9) sont l'illustration de cet écoulement de vortex. Cette dynamique est cependant très complexe et semble délicate à interpréter par des mesures de transport. Nous avons bon espoir d'obtenir une meilleure compréhension de ces écoulements de vortex par des mesures locales d'aimantation avec le microscope SQUID-FM.

### 5.4.3 Nombre de vortex dans les trous

L'imagerie magnétique du film d'aluminium perforé nous a permis de vérifier différents points soulevés par Mkrtchyan *et al.* dans leur étude sur l'interaction entre un vortex et une cavité, présentée dans le premier chapitre.

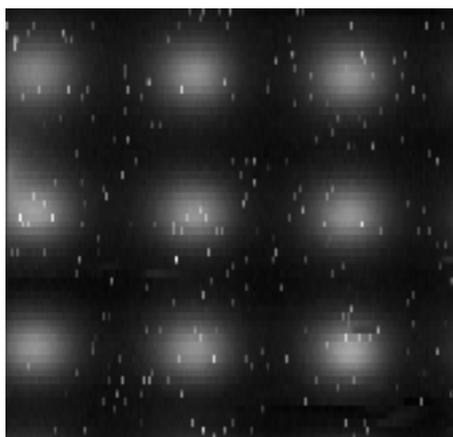


FIG. 5.11 – Image ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisée par le microscope SQUID-FM sur le film d'Al perforé refroidi à une température de  $400 \text{ mK}$  sous un champ magnétique de  $0.14 \text{ G}$ . Les vortex sont piégés dans les trous.

La figure 5.11 montre une image du réseau de trou de  $28 \times 28 \mu\text{m}^2$  refroidi à une température de  $400 \text{ mK}$  sous un champ magnétique de  $H = 0.14 \text{ G}$ . Ce champ est inférieur au premier champ de "matching"  $H_M = \Phi_0/d^2 = 0.2 \text{ G}$  ( $d = 10 \mu\text{m}$  est le pas du réseau de trou) pour lequel la densité de vortex est égale à la densité des trous dans la couche. Bien que  $H < H_M$ , cette figure 5.11 présente une zone de l'échantillon où chaque trou a capturé un quantum de flux magnétique et aucun vortex n'est observé dans le supraconducteur. Cette distribution s'explique par le fait qu'il est énergiquement plus favorable de positionner un vortex dans un trou où il n'y a pas de supraconductivité, que dans le film d'aluminium où une énergie supplémentaire est nécessaire pour briser les paires d'électrons de Cooper sur une longueur  $\sim \xi$ . Un trou qui n'a capturé aucun quantum de flux magnétique se comporte comme un puits attractif pour les vortex [15]. Ce phénomène s'est vérifié dans la plupart de nos images.

D'après l'expression de  $\xi(T)$  dans la limite sale, le nombre de saturation ( $n_s = \frac{R}{2\xi(T)}$ ) de vortex dans un trou varie en fonction de la température. Sur la figure 5.12, nous avons représenté la dépendance théorique de  $n_s$  en fonction de la température pour les trois tailles de trou utilisé ( $R = 0.25, 0.5, 0.75 \mu\text{m}$ ) en considérant la longueur de cohérence dans l'Al pur  $\xi_0 = 1.6 \mu\text{m}$ . Le libre parcours moyen est déterminé grâce au modèle de Drude. La résistivité du film d'Al à  $1.5 \text{ K}$  est de  $0.17 \mu\Omega.\text{cm}$  d'où  $l = 230 \text{ nm}$ . Le nombre de saturation augmente avec le rayon des trous et diminue avec la température: il est compris entre 0.1 et 0.7. Expérimentalement, nous n'avons en effet jamais observé plus d'un vortex dans les trous du film d'Al.

Pour des trous de plus grandes dimensions, des vortex multi-quantas (c'est-à-dire un trou piégeant plus d'un quantum de flux) ont été observés soit directement en décoration Bitter [27]

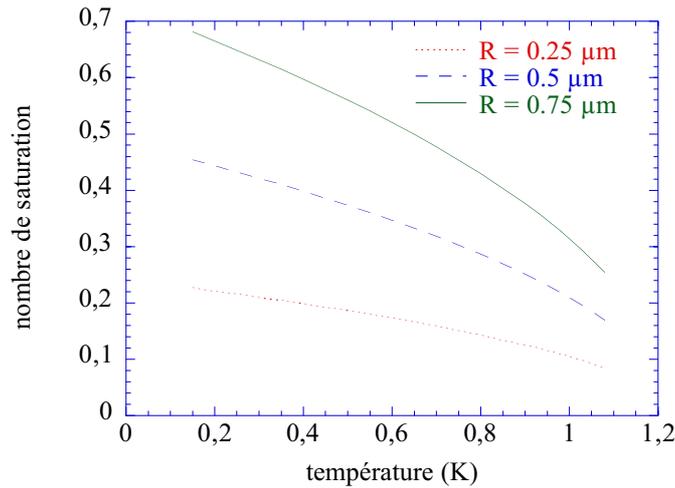


FIG. 5.12 – Dépendance théorique du nombre de saturation  $n_s$  des vortex dans les trous en fonction de la température pour les trois rayons de trou imagé ( $R = 0.25, 0.5, 0.75 \mu\text{m}$ ).

ou soit indirectement en aimantation [83] ou en résistivité [17]. Ces vortex multi-quanta sont en bon accord avec les prédictions théoriques de Mkrtychyan *et al.*

#### 5.4.4 Influence de la taille des trous sur le piégeage des vortex

Le réseau de défauts que nous avons fabriqué, est constitué de trous circulaires de trois rayons différents régulièrement répartis:  $R = 0.25, 0.5, 0.75 \mu\text{m}$ . Cette disparité permet d'introduire le rôle de la taille des défauts sur la force d'ancrage des vortex. L'image présentée sur la figure 5.13.(gauche) a été réalisée après un refroidissement sous un champ magnétique de  $0.14 \text{ G}$  à une température de  $1.16 \text{ K}$ . La couche d'Al est proche de sa température critique ( $T_c = 1.23 \text{ K}$ ): les dimensions caractéristiques du vortex,  $\lambda(T)$  et  $\xi(T)$ , sont grandes. La partie de droite de la figure 5.13 représente une vue schématique de l'image magnétique du réseau de défauts et de la répartition des vortex: les cercles vides définissent les trous et les ronds noirs les vortex.

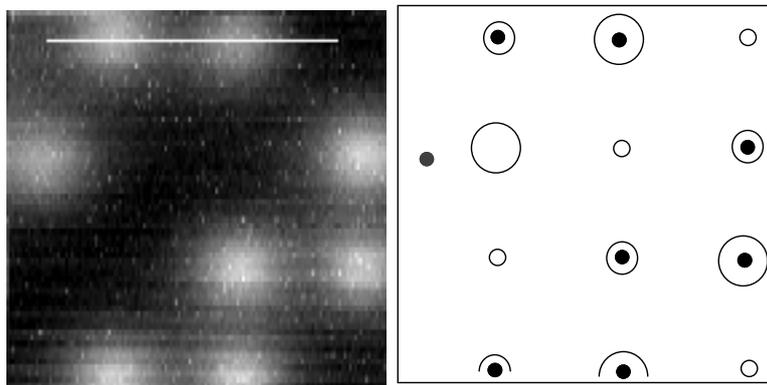


FIG. 5.13 – (à gauche) Image ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisée avec le microscope SQUID-FM après refroidissement sous champ magnétique de  $0.14 \text{ G}$  à une température de  $1.16 \text{ K}$ . Le trait blanc sur la première rangée de trous représente le profil de scan tracé sur la figure 5.14. (à droite) Vue schématique de l'organisation des vortex à travers le réseau de trous: les cercles vides correspondent aux trous et les ronds noirs aux vortex.

