



HAL
open science

PROPRIETES DE TRANSPORT SOUS CONTRAINTES MECANIQUE DE RUBANS SUPRACONDUCTEURS

Anca Antonevici-Charrier

► **To cite this version:**

Anca Antonevici-Charrier. PROPRIETES DE TRANSPORT SOUS CONTRAINTES MECANIQUE DE RUBANS SUPRACONDUCTEURS. Supraconductivité [cond-mat.supr-con]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2006. Français. NNT: . tel-00138989

HAL Id: tel-00138989

<https://theses.hal.science/tel-00138989>

Submitted on 28 Mar 2007

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.

Thèse

présentée par

Anca ANTONEVICI-CHARRIER

Pour obtenir le titre de docteur de l'Université Joseph Fourier - Grenoble 1

(Arrêté ministériel du 30 mars 1992)

Spécialité : **Physique**

Propriétés de transport sous contrainte mécanique de rubans supraconducteurs

Date de soutenance : Le 21.12.2006 à Grenoble

Composition du jury : :

M. Michel Decroux	Rapporteur
M. Philippe Galez	Rapporteur
M. Jean Marc Pelletier	Examineur
Mme. Catherine Villard	Directrice de thèse
M. André Sulpice	Co-directeur de thèse

Thèse préparée au sein du CRTBT et du CRETA

CNRS de Grenoble, BP 166, 25 avenue des martyrs, 38042 Grenoble cedex 09

(Laboratoires associés à l'Université Joseph Fourier - Grenoble)

Résumé

Les "coated conductors" (CCs), ou films épais ReBCO déposés sur substrats métalliques flexibles, sont des matériaux au grand potentiel industriel mais encore peu connus du fait de leur émergence récente. Les applications à base de CCs créent des contraintes mécaniques inhérentes sur ces matériaux qui ne doivent pas détériorer leurs propriétés électriques.

Ce travail de thèse a pour objectif d'évaluer l'influence de la contrainte mécanique sur les propriétés de transport et sur la morphologie des CCs. La corrélation entre les différentes techniques d'investigation que sont les mesures de courant critique de température critique, avec ou sans champ magnétique, l'imagerie magnéto-optique et/ou électronique apportent des informations précieuses. La synthèse des résultats obtenus nous a donné des indications technologiques sur ces échantillons fournis par l'industriel Theva-GmbH, mais nous ont amené également à une étude plus fondamentale de leurs propriétés de transport.

Abstract

Superconducting films on flexible substrates or "coated conductors" are the new materials with large industrial potential, but little known because of their recent development. The applications based on the coated conductors induce some mechanical stresses on the material, which may cause some degradations of electrical properties.

This work aims to evaluate the mechanical stresses influence on transport properties and on morphology of coated conductors. Different techniques were used, like critical current and critical temperature measurements, high magnetic fields, magneto-optical imaging and scanning electron microscopy. The results obtained give us a technological information on these samples supplied by Theva-GmbH, but also brings us to a fundamental study of their transport properties.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au CNRS de Grenoble, et plus particulièrement au sein du Consortium de Recherches pour l'Émergence des Technologies Avancées (CRETA) et du centre de Recherche pour les très Basses Températures (CRTBT). Je tiens à remercier Monsieur Hébral, puis Monsieur Beaugnou ainsi que Monsieur Godfrin puis Monsieur Sulpice pour m'avoir accueillie au sein de leur unité respective.

J'exprime mes sincères remerciements à Monsieur Michel Decroux, Directeur de Recherches au MANEP, Université de Genève et à Monsieur Philippe Galez, Professeur à l'Université de Annecy, pour m'avoir fait l'honneur d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie Monsieur Jean-Marc Pelletier de présider mon jury.

Je remercie Catherine, ma directrice de thèse, pour m'avoir proposée un sujet aussi riche et intéressant. Ses idées et ses encouragements ont été cruciales pour l'avancement de ce travail. Elle reste pour moi le modèle de femme de Science et sans son aide ce manuscrit n'aurait pas été ce qu'il est.

Je remercie également André qui a codirigé ce travail. Ses remarques ont toujours été pleines de bon sens et rigueur et son aide au début de ce travail très précieux. Je lui remercie pour sa grande gentillesse.

Je remercie à Daniel pour tout ce qu'il m'a appris pendant mon stage de DEA, pour son aide constante, disponibilité et son amitié.

Merci, merci, merci Sophie, ma collègue de bureau pour m'avoir épauler pendant ces trois ans, pour ta chaleur et bonne humeur, pour ton amitié. Tes conseils ont toujours été précieux, tes encouragements si bienfaisants.

Merci Laureline pour ta chaleur et pour ton grand coeur et pour les discussions sur les projets

futurs.

Un grand merci à Pierre-Frédéric pour son amitié et son grand coeur. Ses conversations font toujours plaisir et remontent le moral. Et son savoir-faire qui a bien souvent été déterminant pour le montage de manip.

Pierre Brosse a été le "cerveau" de la partie mécanique. C'est grâce à lui que les dispositifs ont été réalisés. Il a toujours eu un sourire et un bon conseil à m'offrir et je lui en remercie. Merci aussi à Yannick et aux autres cryogénistes du BT pour leur aide précieuse.

Ces trois années se sont déroulées dans une atmosphère pleine de bonne humeur, d'amitié et de fous rires. Je remercie ma grande famille d'accueil, le CRETA ! Merci Alain pour les blagues quotidiennes, pour l'aide quand ça ne marchait plus. Antoine pour ses incursions dans les BDs, Jean pour la pêche contagieuse. Merci Cécile pour les confidences et pour les soirées bières (c'est à refaire !), Justine pour ses sourires chipie, Tristan et Andreea le duo du tonnerre pour le grand sourire, Zaza pour les déblocages informatiques et sa camaraderie, Merci aussi à tout le monde du CRETA : Patricia, Paul, Eric, Jean-Louis, Estelle, Nathalie, Sophie, Sylvain, Franck, Bertrand, Madeleine, Thomas, Evangeline, Laure, pour leur bonne humeur.

Grand merci à MarieDo, le capitaine du CRETA !

Un très grand merci à Ioana et Mariana, mes compatriotes, toujours prêtes à m'aider, toujours montrant un sourire. Je vous souhaite beaucoup de chance !

Tous les techniciens et ingénieurs de Nanofab pour leur aide en salle blanche lors de mes moments de panique Bruno Fernandez, Christophe Lemonias, et bien sur Thierry Fournier et Thierry Crozes.

Merci à Philippe Odier pour les spectres RX de Coated Conductors

Merci à Dimitri, pour son amour, pour être toujours près de moi et m'avoir soutenu tout le long.

Merci à mes parents grâce auxquels je suis arrivée là, mon père pour m'avoir appris la physique et m'avoir soutenu, ma mère pour m'avoir encouragée et mon grand-père pour croire en moi. Merci de m'avoir donné des ailes et de l'amour !

Et merci à tous !

Table des matières

Introduction générale	vii
1 Rubans souples YBCO et propriétés de transport	ix
1.1 Introduction	xi
1.2 Elaboration, caractéristiques et enjeux des rubans souples YBCO	xii
1.2.1 Etat de l'art	xii
1.2.1.1 Architecture des conducteurs déposés	xii
1.2.1.2 Différentes techniques d'élaboration	xiv
1.2.2 Exemple des conducteurs de Theva-GmbH	xvi
1.2.3 Caractéristiques et évolution des CCs fabriqués chez Theva	xviii
1.2.3.1 Rudiments de magnéto-optique	xix
1.2.3.2 Microstructure et défauts des CCs	xxi
1.3 Propriétés de transport	xxiv
1.3.1 Bref rappel des paramètres de la supraconductivité	xxiv
1.3.2 Différents régimes de dissipation	xxvi
1.3.3 Difficultés de mesure rencontrées	xxviii
1.3.3.1 Le point chaud ("hot spot")	xxviii
1.3.3.2 La résistance des contacts	xxxi
1.4 Conclusions	xxxiv
2 Tenue sous contrainte mécanique - rôle du substrat	xxxix
2.1 Introduction	xli
2.2 Court rappel de mécanique des solides	xli

2.3	Dispositifs expérimentaux	xlili
2.3.1	La traction uni-axiale	xliii
2.3.2	La flexion	xliv
2.3.3	Le cryostat pressurisé	xlvi
2.4	Comportement mécanique du substrat	xlix
2.5	Comportement mécanique des rubans sous traction uniaxiale	li
2.5.1	Courbe représentative (I_c, σ, ε)	li
2.5.2	Aspects morphologiques liés à la plasticité	lii
2.5.2.1	Effet de la jauge de contrainte	liii
2.5.2.2	Effets des mors - artefacts de mesure et comment s'en affranchir .	lv
2.5.3	Propagation des fissures dans les couches céramiques	lvi
2.5.4	Bandes de Lüders	lviii
2.6	Essais de flexion	lix
2.6.1	Lien courbure - déformation	lx
2.6.2	Différence des comportements en flexion et traction	lxii
2.7	Discussions	lxiii
2.7.1	Panorama des différents échantillons testés	lxiii
2.7.2	Influence du relâchement de la contrainte	lxv
2.8	Conclusion	lxx
3	Propriétés physiques liées à la déformation mécanique	lxxiii
3.1	Introduction	lxxv
3.2	Domaine élastique	lxxv
3.2.1	Paramètres de maille et température critique	lxxv
3.2.2	Effet de la contrainte sur T_c et I_c	lxxix
3.2.2.1	Cas des rubans d'YBCO	lxxx
3.2.2.2	Cas des rubans DyBCO	lxxxiv
3.2.3	Corrélation entre T_c et I_c	lxxxv
3.2.4	Variation absolue $T_c(\varepsilon)$	lxxxviii
3.2.5	Variation $n(\varepsilon)$ et énergie de piégeage	lxxxix

3.3	Courant critique et dynamique associé aux fissures	xc1
3.3.1	Méthodes usuelles	xcii
3.3.2	Un outil original : le courant critique.	xciii
3.3.3	Conditions d'établissement d'un courant transverse	xcviii
3.3.4	Mesures transverses	xcix
3.4	Effets de redistribution du courant	cii
3.5	Conclusion	cvii
4	Champ magnétique et contraintes	cx1
4.1	Introduction	cxiii
4.2	Tenue sous champ en l'absence des contraintes mécaniques	cxiii
4.2.1	Dispositif expérimental	cxiii
4.2.2	Notions de piégeage des vortex dans les ReBCO	cxv
4.2.3	Comparaison avec les couches minces YBCO sur saphir	cxv
4.2.4	Effet du champ et de la température sur YBCO	cxvii
4.2.5	Défauts de croissance et tenue sous champ des CC-DyBCO	cxix
4.2.6	Effet du champ sur DyBCO	cxx
4.3	Contrainte sous champ : compression et traction des différents échantillons	cxixiii
4.3.1	Dispositif expérimental	cxixv
4.3.2	Résultats sous champ magnétique et contrainte mécanique	cxixvi
4.4	Conclusions	cxixviii
	Conclusion générale	cxixxi

Introduction générale

Dès la découverte de la supraconductivité, nous rêvons aux possibles applications réalisables avec ces matériaux en imaginant des dispositifs sans pertes électriques, avec un rendement optimal et des dimensions moins encombrantes que ceux à base de cuivre. Une première étape a été franchie avec la mise en oeuvre des supraconducteurs à basse température critique. Les premiers câbles supraconducteurs en NbSn₃ et NbTi travaillant dans hélium liquide ont été réalisés et l'importance du lien entre leurs propriétés mécaniques et leur capacité à transporter de l'électricité a vite été soulignée. L'étude de la supraconductivité a connu un nouveau élan dans les années 1980 une fois découverts les supraconducteurs à haute température critique. Parmi eux, les oxydes à base de cuivre ont prouvé leurs qualités incontestables à transporter des densités de courant critique élevées à 77 K (température de liquéfaction de l'azote) et sous l'application d'un champ magnétique intense. Toutefois, ces matériaux nécessitent une flexibilité et une résistance mécanique particulières pour être utilisables en électrotechnique. D'où la mise en oeuvre récente des coated conductors.

Ces nouveaux matériaux composites, constitués d'un film supraconducteur déposé sur un substrat métallique flexible, sont devenus le centre de l'attention de la recherche-matériau depuis une décennie. Plusieurs protocoles de mise en forme ont été établis dans le but d'obtenir des grandes longueurs de conducteur opérationnel à 77 K. Mais, entre autre, ces conducteurs doivent répondre aux exigences mécaniques requises lors de la mise en forme et du fonctionnement de câbles de transport d'électricité, de bobines de champ magnétique intense, de moteurs, transformateurs, etc. Le travail de cette thèse s'intéresse à l'impact de ces contraintes mécaniques inhérentes sur les propriétés de transport des coated conducteurs : courant critique, température critique et tenue sous champ magnétique.

Dans un premier chapitre nous faisons un tour rapide des différentes méthodes de fabrication des coated conducteurs à l'heure actuelle et nous nous arrêtons sur le procédé établi par l'industriel allemand Theva-GmbH pour la fabrication des coated conductors que nous avons utilisé par la suite. Les détails de fabrication par la technique de dépôts sur substrats inclinés et la morphologie de nos échantillons seront utiles pour la compréhension de leurs propriétés de transport.

Le deuxième chapitre présente les dispositifs de traction et flexion que nous avons conçus. Nous présentons aussi les limitations mécaniques introduites par le substrat métallique des échantillons. La résistance mécanique du substrat gouverne le comportement sous contrainte de ces rubans.

Dans le troisième chapitre, nous séparons les deux régimes caractérisant les aspects mécaniques des CCs. Ainsi, dans le domaine élastique du substrat de nos échantillons, l'application de la contrainte mécanique modifie finement les paramètres de maille et change légèrement les propriétés électroniques des échantillons influençant la température et le courant critiques. Le domaine plastique du substrat est associé à la fracture de la couche céramique déposée. Nous étudierons ici les phénomènes liés à la redistribution du courant une fois que les premières fissures surgissent. Inversement, les mesures de courant critique nous donnent accès via la propagation des fissures dans la céramique supraconductrice aux aspects liés à la plasticité du substrat.

Le dernier chapitre représente une introduction aux études de tenue sous champ et sous contrainte mécanique. Dans un premier temps nous évaluons la tenue sous champ magnétique intense des échantillons. Ensuite, la mise en place du dispositif de mesure des propriétés de transport sous champ magnétique et sous contrainte mécanique est décrite. Finalement nous présentons quelques mesures de l'influence de la contrainte sur la tenue sous champ.

Chapitre 1

Rubans souples YBCO et propriétés de transport



Les CC-ISD chez Theva.

Contents

1.1	Introduction	xi
1.2	Elaboration, caractéristiques et enjeux des rubans souples YBCO	xii
1.2.1	Etat de l'art	xii
1.2.2	Exemple des conducteurs de Theva-GmbH	xvi
1.2.3	Caractéristiques et évolution des CCs fabriqués chez Theva	xviii
1.3	Propriétés de transport	xxiv
1.3.1	Bref rappel des paramètres de la supraconductivité	xxiv
1.3.2	Différents régimes de dissipation	xxvi
1.3.3	Difficultés de mesure rencontrées	xxviii
1.4	Conclusions	xxxiv

1.1 Introduction

La découverte des cuprates à haute température critique HTc (YBCO [1] et dérivées) à la fin des années 1980 a marqué le début d'une nouvelle ère, non seulement sur le plan fondamental, mais également du point de vue des applications industrielles. Ainsi, dans une période relativement courte, les ReBCO sont devenus des concurrents sérieux aux anciens BTc comme le NbSn₃ et NbTi, ainsi qu'aux conducteurs à base de Bismuth appelés aussi conducteurs HTc de 1^{re} génération. Leur capacité à transporter de grandes densités de courant critique de l'ordre du MA·cm⁻² à 77 K réduit considérablement le coût de refroidissement réalisé auparavant avec de l'hélium liquide. Parmi les supraconducteurs HTc, le YBCO a une autre qualité essentielle pour le développement des applications : une très bonne tenue sous champ magnétique à haute température. Un résumé des propriétés de HTc est présenté dans le Tab.1.1. On voit ici que les YBCO ont parmi les meilleurs J_c et tenue sous champ magnétique à 77 K, tandis que les BSCCO ont un J_c faible, bien que compensé par la capacité d'être mis sous la forme de câbles de forts courants critiques (I_c), ainsi qu'une tenue médiocre sous champ. Les familles des Tl et Hg font concurrence au YBCO, mais perdent du terrain à l'épreuve du champ magnétique. Ils sont de plus toxiques et donc difficilement utilisables à grande échelle.

Matériau	T_c	$J_c(77\text{ K})$	$H^*(77\text{ K})$	Commentaires	Références
YBCO	92 K	$4.5 \cdot 10^6 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	9 T	couche mince	Verebelyi, 2000, [2]
Bi-2212	85 K	$40 \cdot 10^3 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	0.2 T	couche mince	Villard, 2000, [3]
Bi-2223	-	$12\text{-}63 \cdot 10^3 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	0.16-0.34 T	couche mince	Schwartzkopf, 1999, [4]
Hg-1223	85 K	$10^4 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	5 T	massif	Fujinami, 1998, [5]
Hg-1212	124 K	$2.2 \cdot 10^6 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	2.4 T	couche mince, RABiTS	Xie, 2000, [6]
Tl-2212	99-102 K	$4\text{-}15 \cdot 10^5 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	-	couche mince	Cardona, 1993, [7]
Tl-2223	110 K	$10^6 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	-	couche mince	Jung, 1995, [8]
Tl-1212	90-93 K	$2 \cdot 10^4 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$	0.8 T	couche mince	Gapud, 1999, [9]

TAB. 1.1: Propriétés de quelques supraconducteurs HTc recueillis repris de plusieurs sources (d'après Feldman [10]). T_c et J_c sont respectivement la température critique et la densité de courant critique à 77 K en champ propre. H^* est le champ irréversible à 77 K au-dessus duquel le courant critique s'annule.

1.2 Elaboration, caractéristiques et enjeux des rubans souples YBCO

1.2.1 Etat de l'art

1.2.1.1 Architecture des conducteurs déposés

L'YBCO, et plus généralement les composés ReBCO, constituent donc une bonne base pour le développement des applications refroidies à l'azote liquide. Cependant, l'industrie a besoin essentiellement de conducteurs souples et résistants qui peuvent être enroulés facilement et qui résistent aux efforts mécaniques de mise en forme et de fonctionnement. C'est la raison pour laquelle, après l'étude préalable des massifs ReBCO et des films minces sur substrat monocristallin, les câbles à base de céramique supraconductrice déposée sur un substrat métallique souple ont émergés. Ces nouveaux conducteurs revêtus ou "coated conductors" (CCs) réunissent les espoirs d'une nouvelle génération de matériaux pour l'électrotechnique. L'architecture d'un CC est présentée dans la Fig.1.1.a. Un tel ruban est constitué d'un substrat métallique souple sur lequel une ou plusieurs couches céramiques epitaxiales sont déposées, suivies d'un film supraconducteur et d'une couche métallique de protection.

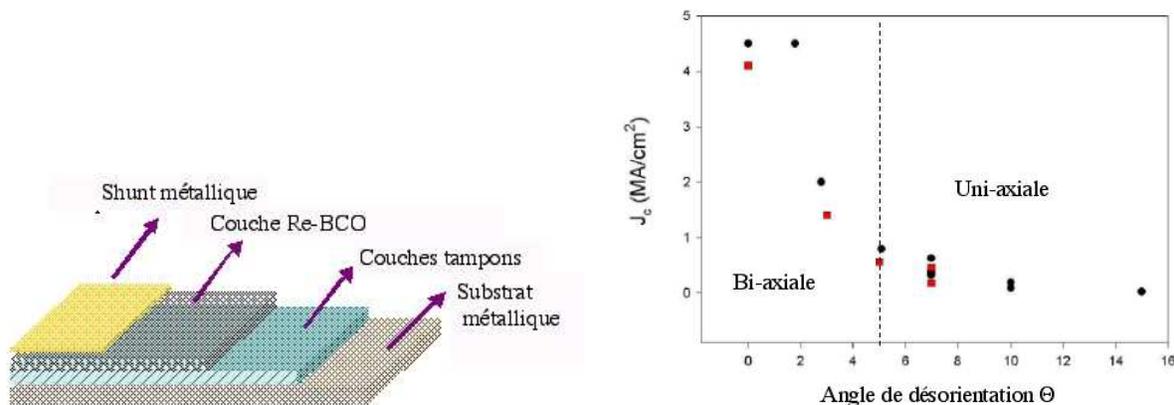


FIG. 1.1: (a) Architecture des supraconducteurs déposés sur substrats métalliques ou "coated conductors". (b) Dépendance de la densité de courant critique en fonction de l'angle moyen de désorientation entre les grains supraconducteurs et textures associées. D'après Verebelyi & al. [11].

Le choix du substrat des CCs est très important. On a besoin d'un métal inerte, non-magnétique, avec des coefficients de dilatation thermique semblables à celui des ReBCO (inférieur à 10 % d'écart, [12]). Il doit être souple, flexible, malléable, avec un bon état de surface et il ne doit pas s'oxyder violemment lors du dépôt. L'argent a été longtemps le candidat principal, mais étant donné sa faible tenue mécanique après les traitements thermiques, sa température de fusion basse de 960 ° C, sa grande conductibilité électrique qui génère des pertes ac, ainsi que son coût élevé, il a été vite remplacé par des alliages à base de Ni (Ni-Cr, Ni-W, Inconel, Hastelloy, etc.) ou de Cu.