D'après l'image réalisée par le micro-SQUID, nous constatons que le contraste magnétique signalant la présence d'un vortex n'apparaît pas dans chaque trou. Ces lacunes de flux magnétique semblent s'organiser de façon régulière à travers le réseau de défauts: un trou sur trois n'a pas capturé de vortex et cette lacune se déplace d'une rangée de trous à une autre. La répartition de ces lacunes par rapport au réseau de défauts laisse à penser que chaque trou n'est pas équivalent et que, par conséquent, leur taille joue un rôle important dans le piégeage des vortex. La figure 5.13.(droite) montre la correspondance directe entre la position des trous de plus faible diamètre et les lacunes de vortex.

Pour confirmer la disposition du réseau de trou par rapport au vortex, le profil d'une ligne de balayage correspondant au trait blanc sur l'image de la figure 5.13 est présentée sur la figure 5.14. On constate que le maximum de flux magnétique du premier trou est légèrement plus grand que le second. Nous pouvons expliquer cet écart en considérant que plus le rayon du trou est grand, plus le flux magnétique piégé dans ce trou est étalé et par conséquent moins le profil de ce flux sera piqué. C'est pourquoi, dans la figure 5.14, nous supposons que le trou ayant le plus faible contraste magnétique correspond à un trou de grande taille et celui ayant le plus fort contraste à un trou de moyenne taille. Ceci est également observé sur les rangées suivantes de trous. En schématisant les tailles de trou à partir des contrastes magnétiques (cf figure 5.13.(droite)), nous retrouvons la séquence attendue du réseau de trous fabriqué. Cette disposition des lacunes de vortex à travers le réseau de trou s'est vérifiée sur plusieurs images. Un vortex est piégé ailleurs que sur le réseau régulier de trous (à gauche et au milieu sur la figure 5.13). Ce site de piégeage apparaît sur d'autres images réalisées avec le microscope.

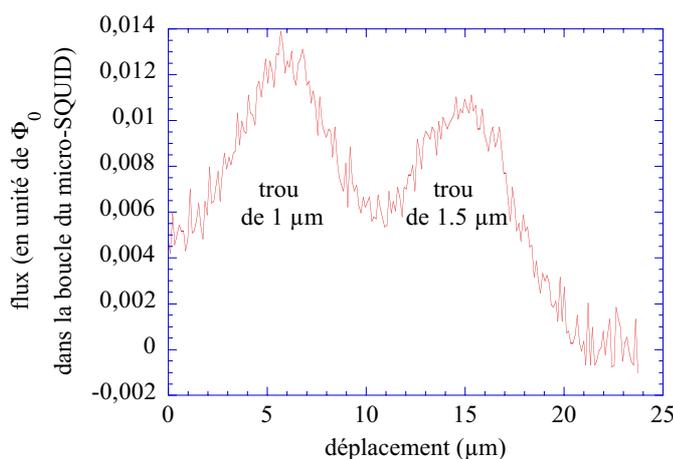


FIG. 5.14 – Profil de balayage schématisé par un trait blanc sur la figure 5.13. Plus le contraste magnétique du vortex piégé dans le trou est grand plus le rayon de ce trou est petit.

Dans un supraconducteur homogène, la taille optimale des centres de piégeage est donnée par la longueur de cohérence  $\xi(T)$ . Takezawa et al. [84] ont étudié théoriquement ce problème d'optimisation des centres de piégeage dans le cas de réseaux de défauts artificiels. Ils considèrent le potentiel total de piégeage des vortex comme une combinaison du potentiel électromagnétique lié aux courants circulant autour des trous et du potentiel du cœur de vortex. Du fait de la contribution électromagnétique au mécanisme d'ancrage, ils montrent que le potentiel total est beaucoup plus profond lorsque la taille du défaut est égale à la longueur de pénétration  $\lambda(T)$  plutôt qu'à la longueur de cohérence  $\xi(T)$ : finalement, un trou de rayon  $R > \lambda(T)$  donne lieu à une interaction forte avec le vortex et se comporte comme un centre de piégeage plus efficace que celui avec un rayon  $R < \xi(T)$ . En d'autres mots, la taille optimale des défauts est donnée par  $\lambda(T)$  plutôt que par  $\xi(T)$  (dans les supraconducteurs de type II,  $\lambda(T) > \xi(T)$ ).

Par des mesures d'aimantation sur des films minces de Pb/Ge et de WGe, le groupe de V.V. Moshchalkov [26] a étudié le rôle de la taille des défauts sur le piégeage des vortex. De la même façon, ils ont observé que les centres de piégeage fort correspondaient aux trous de plus grand diamètre. De plus, en faisant varier la taille de leur défauts, ils ont mis en évidence que la taille permettant un piégeage optimal, était dépendant du champ magnétique. En effet, des trous de faible rayon sont idéaux à bas champ magnétique et des trous plus grands sont nécessaires pour assurer au bon piégeage des vortex à fort champ. Ils ont finalement montré que la transition entre ces différents piégeage est contrôlée par le nombre de saturation de vortex dans le trou.

### 5.4.5 Dépiégeage de vortex avec la température

Lorsque le film d'Al perforé est refroidi sous champ magnétique  $H$ , le nombre de quanta de flux présent dans une cellule unitaire du réseau est donné par:  $n = H/d^2$  où  $d$  est la distance entre deux trous. Si  $n$  est supérieur à  $n_s$ , alors les trous sont saturés en flux magnétique ( $n_s$  quanta dans chaque trou) et les vortex résiduels ( $n - n_s$ ) présents dans le film d'Al sont repoussés vers les régions interstitielles entre les trous où ils peuvent éventuellement s'ancrer sur des impuretés de la couche supraconductrice. Le système se compose donc de deux types de vortex: les quanta de flux magnétique fortement piégés dans les trous et les vortex faiblement piégés dans les interstices. L'ensemble des images a été réalisées pour des champs magnétiques inférieurs à  $1.14 G$ , ce qui correspond à une faible densité de vortex ( $H_{c2}(T = 0 K) = 43 G$ ). La résolution magnétique actuelle du microscope ne nous permet pas de travailler à fort champ car la densité de vortex est trop élevée pour pouvoir résoudre les vortex interstitiels.

En faisant varier la température, nous pouvons modifier l'organisation des vortex dans le film d'Al. Sur la figure 5.15, sont présentées deux images réalisées avec le microscope SQUID-FM après refroidissement sous un champ magnétique de  $0.14 G$  à deux températures différentes: l'image en haut correspond à une température de  $400 mK$  et celle d'en bas à  $1.07 K$ . On a également représenté à droite une vue schématique de la position des vortex dans le réseau de trou pour chacune des images. Dans chaque image, deux types de vortex coexistent: les vortex fortement ancrés dans les trous et les vortex situés dans les interstices entre les trous.

A  $400 mK$ , les vortex interstitiels sont répartis de façon irrégulière dans le supraconducteur. Ils peuvent se positionner relativement près des trous car la barrière de potentiel autour des trous est étroite et les longueurs caractéristiques des vortex ( $\lambda(T)$  et  $\xi(T)$ ) sont petites (typiquement  $200 - 300 nm$ ). A cette température, leur petite taille leur permet d'être facilement piégés par les impuretés de la couche d'Al qui sont de faibles dimensions (l'observation de l'échantillon avec un AFM commercial a montré une corrugation de quelques dizaines de nanomètres). Cet état est relativement stable car deux images consécutives (correspondant à un intervalle de temps d'une vingtaine de minutes) montre la même configuration de vortex.

A plus haute température ( $T = 1.07 K$ ), l'organisation des vortex interstitiels change singulièrement: ceux-ci ne semblent plus être répartis aléatoirement dans le supraconducteur mais se localisent de façon à être à égale distance des premiers trous voisins. Ce phénomène s'explique d'une part par la dépendance de  $\lambda(T)$  et  $\xi(T)$  en fonction de la température et d'autre part par l'élargissement de la barrière de potentiel autour des trous quand la température croît. Ce dernier point oblige les vortex interstitiels à se situer plus loin des trous que dans le cas où la température est de  $400 mK$ . La divergence de  $\lambda(T)$  et  $\xi(T)$  lorsque la température approche de  $T_c$ , permet de dépiéger les vortex interstitiels des impuretés de l'Al. Ces vortex plus mobiles dont la taille devient significative par rapport à la distance entre les trous, interagissent avec les défauts voisins. Ils se positionnent alors dans les minimums de potentiel créés aux interstices par le réseau

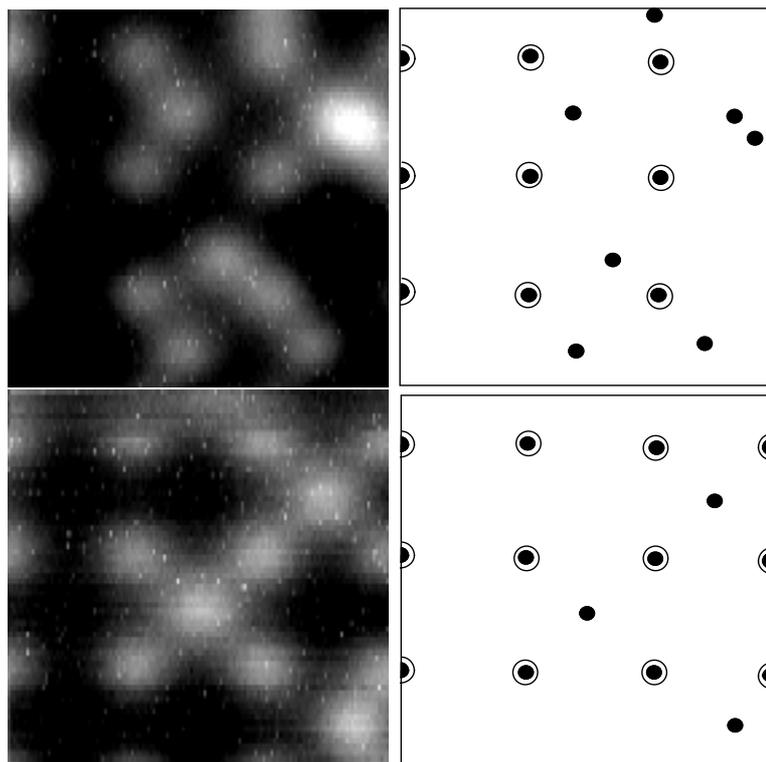


FIG. 5.15 – (à gauche) Images ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisées par le microscope SQUID-FM après refroidissement sous un champ magnétique de  $0.14 \text{ G}$  pour deux températures différentes: (en haut)  $T = 400 \text{ mK}$  et (en bas)  $T = 1.07 \text{ K}$ . (à droite) Représentation schématique de la configuration des vortex par rapport au réseau de trous correspondant à chacune des images obtenues avec le micro-SQUID: comme précédemment, les cercles vides définissent les trous et les ronds noirs les vortex.

de défauts artificiels. La position des vortex interstitiels observée avec le microscope SQUID-FM s'accorde remarquablement bien avec les minimums de potentiel calculés par I.B. Khalfin *et al.* [85] dans le cas d'un réseau périodique de défauts colonnaires dans un supraconducteur de type II.

Nous avons réalisé le même type d'imagerie mais pour un champ magnétique plus élevé,  $H = 1.14 \text{ G}$ . Les résultats sont présentés sur la figure 5.16: la température de l'échantillon pour les images de haut en bas est respectivement  $T = 400 \text{ mK}$ ,  $T = 1.18 \text{ K}$  et  $T = 1.2 \text{ K}$ . Dans la représentation schématique des images, les cercles vides définissent les trous et les ronds noirs les vortex. Dans les cas où la température est  $T = 1.18 \text{ K}$  et  $T = 1.2 \text{ K}$ , la taille des vortex devient trop importante et la résolution du microscope ne nous permet plus d'observer un vortex individuel. Pour  $T = 1.18 \text{ K}$ , nous présentons cependant la configuration de vortex qui nous semble la plus vraisemblable. Dans le cas où  $T = 1.2 \text{ K}$ , l'Al apparaît magnétiquement uniforme sauf autour des trous. Comme nous le verrons dans la suite, l'Al est normal sauf autour des trous: c'est pourquoi les vortex n'ont pas été représentés.

Le champ magnétique considéré correspond théoriquement à un nombre de vortex par cellule unitaire du réseau (équivalent à une surface  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ) légèrement supérieur à cinq vortex. Cette densité de vortex se vérifie très bien expérimentalement. En effet, dans le cas où  $T = 400 \text{ mK}$ , on observe 44 vortex sur une image contenant 9 cellules unitaires, soit environ 5 vortex par cellule. Comme les trous ne peuvent pas accueillir plus d'un vortex ( $n_s = 1$ ), la configuration magnétique est un vortex par trou et quatre vortex interstitiels.