Le dépôt des couches supraconductrices sur substrat métallique nécessite une ou plusieurs couches tampons intermédiaires, dont l'épaisseur typique varie de 0.5 à 3 μm . Les rôles principaux des couches tampons sont :

- ◇ d'adapter les contraintes mécaniques, issues de la différence de coefficients d'expansion thermique entre le supra et le substrat ou dus à la différence de paramètre de maille entre le substrat texturé et le supraconducteur.
- ◇ de constituer une barrière chimique de diffusion évitant la pollution du film par les éléments du substrat et/ou empêchant l'oxydation de ce dernier pendant le dépôt.
- ◇ d'imposer la texture de la couche supraconductrice lorsque le substrat ne possède aucune orientation. Induite par le substrat ou non, la couche tampon se doit de fournir une texture bi-axiale suffisante pour la croissance du film ReBCO. Ce dernier doit en effet posséder une texture bi-axiale pour atteindre des J_c supérieurs au $\text{MA}\cdot\text{cm}^{-2}$ (voir Fig.1.1.b).

Les CCs sont habituellement recouverts d'un shunt métallique (Au, Ag, Cu). Celui-ci constitue d'une part une barrière chimique contre les agents polluants extérieurs (essentiellement l'eau) et surtout préserve le degré d'oxygénation de la couche ReBCO, ce qui est très important pour les propriétés supraconductrices. D'autre part, le shunt protège électriquement (en cas de transition localisée) et thermiquement le film supraconducteur. Egalement, il facilite l'injection du courant en abaissant les résistances de contact. Pour cela, il doit absolument être réalisé sans exposition à l'air de la surface du film supraconducteur.

Les CCs sont des matériaux polycristallins, dont les joints de grains influencent considérablement les propriétés de transport. On observe typiquement (Fig.1.1.b) des valeurs de J_c supérieures à $10^6 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ dans le cas d'une texture bi-axiale (orientation imposée des axes a et c , par exemple)

et une désorientation inférieure à 5° , alors que J_c reste inférieur à $10^4 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ pour les textures uniaxiales [13], [14]. Pour réaliser cette texture bi-axiale optimale des CCs, plusieurs méthodes ont été employées. Mais les applications industrielles exigent des grands longueurs de conducteur souple (supérieures à 1 km) avec les mêmes propriétés électriques que ceux obtenus en laboratoire. L'obtention de longueur kilométrique est l'enjeu principal des CCs pour leur introduction dans le monde industriel.

1.2.1.2 Différentes techniques d'élaboration

1. *Substrat texturé*

Une bonne texture supraconductrice peut être obtenue en reproduisant l'orientation de surface d'un substrat texturé. La technique RABiTS (*Rolling Assisted Biaxially Textured Substrates*) développée sur Ni par *Goyal & al.* [15] en 1996 à ONRL, propose une déformation par laminage du substrat, suivi d'un recuit qui va créer la texture désirée. La texture cubique bi-axiale réalisée, se transmet dans les couches tampons et supraconductrice lors de leur croissance cristalline, une des conditions de base étant que les paramètres de mailles pour chaque couche de l'empilement soient proches.

Malheureusement le Ni n'est pas un bon candidat pour le substrat des CCs, car il est ferromagnétique et sa résistance mécanique est très faible (moins de 60 MPa). Ultérieurement des alliages à base de Ni ont été employées avec de très bonnes textures sur grandes longueurs : Ni-Cr [16], [17], Ni-Fe [18], Ni-Fe-W [19], Ni-Cr-W, Ni-Cr-V[19]. Les alliages à base d'Ag sont étudiés au Japon [20], avec des bons résultats à l'heure actuelle. Et dernièrement les substrats à base de Cu sont soigneusement étudiés (thèse d'A.Girard [21]).

Différentes couches tampons peuvent être déposées, en général par voies chimiques, ex-situ, celles-ci étant moins coûteuses. On différencie les méthodes :

- ◇ à étape unique, comme les MOCVD (*Metalorganic Chemical Vapor Deposition*)[22], [23] et CVD (*Chemical Vapor Deposition*) [24] qui utilisent des précurseurs volatils. La phase supraconductrice est formée juste après la réaction chimique à la surface du substrat.
- ◇ à double étape, comme les *Spray Pyrolyse* [25] et *Sol-Gel* [26]. Ces techniques commencent par le dépôt d'un film précurseur, suivi par une étape de recristallisation pendant laquelle

le film supraconducteur se forme par une réaction à l'état solide.

2. Substrat polycristalin ou amorphe

Sur un substrat non texturé ou même amorphe, on dépose par des méthodes physiques une couche tampon dont la texture bi-axiale est réalisée pendant ou après le processus de dépôt. L'avantage est le large choix des substrats qu'on peut employer (en général des alliages à base de Ni comme l'Hastelloy, l'Inconel 601, Rene 41, l'acier inoxydable SS 304), la seule exigence étant un faible degré d'oxydation. Ces méthodes sont les suivantes :

- ◇ IBAD (*Ion Beam Assisted Deposition*). C'est la première solution pour la réalisation des CC, inventée par *Iijima & al.* [27] en 1991. Cette méthode permet l'orientation bi-axiale d'une couche tampon de YSZ ou MgO déposée sur un substrat non-texturé [28]. Elle utilise deux canons à ions : le premier (Ar) est utilisé pour l'ablation de la cible du matériau à déposer, le second (Ar+O) assiste le processus d'élaboration en bombardant directement le substrat pendant le dépôt. Ce bombardement induit la croissance d'une couche bi-texturée par un phénomène de canalisation des ions, combiné à un phénomène d'ablation des cristallites mal orientés. Le désavantage de cette technique est son coût élevé et un temps de fabrication relativement long (0.3 nm/s).
- ◇ MBS (*Modified Bias Sputtering*), [29] réalise une texture bi-axiale de la couche tampon dans une enceinte de dépôt par bombardement cathodique RF sans source d'ions supplémentaires.
- ◇ ISD (*Inclined Substrate Deposition*), c'est une des méthodes physiques les plus simples à réaliser et qui donne des résultats remarquables [30], [31], [32]. La texture bi-axiale de la couche tampon (YSZ, CeO₂, MgO) est réalisé par l'inclinaison du substrat à un angle donné lors du dépôt. La croissance de la couche tampon subit un "phénomène d'ombre" et se fait avec l'axe 110 orienté préférentiellement dans la direction d'ablation.

Le couche supraconductrice est déposée souvent par des procédés physiques opérant à basse pression comme l'ablation laser PLD (*Pulsed Laser Deposition*), la pulvérisation réactive MS (*Magnetron Sputtering*), l'évaporation thermique TE (*Thermal Evaporation*)[33].

Le Tab.1.2 offre un aperçu des densités de courant critiques obtenues pour les différentes méthodes énumérées.

substrat	couche tampon	méthode	$J_c(77\text{ K})$	référence
RABiTS	YSZ	CVD-MOCVD	$1.6\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Jergel & al.</i> [25]
		Spray Pyrolise	$1.1\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Beauquis & al.</i> [34]
		Sol-Gel	$1.0\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Mutlu & al.</i> [35]
non-texturé	YSZ	IBAD	$1.7\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Beauquis & al.</i> [34]
	MgO		$0.8\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Kakimoto & al.</i> [36]
	YSZ	MBS	$0.18\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Bauer & al.</i> [30]
	MgO		$0.14\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Bauer & al.</i> [30]
	YSZ	ISD	$0.43\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Prusseit & al.</i> [37]
	MgO		$2.5\text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$	<i>Prusseit & al.</i> [37]

TAB. 1.2: Densité de courant critique pour les différentes architectures et techniques de fabrication utilisées [38].

1.2.2 Exemple des conducteurs de Theva-GmbH

Cette section décrit le procédé d'élaboration des CCs utilisés dans nos expériences, ainsi que leur évolution et leurs caractéristiques.

Nos CCs sont fabriqués par ISD chez Theva-GmbH [37], d'après un processus établi par Bauer en 1999 [30].

Le substrat utilisé est l'Hastelloy C276, un alliage non-magnétique à base de Ni, facile à trouver dans le commerce. Des rubans métalliques de 10 mm de largeur et 100 μm d'épaisseur sont coupés et polis mécaniquement. Ils subissent ensuite un électropolissage, puis sont nettoyés à l'eau desionisée et séchés à l'air. A la fin de ce procédé, un ruban de 90 μm d'épaisseur est obtenu avec un très bon état de surface, caractérisé par une rugosité inférieure à 0.1 nm.

La couche tampon de MgO est déposée par ISD (Fig.1.2.a, b). Une pastille tournante de MgO est frappée par le faisceau d'un canon à électrons. Le MgO s'évapore ainsi à température ambiante et se dépose sur le substrat dont la normale fait un angle de 25-30° avec la direction des vapeurs. Le film de MgO formé, présente une structure en colonnes (Fig.1.2.c) inclinées par rapport à la surface de l'échantillon. Ce mode de croissance induit une morphologie de surface présentant un aspect de tuiles de toit comme montré dans la Fig. 1.2.b.

Pour expliquer le processus de croissance, Bauer [39] a réalisé une simulation Monte Carlo, en tenant compte du phénomène d'entre-ombrage des colonnes de MgO. Il a vu que sur les premières centaines de nm, la croissance du MgO est chaotique, suivant le substrat non-texturé. Après, les

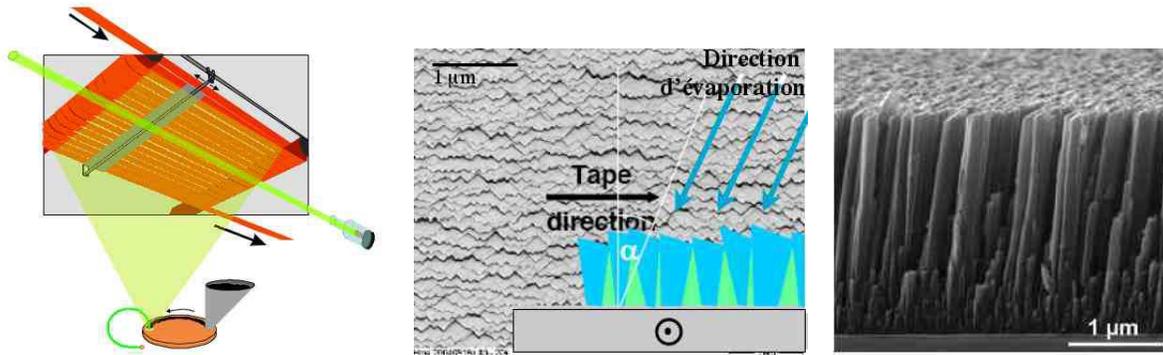


FIG. 1.2: (a) Schema du depot du MgO. (b) Surface de la couche de MgO avec un aspect des tuiles, due à la croissance inclinée. (c) Image MEB des colonnes MgO-vue latérale.

cristaux avec les plans (001) en surface croissent plus vite que les autres en hauteur et en même temps ils s'élargissent rapidement, couvrant et étouffant leur voisins plus lents. A la fin, seulement les colonnes "rapides", avec les plans (001) en surface, survivent. Et étant donnée l'inclinaison du substrat pendant le dépôt, les plans (001) de ces colonnes suivent l'inclinaison par rapport au substrat. La Fig.1.3.a présente comme résultat de cette simulation l'angle d'inclinaison β des colonnes de MgO en fonction de l'angle α d'inclinaison ISD. Il faut préciser qu'un angle $\alpha=0$ aurait produit une compétition "à forces égales", avec comme résultat une absence de texture. Le choix d'angle ISD est fait de manière empirique suite aux mesures de qualités du film MgO et YBCO obtenus en fonction des différents angles ISD. L'épaisseur optimale de la couche de MgO est de 2.5-3 μm . Sur la couche ISD, un film mince de 200 nm est déposé à incidence normale, à une température de 720 ° C. Ce film, bouche les gaps créés entre les colonnes de MgO, réalisant un bon état de surface pour l'accueil du film ReBCO.

Dans la Fig.1.3.b on voit une figure de pôles que nous avons réalisé pour la raie (111) du MgO. La tache principale montre que le MgO croît, pour notre CC, à un angle de 32 ° par rapport à la surface de l'échantillon. Les deux taches à 58 ° apparaissent à cause de la structure cubique du MgO qui permet la diffraction RX suivant les trois diagonales du cube.

Le ReBCO est déposé à 670 ° C, par évaporation thermique, via un canon à électrons. Un plateau tournant extrait des grains ReBCO de taille inférieure à 0.5 mm, d'un réservoir de produit solide. Les grains sont évaporés par le canon à électrons et déposés à la surface de l'échantillon.

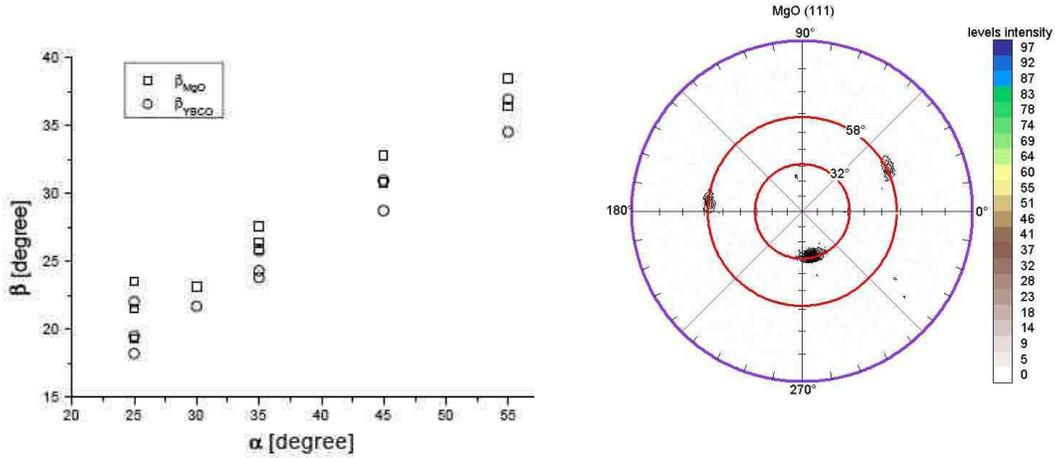


FIG. 1.3: (a) Angle β de la croissance des films céramiques en fonction de l'inclinaison α du substrat pendant le processus de dépôt par ISD. (b) Figure de pôles réalisée pour la raie (111) du MgO. La croissance de celui-ci se fait inclinée à un angle de 32° par rapport à la surface du substrat.

L'épaisseur du film est de 600 nm pour les CC-YBCO étudiés et de $1.6\text{-}2\ \mu\text{m}$ pour les CC-DyBCO.

La croissance des grains ReBCO suit l'inclinaison de la couche MgO vis à vis du substrat. Cette inclinaison induit une anisotropie des propriétés de transport de l'échantillon. Ainsi pour un courant de transport envoyé le long du ruban, l'inclinaison des grains supraconducteurs n'est pas gênante car il peut toujours passer le long des plans (a, b) . Par contre si le courant est envoyé suivant la largeur du conducteur, l'inclinaison des grains obligent le courant d'emprunter des chemins suivant l'axe c pour pouvoir passer d'un grain à l'autre (Fig.1.4). Dans ce cas la densité de courant critique est réduite par un facteur 3 par rapport à la configuration longitudinale.

L'échantillon est finalement recuit à 600°C dans une atmosphère de 800 mbar d'oxygène. Le shunt métallique (en Ag ou Cu pour DyBCO et en Au pour YBCO) est déposé par évaporation dans la même enceinte, sans exposition intermédiaire à l'air. L'épaisseur du shunt peut être choisie de 100 nm jusqu'à $1\ \mu\text{m}$.

1.2.3 Caractéristiques et évolution des CCs fabriqués chez Theva

La fabrication des CCs est un processus en pleine dynamique de changement. Leurs performances (notamment la densité de courant critique J_c) sont améliorées constamment, grâce aux

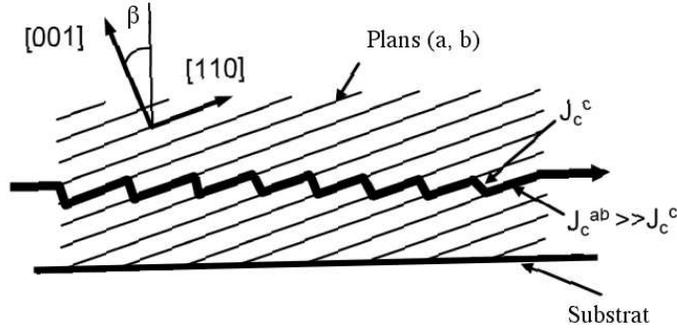


FIG. 1.4: Chemin du courant suivant les plans (a, b) et l'axe c , quand il traverse la largeur du CC. Le courant critique est réduit d'un facteur trois car $J_c^c < J_c^{ab}$.

modifications des différents paramètres de dépôt. A la livraison, seulement l'architecture et la carte de courant critique réalisé chez Theva à l'aide du dispositif TapeSTAR [40] nous sont connus. C'est pourquoi, avant tout, on s'intéresse aux caractéristiques des CCs dans le but de mieux comprendre les données obtenues en transport, sous contrainte ou sous champ magnétique (cf. ch. II, III, IV). La caractérisation des CCs est réalisée dans un premier temps par la microscopie électronique à balayage, l'imagerie magnéto-optique et la diffraction aux rayons X (figures de pôles).

1.2.3.1 Rudiments de magnéto-optique

Afin de pouvoir comprendre la signification et l'importance des images magnéto-optiques (MO) réalisés sur les CCs, un bref rappel des notions théoriques s'impose.

L'imagerie magnéto-optique est basée sur l'effet Faraday. Celui-ci affirme qu'au passage d'une lumière polarisée rectilignement à travers un milieu optiquement actif (le grenat), son plan de polarisation tourne d'un angle Θ_f sous l'action d'un champ magnétique extérieur $\mu_0 \cdot H_{ext}$, suivant la loi :

$$\Theta_f = V \cdot H_{ext} \cdot d \quad (1.1)$$

où V est la constante de Verdet et d est la longueur du chemin optique. Le schéma du dispositif magnéto-optique réalisé par Alain Villaume pendant sa thèse [38], sur lequel sont basées nos observations, est présenté dans la Fig.1.5.a. La Fig.1.5.b montre en détail le chemin optique à

travers l'empilement actif (substrat, grenat, miroir et couche de protection), posé à la surface de l'échantillon. La normale du polariseur et le plan de l'analyseur sont légèrement inclinés, ce qui permet d'obtenir des images avec un contraste optimal. La rotation Faraday est indépendante du sens de propagation de la lumière et les effets MO s'ajoutent lors de la double traversée. On récupère ainsi une image sur laquelle les zones sombres correspondent à des champs faibles, tandis que les zones claires traduisent un champ magnétique plus élevé.

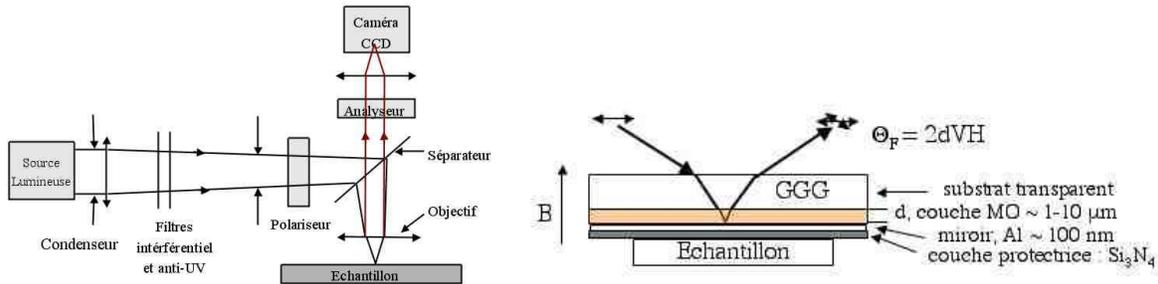


FIG. 1.5: (a) Schéma du dispositif magnéto-optique. (b) Détail du chemin optique à travers l'empilement actif constitué du substrat transparent, du grenat, du miroir et de la couche de protection. En pratique l'incidence est normale à la surface.

Ce type d'imagerie est très utile dans le cas des supraconducteurs. A basse température (inférieure à la température critique) le faible champ magnétique qu'on applique est écranté au centre de l'échantillon et pénètre sur les bords suivant le modèle de Bean [41], dans lequel le gradient de pénétration du flux donne une image de J_c (on obtient ainsi des images en zero field cooled ZFC). Ainsi, le détail de la pénétration du champ magnétique sur le bord dépend des caractéristiques de chaque échantillon, c'est à dire de la force des centres de piégeage des vortex et de leurs distribution. En MO il est impossible de visualiser les vortex dans les supraconducteurs ReBCO à cause de leur longueur de cohérence trop petite (4-15 Å) par rapport à la longueur d'onde utilisée (de l'ordre du μm). Par contre, l'imagerie magnéto-optique est utile pour une étude qualitative de répartition des vortex (flux), pour une éventuelle évaluation du courant critique, ainsi que pour une évaluation du champ propre des conducteurs pendant des mesures concomitantes de transport. Dans notre étude, la MO nous aide à identifier (et éventuellement éviter par des techniques de photo-lithographie) les défauts des échantillons, avant de procéder aux mesures de transport.

Si le champ magnétique extérieur est enlevé, le supraconducteur piège des vortex dans les zones faibles. Ainsi, une image en "flux piégé" peut être réalisée. On distingue deux types de domaines : à l'intérieur de l'échantillon le flux piégé est de même sens que le flux extérieur appliqué (en jaune). Inversement, sur les bords, les courants d'écrantage créent un champ de sens opposé qui apparaît en vert. Cette différence de couleur est due à la légère inclinaison entre la normale du polariseur et le plan de l'analyseur.

1.2.3.2 Microstructure et défauts des CCs

On s'intéresse maintenant à l'évolution des CC-YBCO réalisés chez Theva. Nous disposons de deux séries d'échantillons provenant de deux "runs" différents, dont l'architecture est identique : Hastelloy/MgO/YBCO/Au 90 : 3 : 0.6 : 01 μm . L'imagerie magnéto-optique (Fig.1.6) nous offre une méthode rapide pour visualiser la différence entre ces deux échantillons, dont les densités de courant critique respectives sont des 1.25 MA·cm⁻² et 2.2 MA·cm⁻². On remarque tout de suite la pénétration du flux magnétique sous forme de dendrites, caractéristiques aux CCs, et qui a été montrée plusieurs fois [10], [42].