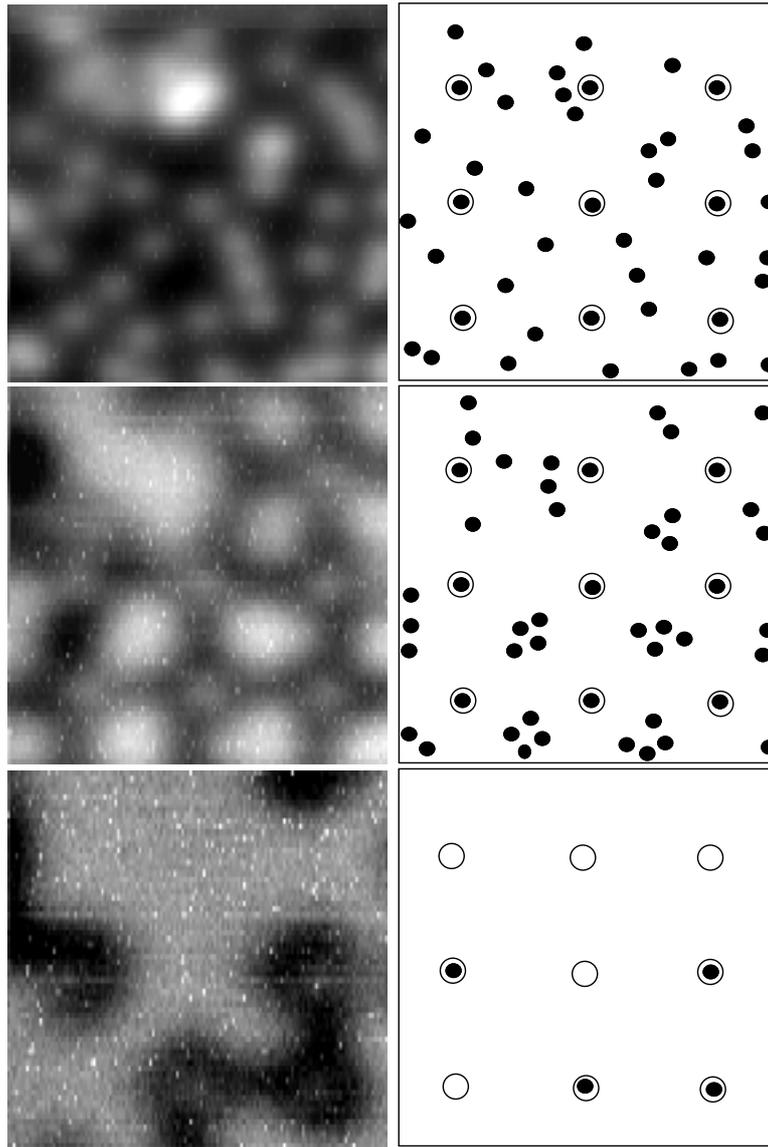


FIG. 5.16 – (à gauche) Images ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisées par le microscope SQUID-FM après refroidissement sous un champ magnétique de  $1.14 \text{ G}$  pour trois températures différentes: (de haut en bas)  $T = 400 \text{ mK}$ ,  $T = 1.18 \text{ K}$  et  $T = 1.2 \text{ K}$ . (à droite) Représentation schématique de la configuration des vortex par rapport au réseau de trous correspondant aux deux premières images obtenues avec le micro-SQUID: comme précédemment, les cercles vides définissent les trous et les ronds noirs les vortex (les symboles ne sont pas à l'échelle des objets). Les vortex interstitiels n'ont pas été représentés dans la troisième image.

D'après la figure 5.16, on observe le même phénomène de piégeage que précédemment à basse température ( $T = 400 \text{ mK}$ ): chaque trou a capturé un quantum de flux magnétique et les vortex interstitiels se répartissent irrégulièrement dans le supraconducteur, piégés par les impuretés de l'Al, indépendamment des trous (dans la limite de la largeur de la barrière de potentiel à la surface des trous). Les longueurs caractéristiques  $\lambda(T)$  et  $\xi(T)$  sont petites, par conséquent la plupart des vortex peuvent être observés individuellement (cf figure 5.17.(en haut)).

Lorsque la température s'approche de  $T_c$  ( $T = 1.18 \text{ K}$ ), la taille des vortex dans le supraconducteur augmente considérablement, ceux-ci deviennent sensibles à la présence du réseau de

défauts artificiels et se localisent dans les interstices pour minimiser l'énergie du système. De plus, comme la longueur de pénétration augmente, l'énergie d'interaction répulsive entre vortex donnée par l'équation 1.4, diminue ce qui permet aux vortex de se regrouper en amas. Le profil magnétique présenté sur la figure 5.17.(en bas) montre la différence en amplitude entre le flux magnétique des trous et celui des amas de vortex interstitiels.

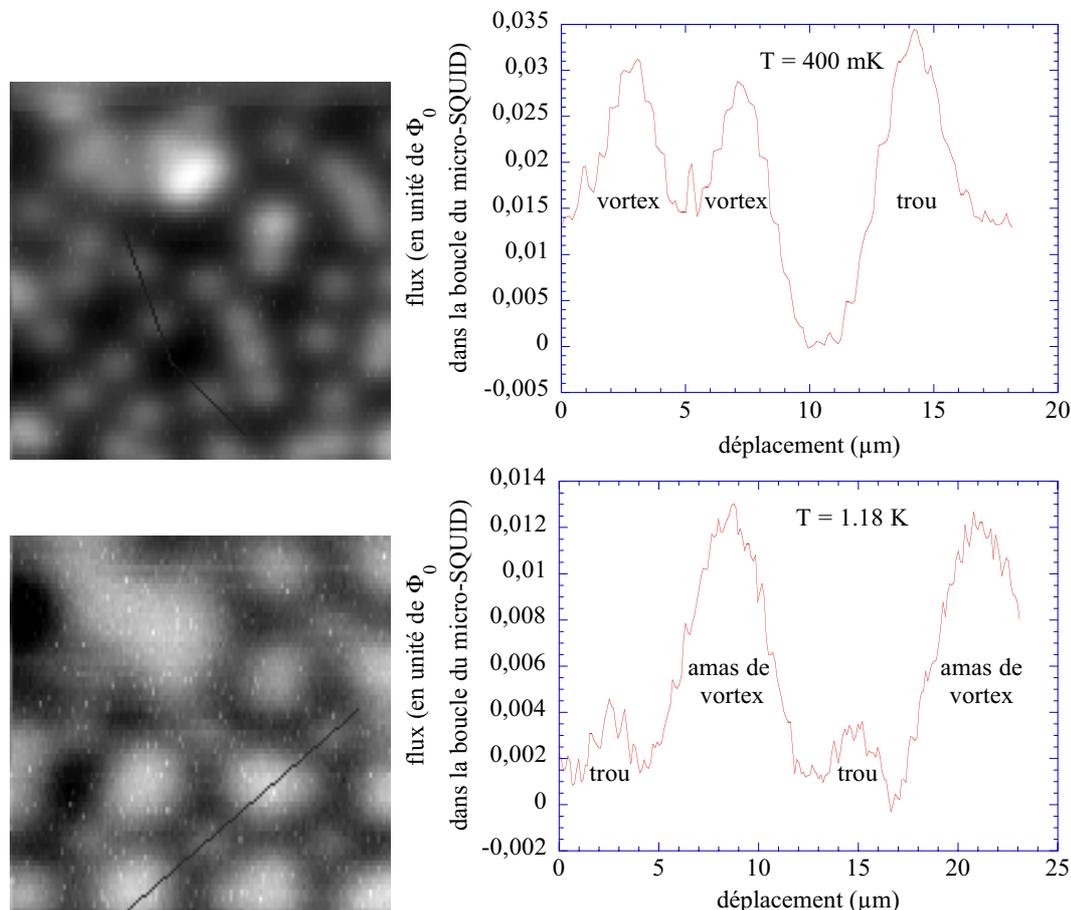


FIG. 5.17 – Profil magnétique (à droite) des images (à gauche) ( $28 \times 28 \mu\text{m}^2$ ) réalisées par le microscope SQUID-FM après refroidissement sous un champ magnétique de  $1.14 \text{ G}$ . La température est de  $400 \text{ mK}$  (en haut) et de  $1.18 \text{ K}$  (en bas).