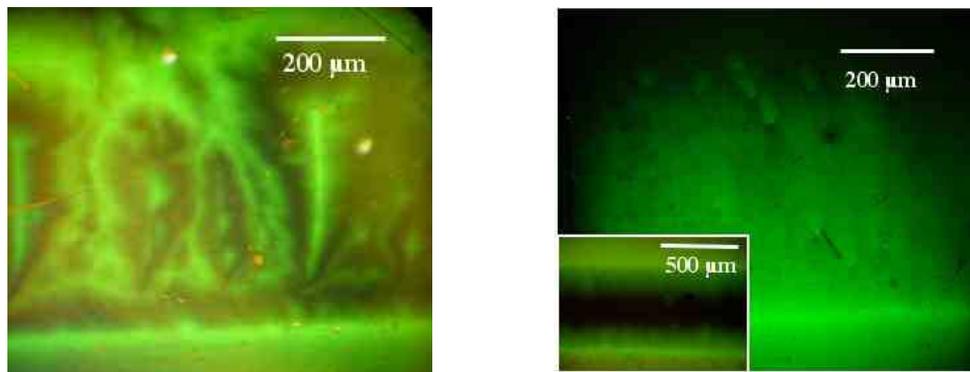


FIG. 1.6: (a) Image magnéto-optique d'un CC-YBCO 1^{gen}, réalisée à 20 K, 50 mT, en ZFC (b) Image magnéto-optique d'un CC-YBCO 2^{gen}, réalisée à 20 K, 50 mT, en ZFC. Dans l'insert, la pénétration du champ magnétique dans un pont gravé au centre d'un CC-YBCO 2^{gen} pour les mêmes conditions d'expérimentation.

Le CC 1^{ere} génération (1^{gen}) présente un haut degré d'inhomogénéité de texture mis en évidence par la pénétration du champ sous forme d'îlots de taille de 1 mm (Fig.1.6.a.). La présence de ces zones faibles, responsables de la diminution du courant critique dans les CCs, peut être

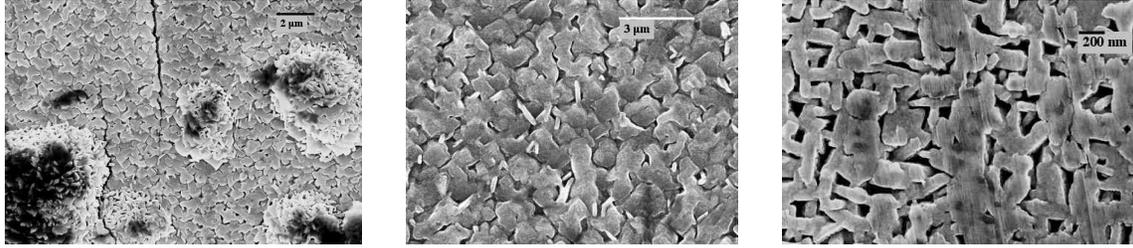


FIG. 1.7: (a) Image MEB d'un CC-YBCO 1^{gen} (centre de l'échantillon). Le diamètre moyen des grains est d'environ 300 nm (b) Image MEB d'un CC-YBCO 2^{gen} . Le diamètre moyen des grains est d'environ 800 nm (centre de l'échantillon) (c) Image MEB réalisé sur le bord d'un CC-YBCO 1^{gen} . On remarque la différence de texture en contraste avec la première figure causé par l'effet des bords.

détectée seulement en imagerie MO, aucun symptôme clair n'étant rapportée par les images MEB ou optiques de la surface de l'échantillon. Ces inhomogénéités de texture génèrent suivant le bord naturel du CC un avancement profond du champ magnétique, d'environ 1 mm pour un champ appliqué de 50 mT à une température de 15 K.

L'amélioration du procédé de dépôt est évidente en regardant l'image MO réalisée sur le bord naturel d'un CC 2^{eme} génération (2^{gen}) présentée dans la Fig.1.6.b.. La pénétration du champ se fait de manière homogène et la longueur de pénétration est réduite : 600 μm pour 50 mT à 15 K. Seulement une légère "granularité" est remarquée. La disparition des défauts est ici en grand partie responsable de l'augmentation de $1\text{MA} \cdot \text{cm}^{-2}$ du courant critique.

Pour les deux générations de conducteurs, la pénétration du champ magnétique appliqué est plus avancée sur le bord naturel, que sur un bord artificiel créé au centre du ruban par des techniques de photo-lithographie. Par exemple, dans l'insert de la Fig.1.6.b nous voyons une image MO réalisée à 15 K et 50 mT sur un pont supraconducteur de 500 μm de large gravé au centre d'un CC 2^{gen} .

Pour approfondir la compréhension des échantillons, des images en microscopie électronique à balayage (MEB) ont été corrélées avec les images MO. Dans un premier temps, on note que d'une génération des CCs à l'autre la taille moyenne des grains a augmenté de 300 nm de diamètre à 800 nm. Sachant que le courant critique des CCs est limité par les joints de grains, cet élargissement des grains supraconducteurs contribue à l'amélioration du J_c , de même l'amélioration de la texture rapportée par les images MO.

De plus, pour les CCs 1^{gen} , des défauts de croissance sous forme d'excroissances d'environ 5-10 μm de diamètre sont mises en évidence dans la Fig.1.7.a. Une densité importante de tels défauts pourrait constituer l'origine des zones faibles visualisées en MO (Fig.1.6.a).

Pour les deux échantillons, nous avons noté une différence de texture entre le bord et le centre de l'échantillon, comme montré dans la Fig.1.7.c. Des effets de bord, pendant le dépôt de la céramique, peuvent influencer son mode de croissance. Cette différence de texture peut être à l'origine de la différence de longueur de pénétration du champ magnétique suivant le bord naturel et suivant un bord artificiel crée au centre du ruban, témoignant de la présence d'un gradient de courant critique suivant sa largeur.

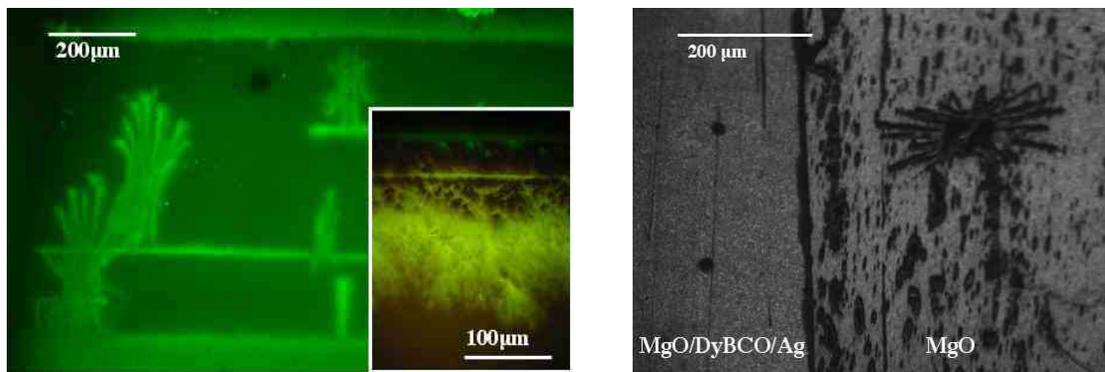


FIG. 1.8: (a) Image magnéto-optique d'un pont DyBCO de 500 μm de large. De nombreux défauts en forme d'étoile réduisent la section utile pour le passage du courant de transport. Dans l'insert on voit la pénétration du champ magnétique sur un bord naturel d'un CC-DyBCO (image en "flux piégé"). (b) Image optique sur le bord du même pont CC-DyBCO. On voit les défauts étoile dans la couche de MgO après l'attaque chimique des films Ag/DyBCO.

La présence de défauts de croissance gêne aussi la densité de courant critique des CC-DyBCO. Si des faibles valeurs sont obtenues c'est à cause du procédé de dépôt qui n'est pas entièrement optimisé à l'heure actuelle pour ce type de céramique. De nombreux défauts en forme d'étoile (de taille variable 1-500 μm) sont présents de manière aléatoire sur la surface des films céramiques. Ce type de défauts, dont l'origine probable est une oxydation inattendue de la couche de MgO, se transmet dans la texture du film de DyBCO, réduisant localement la section du conducteur. Ces défauts étoilés sont pénétrés par le champ magnétique appliqué et ont été identifiés pour la première fois grâce aux observations magnéto-optiques réalisés par A.Villaume. Même si elles sont

cachés par le film d'Ag, elle peuvent être visualisées en microscopie optique après avoir attaqué chimiquement le shunt métallique. Dans la Fig.1.8.b on voit un tel défaut dans la couche MgO, à coté du même pont gravé, présenté dans la Fig.1.8.a.

L'insert de la Fig.1.8.a, montre la pénétration du flux sur un bord naturel de l'échantillon par contraste avec le bord gravé, pour les mêmes conditions d'imagerie.

Dans le cas des CC-DyBCO, les grains sont plus volumineux, d'environ $2 \mu\text{m}$ de diamètre. Contrairement à nos attentes, la densité de courant critique est de seulement $0.5 \text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$, cette valeur faible étant expliquée par la présence de défauts-étoile et par un mauvais couplage entre les grains comme nous allons montrer dans le chapitre III.

1.3 Propriétés de transport

1.3.1 Bref rappel des paramètres de la supraconductivité

Le diagramme de phase d'un matériau supraconducteur est présenté dans la Fig.1.9. Tant que les conditions suivantes sont remplies, le matériau se trouve dans l'état supraconducteur, sinon il a les caractéristiques d'un conducteur ordinaire :

$$J \leq J_c; \quad T \leq T_c; \quad H \leq H_c$$

où J_c est la densité du courant critique, T_c est la température critique et H_c est le champ critique. Ces valeurs sont spécifiques d'un matériau à l'intérieur d'une fourchette dépendant fortement des paramètres de fabrication.

La température critique constitue le critère principal qui sépare les supraconducteurs en deux grandes familles : les bas T_c (BTc) en dessous de 30 K, et les hauts T_c (HTc), représentés majoritairement par les oxydes à base de cuivre et allant à l'heure actuelle jusqu'à 138 K pour le composé $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8.33}$ [43]. Pour le YBCO, la température critique maximale est de 92 K et peut être modulée par la concentration en oxygène. Une courbe typique de résistance en fonction de la température réalisée pour un CC-YBCO est présentée dans la Fig.1.10. Différentes températures critiques peuvent être définies. En général on définit la température critique $T_{COFFSET}$ comme la température au delà de laquelle on perçoit une résistance de l'échantillon. Cette température est donc dépendante de la résolution de notre appareillage de mesure. Pour s'affranchir de cette limi-

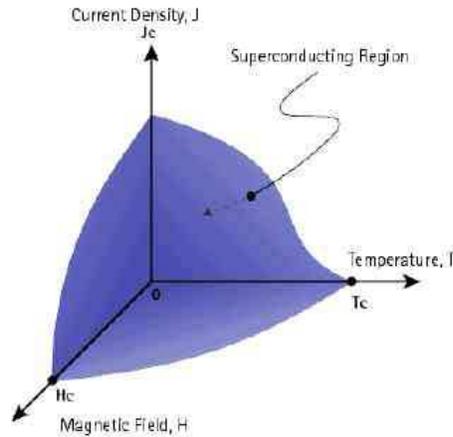


FIG. 1.9: Diagramme de phase d'un matériau supraconducteur. Dans la région située entre l'origine et la surface critique $J - B - T$, le matériau est supraconducteur et de résistance nulle.

tation, on définit une température $T_{10\%}$, et son corrolaire $T_{90\%}$, associées respectivement à 10% et 90% de la valeur de résistance à 92 K. T_{cONSET} se situe à l'intersection entre deux droites épousant d'une part la partie normale de la courbe $R(T)$ et d'autre part la partie abrupte de transition. On peut également définir la température critique à mi-hauteur $T_{c1/2}$ correspondante à une résistance moyenne entre le point "onset" et "offset". La largeur de la transition ΔT_c est considérée comme la différence de températures correspondantes à 10 % et 90 % de la résistance "onset".

Le champ critique au delà duquel le supraconducteur transite à l'état normal est à son tour un outil de classification. On a ici des supraconducteurs type I (pour $H \leq H_c$, aucune pénétration du flux magnétique dans le supraconducteur tandis que pour $H \geq H_c$ il y a transition à l'état normal) et type II (état mixte caractérisé par la pénétration du flux magnétique sous forme de tubes, appelés vortex, entre les deux valeurs de champ critiques $H_{c1} \leq H \leq H_{c2}$). Le matériau YBCO est très anisotrope à cause de sa structure lamellaire. En fonction de l'orientation du champ magnétique appliqué par rapport aux plans (a, b) , on distingue des comportements différents comme mentionné dans le Tab.1.3.

Le courant critique représente le courant qui traverse l'échantillon sans induire une tension aux bornes de celui-ci. Comme sa valeur dépend de la sensibilité de détection des appareils de

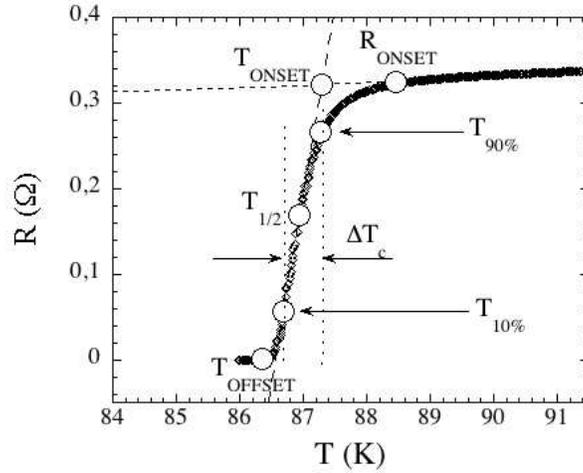


FIG. 1.10: Dépendance typique de résistance avec la température pour un supraconducteur (CC-YBCO ici). Les différentes grandeurs utilisées sont pointées sur la figure.

Composé	λ_{ab} (nm)	λ_c (nm)	ξ_{ab} (nm)	ξ_c (nm)	B_{c2}^{ab} (T)	B_{c2}^c (T)
YBCO	150	600	1.5	0.4	150	40

TAB. 1.3: Longueur de pénétration London, λ , longueur de cohérence, ξ , et champs critiques B_c suivant les plans (a, b) et suivant l'axe c pour le matériau YBCO [44].

mesure, il est convenu de choisir un critère de champ électrique de $1 \mu\text{V}/\text{cm}$ (parfois $10 \mu\text{V}/\text{cm}$) pour déterminer la valeur du I_c . Au delà de I_c (ou J_c), le matériau, bien que résistif, est toujours dans l'état supraconducteur (état dissipatif supraconducteur : voir paragraphe suivant). Il faut attendre un courant J^* pour atteindre l'état normal.

1.3.2 Différents régimes de dissipation

Près du courant critique, le mouvement des vortex dans les supraconducteurs HTc se fait par sauts de vortex thermiquement activés qui quittent leurs centres de piégeage. Le modèle développé par Anderson [45] pour décrire ce phénomène a été adapté pour les supraconducteurs à haute température critique [46], [47] et peut être décrit par l'expression :

$$E(J) = 2\rho_c \cdot J_c \cdot \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \cdot \sinh\left(\frac{W}{kT}\right) \quad (1.2)$$

où E est le champ électrique, J_c est la densité de courant critique à $T=0$, ρ_c est la résistivité pour $J=J_c$, $U(B, T)$ est l'énergie de dépiégeage des vortex, $W=U \cdot J / J_c$ est le gain d'énergie dû au passage d'un courant J non-nul et k est la constante du Boltzmann.

En considérant l'équation (1.2), on peut délimiter trois régimes de dissipations [45], [46], [48] en fonction de la valeur du courant qui traverse le conducteur comme dans la référence [47]. Une courbe typique $E(J)$ indiquant les différents régimes est présentée dans la Fig.1.11.

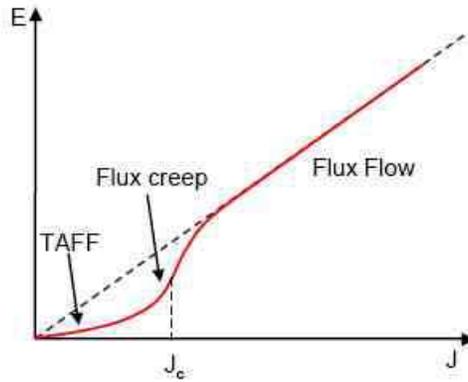


FIG. 1.11: Schéma de la dépendance $E(J)$ pour un supraconducteur ayant un dépiégeage activé thermiquement. Pour des courants bas, on trouve un comportement ohmique TAFF, pour des courants plus grands que J_c , le champ électrique croît en loi de puissance et pour des courants beaucoup plus grands que J_c , on a le régime de flux flow où le piégeage est négligeable.

Pour des petits courants $J \ll J_c$, on peut linéariser $\sinh(W/kT)$ dans l'équation (1.2). On obtient un comportement ohmique, connu sous le nom de "Thermally Activated Flux Flow" (TAFF) où la résistivité de l'échantillon est définie comme :

$$\rho_{TAF\!F} = \frac{2\rho_c \cdot U}{kT} \cdot \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \quad (1.3)$$

Pour des courants comparables à J_c ($J \approx J_c$) on a $W \approx U \gg kT$. Ce régime s'appelle "flux creep" et sa résistivité est donnée par :

$$\rho_{FC} = \rho_c \cdot \exp\left(\frac{U}{kT} \left(\frac{J}{J_c} - 1\right)\right) \approx \exp\left(\frac{J}{J_1}\right) \quad (1.4)$$

avec $J_1 = J_c \cdot kT / U$. Dans ce travail, on s'intéresse surtout au régime de flux creep de basse

dissipation. Une autre façon connue pour exprimer l'électrodynamique du régime flux creep est de considérer la résistivité décrite par une loi en puissance [48], [49], [47].

$$E(J) = E_c \cdot \left(\frac{J}{J_c}\right)^n \quad (1.5)$$

où n est le coefficient de flux creep qui donne le degré de piégeage de l'échantillon. Des valeurs petites de n impliquent des grands effets de creep données par un piégeage faible. Dans la limite $n=1$ on retrouve le régime TAFF et pour $n \gg 1$ la loi en puissance devient le modèle de Bean [41], [50].

Pour $J \gg J_c$, la force de Lorentz est nettement supérieure à la force de piégeage et un mouvement visqueux des vortex se produit. C'est le régime de "Flux Flow" décrit par :

$$\rho_{FF} = \rho_c \cdot \left(1 - \left(\frac{J_c}{J}\right)^2\right)^{1/2} \quad (1.6)$$

Ce régime est extrêmement difficile à mettre en évidence dans les matériaux HTc.

1.3.3 Difficultés de mesure rencontrées

1.3.3.1 Le point chaud ("hot spot")

Du fait de la nécessité de fabriquer des grandes longueurs des CCs, leur production à l'échelle industrielle est considérablement ralentie. Le degré d'homogénéité le long du ruban reste difficilement contrôlable. Des défauts de texture comme montrés auparavant, ou de mise en forme, créent des zones faibles où la valeur du J_c est plus basse que celle attendue. Ceci est mis en évidence dans la Fig.1.12, où une carte de courant a été réalisée pour un CC-DyBCO chez Theva, à l'aide du dispositif TapeStar [40]. On note ici la présence des deux zones faibles avec un J_c réduit de moitié, ainsi que des variations importantes de ± 50 A sur la longueur de 2 m de conducteur.

Quand le courant injecté dans l'échantillon est beaucoup plus grand que le I_c local, les zones faibles transitent, créant une vague de chaleur qui tend à se propager le long du ruban. Normalement, si la chaleur diffuse, les zones voisines chauffées transitent une après l'autre, et très vite (en quelques ms) tout le supraconducteur devient très résistif. Ce phénomène est à la base de construction des limiteurs de courant ("Fault Current Limiters" ou FCL).

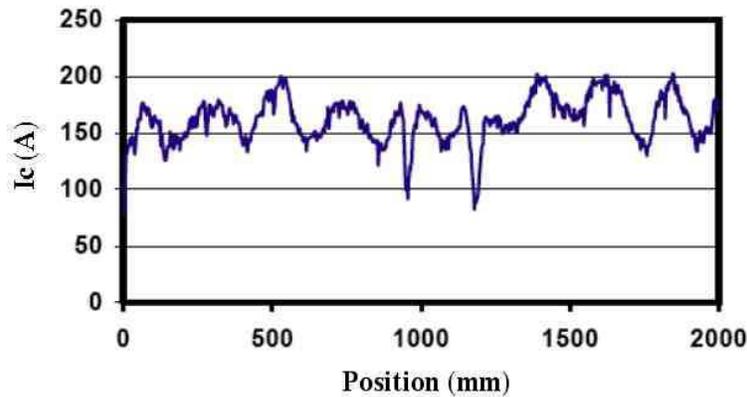


FIG. 1.12: Carte de courant critique suivant la longueur d'un CC-DyBCO de 2 m, réalisée par un balayage continu en sonde de Hall (dispositif TapeSTAR).

Si, en revanche, la diffusivité thermique de l'échantillon n'est pas assez grande pour évacuer vite la chaleur acquise, un suréchauffement local aura lieu, qui induira une transition à l'état normal et endommagera le conducteur. Ce phénomène s'appelle point chaud ("hot spot") et il est souvent rencontré dans le cas des CCs à la température de l'azote liquide. La zone faible monte en température jusqu'à 1000 K environ, la céramique et le shunt métallique s'évaporent instantanément et le CC est détruit. La Fig.1.13 montre les dégâts produits pendant une mesure de transport, par un hot spot créé pour un champ électrique mesuré de $200 \mu\text{V}/\text{cm}$, à 77 K, sur un pont CC-YBCO gravé.

Les hot spots représentent un véritable problème pour l'investigation des régimes de dissipation pour les CCs. Des très faibles courants, d'environ $1.1 \times I_c$, produisant des champs électriques supérieurs au $100 \mu\text{V}/\text{cm}$, génèrent ces hot spots à 77 K. Pour étudier les phénomènes dans la gamme du creep, il faut trouver l'origine de ce problème et le moyen de l'éviter.

Malheureusement les céramiques sont de mauvais conducteurs thermiques, donc une solution potentielle doit s'appuyer sur le shunt métallique et le substrat d'Hastelloy pour évacuer la chaleur produite par un hot-spot.

Le shunt métallique, réalisé le plus souvent en Au, Ag ou Cu, présente des bonnes qualités d'éponge de chaleur. Mais son épaisseur réduite (100-300 nm) le rend impuissant face aux quantités

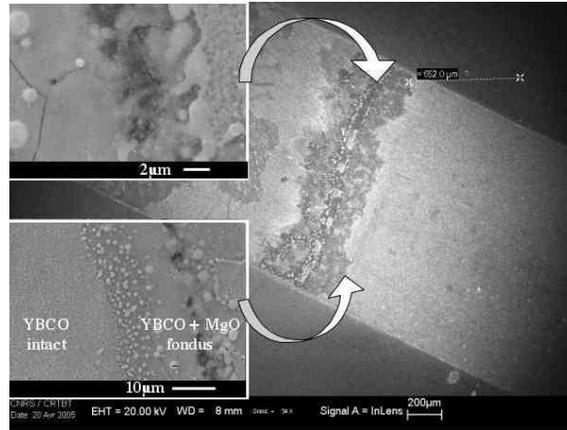


FIG. 1.13: Pont gravé CC-YBCO 500 μm de large, brûlé localement à cause d'un hot spot, pour un champ électrique d'environ 200 $\mu\text{V}/\text{cm}$. Dans l'insert on voit l'intérieur de la brûlure (haut) et le bord de la brûlure (bas) avec la céramique à moitié fondue.

de chaleur (de l'ordre du kW) qu'il doit évacuer. Une couche plus épaisse de métal pourrait cependant résoudre la problème du hot spot en court-circuitant la zone qui pose problème. Ce type de protection est envisageable pour toutes les applications qui s'appuient uniquement sur les propriétés de l'état supraconducteur (aimants, câbles ...). Elle ne pourrait convenir totalement à la limitation du courant où des champs électriques importants sont requis lors de la transition réversible du supraconducteur à l'état normal. Une telle solution sera bénéfique aussi de point de vue fondamental, pour les mesures de transport. On pourra ainsi augmenter le seuil de champ électrique imposé et étudier le régime de forte dissipation par exemple.

Le substrat d'Hastelloy ne pourra éliminer que très peu d'énergie thermique à 77 K si le supraconducteur est mis en contact avec lui. Si on compare la diffusivité thermique de l'inox avec celle du saphir (les couches minces sur saphir sont les actuels protagonistes dans la fabrications des FCL, car elles maîtrisent très bien les problèmes thermiques) la source des problèmes apparaît clairement. Un facteur supérieur à trois pour la diffusivité thermique à 100 K (Fig.1.14) montre clairement que le substrat seul ne peut pas résoudre la problème du hot spot.

Paradoxalement, l'amélioration des CCs les rend trop sensibles aux excès du courant de transport. En effet, étant capables de transporter des courants élevés, la quantité de chaleur à évacuer sera trop importante par rapport à la surface qui sert d'échange thermique. Une couche supra-

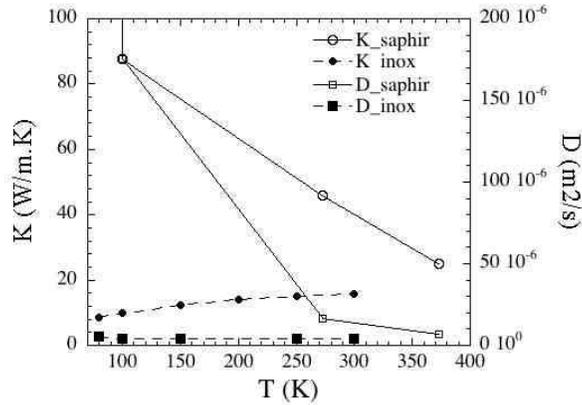


FIG. 1.14: Comparaison de conductibilité et diffusivité thermiques pour les deux types de substrats en saphir et en inox.

conductrice très fine ou de moindre qualité (désoxygénée par exemple) évite les phénomènes du hot spot, mais baisse les performances des conducteurs. Une autre solution, déjà vérifiée, est de travailler à une température près de T_c pour réduire la valeur du J_c et par conséquent la quantité d'énergie dissipée sous forme d'effet Joule.

1.3.3.2 La résistance des contacts

Une deuxième problème auquel on est souvent confronté pendant les mesures est l'échauffement parasite dû à la résistance de contact. Si la résistivité de contact au bord de l'échantillon n'est pas suffisamment basse (inférieure à $100 \mu\Omega\cdot\text{cm}$), on obtient des puissances thermiques de l'ordre du Watt pour des courants supérieurs à 100 A. On crée ainsi une quantité de chaleur importante qui n'arrive pas à être évacuée par les amenées de contacts en laiton massif. La chaleur se propage vers le centre de l'échantillon où se trouve les contacts de tension. Ainsi, due aux effets thermiques, le centre de l'échantillon transite brutalement, de façon très raide, sans qu'on puisse accéder à la valeur intrinsèque du courant critique.

Si la résistivité de contact est encore plus élevée de l'ordre de $\sim \Omega\cdot\text{cm}$, la mesure devient impossible à réaliser, car notre banc de mesure couvre seulement 6 décades (10^{-6} - 10^0 V), donc le voltmètre va être saturé pour des petits courants d'environ 1 A.

Une première démarche a été d'améliorer le contact électrique entre le CC et les amenées de

Echantillon	Contact électrique	Resistivité de contact	Commentaires
YBCO/Au	feuille In presse mécaniquement	$0.01 \mu\Omega \cdot cm^2$	
DyBCO/Ag	laque Ag	$150 \mu\Omega \cdot cm^2$	
	laque Ag recuit 18min/360 ° C (3 ° C/min)	$0.002 \mu\Omega \cdot cm^2$	non reproductible/supra
	feuille In presse mécaniquement	$300-2000 \mu\Omega \cdot cm^2$	
	soudure métal de Wood / 100 ° C	$60 \mu\Omega \cdot cm^2$	faible mécaniquement
	colle epoxy Ag / 80 ° C/3h	$10-70 \mu\Omega \cdot cm^2$	faible mécaniquement
	soudure SnAgCu / 280 ° C	$0.68 \mu\Omega \cdot cm^2$	
	soudure SnAg / 300 ° C	$0.45 \mu\Omega \cdot cm^2$	
	soudure InAg / 250 ° C	$0.2 \mu\Omega \cdot cm^2$	

TAB. 1.4: Valeurs de résistivité de contact obtenues pour les différents types de contacts électriques au bord de l'échantillon.

courant en laiton. Dans le cas des CC-YBCO/Au, une feuille fine d'In pressé mécaniquement entre l'échantillon et l'amenée de courant donne de bons résultats. En revanche, pour les CC-DyBCO couverts d'Ag, le problème a resté long temps ouvert. Finalement, une soudure In97% Ag3% a été employée avec succès. Le tableau Tab.1.4 énumère les différentes méthodes essayées et leurs résultats respectifs en matière de résistivité de contacts. Une attention très importante est accordée à l'état de surface de l'échantillon avant la réalisation du contact électrique. On note ici le rôle primordial que détient la résistance de contact entre le shunt métallique et le film Re-BCO dans les mesures de transport : une résistance de contact mauvaise annule les qualités d'un très bon film supraconducteur. Ce problème est écarté dans le cas des CCs de chez Theva.

Une deuxième solution pour contourner le problème de la résistance des contacts et du hot spot (si celui ci ne se trouve pas dans la zone mesurée) existe également. Dans le cadre de nos mesures, l'injection du courant dans l'échantillon se fait suivant des rampes de vitesse variable de 10 A/s jusqu'à 5000 A/s. Si la rampe de courant est assez élevée, le temps nécessaire pour injecter un courant de 200 A par exemple reste inférieure au temps nécessaire pour la vague de chaleur de se déplacer sur une distance de 1 cm (typiquement la distance qui sépare le bord de l'échantillon de la prise de tension centrale). Ainsi, le courant maximum imposé traverse l'échantillon plus vite que l'onde thermique qu'il crée, permettant la mesure d'un courant critique intrinsèque.

En pratique, pour avoir la certitude que les effets thermiques sont écartés, on réalise une série de mesures avec des vitesses de rampes de courant croissantes. Le courant critique semble

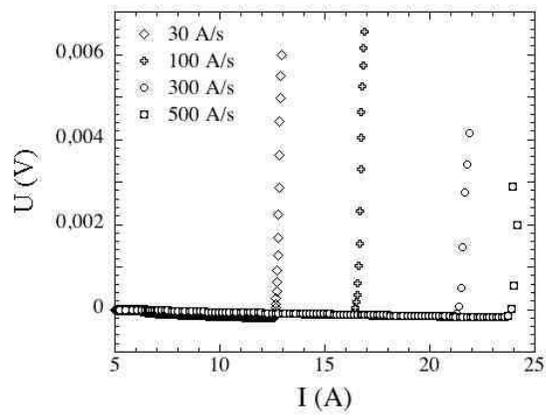


FIG. 1.15: Augmentation apparente du courant critique pour un CC-YBCO avec la vitesse d'injection du courant due aux effet thermiques.

augmenter avec l'accroissement de l'injection du courant jusqu'à une valeur de saturation. C'est à ce moment que le vrai I_c est mesuré, sans la perturbation d'échauffement extérieur. Par la suite nous allons employer cette vitesse de rampe dans notre étude. La Fig.1.15 illustre un tel effet pour un CC-YBCO.

1.4 Conclusions

Ce chapitre nous a introduit dans les coulisses des CCs de leur fabrication vers les applications. Après un bref rappel sur l'évolution des CCs au niveau mondial, nous nous sommes arrêtés sur la morphologie des échantillons utilisés pendant cette étude.

Nous avons réalisé une analyse de texture des CCs obtenus chez Theva-GmbH. La méthode de dépôt par ISD génère une croissance colonnaire des grains MgO, avec les plans (001) inclinés à un angle d'environ 30° par rapport à la surface de l'échantillon. Les plans (a, b) de la céramique Re-BCO déposée sur le film MgO vont être à leur tour inclinés de manière similaire par rapport au substrat.

Les images MEB ont montré une amélioration du procédé de fabrication des conducteurs qui se traduit par une augmentation de la taille des grains pour les CC-YBCO de 300 à 800 nm. Le nombre des joints de grains étant ainsi réduit, on explique partiellement l'augmentation de densité de courant critique de $1.25 \text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$ à $2.2 \text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$. Une différence de texture de la céramique supraconductrice a été observée entre le bord naturel et le centre de l'échantillon.

L'imagerie magnéto-optique s'avère indispensable pour l'identification des zones faibles, caractérisées par une densité de courant critique réduite. Des défauts étendus de 1 mm environ ont été observés sur les CCs 1^{gen} , alors que les CCs 2^{gen} sont très homogènes. Dans le cas des CC-DyBCO, des défauts en forme d'étoile dans la couche MgO se propagent dans le film DyBCO et sont observées en MO.

En ce qui concerne les techniques de mesure de transport, nous avons pointé deux problèmes auxquels nous avons été systématiquement confrontées : la présence des hot spots et la valeur élevée de la résistance des contacts pour les conducteurs couverts d'Ag. En raison de la faible conductibilité thermique du substrat métallique, les CCs sont le siège des phénomènes thermiques qui empêchent leur fonctionnement et même les détruisent. Des solutions sont envisageables : la réalisation d'un shunt métallique épais, le travail à des températures proches de la température critique et l'utilisation de rampes rapides d'injection du courant.

L'amélioration continue des CCs nous laisse optimistes concernant les futures applications de ces matériaux.

Bibliographie

- [1] C.J.Torng P.H.Hor R.L.Meng L.Gao Z.J.Huang Y.Q.Wang C.W.Chu M.K.Wu, J.R.Ashburn. Superconductivity at 93k in a new mixed phase y-ba-cu-o compound system at ambient pressure. *Phys. Rev. Lett*, 58-59 :908–910, 1987.
- [2] R.Feenstra C.Cantoni A.Goyal D.F.Lee M.Paranthaman P.N.Arendt R.F.DePaula J.R.Groves C.Prouteau D.T.Verebelyi, D.K.Christen. Low angle grain boundary transport in ybacuo coated conductors. *Appl. Phys. Lett.*, 76 :1755, 2000.
- [3] S.Poissonet P.Regnier C.Bifulco G.Giunchi G.Villard, F.Legendre. Enhancement of the critical current density of bi-2212 electrodeposited tapes through microstructure control. *Physica C*, 341-348 :2007–2008, 2000.
- [4] X.Y.Cai D.Apodaca D.C.Larbalestier L.A.schwartzkoph, J.Jiang. The use of the in-field critical current density, $j_c(0.1 \text{ t})$, as a better descriptor of (bi, pb) $2\text{sr}2\text{ca}2\text{cu}3\text{ox}/\text{ag}$ tape performance. *Appl. Phys. Lett.*, 75 :3168, 1999.
- [5] M.Karppinen H.Yamauchi K.Fujinami, H.Suematsu. Effect of overdoping on the irreversibility field and critical current density of the hgbacacuo superconductor. *Physica C*, 307 :202, 1998.
- [6] J.Z.Wu D.T.Verebelyi M.Paranthaman A.Goyal D.K.Christen Y.Y.Xie, T.Aytug. Epitaxy of hgbacacuo superconducting films on biaxially textured ni substrates. *Appl. Phys. Lett.*, 77 :4193, 2000.
- [7] T.Yamashita K.H.Young L.C.Bourne A.H.Cardona, H.Suzuki. Transport characteristics of tlbacacuo bicrystal grain boundary junctions at 77 k. *Appl. Phys. Lett.*, 62 :411, 1993.
- [8] S.P.Chen C.M.Fu K.H.Wu T.M.Uen Y.S.Gou J.Y.Juang, J.H.Hong. Enhancement of critical current density in direct-current-sputtered tlbacacuo superconducting thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 66 :885, 1995.
- [9] L.Fang S.L.Yan Y.Y.Xie M.P.Siegel D.L.Overmyer A.A.Gapud, J.Z.Wu. Supercurrents in hgbacacuo and tlbacacuo epitaxial thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 74 :3878, 1999.
- [10] D.M.Feldmann. Current flow in ybco deformation textures coated conductors. *PhD thesis*, University of Wisconsin-Madison, 2001.
- [11] R.Feenstra C.Cantoni A.Goyal D.F.Lee M.Paranthaman P.N.Arendt R.F.DePaula J.R.Groves C.Prouteau D.T.Verebelyi, D.K.Christe. Low angle grain boundary transport in ybacuo coated conductors. *Appl. Phys. Lett.*, 76 :1755, 2000.
- [12] H.J.Scheel M.Sasaura S.Miyazawa I.Utke, C.Klemenz. Misfit problems in epitaxy of high- T_c superconductors. *Journal of Crystal Growth*, 174((1-4)) :806–812, 1997.
- [13] J.Mannhart F.K.Legoues D.Dimos, P.Chaudhari. Orientation dependence of grain boundary critical currents in ybco bi-crystals. *Phys. Rev. Lett.*, 61((2)) :219, 1988.
- [14] P.Tixador. Matériaux supraconducteurs. *Ed. Hermes*, page 218, 1993.

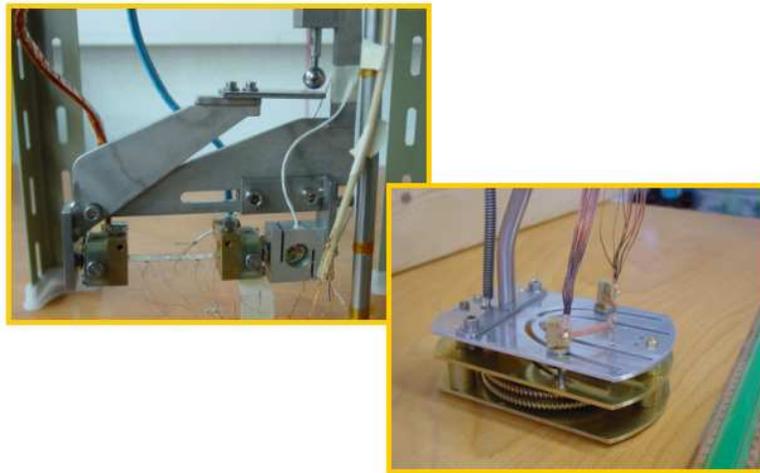
- [15] D.K.Kroeger M.Christen M.Paranthaman E.D.Specht J.D.Budai Q.He B.Saffian F.A.List D.F.Lee E.Hatfield P.M.Martin C.E.Klabunde J.Mathis C.Park D.P.Goyal, D.M.Norton. Conductors with controlled grain boundary : an approach to the next generation, high temperature superconducting wire. *Journal of Material Research*, 12 :2924, 1997.
- [16] F.A.List M.Paranthaman E.D.Specht J.D.Budai Q.He B.Saffian F.A.List D.F.Lee E.Hatfield P.M.Martin C.E.Klabunde J.Mathis C.Park D.P.Goyal, D.F.Lee. Recent progress in the fabrication of high-jc tapes by epitaxial deposition of ybco on rabbits. *Physica C*, 357 :903–913, 2001.
- [17] C.C.Clickner N.Cheggour, J.W.Ekin. Transverse compressive stress effect in ybco coatings on biaxially textured ni and niw substrates. *Applied Superconductivity Conference-Houston*, 2002.
- [18] N.A.Rutter E.Maher F.Pasotti A.Baldini R.Major B.A.Glowaki, M.E.Vickers. Texture development in long length of nife tapes for superconducting coated conductor. *Journal of Material Science*, 37((1)) :157–168, 2002.
- [19] Donglu Shi Yongli Xu. A review of coated conductor development. *ORNL website*, 2003.
- [20] T.D.Thanh Y.Kudo H.Kubota H.Yoshino, A.Yamazaki. Preparation of ag-cu/ni/ag-cu clad tapes for ybco superconducting tape and its textured properties. *Physica C*, 357 :923–930, 2001.
- [21] A.Girard. Substrates à base de cu pour les coated conductors. *PhD thesis*, Université de Savoie, 2006.
- [22] A.Issaev J.Knoke F.Garcia-Moreno K.Sturm H.C.Freidhardt A.Usoskin, J.Dzick. Critical currents in long length ybco coated conductors. *Supercond.Scie.and Technol.*, 14 :676–679, 2001.
- [23] J.P.Senateur A.Abrutis M.Krellmann-D.Selbmann J.Eikemeier O.Stadel G.Wahl C.Jimenez, F.Weiss. Ybco deposition by mocvd on mettalic substrates. *IEEE Trans. on Applied Superconductivity.*, 11 :2905, 2001.
- [24] I.Hirabayashi K.Yamagiwa. Structural and superconducting properties of bi-axially aligned y123 films prepared by chemical solution deposition. *Physica C*, 304, 1998.
- [25] M.Jergel. Synthesis of high-tc superconducting films by deposition from an aerosol. *Sup.Sc. and Technol.*, 8((2)) :67–78, 1995.
- [26] N.A.Rutter D.Shi M.Paranthaman-S.Sathyamurthy P.M.Martin D.M.Kroeger Y.Xu, A.Goyal. Fabrication of high critical current density ybco films using a fluorine free sol-gel approach. *J. Mat. Res.*, 18((3)) :667–681, 2003.
- [27] I.Ikeno O.Kohno Y.Iijima, N.Tanabe. Biaxially aligned ybco thin film tapes. *Physica C*, 185 :1959, 1991.
- [28] S.R.Foltyn J.R.Groves, P.N.Arendt. High critical current density ybco thick films using ion beam assisted deposition mgo biaxially oriented template layers on ni-based superalloy substrates. *Journal of Material Research*, 16 :12175–8, 2001.

- [29] K.Komari R.Chatterjee H.Maeda M.Fukutomi, S.Aoki. Laser deposition of ybco thin films on a metallic substrate with biaxially textured ysz buffer layers prepared by modified bias sputtering. *Physica C*, 219 :333–339, 1994.
- [30] H.Kinder M.Bauer, R.Semerad. Ybco films on metal substrates with biaxially aligned mgo buffer layers. *IEEE Trans. Applied Superconductivity*, 9 :1502–1505, 1999.
- [31] M.Li B.L.Fisher R.E.Koritala-R.A.Erck S.E.Dorris U.Balachandran, B.Ma. Inclined substrate deposition of biaxially textured template for coated conductors. *Physica C*, 378-379 :950–954, 2002.
- [32] M.Li B.L.Fisher R.E.Koritala-R.A.Miller S.E.Dorris U.Balachandran, B.Ma. Development of coated conductors by isd. *Physica C*, 392-396 :806–814, 2003.
- [33] B. Holzapfel J. Eickemeyer B. DeBoer U. Miller E. Maher R. Nemetschek, W. Prusseit. Continuous tape coating by thermal evaporation. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 689 :315, 2001.
- [34] F.Weiss S.Beauquis, C.Jimenez. Coated conductors and hts materials by chemical deposition process. *Springer*, 2005.
- [35] M.K.ramazanoglu Y.Akin Y.S.Hascicek I.H.Mutlu, E.Celik. Non-vacuum films on buffer layered ni tapes : processing growth and properties. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 10((1)) :1154–1157, 2000.
- [36] T.Saitoh K.Kakimoto, Y.Iijima. Fabrication of long y-123 coated conductors by combination of ibad and pld. *physica C*, 392-396((2)) :783–789, 2003.
- [37] R.Nemetschek C.Hoffmann J.Handke A.Lumkemann H.Kinder W.Prusseit, G.Sigl. Commercial coated conductors fabrication based on inclined substrate deposition. *ASC Oct 2004 Jacksonville, Fl*, pages 1–4, 2004.
- [38] A.Villaume. Imagerie magnéto-optique pour les matériaux supraconducteurs. *PhD thesis*, Université Joseph Fourier, 2006.
- [39] R.Semerad P.Barberich H.Kinder M.Bauer, R.Metzger. Inclined substrate deposition by evaporation of magnesium oxide for coated conductors. *Proceedings of the Fall'99, MRS Meeting Boston*, 2000.
- [40] R.Nemetschek C.Hoffmann W.Prusseit, S.Furtner. Identification of defect signature in coated conductors by continuous hall probe measurements. *CCA, Kanagawa, Japan, 19-20 Nov.*, 2004.
- [41] C.P.Bean. Magnetisation of hard superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 8((6)) :250, 1962.
- [42] D.C.van der Laan. Flux pinning and connectivity in polycrystalline high temperature superconductors. *PhD thesis*, University of Twente, 2004.
- [43] G.F.Sun K.W.Wong Y.Xin D.F.Lu P.Dai, B.C.Chakoumakos. Synthesis and neutron powder diffraction study of superconductor hgbacuo by tl substitution. *Physica C*, 243((2)) :201–206, 1995.
- [44] D.Pavuna M.Cyrot. Introduction to superconductivity and high-tc materials. *Ed. World Scientific*, 1992.