Finalement lorsque la température est de  $T = 1.2 \text{ K}$ , le contraste magnétique demeure seulement autour des trous. En effet, l'Al apparaît magnétiquement uniforme tandis que certains trous dans lesquels réside un vortex, sont cerclés d'un contraste magnétique différent. D'après cette image, il est probable que pour de telles conditions de température et de champ, l'échantillon ne soit plus dans l'état mixte mais qu'il soit dans l'état de supraconductivité localisée. Ce dernier état correspond à la nucléation de la supraconductivité à la surface des trous et sur les bords de l'échantillon pour un champ magnétique compris entre  $H_{c2}$  et  $H_{c3}$  ( $H_{c3} = 1.69H_{c2}$ ) alors que le reste de l'échantillon reste dans l'état normal. Ceci se confirme par la valeur des conditions expérimentales. En effet, la température est de  $1.2 \text{ K}$  ce qui correspond à un champ critique  $H_{c2} = 0.9 \text{ G}$  d'après les mesures de transport, d'où  $H_{c3} = 1.5 \text{ G}$ . L'image a donc été réalisée pour un champ magnétique de  $H = 1.14 \text{ G}$  compris entre  $H_{c2}(T = 1.2 \text{ K})$  et  $H_{c3}(T = 1.2 \text{ K})$ : l'échantillon est dans l'état normal sauf dans un anneau de largeur  $\sim \xi$  autour des trous. La circulation de courants supraconducteurs dans cet anneau force la quantification du flux magnétique à l'intérieur du trou.

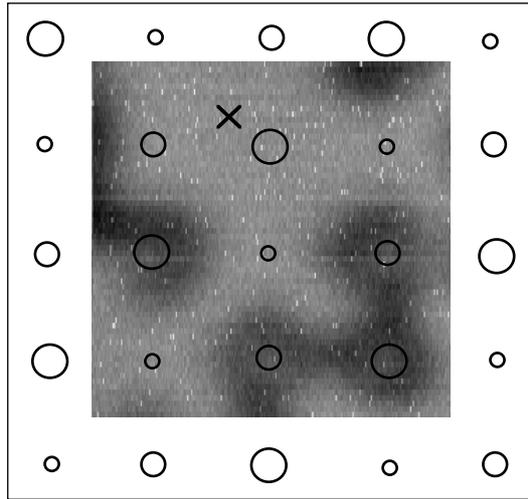


FIG. 5.18 – Comparaison entre l'image magnétique du film d'Al refroidi à  $1.2\text{ K}$  sous un champ de  $1.14\text{ G}$  et une vue schématique du réseau de trou sous-jacent. La croix signale l'emplacement d'un défaut important dans le film d'Al qui perturbe l'ordre magnétique. Les trous de plus petit diamètre n'écrantent plus le champ magnétique.

Cette dernière image ( $T = 1.2\text{ K}$ ) confirme également le rôle de la taille des trous. La figure 5.18 schématise la disposition du réseau de trous par rapport à la distribution du flux magnétique. La croix marque la présence d'un défaut dans la couche d'Al qui entraîne un piégeage magnétique fort et perturbe l'organisation des vortex: ce défaut est visible sur les trois images de la figure 5.16. Le contraste magnétique a totalement disparu au-dessus des petits trous mais demeure dans le cas des plus grands trous: l'état de supraconductivité de surface ne persiste qu'à la surface des trous de plus grand diamètre. Cette dépendance de  $H_{c3}$  en fonction de la taille du défaut colonnaire, est confirmé théoriquement par S. Buzdin [86]: il montre que  $H_{c3}$  tend vers  $H_{c2}$  lorsque la taille du défaut diminue, et tend vers  $1.69 H_{c2}$  lorsque cette taille diverge.

#### 5.4.6 Relaxation du réseau de vortex

Nous présentons ici une observation sur la relaxation de la distribution de vortex dans le réseau de trou. Ce phénomène de relaxation a été visualisé à travers deux images de la même zone de l'échantillon réalisées à deux instants consécutifs (cf. figure 5.19).

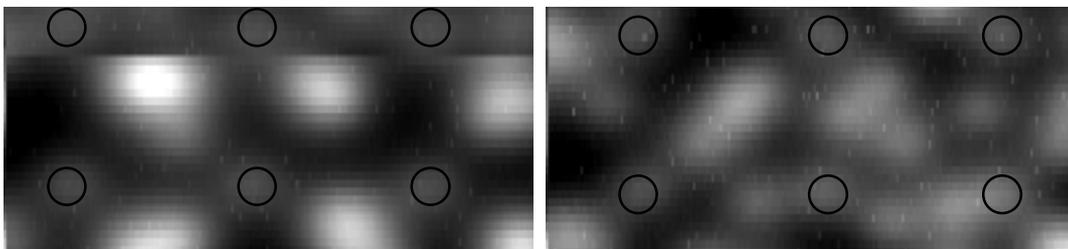


FIG. 5.19 – Deux images réalisées avec le microscope SQUID-FM à deux instants différents pour une température de  $400\text{ mK}$  sous un champ magnétique de  $1.14\text{ G}$ . (gauche) L'image a été faite directement après avoir refroidi l'échantillon à  $400\text{ mK}$ . (droite) L'image a été réalisée 20 minutes après le refroidissement à  $400\text{ mK}$ .

La première image a été faite directement après avoir refroidi rapidement l'échantillon de  $1.18\text{ K}$  jusqu'à  $400\text{ mK}$  sous un champ magnétique de  $1.14\text{ G}$ . On constate alors la même configuration du flux magnétique que celle observée dans la figure 5.16 pour une température de  $1.18\text{ K}$ : l'organisation magnétique a été gelée dans son état à "haute température" par un refroidissement rapide de l'échantillon.

La deuxième image a été réalisée à la suite de la première sans rien changer ( $T = 400\text{ mK}$ ,  $H = 1.14\text{ G}$ , sans cyclage thermique). L'intervalle de temps entre les deux images est de 20 minutes. Dans ce deuxième cas, les vortex ne sont plus ordonnés: par rapport à l'image précédente, ils ont relaxé vers une position d'équilibre qui minimise leur énergie. En effet, comme  $\lambda$  diminue à basse température, les forces répulsives entre vortex (cf. equation 1.4) augmentent: les vortex ne peuvent alors plus rester en amas aux interstices des trous. De plus comme  $\xi$  diminue, les vortex deviennent sensibles aux défauts de la couche d'Al et ont tendance à être attirés par ces centres de piégeage aléatoirement répartis dans le film. A basse température, l'énergie d'activation thermique est faible et les vortex se déplacent difficilement. Cependant, après un temps suffisamment long, les vortex finissent par adopter une configuration en fonction des forces répulsives entre vortex et des forces attractives des centres de piégeage. Finalement la distribution de vortex observée sur la première image correspond à un état métastable du système et au cours du temps, cette distribution (deuxième image) tend vers un état de plus basse énergie.

## 5.5 Conclusion et perspectives

Nous avons donc réussi à visualiser une distribution de vortex dans un film d'Al perforé ce qui n'avait encore jamais été observé dans ce matériau. Cette distribution de vortex est régie non seulement par le réseau de défauts contenu dans le supraconducteur mais aussi par la distance inter-vortex, les forces répulsives entre vortex et l'énergie d'activation thermique. Dans un premier temps, nous avons mis en évidence le rôle de la taille des défauts. Sur la base de nos observations, nous avons constaté qu'à faible densité de flux magnétique, les vortex siègent préférentiellement dans les trous de plus grande taille, ceci est en accord avec les prédictions théoriques.

Nous nous sommes principalement intéressés au piégeage des vortex en fonction de la température. En jouant sur la température, nous avons observé comment les vortex s'organisent à travers le réseau régulier de défauts. A basse température, les longueurs caractéristiques des vortex ( $\xi$  et  $\lambda$ ) sont petites (typiquement de l'ordre de  $100\text{ nm}$ ). Par conséquent, les vortex deviennent des objets très localisés et la taille de leur cœur ( $\xi$ ) est du même ordre que celle des inhomogénéités de la couche d'Al: les vortex sont ancrés sur ces défauts aléatoirement répartis dans le supraconducteur. De plus l'énergie d'activation thermique est faible et les vortex sont peu mobiles. On observe alors une distribution désordonnée des vortex dans le film d'Al. Quand la température est proche de  $T_c$ ,  $\lambda$  et  $\xi$  divergent et les vortex ne sont plus sensibles aux impuretés de l'Al. De plus comme la force répulsive entre vortex est inversement proportionnelle à  $\lambda$ , elle diminue pour  $T \rightarrow T_c$  et les vortex rendus plus mobiles par l'énergie d'activation thermique, se regroupent en amas dans les interstices du réseau de trous. Finalement, dans les conditions où  $T = 1.2\text{ K}$  et  $H = 1.14\text{ G}$ , Nous avons été capables d'observer la supraconductivité localisée ainsi que la dépendance de  $H_{c3}(T)$  en fonction de la taille des défauts, c'est-à-dire que  $H_{c3}$  augmente de  $H_{c2}$  à  $1.69H_{c2}$  avec la température. C'est pourquoi, sur les images, la supraconductivité a disparu autour des petits trous et demeure autour des plus grands.

Finalement, nous avons observé la relaxation du réseau de vortex après un gel de cette distribution. En refroidissant l'échantillon en quelques secondes, nous avons imagé la configuration

ordonnée du flux magnétique gelée dans son état proche de  $T_c$ . Une image réalisée 20 minutes après ce refroidissement brutal montre que le réseau a relaxé vers une distribution désordonnée de vortex. Cette relaxation est le résultat de l'interaction répulsive entre vortex et des centres de piégeage qui deviennent plus efficaces à basse température.

## Conclusion

Nous avons conçu et réalisé un microscope associant l'imagerie du champ magnétique à l'échelle micrométrique avec l'imagerie topographique en champ proche, destiné à l'étude de la supraconductivité et du magnétisme à basse température. L'intégration du microscope à micro-SQUID dans un réfrigérateur à dilution offre un domaine d'étude encore inexploité en imagerie magnétique.

Le champ magnétique est mesuré par un micro-SQUID qui est une boucle de  $1 \mu\text{m}$  de diamètre fabriquée par lithographie électronique et comportant deux jonctions Josephson. Le choix du micro-SQUID s'est très vite imposé par ses caractéristiques intrinsèques: il offre une résolution spatiale de  $200 \text{ nm}$  (donnée par la largeur des bras de la boucle) et une sensibilité magnétique de  $10^{-5} \Phi_0/\sqrt{Hz}$ . Une telle sensibilité signifie que le micro-SQUID est capable de mesurer des champs magnétiques aussi faibles que  $2 \times 10^{-8} T/\sqrt{Hz}$ . L'imagerie topographique est implémentée à travers la microscopie de force. Un résonateur mécanique à quartz en forme de diapason constitue le capteur de force. Le diapason maintient la pointe de Si contenant le micro-SQUID à quelques dizaines de nanomètres de la surface de l'échantillon et permet de connaître la topographie de l'échantillon. En mode d'imagerie, le microscope atteint une sensibilité magnétique de  $10^{-3} \Phi_0/\sqrt{Hz}$  et une résolution spatiale magnétique inférieure à  $2 \mu\text{m}$ .

En générale les supraconducteurs admettent le champ magnétique sous forme de vortex, chaque vortex portant un quantum de flux magnétique. La physique des vortex dans les supraconducteurs est un domaine de recherche qui a commencé au début des années 70 et qui est toujours de toute première importance car la compréhension la plus totale de cet état de la matière représente un enjeu technologique important. Grâce au microscope actuel, nous avons pu observer la dynamique des vortex dans un film d'Al contenant un réseau de trous. Nous avons étudié les interactions entre la distribution des vortex et le réseau artificiel de centres de piégeage (les trous). Nous avons mis en évidence le rôle de la taille des défauts sur l'ancrage des vortex. Une étude en température a permis d'observer le dépiégeage des vortex. A basse température, les vortex sont fortement piégés par les trous et les impuretés de la couche d'Al: la distribution des vortex est alors désordonnée. Quand la température est proche de  $T_c$ , les vortex présents dans la couche supraconductrice ne sont plus sensibles aux impuretés de l'Al et ils se regroupent en amas dans les interstices du réseau de trous. Finalement, en augmentant encore la température, les images réalisées montrent que la supraconductivité persiste seulement autour des trous de plus grands diamètres: c'est l'état de supraconductivité localisée encore jamais observé de façon directe. La dernière observation porte sur la relaxation du réseau de vortex. Un réseau de vortex "gelé" par un refroidissement rapide dans sa configuration ordonnée proche de  $T_c$ , finit par relaxer vers une distribution désordonnée sous l'action des interactions vortex/vortex et vortex/trou. Cette distribution désordonnée correspond à un état de plus basse énergie pour le système. L'aluminium constitue un matériau de choix pour ces études à cause de sa grande longueur de cohérence mais l'observation directe n'était pas possible à ce jour car aucun autre microscope ne permettait d'atteindre des températures inférieures à la température de transition de l'Al ( $T_c = 1.23 \text{ K}$ ).

Actuellement, le microscope fonctionne jusqu'à une température de  $450\text{ mK}$ . Une meilleure isolation thermique permettra une imagerie à plus basse température encore. L'observation de vortex dans une couche d'Al perforée est une première étape dans l'observation des distributions magnétiques par sonde locale à très basse température. Ce microscope est un outil original. A partir de l'expérience acquise, nous envisageons l'étude de la dynamique des vortex dans des réseaux de fils supraconducteurs, en particulier des réseaux de jonctions Josephson. Dans le cadre de cette nouvelle étude, le micro-usinage de la pointe du micro-SQUID que nous avons mis au point pendant cette thèse, permettra d'optimiser la résolution spatiale. Une nouvelle génération de micro-SQUID est en cours d'étude qui permettra d'augmenter la fréquence de mesure et par conséquent d'améliorer la sensibilité du capteur de flux jusqu'à un facteur 100.

Le microscope est basé sur l'association originale du micro-SQUID comme sonde magnétique et du diapason comme sonde topographique. Le principe modulaire de la tête sonde ouvre des possibilités nouvelles pour l'imagerie avec d'autres sondes. Le développement des différents aspects du microscope (en particulier la tête sonde, l'électronique numérique d'asservissement et les déplacements piézo-électriques), la confection des échantillons, les mesures et leur interprétation ont donné un caractère multi-disciplinaire au travail de cette thèse.