- [45] P.W.Anderson. Theory of flux creep in hard superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 9((7)) :309–311, 1962.
- [46] M.Tinkham. Introduction to superconductivity. *Ed. MacGraw-Hill, New York*, 1975.
- [47] A.Palau. Critical currents and dissipation of grain boundary networks in cc. *PhD thesis*, Universitat Autonoma de Barcelona, 2005.
- [48] E.H.Brandt. Susceptibility of superconductor disks and rings with and without flux creep. *Phys. Rev. B*, 55 :14513, 1997.
- [49] A.I.Larkin V.M.Vinokur M.V.Feigelman, V.B.Geshkenbein. Theory of collective flux creep. *Phys. Rev. Lett*, 63 :2303, 1989.
- [50] C.P.Bean. Magnetisation of high-field superconductors. *Rev. of Mod Phys.*, 36 :31, 1964.

Chapitre 2

Tenue sous contrainte mécanique - rôle du substrat



Les dispositifs de traction et flexion.

Contents

2.1	Introduction	xli
2.2	Court rappel de mécanique des solides	xli
2.3	Dispositifs expérimentaux	xliii
2.3.1	La traction uni-axiale	xliii
2.3.2	La flexion	xliv
2.3.3	Le cryostat pressurisé	xlvi
2.4	Comportement mécanique du substrat	xlix
2.5	Comportement mécanique des rubans sous traction uniaxiale	li
2.5.1	Courbe représentative (I_c, σ, ε)	li
2.5.2	Aspects morphologiques liés à la plasticité	lii
2.5.3	Propagation des fissures dans les couches céramiques	lvi
2.5.4	Bandes de Lüders	lviii
2.6	Essais de flexion	lix
2.6.1	Lien courbure - déformation	lx
2.6.2	Différence des comportements en flexion et traction	lxii
2.7	Discussions	lxiii
2.7.1	Panorama des différents échantillons testés	lxiii
2.7.2	Influence du relâchement de la contrainte	lxv
2.8	Conclusion	lxx

2.1 Introduction

Les rubans ReBCO ou «coated conductors»(CCs), doivent posséder une résistance mécanique soumise à un cahier des charges en vue d'applications industrielles. Ils seront plusieurs fois enroulés et déroulés, sous forme de câbles ou de bobines, entre leur élaboration et leur assemblage final. Chacune de ces manipulations implique des contraintes mécaniques qui ne doivent pas réduire leurs performances. De plus, certaines applications introduiront pendant leur fonctionnement des tensions mécaniques inhérentes. Parmi les exigences mécaniques requises on peut citer ici les câbles pour le transport de l'électricité, pour lesquels le torsadage à 300 K exige une contrainte de traction d'environ 100 MPa et 0.3 % d'allongement, les bobines de champ magnétique intense où les efforts de bobinage et d'utilisation montent à 100 MPa en traction et compression et à 0.1 % d'allongement à 30 K, les moteurs et transformateurs supraconducteurs nécessitant une conservation des propriétés supraconductrices pour des déformation de 0.25 % en tension et 0.1 % en compression [1]. Ce chapitre étudie la résistance mécanique des CCs en lien avec leurs propriétés électriques.

2.2 Court rappel de mécanique des solides

Un bref rappel des notions d'élasticité et de plasticité s'impose pour introduire les essais mécaniques effectués sur nos échantillons.

Dans un essai de traction, la courbe contrainte - déformation $\sigma (\varepsilon)$ pour un matériau ductile a l'allure indiquée par la Fig.2.1. Pour une contrainte inférieure à σ_y , le matériau subit une transformation purement réversible : quand la charge est supprimée, l'éprouvette revient à son état initial. Le coefficient de proportionnalité entre la contrainte et la déformation est le module de Young E . C'est le "domaine élastique" défini par la loi suivante :

$$\frac{F}{S_0} = E \frac{\Delta l}{l_0} \iff \sigma = E\varepsilon \quad (2.1)$$

où : F est la force de traction, S_0 et l_0 sont respectivement la section et la longueur initiales de l'éprouvette, et Δl est la déformation absolue.

La contrainte σ_y est appelée "limite élastique" et sa valeur dépend de la précision avec laquelle

la déformation est mesurée. En pratique, on convient de définir sa valeur comme la contrainte nécessaire pour produire une déformation permanente de 0.02 %.

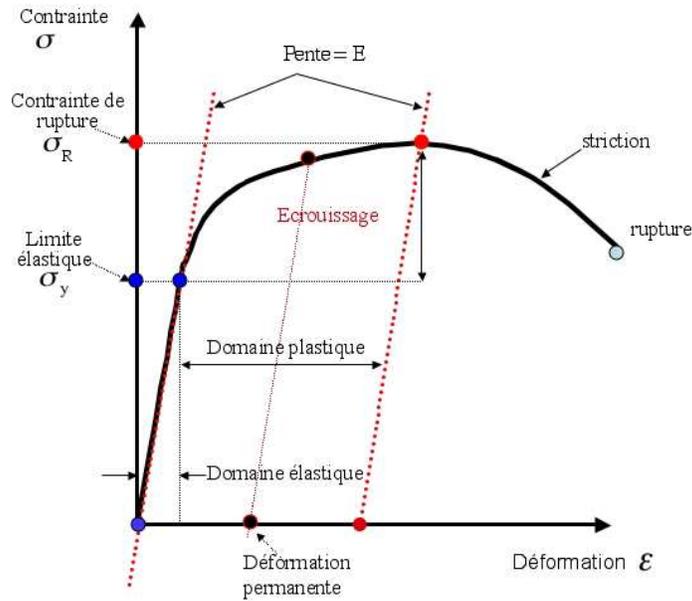


FIG. 2.1: Forme générale d'une courbe de traction pour un matériau ductile.

Pour une contrainte supérieure à σ_y , on passe dans le domaine plastique. Lorsqu'on supprime la charge, l'éprouvette ne revient pas à son état initial, mais garde une déformation permanente. Si on procède à une nouvelle mise en charge, on constate que la limite élastique σ_y du matériau est plus grande qu'initialement, avec le même module de Young : c'est le phénomène de durcissement par écrouissage. La limite élastique a été augmentée mais le matériau est plus fragile (c.a.d. il casse pour un ϵ plus petit qu'un matériau non-écroui).

D'un point de vue microscopique, le domaine élastique est caractérisé par de petits changements de distance interatomique et par un étirement sur les liaisons atomiques sans aucun endommagement de celles-ci. Quand on augmente la contrainte pour passer au domaine plastique on fournit au système une énergie suffisante pour rompre quelques liaisons atomiques. On crée des dislocations qui, pour minimiser l'énergie du système, se déplacent vers la surface de l'échantillon. Le mouvement des dislocations entraîne le glissement des plans atomiques un par un. Si dans leurs chemin les dislocations rencontrent des impuretés, des joints de grains, des lacunes, elles se piègent,

sont obligées de changer de direction de mouvement ou s'annihilent, produisant ainsi le durcissement de l'éprouvette. Pour une déformation forte, la densité des dislocations est augmentée : elles se gênent réciproquement et se verrouillent ensemble. Pour avoir une bonne résistance mécanique, il faut donc réduire la taille des grains, travailler avec des alliages (dont les atomes des impuretés piègent les dislocations) et durcir par écrouissage le matériau.

Les solides peuvent être classés en deux catégories distinctes suivant leur comportement face à la plasticité : matériaux ductiles et matériaux fragiles.

Les matériaux ductiles (tels que les métaux) peuvent subir une déformation plastique importante entre la limite élastique et la rupture. Dans le cas particulier des tôles minces, la striction présente l'aspect de glissement orienté suivant des directions faisant sensiblement 45° avec les contraintes principales.

Les matériaux fragiles (tels que les céramiques) subissent la rupture presque immédiatement après la limite élastique, sans déformation plastique notable. La rupture est perpendiculaire à la direction de traction.

2.3 Dispositifs expérimentaux

Pour étudier le comportement des CCs sous contrainte mécanique, nous avons conçu deux bancs d'essai pouvant être insérés dans un cryostat à l'azote liquide pressurisée de telle sorte que la température de fonctionnement puisse être variée de 77 K à 100 K par augmentation de la pression dans le bain. Ce cryostat peut à son tour s'insérer dans un aimant supraconducteur de 400 mm de diamètre produisant un champ magnétique maximum de 4 Tesla.

2.3.1 La traction uni-axiale

Le banc de traction de la Fig.2.2 permet de mesurer le courant critique de l'échantillon sous déformation uni-axiale. Le choix, un peu encombrant, d'un banc de traction horizontal a été fait dans le but de mettre en évidence l'effet de la traction sur la tenue sous champ magnétique dans une configuration d'aimant où le champ est vertical. Dans notre dispositif, la direction du champ magnétique sera toujours perpendiculaire à celle d'injection du courant (longueur de l'échantillon).

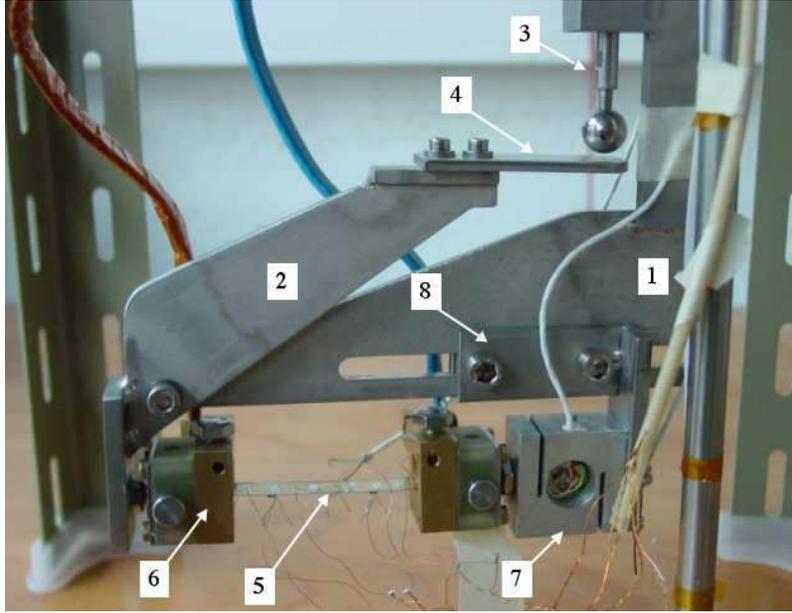


FIG. 2.2: Dispositif de traction permettant des mesures de courant critique in situ. Voir texte pour la signification des chiffres.

La cellule de charge (Fig. 2.2) est une pince de traction uni-axiale avec un bras rigide (1) et l'autre mobile (2), pouvant être actionnée de l'extérieur du cryostat. En vissant la tige filetée (3) qui sort du cryostat via un presse-étoupe, la bille descend et appuie sur la lame en acier (4) qui écarte le bras mobile de la pince, permettant ainsi des essais de déformation uni-axiale in-situ.

Entre les bras de la pince se trouve l'échantillon (5), serré dans les mors (6) et monté en série avec un capteur de force (7). L'orientation de l'échantillon peut être variée en faisant pivoter l'ensemble mors-échantillon-capteur de force autour d'un axe horizontal. Ceci est important sous champ magnétique pour explorer un ensemble de configurations respectant la condition $\vec{I} \perp \vec{B}$ (cf.ch. IV). Grâce au pied coulissant (8), on peut mesurer des échantillons avec des longueurs variant entre 3.5 cm et 7 cm.

Les mors, en laiton massif, servent d'amenées de courant et de thermaliseurs thermiques vis à vis de la chaleur produite par effet Joule au niveau des résistances de contact de l'échantillon. Une isolation en fibre de verre empêche tout contact électrique avec le corps de la pince.

Le capteur de force, réalisé sur commande chez Phimesure*, a une gamme thermique de

*phimesure@wanadoo.fr

fonctionnement de 77 K à 400 K. Il travaille en traction ou en compression jusqu'à une charge maximale de 1000 N (plus de 1 GPa pour les dimensions des rubans utilisés dans notre étude). Nous avons étalonné le capteur pour deux températures de fonctionnement : 77 K et 300 K. Une interface-indicateur pour cellule de charge de la gamme Kosmos-modeleAlphaC[†] permet l'affichage de la force appliquée.

Une jauge de contrainte (KFL-Kyowa[‡]) est collée sur l'échantillon côté substrat pour mesurer l'allongement dû à la traction. La jauge de contrainte et la colle à jauge fonctionnent dans une plage de température de 4 K à 400 K et permettent un allongement maximal de 2 %. Le facteur de jauge est choisi en fonction de la température du travail, en faisant appel à la fiche constructeur. La mesure de la déformation se fait en «quart de pont» à l'aide d'un pont d'extensiométrie Vishay 3800[§].

Un thermomètre (sonde platine Pt 100) est collé sur un des mors à côté de l'échantillon pour les tests à des températures supérieures à 77 K.

Jusqu'à 6 prises de tension permettent de mesurer simultanément le courant critique des différentes zones de l'échantillon sous traction.

On considère que tous les essais de traction sont statiques, car nous n'avons pas la possibilité d'imposer une vitesse de déformation constante. Aussi ce banc de traction fait-il partie des machines de traction douces (qui travaillent à charge imposée).

2.3.2 La flexion

A son tour, le banc de flexion (Fig. 2.3) permet de mesurer le courant critique de l'échantillon en fonction du rayon de courbure, variable de manière continue in-situ. Etant donnée l'architecture des CCs, le film supraconducteur peut être mesuré en compression ou en extension selon le positionnement du film : intérieur pour la compression, extérieur pour l'extension (Fig.2.4.b).

L'échantillon (1) est serré entre des mors en laiton massif (2) qui jouent aussi le rôle d'amenées de courant. Ils sont isolés électriquement du reste de dispositif par des rondelles en fibre de verre. Les mors peuvent coulisser, via des mini-roulements à bille, sur 2 tiges en inox (3) qui exécutent des

[†]<http://www.ditel.es/fproductos.htm>

[‡]<http://www.kyowa-ei.co.jp/>

[§]<http://www.vishay.com/test-measurements/>

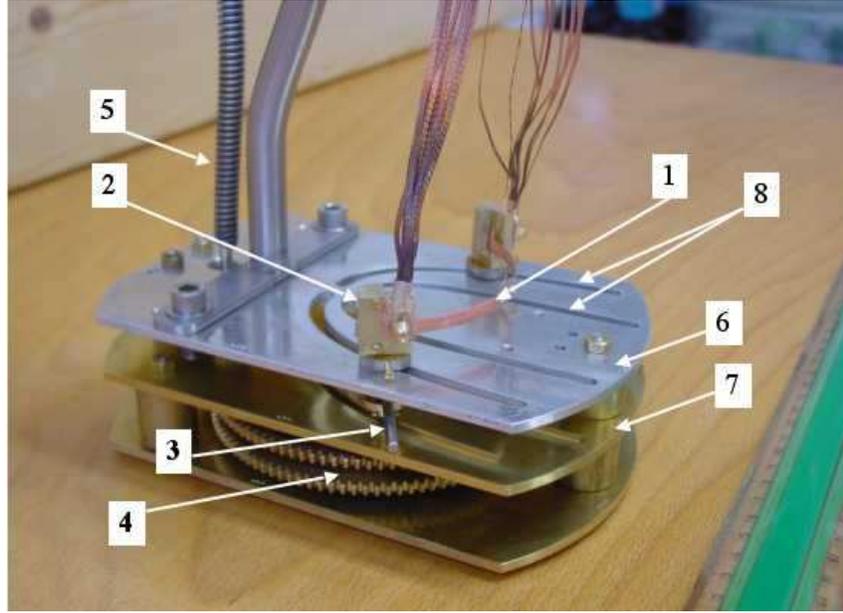


FIG. 2.3: Dispositif de flexion pour des mesures de courant critique in situ à des rayons variables de manière continue. Voir texte pour la signification des chiffres.

mouvements de rotation en des sens opposés par rapport au centre du dispositif. Le mouvement de chaque tige inox est imposé par un engrenage de 2 pignons en laiton (4) commandés de l'extérieur du cryostat par une tige flexible (5) et via le presse-étoupe. Un moteur pas à pas tourne la tige flexible, entraînant ainsi le mouvement des mors. Chaque angle de rotation correspond à un rayon de courbure donné de l'échantillon.

Le mouvement coordonné des tiges oblige les mors à suivre la rainure dans la plaque supérieure (6). Le rôle de la plaque inférieure (7) (identique) est d'empêcher le basculement latéral des mors pendant le glissement (sinon, leur mouvement sera bloqué). Le frottement par rapport aux deux plaques usinées est amélioré par des rondelles de kapton graphité, permettant ainsi la fluidité du mouvement. La forme de la rainure a été calculée de façon à ce que les extrémités de l'échantillon au niveau des mors restent tangents à un cercle de rayon variable (dont les tiges en inox du centre jusqu'aux mors peuvent représenter le rayon à chaque instant).

Les coordonnées (x, y) des mors suivant la rainure sont les suivantes :

$$x = R \sin \frac{L}{2R} \tag{2.2}$$

$$y = R \cos \frac{L}{2R} \quad (2.3)$$

où L est la longueur de l'échantillon, R est le rayon de courbure à chaque instant. D'où l'équation de la rainure :

$$x^2 + y^2 = R^2 \quad (2.4)$$

Ainsi, le ruban serré dans les mors, décrit un arc de cercle à chaque instant du mouvement (Fig.2.4.a).

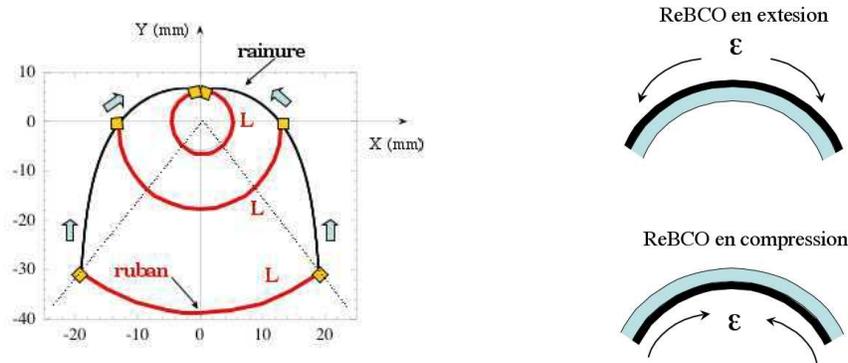


FIG. 2.4: (a) Schéma du principe de dispositif de flexion. Le ruban se ferme sur lui-même gardant à tout instant la forme d'un arc de cercle dont le rayon varie suivant l'emplacement des mors sur la rainure. (b) Configuration de mesure pour les CCs. En haut : flexion-extension avec la céramique supraconductrice placée vers l'extérieur de la courbure. En bas : flexion-compression avec le film ReBCO vers l'intérieur de la courbure.

Deux rainures (8) ont été prévues :

- ◊ la rainure extérieure exige des échantillons longs de 90 mm et balayant une gamme de rayon de courbure de 80 mm jusqu'à 15 mm ;
- ◊ la rainure intérieure impose des échantillons d'une longueur de 50 mm pouvant subir une flexion de 70 mm jusqu'à 10 mm de rayon.

Etant donnée la flexibilité des coated conducteurs ainsi que les longueurs réduites dont nous avons disposé pendant tout notre étude, nous n'avons utilisé que la rainure intérieure.

Un thermomètre Pt 100 est collé sur un des mors à côté de l'échantillon pour les tests à une

température supérieure à 77 K.

Jusqu'à 6 paires de prises de potentiel permettent de mesurer simultanément le courant critique des différentes zones de l'échantillon sous flexion.

Chaque rayon de courbure correspond à une déformation donnée du ruban. Le dispositif travaille ainsi à déformation imposée et peut être comparé à une machine d'essai dure.

2.3.3 Le cryostat pressurisé

Le cryostat pressurisé (Fig.2.5.a) peut héberger chacun des deux dispositifs décrits auparavant. Il est réalisé en inox 304L amagnétique, et sa double paroi sous vide secondaire lui permet une autonomie de 3 à 4 h de travail dans l'azote liquide. Une sonde de niveau de liquide, constituée de 3 thermomètres Pt 100 positionnés à différentes hauteurs dans le cryostat et travaillant en différentiel, garanti le bon fonctionnement de l'expérience.