# Bibliographie

- [1] P.G. De Gennes. *Superconductivity of metals and alloys*. Addison-Wesley, 1966.
- [2] M. Tinkham. *Introduction to Superconductivity*. Mc Graw Hill, 1996.
- [3] L.P. Levy. *Magnétisme et supraconductivité*. InterEditions/CNRS Editions, 1997.
- [4] S.J. Bending. *Advances in Physics*, 48:449, 1999.
- [5] J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, K.A. Moler, V.G. Kogan, J.R. Clem, and A.J. Turberfield. *Appl. Phys. Lett.*, 74:4011, 1999.
- [6] A.A. Abrikosov. *Sov. Phys. JETP*, 5:1174, 1957.
- [7] M. Tinkham. *Phys. Rev.*, 129:2413, 1963.
- [8] J. Pearl. *Appl. Phys. Lett.*, 5:65, 1964.
- [9] G.D. Cody and R.E. Miller. *Phys. Rev.*, 173:481, 1968.
- [10] R.E. Miller and G.D. Cody. *Phys. Rev.*, 173:494, 1968.
- [11] B.L. Brandt, R.D. Parks, and R.D. Chaudhari. *J.Low Temp. Phys.*, 4:41, 1971.
- [12] M.D. Maloney, F. de la Cruz, and M. Cardona. *Phys. Rev. B*, 5:3558, 1972.
- [13] K. Hasselbach, D. Mailly, and J.R. Kirtley. *cond-mat/0110517*.
- [14] L.H. Allen and J.H. Claassen. *Phys Rev. B*, 39:2054, 1989.
- [15] G.S. Mkrtchyan and V.V. Shmidt. *Sov. Phys. JETP*, 34:195, 1972.
- [16] O. Daldini, P. Martinoli, J.L. Olsen, and G. Berne. *Phys. Rev. Lett*, 32:218, 1974.
- [17] A.T. Fiory, A.F. Hebard, and S. Somekh. *Appl. Phys. Lett*, 32:73, 1978.
- [18] M. Baert, V.V. Metlushko, R. Jonckheere, V.V. Moshchalkov, and Y. Bruynseraede. *Phys. Rev. Lett*, 74:3269, 1995.
- [19] A. Bezryadin. *Thèse de l'U.J.F. Grenoble*. 1995.
- [20] M.J. Van Bael, L. Van Look, M. Lange, K. Temst, G. Güntherodt, V.V. Moshchalkov, and Y. Bruynseraede. *Physica C*, 341-348:965, 2000.
- [21] A. Hoffmann, P. Prieto, and I.K. Schuller. *Phys. Rev. B*, 61:6958, 2000.
- [22] H. Raffy, J.C. Renard, and E. Guyon. *Solid State Commun.*, 11:1679, 1972.

- [23] K. Harada, O. Kamimura, H. Kasai, T. Matsuda, A. Tonomura, and V.V. Moshchalkov. *Science*, 274:1167, 1996.
- [24] M. Baert, V.V. Metlushko, R. Jonckheere, V.V. Moshchalkov, and Y. Bruynseraede. *Europhys. Lett*, 29:157, 1995.
- [25] A.N. Grigorenko, G.D. Howells, S.J. Bending, J. Bekaert, M.J. Van Bael, L. Van Look, V.V. Moshchalkov, Y. Bruynseraede, G. Borghs, I.I. Kaya, and R.A. Stradling. *Phys. Rev. B*, 63:052504/1, 2001.
- [26] V.V. Moshchalkov, M. Baert, V.V. Metlushko, E. Rosseel, M.J. Van Bael, K. Temst, Y. Bruynseraede, and R. Jonckheere. *Phys. Rev. B*, 57:3615, 1998.
- [27] A. Bezryadin and B. Pannetier. *J. Low Temp. Phys.*, 102:73, 1996.
- [28] S.J. Bending, A.N. Grigorenko, R.G. Humphreys, M.J. Van Bael, J. Bekaert, L. Van Look, V.V. Moshchalkov, and Y. Bruynseraede. *Physica C*, 341-348:981, 2000.
- [29] J.E. Bonevich, K. Harada, H. Kasai, T. Matsuda, T. Yoshida, G. Pozzi, and A. Tonomura. *Phys. Rev. B*, 49:6800, 1994.
- [30] N. Osakabe, H. Kasai, T. Kodama, and A. Tonomura. *Phys. Rev. Lett.*, 78:1711, 1997.
- [31] J.E. Bonevich, K. Harada, H. Kasai, T. Matsuda, T. Yoshida, and A. Tonomura. *Phys. Rev. B*, 50:567, 1994.
- [32] G. Binnig, C.F. Quate, and C. Gerber. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930, 1986.
- [33] A. Volodin, K. Temst, C. Van Haesendonck, and Y. Bruynseraede. *Rev. Sci. Instrum.*, 71:4468, 2000.
- [34] H.J. Hug, A. Moser, I. Parashikov, B. Stiefel, O. Fritz, H.J. Güntherodt, and H. Thomas. *Physica C*, 235-240:2695, 1994.
- [35] H. Träuble and U. Essmann. *Phys. Stat. sol.*, 18:813, 1966.
- [36] N.V. Sarma and J.R. Moon. *Phil. Mag.*, 16:433, 1967.
- [37] A. Oral, S.J. Bending, and M. Henini. *Appl. Phys. Lett.*, 69:1324, 1996.
- [38] J. Siegel, J. Witt, N. Venturi, and S. Field. *Rev. Sci. Instrum.*, 65:2520, 1995.
- [39] P.E. Goa, H. Hauglin, M. Baziljevich, E. Il'yashenko, P.L. Gammel, and T.H. Johansen. *Supercond. Sci. Technol.*, 14:729, 2001.
- [40] J.R. Kirtley, M.B. Ketchen, K.G. Stawiasz, J.S. Sun, W.J. Gallagher, S.H. Blanton, and S.J. Wind. *Appl. Phys. Lett.*, 66:1138, 1995.
- [41] J.R. Kirtley, C.C. Tsuei, M. Rupp, J.S. Sun, L.S. Yu-Jahnes, A. Gupta, M.B. Ketchen, K.A. Moler, and M. Bhushan. *Phys. Rev. Lett.*, 76:1336, 1996.
- [42] O.V. Lounasmaa. *Experimental Principles and Methods Below 1 K*. Academic Press, 1974.
- [43] D. Koelle, R. Kleiner, F. Ludwig, E. Dantsker, and J. Clarke. *Rev. Mod. Phys.*, 71:631, 1999.
- [44] C. Chapelier, M. El Khatib, P. Perrier, A. Benoit, and D. Mailly. *Superconducting Devices and their Applications*, volume edited by H. Koch and H. Lübbig. Springer Verlag, 1991.

- [45] G. Cernicchiaro. *Thèse de l'Université Joseph Fourier*. 1997.
- [46] E. Bonnet. *Thèse de l'Université Joseph Fourier*. 1999.
- [47] J.F. Garnier. *Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble*. 1984.
- [48] G. Bruhat. *Electricité*. Masson, 1963.
- [49] K. Karrai and R.D. Grober. *Appl. Phys. Lett.*, 66:1842, 1995.
- [50] Gamberini SARL. *Crolles*, France.
- [51] F. Ayela, J.L. Bret, J. Chaussy, T. Fournier, and E. Mngaz. *Rev. Sci. Instrum.*, 71:2211, 2000.
- [52] J. Caultet. *Thèse de l'Université de Paris IX*. 1998.
- [53] Revue technique Jauch. *E.B.S France*.
- [54] G.W. Taylor, J.J. Ganepain, T.R. Meeker, T. Nakamura, and L.A. Shuvalov. *Piezoelectricity - ferroelectricity and related phenomena, vol. 4*. Gordon and Breach Science Publishers.
- [55] K. Karrai and R.D. Grober. *Ultramicroscopy*, 61:197, 1995.
- [56] F.J. Giessibl. *Appl. Phys. Lett.*, 76:1470, 2000.
- [57] R.D. Grober, J. Acimovic, J. Schuck, D. Hessman, P.J. Kindlemann, J. Hespanha, A.S. Morse, K. Karrai, I. Tiemann, and S. Manus. *Rev. Sci. Instrum.*, 71:1, 2000.
- [58] J. Rychen, T.I. Studerus, A. Herrmann, K. Ensslin, H.J. Hug, P.J.A. van Schendel, and H.J. Güntherodt. *Rev. Sci. Instrum.*, 71:1695, 2000.
- [59] J.P. Cleveland, B. Anczykowski, A.E. Schmid, and V.B. Elings. *Appl. Phys. Lett.*, 72:2613, 1998.
- [60] W.H.J. Rensen, N.F. van Hulst, A.G.T. Ruiter, and P.E. West. *Appl. Phys. Lett.*, 75:1640, 1999.
- [61] H. Bielefeldt and F.J. Giessibl. *Surface Science*, 440:863, 1999.
- [62] F.J. Giessibl. *Phys. Rev. B*, 56:16010, 1997.
- [63] H. Hölscher, W. Allers, U.D. Schwarz, and R. Wiesendanger. *Phys. Rev. B*, 62:6967, 2000.
- [64] H. Hölscher, W. Allers, U.D. Schwarz, and R. Wiesendanger. *Phys. Rev. Lett.*, 83:4780, 1999.
- [65] U. Düring, H.R. Steinauer, and N. Blanc. *J. Appl. Phys.*, 82:3641, 1997.
- [66] N. Moussy, H. Courtois, and B. Pannetier. *Rev. Sci. Instrum.*, 72:128, 2001.
- [67] R.R. Comte. *Eléments de cryogénie*. Masson et Cie, 1970.
- [68] M. Bravin and D.M. Chen. *non publié*.
- [69] G. Nunes Jr. and D. Williams. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 13:1063, 1995.
- [70] G. Hähner and N. Spencer. *Physics Today*, page 22, sept. 1998.
- [71] F.P. Bowden and D. Tabor. *The Friction and Lubrification of Solids*. Clarendon Press, 1985.

- [72] C.M. Harris. *Shock and vibration*. Mc Graw Hill, 4th edition.
- [73] G. Binnig and D.P.E. Smith. *Rev. Sci. Instrum.*, 57:1688, 1986.
- [74] Inc Piezo System. *T220-A4 brass*.
- [75] S.H. Pan, E.W. Hudson, and J.C. Davis. *Rev. Sci. Instrum.*, 70:1459, 1999.
- [76] J.R. Kirtley, V.G. Kogan, J.R. Clem, and K.A. Moler. *Phys. Rev. B*, 59:4343, 1999.
- [77] J.R. Clem. *J.Low Temp. Phys.*, 18:427, 1975.
- [78] J. Pearl. *J. Appl. Phys.*, 37:4139, 1966.
- [79] J.R. Clem. *American Institute of Physics*, 59:245, 1980.
- [80] A.M. Chang, H.D. Hallen, H.F. Hess, H.L. Kao, J. Kwo, A. Sudbø, and T.Y. Chang. *Europhys. Lett.*, 20:645, 1992.
- [81] B.J. Roth, N.G. Sepulveda, and J.P. Wikswo. *J. Appl. Phys.*, 65:361, 1989.
- [82] C. Reichhardt, G.T. Zimányi, and N. Grønbech Jensen. *Phys. Rev. B*, 64:014501–1, 2001.
- [83] V.V. Moshchalkov, M. Baert, V.V. Metlushko, E. Rosseel, M.J. Van Bael, K. Temst, R. Jonckheere, and Y. Bruynseraede. *Phys. Rev. B*, 54:7385, 1996.
- [84] N. Takezawa and K. Fukushima. *Physica C*, 228:149, 1994.
- [85] I.B. Khalfin and B.Y. Shapiro. *Physica C*, 207:359, 1993.
- [86] A.I. Buzdin. *Phys. Rev. B*, 47:11416, 1993.

## Résumé

Nous avons conçu et réalisé un microscope associant l'imagerie du champ magnétique à l'échelle micrométrique avec l'imagerie topographique en champ proche, destiné à l'étude de la supraconductivité et du magnétisme à basse température. L'intégration du microscope à micro-SQUID dans un réfrigérateur à dilution offre un domaine d'étude encore inexploré en imagerie magnétique. Le champ magnétique est mesuré par un micro-SQUID qui est une boucle de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre fabriquée par lithographie électronique et comportant deux jonctions Josephson. L'imagerie topographique est implémentée à travers la microscopie de force. Un résonateur mécanique à quartz en forme de diapason constitue le capteur de force. Il maintient la pointe de Si contenant le micro-SQUID à quelques dizaines de nanomètres de la surface de l'échantillon et permet de connaître la topographie. En mode d'imagerie, le microscope atteint une sensibilité magnétique de  $10^{-3} \Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$  et une résolution spatiale magnétique inférieure à 2  $\mu\text{m}$ . A l'aide du microscope, nous avons observé la dynamique des vortex dans un film d'aluminium contenant un réseau de trous. Nous avons pu mettre en évidence le rôle de la taille des trous, le dépiégeage des vortex quand la température approche  $T_c$ , la supraconductivité de surface et la relaxation de la distribution des vortex au cours du temps.

---

**Title :** Magnetic imaging by scanning micro-SQUID microscopy at low temperature.

## Abstract

We have conceived and built a microscope associating magnetic imaging at micrometer scale with near field topographic imaging for applications in superconductivity and magnetism. The integration of the micro-SQUID microscope in a dilution refrigerator offers an unexplored field in magnetic imaging. The magnetic field is detected by a micro-SQUID consisting of a 1 micrometer diameter loop interrupted by two Josephson junctions, the micro-SQUID is patterned by electron beam lithography. Topographic imaging is achieved using force microscopy. A quartz tuning fork used as mechanical resonator detects the surface forces. The tip of the silicon chip carrying the micro-SQUID is maintained at a distance of a few nanometers of the sample's surface, giving rise to the topographic image. During imaging the microscope has a magnetic flux sensitivity of  $10^{-3} \Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$  and magnetic spatial resolution better than 2 micrometers. The microscope has allowed us to observe vortex dynamics in a aluminum antidot lattice. We have showed the influence of the antidot size on the pinning of the vortices, the thermal depinning of the vortices at temperatures close to  $T_c$ , surface superconductivity and the time relaxation of the quenched vortex distribution.

---

**Discipline :** Physique de la matière condensée

**Mots-clefs :** SQUID, imagerie, vortex, supraconductivité, microscopie en champ proche, basse température.

**Centre de Recherches sur les Très Basses Températures,**  
Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier  
CRTBT\_CNRS, 25 av. des Martyrs, BP 166, 38042 Grenoble Cedex 9  
<http://www-crtbt.polycnrs-gre.fr>