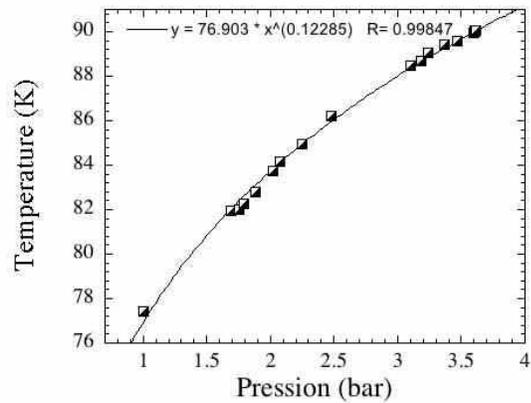


FIG. 2.5: (a) Cryostat amagnétique à l'azote liquide pressurisé. Il couvre une plage de température de 77 K à 100 K (b) Courbe d'étalonnage pression-température du cryostat.

En pressurant le cryostat, on augmente la température du bain d'azote jusqu'à 100 K. Pour éviter la stratification de la température dans le cryostat, une résistance de 250 Ω sous la forme d'une bobine en fil de constantan a été positionnée au fond du cryostat et alimentée par un autotransformateur, permettant ainsi le brassage du liquide dans le bain.

Une sonde de pression (6 bar maximum) et une électrovanne à débit réglable, connectées au cryostat via un récipient jouant un rôle de volume tampon de gaz, permettent la régulation du bain à la température désirée suivant la courbe d'étalonnage présentée dans la Fig.2.5.b.

Ce cryostat sert aux mesures de courant critique dans la gamme $77\text{ K} < T < T_c$ via la régulation décrite ci-dessus, aux mesures de température critique (cf.ch.III) et de courant critique sous champ magnétique lorsque inséré dans le trou de champ ($\phi = 400\text{ mm}$) d'une bobine supraconductrice Oxford[¶] de 4 Tesla (cf.ch.IV).

2.4 Comportement mécanique du substrat

Les substrats de nos échantillons sont des rubans d'Hastelloy C 276, un alliage développé dans les années 1960 avec une composition : Ni 57 %, Cr 16 %, Mo 16 %, Fe 5 %, W 4 %. Il est utilisé comme substrat pour les rubans supraconducteurs Re-123 grâce à son absence de réactivité chimique par rapport à la couche tampon MgO et à sa résistance à haute température sachant que, pendant le processus de fabrication des coated conductors, le substrat est chauffé à environ 1000 K. Un compromis est demandé en ce qui regarde les coefficients d'expansion thermique du substrat, de la couche tampon et de la couche supraconductrice. D'un point de vue mécanique, la probabilité de fracture de la couche céramique est réduite si une faible précompression de celle-ci est obtenue pendant le refroidissement suivant son dépôt. Ceci implique d'avoir un substrat avec un coefficient d'expansion thermique légèrement supérieur à celui des films céramiques [2].

Etant donnée l'épaisseur du substrat par rapport à la couche tampon de MgO et au film ReBCO (30 :1), nous pouvons supposer en 1^{re} approximation que le caractère général des propriétés mécaniques des coated conducteurs est donné par les propriétés du substrat.

Pour connaître celles-ci, nous avons donc réalisé un essai de traction sur un substrat préparé suivant la même procédure que celle utilisée pour la fabrication des CCs. Il s'agit d'un ruban d'Hastelloy C276 fourni par Theva, qui a subi un polissage mécanique suivi d'un électropolissage. Ce substrat a ensuite été recuit à 943 K pendant 1 h sous une pression partielle d'oxygène de 0.5 Pa, suivi d'un refroidissement de 1 h sous une atmosphère de 8×10^4 Pa.

[¶]www.oxford-instruments.com/

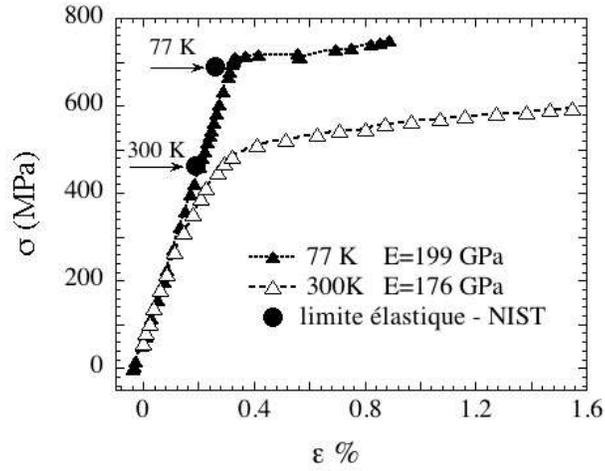


FIG. 2.6: Caractéristique de traction pour le substrat Hastelloy C276 à 77 K et à 300 K. Les valeurs des limites élastiques mesurées à NIST [1] pour les mêmes températures sont affichées.

Les essais mécaniques (Fig. 2.6) ont été réalisés à 300 K et à 77 K en utilisant le dispositif de traction décrit dans le paragraphe 2.3.1. Les valeurs des limites élastiques à 300 K et à 77 K sur Hastelloy C276 rapportées par NIST [1] sont également tracées et elles concordent avec nos résultats. À remarquer qu'à 77 K, une fois dépassée la limite élastique, la contrainte reste constante, tandis qu'un durcissement s'opère pour des déformations supérieures à 0.55 %. Le même comportement a été rapporté par Sugano [3], tout en précisant que les rubans n'ayant pas subi le traitement thermique présentent un écrouissage normal avec une limite élastique légèrement plus basse. Ce phénomène s'appelle écrouissage discontinu et il est souvent accompagné d'un crochet dans la caractéristique force-allongement, mais qui est visible seulement pour les essais réalisés avec une machine de traction rigide [4], [5]. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe 2.5.4.

Lorsque la température est augmentée, la limite d'élasticité baisse. À 300 K la caractéristique $\sigma(\epsilon)$ ne présente pas d'écrouissage discontinu et le passage au domaine plastique se fait de manière douce.

2.5 Comportement mécanique des rubans sous traction uniaxiale

2.5.1 Courbe représentative (I_c , σ , ε)

Dans un premier temps, nous avons mesuré la densité de courant critique d'un CC YBCO en fonction d'une traction uni-axiale à 77 K. Le résultat est présenté dans la Fig. 2.7.

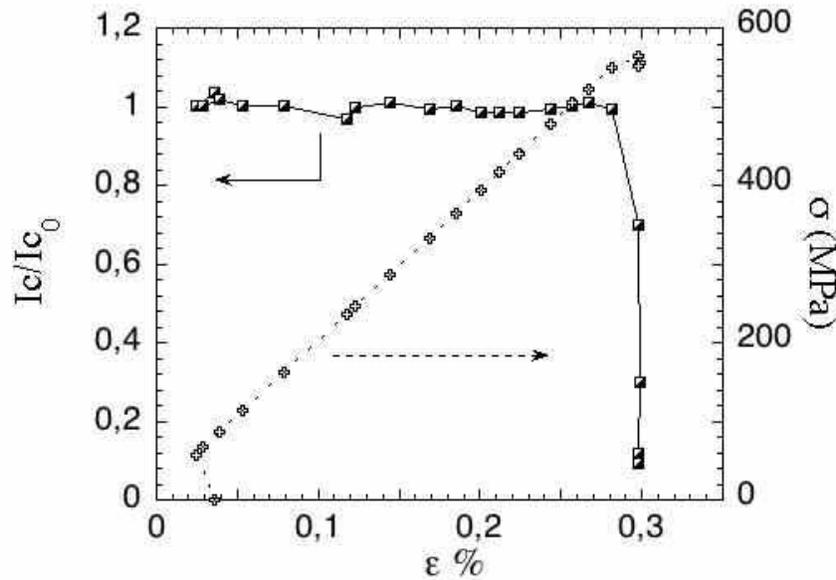


FIG. 2.7: Courant critique normalisé et charge appliquée en fonction de la déformation uni-axiale pour un CC-YBCO de 1^{gen} à 77 K.

Pour chaque valeur d'allongement imposée, mesurée à l'aide d'une jauge de contrainte collée sur la face arrière de l'échantillon, nous mesurons la force appliquée à l'aide du capteur de force ainsi que le courant critique en utilisant comme critère de champ électrique $1 \mu\text{V}/\text{cm}$.

A première vue, nous remarquons un palier du courant critique jusqu'à une déformation de 0,28% et une charge d'environ 500 MPa. Le courant critique ne change pas de manière significative tant qu'on se trouve dans le domaine élastique du substrat. Dès que nous nous approchons de la limite plastique de celui-ci, le courant critique chute de façon brutale et irréversible.

2.5.2 Aspects morphologiques liés à la plasticité

L'observation en microscopie électronique à balayage (MEB) d'un échantillon dans le domaine plastique ($\epsilon=0.45\%$) montre un réseau de fissures presque équidistantes, perpendiculaires à la direction de charge (Fig.2.8.a). Les fissures, larges de 200 nm et espacées d'environ $14\ \mu\text{m}$, ne traversent pas entièrement la largeur de l'échantillon, ce qui suggère que pour un allongement inférieur, la percolation du courant entre les fissures est encore possible. La présence de fissures est confirmée par les observations magnéto-optiques (Fig.2.8.b), où l'on remarque une pénétration du champ appliqué dans les failles et son écrantage de part et d'autre de celles-ci. On conclut que la supraconductivité est préservée entre les fissures. Le chemin des fissures passe à travers les grains et les joints de grains du film ReBCO, comme montré dans l'insert de la Fig.2.8.a.

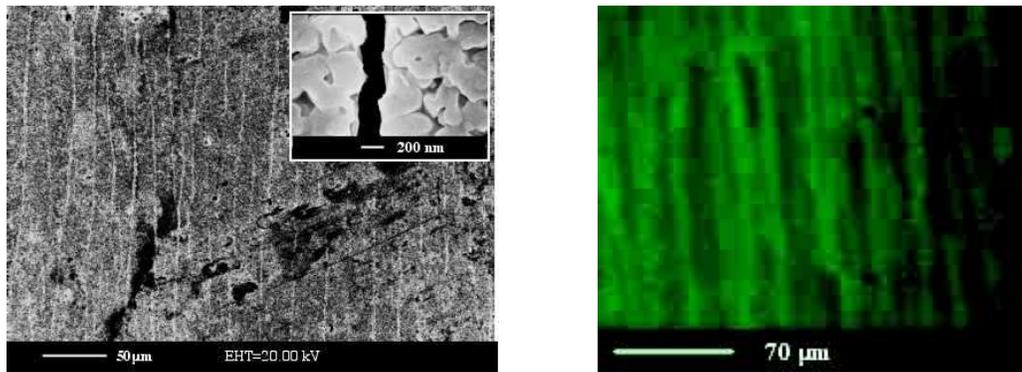


FIG. 2.8: (a) Failles observées au MEB en mode SE pour un échantillon CC YBCO 1^{gen} ayant subi une déformation de 0.45 % en traction uni-axiale. L'insert montre le zoom sur une faille large de 200 nm. L'espacement moyen entre les failles est de $14\ \mu\text{m}$ (b) Observations magnéto-optiques en Ofc, 20 K, 54 mT, sur le même échantillon.

De plus, sur le bord de l'échantillon, des fissures longitudinales parallèles à la direction de traction ont été remarquées dans la couche de MgO. Elles sont les précurseurs d'une délamination à l'interface entre la couche de MgO et le substrat d'Hastelloy (Fig.2.9.a). Ces fissures suivent les joints des grains du MgO pour deux raisons. Tout d'abord, la croissance de celui-ci par ISD induit des gaps à la base des colonnes MgO [6] en fragilisant le matériau à ce niveau. Ensuite, pour la famille des cristaux ioniques dont le MgO fait partie, les fractures se produisent préférentiellement aux joints de grains, par contraste aux cristaux covalents [7]. Dans la Fig.2.9.b on montre une image magnéto-optique d'une telle fissure parallèle à la direction de la traction, aussi que les

fractures transversales déjà présentées précédemment.

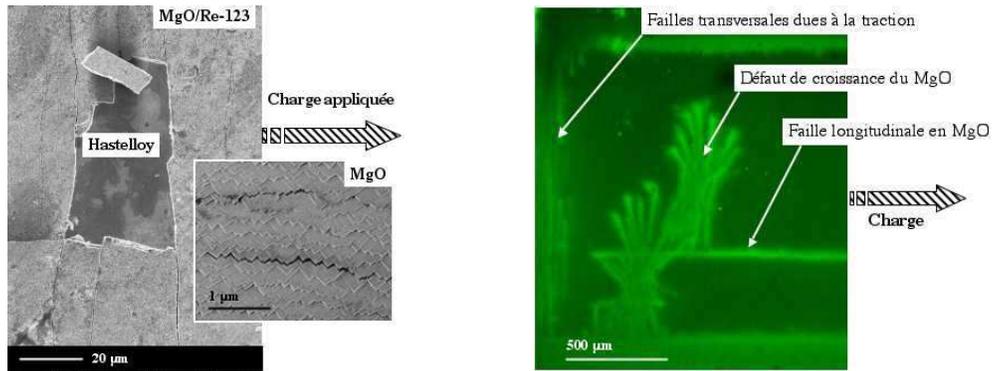


FIG. 2.9: (a) Délamination de la couche céramique observée au MEB en mode SE pour un échantillon CC-YBCO 1^{gen} ayant subi une déformation de 0.45 % en traction uni-axiale. Dans l’insert, des failles longitudinales dans le film de MgO (b) Observations magnéto-optiques en Ofc, 20 K, 54 mT, sur un échantillon CC-DyBCO sous traction uni-axiale. On voit les failles transversales dues à la traction, une faille longitudinale et des défauts de croissance sous forme d’étoile dans le MgO/DyBCO.

2.5.2.1 Effet de la jauge de contrainte

Ce paragraphe tente de répondre à la question «est-ce que l’allongement mesuré par la jauge de contrainte est fiable et représentatif de toute la longueur de l’échantillon?». Des observations en microscopie optique (Fig.2.10) montre l’absence quasi-totale de fissures dans la zone où a été collée la jauge de contrainte, et leur apparition progressive au voisinage de cette zone. Une fois collée, l’épaisseur de la jauge de contrainte et de la colle peut arriver à environ 30-40 μm [8]. Même si son module d’élasticité est très faible ($E=20 \text{ GPa}$), la jauge renforce localement le ruban dont l’épaisseur est de seulement 90 μm . Un petit calcul assimilant le ruban et la jauge à des ressorts couplés en parallèle nous donne une erreur relative de 4.2 % due au renforcement.

Une mesure de déformation absolue s’impose et c’est pour cette raison qu’un essai de traction a été réalisé à 77 K sur des substrats d’Hastelloy C276 de 70 μm à l’aide d’un banc de traction de type DY35 Adamel Lhomorgy (modifié pour les besoins de travail des basses températures) dans le laboratoire de génie mécanique GPM2. L’allongement a été mesuré avec le même type de jauge de contrainte et avec une sonde optique mesurant l’allongement global du ruban entre deux repères fixés dans la zone centrale de l’éprouvette. Les résultats, présentés dans la Fig.2.11 montrent une

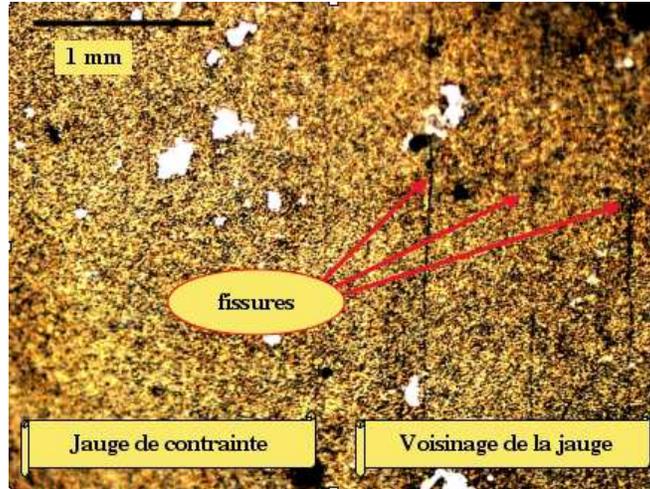


FIG. 2.10: Image optique des fissures dans la zone où a été collée une jauge de contrainte pour un échantillon CC-YBCO 1^{re} génération qui a subi une déformation de 0.35% en traction uni-axiale.

sous-estimation de la déformation globale avec une erreur relative de 0.2% et confirme l'hypothèse de renforcement par la jauge. L'erreur n'étant pas considérable, nous avons continué par la suite à employer les jauges de contrainte.

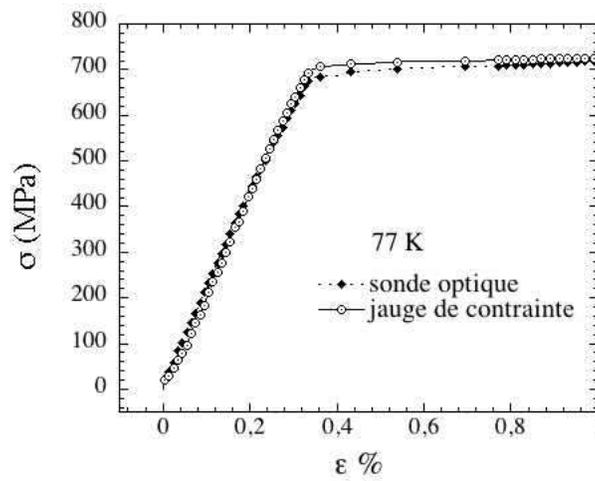


FIG. 2.11: Caractéristiques charge-déformation à 77 K, en traction uni-axiale, pour deux rubans Hastelloy (90 μ m d'épaisseur) où la déformation a été mesurée respectivement avec une sonde optique d'allongement et avec une jauge de contrainte.

2.5.2.2 Effets des mors - artefacts de mesure et comment s'en affranchir

Afin de voir si la contrainte est uniforme le long du ruban, deux jauges de contrainte ont été collées sur un échantillon, une au centre et la deuxième au voisinage d'un mors. Les caractéristiques force-allongement, mesurées simultanément, ont été tracées pour les deux jauges et sont présentées dans la Fig.2.12. On remarque, pour la même force appliquée, un allongement plus grand quand la jauge est située près du mors. On conclut que la compression des mors affaiblit le ruban, qui devient localement plus mou. La pression au niveau des mors induit donc un gradient de déformation le long de l'échantillon : plus l'échantillon est long, plus l'on s'affranchit de cet effet au centre et plus l'on mesure la caractéristique intrinsèque du ruban [5]. Ceci explique également l'apparition des 1^{res} fissures près des mors.

Le manque de linéarité dans la caractéristique «près des mors» peut être expliqué par un léger désalignement du ruban par rapport à la direction de traction, d'autant plus fort que l'on est au voisinage des mors. Au fur et à mesure que l'on augmente la charge, le ruban se redresse et la courbe contrainte - déformation change de pente [9] pour rejoindre celle donnée par le module d'Young.

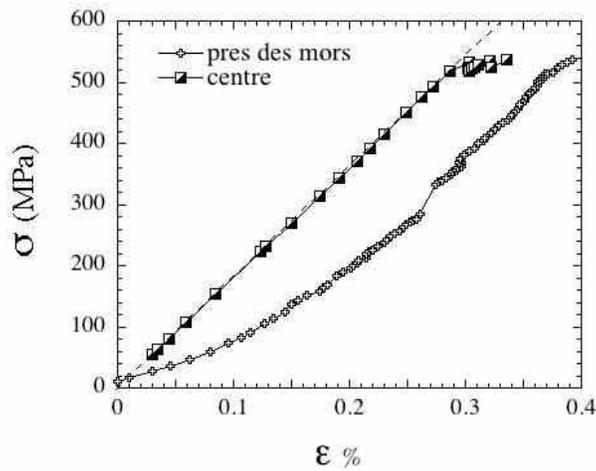


FIG. 2.12: Diagramme charge-déformation réalisé en traction uni-axiale avec deux jauges de contraintes collées une au centre de l'échantillon et l'autre près d'un mors.

Pour s'affranchir des effets des mors sur la traction, étant donné que l'on est limité en longueur, nous avons employé deux méthodes : la photo-lithographie ou le renforcement des extrémités de

l'échantillon. La première méthode permet d'enlever par attaque chimique la céramique supraconductrice au voisinage des mors. On garde seulement un pont supraconducteur au centre, ce qui empêche que l'alimentation en courant soit coupée par l'apparition des fissures près des mors. La méthode du renforcement consiste à couvrir les zones adjacentes aux mors par une couche métallique (une feuille d'In dans le cas de CC YBCO ou par une couche de soudure Ag97%In3% dans le cas de CC DyBCO), en laissant libre seulement le centre du ruban où l'on mesure le courant critique (Fig. 2.13).

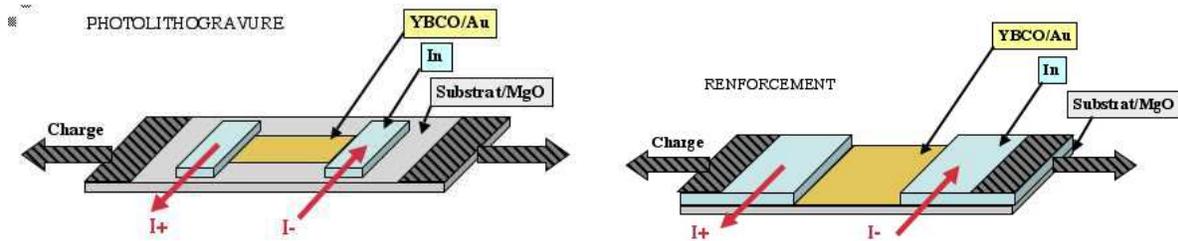


FIG. 2.13: Configurations des essais de traction uni-axiale pour éviter les effets dus aux serrage par les mors (a) Photolithographie d'un pont supraconducteur (b) Renforcement du ruban par une couche d'In pressé ou de soudure Ag/In.

2.5.3 Propagation des fissures dans les couches céramiques

Jusqu'à présent, les CCs ont été considérés comme une boîte noire du point de vue de leur comportement mécanique. Il nous faut maintenant étudier l'architecture des fissures, leur propagation et leur dynamique en temps réel.

Alain Villaume a réalisé pendant sa thèse un mini-charriot de traction pour les observations magnéto-optiques in-situ des rubans supraconducteurs. Ce dispositif offre la possibilité d'observer en direct l'apparition des premières fissures dans la céramique supraconductrice, ainsi que la propagation de celles-ci. Le désavantage est que, due à une longueur réduite de l'échantillon d'environ 2 cm, nous ne pouvons pas avoir dans toute la partie utile de l'échantillon une répartition homogène de contrainte, non perturbée par l'influence des mors.

Les résultats d'une telle étude réalisée sur un échantillon CC-DyBCO sont présentés dans la Fig.2.14. L'échantillon a été photo-lithographié en utilisant un masque contenant 20 ponts de 150 μm de large et espacés de 50 μm . Chaque image, réalisée pour une déformation donnée,

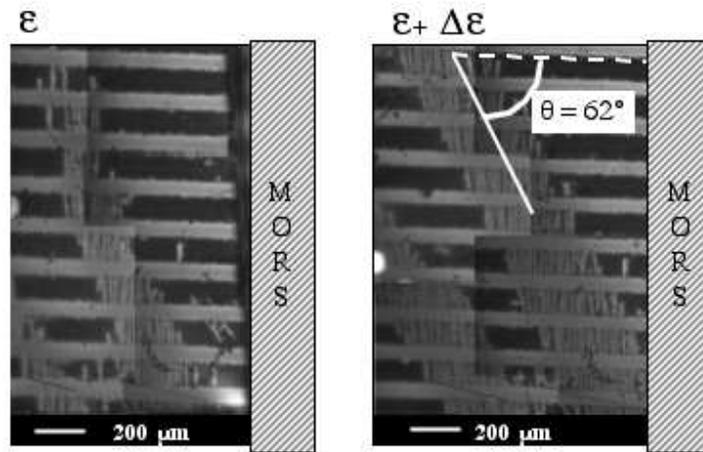


FIG. 2.14: Propagation des fissures sous forme de bandes orientées à 62° dans un CC-DyBCO contenant 20 ponts gravés de $150\ \mu\text{m}$ large espacés de $50\ \mu\text{m}$. Les images MO (Ofc 45 K 30 mT) ont été prises pour deux déformations très proches ($\frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} = 5\%$).

est une juxtaposition des images magnéto-optiques qui couvrent la section de l'échantillon. Les bandes noires correspondent aux ponts supraconducteurs où le champ magnétique est écranté par la céramique supraconductrice. Les bandes grises correspondent aux entreponts où les couches Ag et DyBCO ont été enlevées par des attaques chimiques et où le champ magnétique pénètre librement. L'apparition d'une fissure se visualise par la pénétration du champ magnétique dans ce défaut (en clair dans l'image).

Au fur et au mesure que l'on augmente la charge, les premières fissures transversales font leur apparition. Elles avancent pour une charge quasiment constante. Le fait remarquable est qu'elles ne traversent pas la largeur de l'échantillon, mais s'organisent le long d'une bande orientée à 62° environ par rapport à la direction de traction. On note que la nucléation de la première bande a commencé près d'un mors de traction du dispositif.

En augmentant la charge, la largeur de la bande fissurée s'agrandit et d'autres bandes parallèles vont nucléer au voisinage de la première. A la fin, toute la surface est envahie par un réseau des failles régulièrement espacées, comme déjà montré dans la Fig.2.8.

L'apparition de bandes de déformation inclinées ou bandes de Lüders (qui feront l'objet de la prochaine section) caractérise le passage au domaine plastique de certains aciers mous [10].

L'entrée en plasticité du substrat d'Hastelloy provoque l'apparition de fissures dans les couches céramiques supérieures [3], organisées en bandes inclinées.

2.5.4 Bandes de Lüders

Dans certains alliages, des phénomènes d'instabilité apparaissent parfois au cours de l'essai de traction. Il s'agit du "crochet de la limite élastique" ou des phénomènes Portevin-Le Chatelier se manifestant respectivement par une ou plusieurs chutes temporaires de la charge (Fig.2.15.a) [5], [10], [4], lorsque les dislocations sont bloquées par des atomes d'impuretés (surtout des atomes de carbone [11], [4]).

Au niveau des courbes $\sigma(\varepsilon)$, nous observons une montée de charge appliquée à l'éprouvette jusqu'à ce que la contrainte nécessaire pour activer les sources de dislocations soit atteinte (LES-limite d'écoulement supérieure) dans des zones de concentration des contraintes, (dans les congés de l'éprouvette notamment). Une avalanche de dislocations se produit alors et on y voit apparaître des bandes, appelées bandes Piober-Luders qui traversent l'éprouvette. La charge chute pendant ce temps.



FIG. 2.15: (a) Caractéristique charge-déformation avec le palier d'écoulement discontinu dû aux présences des bandes Piober-Lüders dans certains aciers mous. (b) Image optique des bandes de Lüders observés dans les rubans de Hastelloy C276 par Sugano [3].

Puis ces bandes, inclinées entre 40° et 70° [10], s'élargissent en envahissant progressivement toute la partie utile de l'éprouvette. La déformation est pendant ce temps localisée uniquement à la frontière de la bande. La charge reste constante durant tout ce temps (LEI-limite inférieure

d'écoulement) et on observe donc un palier sur la courbe de traction comme remarqué dans la Fig.2.15.a. La déformation dans la bande de Lüders est égale à la déformation permanente ε_L . Elle peut atteindre une valeur de 5% dans le cas de certain aciers [12]. Quand les bandes ont envahi toute l'éprouvette, l'écroutissage reprend normalement.

Il est à noter que la pente de chute de la charge est liée a la rigidité de la machine, très accentuée avec une machine dure, tandis que le crochet peut disparaître avec une machine molle [5]. Ceci explique l'absence de crochet du traction pour les essais réalisés avec notre banc de traction ou dans les essais réalisés au GPM2 où seulement la déformation de la zone centrale de l'éprouvette a été mesurée.

Des observations MEB sur des substrats ayant subi le même traitement thermique que les échantillons CC ReBCO, mettent en évidence la présence des bandes de Lüders dans l'Hastelloy C276 [3] (Fig. 2.15.b). La déformation plastique est localisée dans les bandes, et sa valeur est pratiquement incontrôlable et de l'ordre du %. Ceci explique l'apparition des fissures dans la céramique, alors que la céramique peut résister à une déformation supérieure à celle indiquée par la jauge de contrainte. C'est le substrat qui cède et qui est responsable de l'apparition des fissures dans les couches supérieures de céramiques via les bandes de Lüders .

Les origines des phénomènes d'instabilité caractérisés par les bandes de Lüders sont nombreuses et pas encore élucidées. La valeur du LES, la déformation dans la bande ε_L , ainsi que le nombre de bandes formées croissent avec la diminution de taille des grains [13], avec la diminution de la vitesse de déformation dans l'essai de traction et avec le rapport largeur/épaisseur de l'éprouvette [10]. Weaver [11] témoigne de la présence des bandes pour des éprouvettes ayant subi un traitement thermique. Une température et un temps de recuit élevés, un refroidissement lent ou une précontrainte avant le recuit, génèrent un crochet de limite élastique (Fig.2.16).

2.6 Essais de flexion

Des informations complémentaires peuvent être obtenues par des essais de flexion. Nous travaillons ici à déformation imposée, ce qui empêche une déformation incontrôlée de l'échantillon une fois dépassée la limite élastique. De plus, des tests de compression peuvent être réalisés facilement en plaçant l'échantillon avec le film supraconducteur à l'intérieur de la courbure.

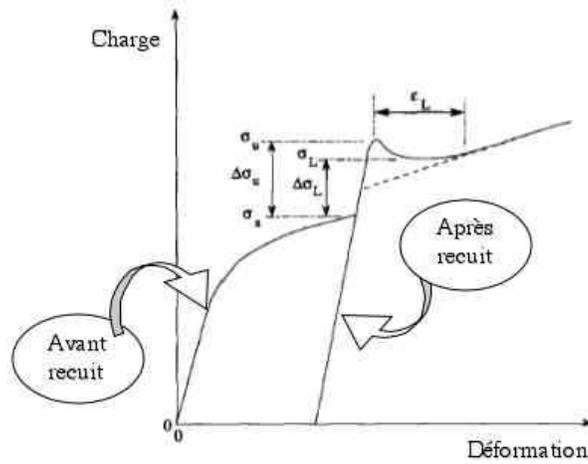


FIG. 2.16: L'effet d'un recuit sur la tenue mécanique du substrat. Le recuit produit une augmentation de la limite élastique et un passage au domaine plastique via des bandes de Lüders.

2.6.1 Lien courbure - déformation

Pour calculer la déformation dans une poutre en flexion, il est commode de supposer comme dans la référence [14] que la poutre est constituée d'une infinité de lamelles longitudinales minces indépendantes. Par conséquent, chacune des lamelles ne subit que des forces de compression ou de tension axiale (Fig.2.17).

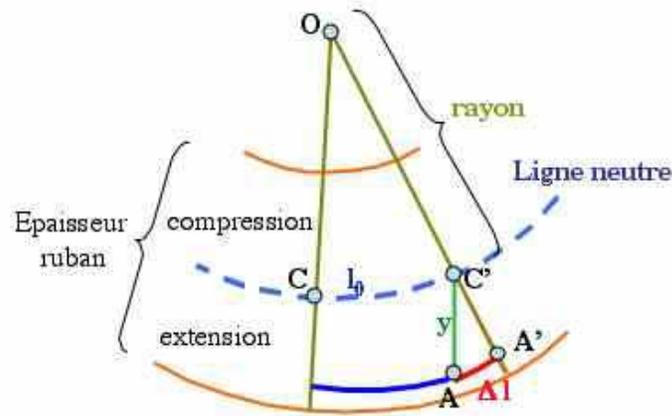


FIG. 2.17: Schéma d'un ruban en flexion

En supposant que le matériau suit la loi de Hooke, que les modules de Young sont identiques en compression et en traction, qu'une section plane de la poutre reste plane après déformation et que la ligne neutre est au centre de la poutre, alors on peut écrire les relations suivantes :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{AA'}{CC'} = \frac{AC'}{OC} \simeq \frac{y}{R} \quad (2.5)$$

où ε est l'élongation subie par la lamelle située à une distance y de l'axe neutre et R est le rayon de courbure local.

La déformation moyenne d'une couche d'épaisseur Δy , située à la distance y_0 par rapport à la ligne neutre, s'écrit donc :

$$\varepsilon = \frac{1}{\Delta y} \int_{y_0}^{y_0+\Delta y} \frac{y}{R} dy = \frac{\Delta y + 2y_0}{2R} \quad (2.6)$$

Si la couche considérée est très mince par rapport à l'épaisseur du ruban e :

$$\Delta y \ll e \quad (2.7)$$

et se trouve à l'extrémité de celui-ci, on fait l'approximation :

$$\varepsilon = \frac{2(y_0 + \Delta y)}{2R} \approx \frac{e}{2R} \quad (2.8)$$

Par la suite, nous considérerons que la déformation de la couche supraconductrice due à la flexion est décrite par l'équation (2.8). Toutefois, un calcul plus rigoureux de la déformation correspondant à la flexion dans la couche supraconductrice doit tenir compte des propriétés mécaniques du substrat, des couches tampons, du film supraconducteur et du shunt métallique, incluant la limite d'élasticité et le comportement plastique. La contrainte intrinsèque due à la différence de coefficients d'expansion thermique et à l'adhésion d'interface entre les différentes couches doit aussi être considérée.

2.6.2 Différence des comportements en flexion et traction

Les CCs utilisés sont des composites lamellaires pour lesquels les couches céramiques sont situées à l'extérieur de l'empilement. Etant très mince par rapport à l'épaisseur du substrat (30 :1), ces couches ne voient pas le gradient de charge suivant leur épaisseur. Pour cette raison un essai de flexion est absolument équivalent à un essai de traction du point de vue des couches MgO-ReBCO. Par contre, le substrat subit une déformation inhomogène dans son volume. Sa résistance à la flexion n'est donc pas une caractéristique intrinsèque puisqu'elle dépend des résistances à la traction, à la compression, et même au cisaillement [5].

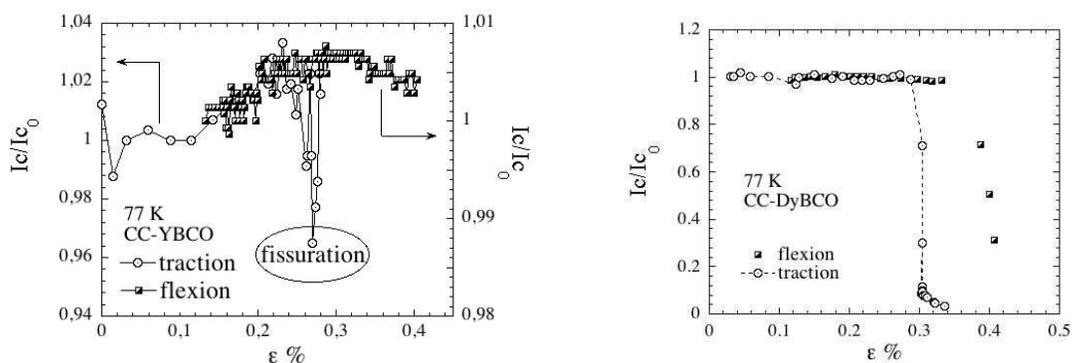


FIG. 2.18: Courant critique normalisé en fonction de la déformation due à la traction ou à la flexion pour des CCs (a)YBCO 2^{gen} et (b) DyBCO.

L'essai de flexion fournit ainsi une déformation de rupture systématiquement plus élevée que celle donnée par l'essai de traction. Cette différence est attribuée au fait qu'en flexion le volume sollicité à forte contrainte ne se trouve qu'en surface, donc il est beaucoup plus restreint que dans un barreau en traction où la contrainte est homogène. La même cause gouverne le passage discontinu en domaine plastique provoqué par la présence de microdéfauts qui piègent les dislocations. La probabilité d'en trouver dans la zone fortement sollicitée est donc plus petite en flexion qu'en traction et la résistance est meilleure (théorie de Weibull). On note aussi que la présence des bandes de Lüders n'est pas limitée aux essais de traction, mais qu'elles peuvent apparaître dans tous les types d'essais mécaniques [15].

Une comparaison de deux essais de traction et flexion sur des échantillons YBCO et DyBCO est présentée dans la Fig.2.18. Dans les deux cas, la présence d'une différence de déformation pour

la chute du courant critique pointe le substrat comme responsable de l'apparition de fissures dans la céramique supraconductrice.

2.7 Discussions

2.7.1 Panorama des différents échantillons testés

Dans la Fig.2.19 nous avons tracé, pour des échantillons représentatifs des différents lots reçus de Theva, la dépendance du courant critique normalisé à sa valeur sans charge appliquée en fonction de la contrainte uni-axiale. Les caractéristiques de chaque échantillon sont présentées dans le Tab.2.1. Pour tous les échantillons (qu'il s'agisse des CC-YBCO de première ou de seconde génération, ou encore des CC-DyBCO) on remarque une première chute du courant (correspondant à la nucléation des bandes de Lüders dans le substrat Hastelloy) pour une charge d'environ 500 MPa pour les rubans de 90 μm et pour une charge de 360 MPa pour les rubans de 70 μm d'épaisseur. Les déformations correspondantes à la chute du courant sont pointées sur la figure pour chaque échantillon.

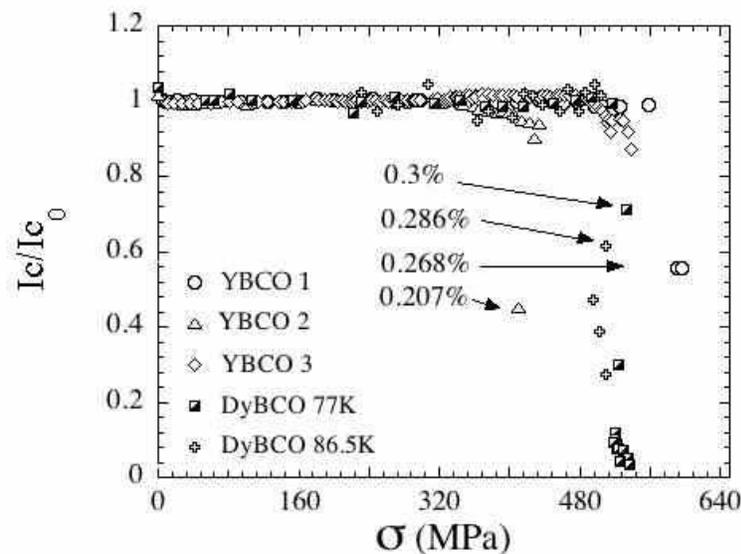


FIG. 2.19: Courant critique normalisé en fonction de la charge appliquée pour différents échantillons CCs à base de YBCO ou DyBCO. Voir tableau 2.1 pour les caractéristiques des échantillons.

TAB. 2.1: Caractéristiques des échantillons. YBCO1 et YBCO2 appartiennent à la 1^{gen} de conducteurs YBCO, tandis que YBCO3 appartient à la 2^{gen}.

Echantillon	Substrat Hastelloy C276	Couche tampon	Section transversale ReBCO	Shunt métallique	Jc
YBCO1	90 μm	ISD-MgO 3 μm	600 nm x 8 mm	Au-100 nm	1.2 MA/cm ²
YBCO2	70 μm				1.45 MA/cm ²
YBCO3	90 μm		2 μm x 10 mm	Ag-300 nm	1.66 MA/cm ²
DyBCO1 et 2	90 μm				0.5 MA/cm ²

Si de plus on compare les caractéristiques obtenues pour un même type d'échantillon en traction uni-axiale ou en flexion externe (cf. Fig.2.18), la déformation permise en flexion est beaucoup plus importante. Cela implique que les films seuls YBCO supportent une déformation supérieure à 0.45%, et les DyBCO supportent au moins 0.37% (en bonne concordance avec les valeurs de déformation de fracture pour YBCO trouvées dans la littérature de 0.5% [16], [17], [18], [19]), alors que les CCs résistent au maximum à 0.3% de déformation du fait de la plasticité inhomogène du substrat.

Pour améliorer la capacité des CCs de s'allonger, plusieurs astuces peuvent être envisagées.

- ◊ Le substrat Hastelloy C276, à cause du traitement thermique auquel il est soumis pendant les dépôts des couches MgO et ReBCO, gagne en limite élastique, mais en même temps devient propice au développement de bandes de Lüders [3]. En changeant les conditions du dépôt (température du dépôt plus basse, temps de dépôt réduit et descente rapide en température), une amélioration de sa tenue mécanique peut être apportée [11]. Il faut donc réaliser un compromis entre les conditions nécessaires pour une bonne qualité de couche ReBCO et l'influence des paramètres de dépôt sur la plasticité du substrat [1].
- ◊ L'utilisation d'un autre matériau pour le substrat, avec un passage homogène en plasticité peut augmenter la qualité des échantillons. Toutefois, l'Hastelloy est le matériau qui supporte la charge maximale parmi les alliages de Ni utilisés comme substrats pour les CCs.
- ◊ Pour toutes les applications où les rubans subissent une flexion, un shunt métallique épais (de même épaisseur que le substrat) peut être déposé. Ceci déplace la ligne neutre de l'échantillon, de façon à ce que le film ReBCO, situé au centre de l'échantillon, ne souffre pas de déformation. Des bons résultats [20] ont déjà été obtenus par American Superconductor pour des CC YBCO sur substrats RABiTS de type NiW par soudure-laminage d'un ruban

de cuivre de même épaisseur que le substrat (Fig. 2.20) .

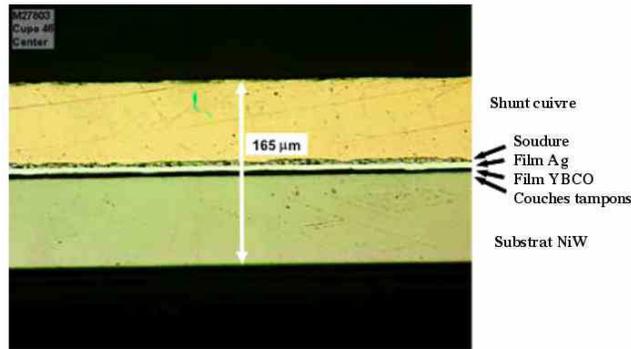


FIG. 2.20: Coupe transversale d'un CC-YBCO fabriqué chez American Superconductors. Le film supraconducteur se trouve sur la ligne neutre de l'échantillon entre le substrat RaBITS/couche tampon et le shunt métallique en cuivre épais.

Enfin tous les échantillons ont une bonne tenue en compression jusqu'à 0.45% de déformation (qui représente la limite de notre banc de flexion). Pendant toute cette plage le courant critique est parfaitement réversible avec la contrainte appliquée.

2.7.2 Influence du relâchement de la contrainte

Dans un essai mécanique, les cycles charge-décharge de la contrainte apportent des informations supplémentaires sur le comportement mécanique des échantillons. Une étude a été réalisée par la suite (Fig. 2.21) sur un échantillon CC-YBCO de 1^{gen}. La densité de courant critique est mesurée simultanément avec la charge à la traction uni-axiale et la déformation lue par la jauge de contrainte collée sur l'échantillon.

On remarque un premier palier à $1.3 \text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$ (1), sur lequel le courant critique est réversible à tout moment (2) comme déjà observé dans la littérature [16], [18], [19], [3], [21], [22]. Vers un allongement de 0.27%, une première chute du courant critique apparaît (3). Si on relâche la contrainte puis qu'on la ré-applique progressivement (4), la densité de courant critique ne revient pas à sa valeur initiale de $1.3 \text{ MA}\cdot\text{cm}^{-2}$. Une dégradation irréversible s'est produite dans l'échantillon. En augmentant la contrainte, la dégradation se poursuit (5) toujours d'une manière irréversible (6), pour finir avec une deuxième chute brutale où le courant critique s'annule pour un allongement de

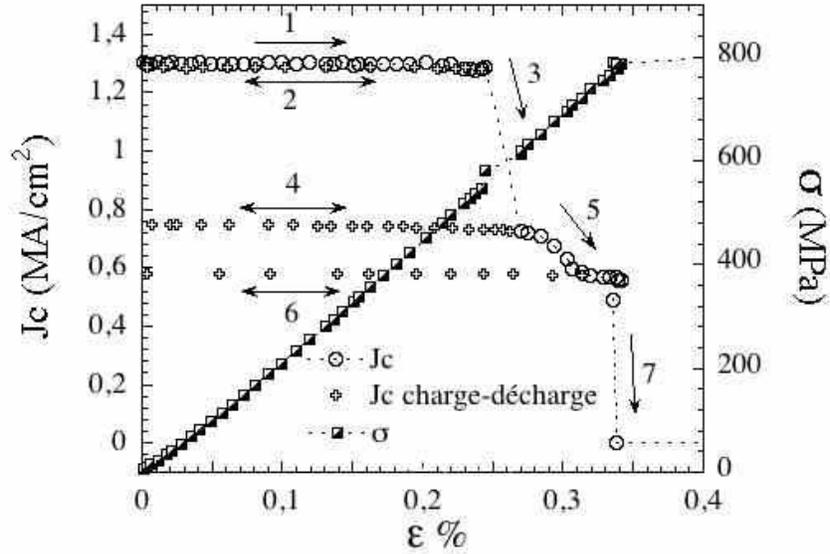


FIG. 2.21: Densité de courant critique et charge appliquée à la traction uni-axiale en fonction de la déformation pour un CC-YBCO 1^{re} génération contraint in-situ à 77 K.

0.33%. En regardant la caractéristique de traction, on remarque que la première chute du courant critique se passe dans le domaine élastique de l'échantillon, dont la déformation est mesurée au centre par la jauge de contrainte, et que seulement l'annulation du courant (sans doute une coupe transversale de la céramique supraconductrice) coïncide avec le passage en domaine plastique du centre de l'échantillon.

Systématiquement, pour tous les essais de traction réalisés, nous remarquons que la première chute du courant critique coïncide avec l'apparition d'une discontinuité dans la courbe charge-contrainte (Fig.2.22.a). Des discontinuités similaires ont été observées dans des composites TiN/SiN sur substrats de Ti_6Al_4V , associées à l'apparition d'une fissure dans le film céramique. La hauteur de la discontinuité est alors proportionnelle au rapport d'épaisseur film/substrat (elle fait son apparition pour des rapports 1 : 30, comme dans notre cas) et au rapport des modules de Young correspondants [9].

Dans notre cas, cependant la chute de I_c survient juste *après* l'apparition de la discontinuité et non pendant.

De plus, cette discontinuité coïncide dans l'expérimentation avec l'apparition d'une petite

chute de charge. Cette chute de contrainte peut témoigner de l'apparition des premières bandes de Lüders quelque part dans l'échantillon. Pour la compenser, nous avons augmenté la contrainte de façon brutale, pour qualitativement continuer à faire croître la force à un rythme constant une fois dépassé ce moment critique. Or, dans un essai mécanique, toute augmentation brutale de la vitesse de déformation induit une augmentation de charge pour une déformation donnée (Fig.2.22.b) [23], [24]. Si on retourne à la vitesse de déformation initiale, la valeur de charge décroît de façon à ce que nous nous retrouvons de manière complètement réversible sur la courbe de traction initiale. Ceci explique, dans la Fig.2.22.a, la présence du dernier point de charge sur la droite de charge-déformation initiale. Cette discontinuité, liée à une chute de charge, peut être expliquée par le passage discontinu en plasticité d'une zone extérieure à la jauge de contrainte, située probablement près des mors. L'apparition d'une 1^{re} bande de Lüders près de mors cause la fissuration de la céramique à cet endroit.

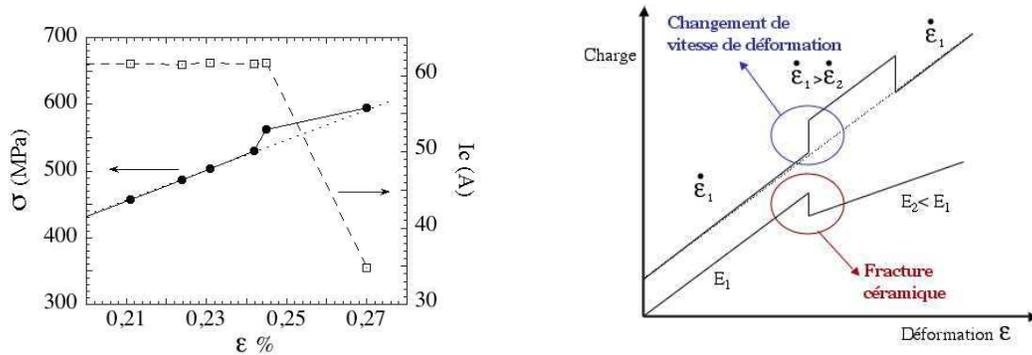


FIG. 2.22: (a) Discontinuité dans la diagramme charge-déformation, simultanément avec la chute du courant critique dans l'échantillon. (b) Deux mécanismes possibles susceptibles de créer une discontinuité charge-déformation : une variation de vitesse de déformation, ou l'apparition d'une fissure dans le film céramique.

Dans ce cas, la région (5) (Fig.2.21) ne devrait pas être représentative du comportement du centre de l'échantillon, mais plutôt traduire une transition près des mors. Pour vérifier cela, le courant critique a été mesuré en deux zones adjacentes (U1 et U2) au centre de l'échantillon et pour différentes vitesses de rampe d'injection du courant (Fig. 2.23). Si on regarde la forme de la transition U1 juste après la première chute du courant, son allure raide nous suggère effectivement une transition d'origine thermique, d'autant plus que la partie voisine U2 n'a presque pas le temps

de transiter dans l'état normal.

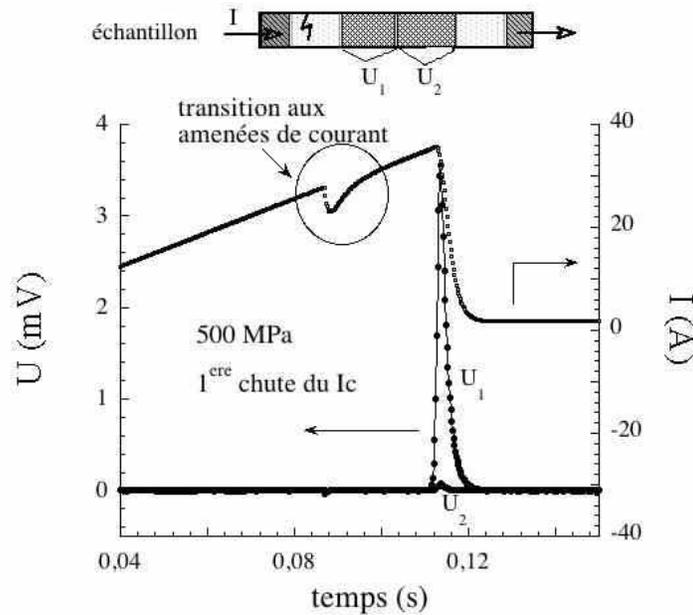


FIG. 2.23: Tension électrique aux bornes d'un échantillon pour lequel un courant est injecté suivant une rampe de 300A/s. La discontinuité dans la rampe de courant représente la détection par l'alimentation du courant d'une augmentation d'inductance générée par la transition d'une zone fissurée de l'échantillon près des mors.

L'hypothèse d'une transition d'origine thermique a été testée en augmentant la vitesse d'injection du courant dans l'échantillon. La Fig.2.24 montre l'augmentation du courant critique mesurée au centre de l'échantillon, U_1 , en fonction de la vitesse de rampe. Le courant augmente de manière asymptotique en s'approchant de la valeur du courant critique initial (avant déformation) de 62 A. L'insert du graphique montre les transitions supraconductrices au centre, pour des vitesses de rampe de courant de 80 A/s et 800 A/s. Aussi, après la première chute de I_c , les valeurs de celui-ci ne représentent plus les propriétés intrinsèques de la zone mesurée, mais témoignent de l'avancement d'une fissure (region de forte dissipation Joule) à l'extérieur de cette zone via une propagation thermique.

Une dernière confirmation s'appuie sur le signal de courant de la Fig.2.23 (vitesse de rampe de 300 A/s). Celui-ci présente une anomalie typique de la réponse de notre source de courant (Alimentation Sorensen 8-125) soumise à une brusque variation d'inductance dans le circuit. Dans

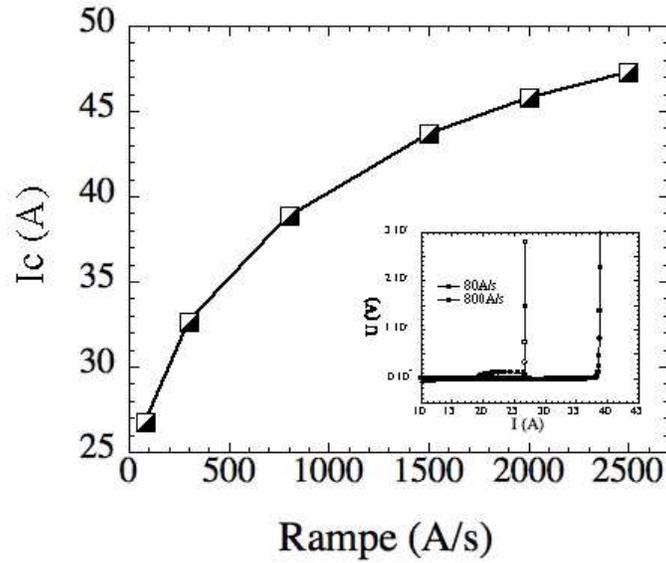


FIG. 2.24: Courant critique en fonction de la vitesse d’injection du courant pour un CC-YBCO sous une traction uni-axiale de 530 MPa. L’insert montre deux caractéristiques $V - I$ pour des vitesses de rampe de 80 A/s et 800 A/s.

notre cas, l’apparition de cette variation brusque d’inductance coïncide avec la chute du courant critique pour une charge appliquée de 530 MPa. On peut l’interpréter comme la détection par l’alimentation du courant d’une transition à l’état normal en dehors de la zone mesurée. Nous pouvons donc supposer que la première fissure dans l’échantillon surgit au voisinage des mors de traction.

En conclusion, pour une charge de 530 MPa, en dehors de la zone mesurée par la jauge de contrainte, une partie de l’échantillon passe au domaine plastique, et la céramique déposée subit une ou plusieurs fractures, réduisant ainsi la section supraconductrice. La transition à l’état normal de cette zone s’accompagne alors d’une vague de chaleur qui se propage le long de l’échantillon et fait transiter thermiquement le centre de celui-ci.

En revenant sur la Fig.2.23, nous remarquons une chute nette du courant critique pour les tests avec une charge appliquée progressivement, et une descente en marche d’escalier pour les tests charge - décharge, chaque palier du courant critique correspondant à une nouvelle recharge. Nous pouvons supposer qu’une fois la contrainte relâchée, le mouvement des dislocations dans

le cadre d'une bande de Lüders s'arrête, et celles-ci se réorganisent pour gagner une position stable d'énergie minimale. Dès que l'on recharge le système, les dislocations restent piégées sur les nouveaux sites et il est nécessaire d'appliquer une charge supérieure pour les désancrer ou pour nucléer de nouvelles bandes. Du point de vue de la céramique ReBCO, on a un blocage des fissures concomitant avec le blocage des bandes, ce qui conserve la valeur du courant critique pour une période. Un durcissement mécanique de l'échantillon, mis en évidence par les propriétés de transport de la couche supraconductrice, est donc possible en réalisant des cycles de charge-décharge [25].

2.8 Conclusion

Nous avons étudié le comportement mécanique des CC-ReBCO sur des substrats Hastelloy C276 en vue des applications.

Des mesures de courant critique corrélées avec les essais de traction montrent que le substrat Hastelloy C276, une fois recuit pendant le dépôt des films céramiques, présente un passage discontinu en plasticité, gouverné par des bandes de déformation appelées bandes de Lüders. Ces bandes nucléent au niveau des mors et se propagent en s'élargissant vers le centre de l'échantillon. Suivant les bandes, les couches céramiques supérieures se fracturent sous la forme d'un réseau de failles équidistantes, perpendiculaires à la direction de traction. Ceci engage la chute irréversible du courant critique (pour une charge de 500 MPa et une déformation en extension d'environ 0.28%).

Toutefois, du point de vue des applications industrielles, les CC-ReBCO fabriqués par ISD chez Theva-GmbH, remplissent avec succès les exigences de travail et de mise en forme des systèmes à base de HTc. Ils supportent une charge en traction uniaxiale, supérieure à 500MPa et une déformation au minimum 0.27% en traction uniaxiale et 0.4% en compression. L'Hastelloy se révèle ainsi être le substrat le plus intéressant à l'heure actuelle.

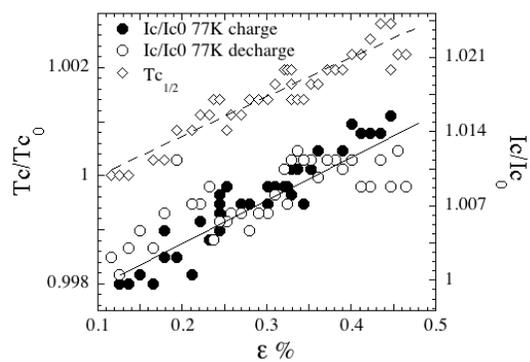
Bibliographie

- [1] J.Ekin N.Cheggour C.Clickner M.Abrecht A.Adare. Electromechanical studies for coated conductor development. *2003 Annual Peer Review - Superconductivity Program for Electric Systems*, 2003.
- [2] D.Shi Y.Xu. A review of coated conductor development. 2003.
- [3] M Sugano KOsamura W Prusseit R Semerad K Itoh T Kiyoshi. Tensile fracture behaviour of re-123 coated conductors induced by discontinuous yielding in hastelloy c-276 substrate. *Supercond.Sci.Technol.*, 18 :S344–S350, 2005.
- [4] D.A.Wigley. Mechanical properties of materials at low temperatures. *Plenum Press*, page X, 1971.
- [5] Dominique Francois. Lois de comportement des métaux : Elastoplasticité. viscoplasticité. *Techniques de l'ingenieur*, M 4 152 :1–23.
- [6] K.Numssen R.Semerad P.Berberich R.Metzger, M.Bauer. Superconducting tapes using isd buffer layers produced by evaporation of mgo or reactive evaporation of magnesium. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 11(1) :2826–2829, 2003.
- [7] Wyatt. Metals ceramics and polymers. *Cambridge University Press*, 1974.
- [8] *Vishay micromesures-notes techniques*, NT 56 C :15.
- [9] S.Zhang D.Sun Y.Fu H.Du. Toughness measurement of ceramic thin films by two step uniaxial tensile method. *Thin Solid Films*, 469-470 :233–238, 2004.
- [10] V.S.Ananthan E.O.Hall. Macroscopic aspects of lüders band deformation in mild steel. *Acta Metall. Mater.*, 39(12) :3153–3160, 1991.
- [11] M.L.Weaver R.D.Noebe J.J.Lewandowski B.F.Oliver M.J.Kaufman. The effect of interstitial content, heat treatment and prestrain on the tensile properties of nial. *Materials Science and Engineering A*, 192-193 :179–185, 1995.
- [12] R.Hutanu L.Clapham R.B.Rogge. Intergranular strain and texture in steel lüders bands. *Acta Materialia*, 53 :3517–3524, 2005.
- [13] C.P.Chang C.Y.Yu, P.W.Kao. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum. *Acta Materialia*, 53 :4019–4028, 2005.
- [14] R.Passerini. Formation, caractérisation et propriétés mécaniques sous contrainte uniaxiale du bi,pb(2223) dans les rubans à gaine d'argent. *PhD Thesis*, Université de Genève, 2002.
- [15] H.Tsukahara T.Iung. Finite element simulation of the piobert-lüders behaviour in an uniaxial tensile test. *Materials Science and Engineering A*, 248 :304–308, 1998.
- [16] C.Clickner N.Cheggour, J.Ekin. Reversible axial-strain effect and extended strain limits in ybco coatings on deformation-textures substrates. *Appl. Phys. Lett.*, 83(20) :4223–4225, 2003.
- [17] H.Freyhardt J.Wiesmann F.Garcia-Moreno, A.Ussoskin. Influence of external strains on jc of ybco films on thin technical substrates. *Inst.Phys.Conf.Ser.No158*, pages 1093–1096, 1997.

- [18] D.Buczek M.Jowett L.Fritzemeier C.Thieme, S.Fleshler. Axial strain dependence at 77 k of the critical current of thick ybco films on ni-alloy substrates with ibad buffer layers. *IEEE Trans. on Appl. Supercond.*, 9(2) :1494–1497, 1999.
- [19] J.Budai D.Christen D.Verebelyi R.Feenstra C.Park, D.Norton. Bend strain tolerance of critical currents for ybco films deposited on rolled-textured 001ni tapes. *Appl. Phys. Lett.*, 73(13) :1904–1906, 1998.
- [20] S.Kalsi C.Thieme E.Harley L.Massur, J.Kellers. Industrial hts conductors : Status and applications. *EUCAS*, September 15-18, 2003.
- [21] P.N.Arendt X.D.Wu, S.R.Foltyn. Properties of ybco thick films on flexible buffered metallic substrates. *Appl.Phys.Lett.*, 16 :2397–2399, 1995.
- [22] D.Youm J.Yoo. Tensile stress effects on critical current densities of coated conductors. *Supercond.Sci.Technol.*, 14 :109–112, 2001.
- [23] Fantozzi. Plasticité des solides. *INSAL 4GPM*.
- [24] K.Higashida R.Onodera, T.Morikawa. Computer simulation of portevin-lechatelier effect based on strain softening model. *Materials Science and Engineering A*, 234-236 :533–536, 1997.
- [25] M.Morrison B.Yang, P.K.Liaw. Temperature evolution during fatigue damage. *Intermetallics*, 13 :419–428, 2005.

Chapitre 3

Propriétés physiques liées à la déformation mécanique



Effet de l'allongement sur les T_c et I_c d'un CC-YBCO.

Contents

3.1	Introduction	lxxv
3.2	Domaine élastique	lxxv
3.2.1	Paramètres de maille et température critique	lxxv
3.2.2	Effet de la contrainte sur T_c et I_c	lxxix
3.2.3	Corrélation entre T_c et I_c	lxxxv
3.2.4	Variation absolue $T_c(\varepsilon)$	lxxxviii
3.2.5	Variation $n(\varepsilon)$ et énergie de piégeage	lxxxix
3.3	Courant critique et dynamique associé aux fissures	xc
3.3.1	Méthodes usuelles	xcii
3.3.2	Un outil original : le courant critique.	xciii
3.3.3	Conditions d'établissement d'un courant transverse	xcviii
3.3.4	Mesures transverses	xcix
3.4	Effets de redistribution du courant	cii
3.5	Conclusion	cvii

3.1 Introduction

Un des aspects intéressants des HTc est la relation entre la structure cristalline et la supraconductivité, qui met également en jeu, dans le cas particulier des ReBCO, le dopage en oxygène du matériau. De nombreuses études se sont par exemple attachées à comprendre le lien entre la valeur des paramètres de maille et celle de T_c en changeant les atomes de terres rares ou en effectuant divers dopages. Des informations précieuses pour établir cette relation peuvent être également apportées par la dépendance de la température critique en fonction de la contrainte mécanique.

A notre connaissance, surtout des études sur des massifs YBCO sous compression hydrostatique ont été réalisées ([1], [2], [3], [4], [5]). Quelques études sur des films minces déposés sur des substrats monocristallins complètent le sujet [6]. Dans tous les cas, étant donné qu'il s'agit d'essais mécaniques sur des matériaux céramiques très fragiles, seules des études de compression ont été menées. Quelques tentatives pour induire une expansion de la maille ont été faites en réalisant une pression chimique par dopage avec des atomes de plus grands diamètres.

3.2 Domaine élastique

Dans cette section, nous nous intéresserons aux effets de la déformation élastique sur les propriétés supraconductrices des rubans YBCO et DyBCO. Ces matériaux souples autorisent en effet des études en traction et flexion corrélées avec des mesures de T_c et surtout de I_c . Nous verrons que les variations $T_c(\varepsilon)$ et $I_c(\varepsilon)$ donnent des indications fines sur la microstructure de nos matériaux.

3.2.1 Paramètres de maille et température critique

Les oxydes supraconducteurs sont des matériaux extrêmement anisotropes du fait de leur structure lamellaire. La maille élémentaire $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (Fig. 3.1) est constituée :

- ◇ d'un bloc supraconducteur YCuO_3 d'épaisseur environ 3.4 Å, formé par les doubles plans CuO_2 (ou plans (a, b)), séparés par l'atome d'yttrium.
- ◇ de deux blocs normaux BaCuO , plus épais (4.1 Å) auxquels il manquerait $2 + \delta$ atomes

d'oxygène, intercalant le bloc supraconducteur. Ils sont constitués par les plans BaO et les chaînes CuO, fournissent la stabilité de la structure et jouent le rôle de réservoir de charges positives pour les plans supraconducteurs. Notons que l'épaisseur de cette couche normale est comparable avec la longueur de cohérence suivant l'axe c , ce qui suggère sa forte influence sur le paramètre d'ordre et le réseau de vortex.

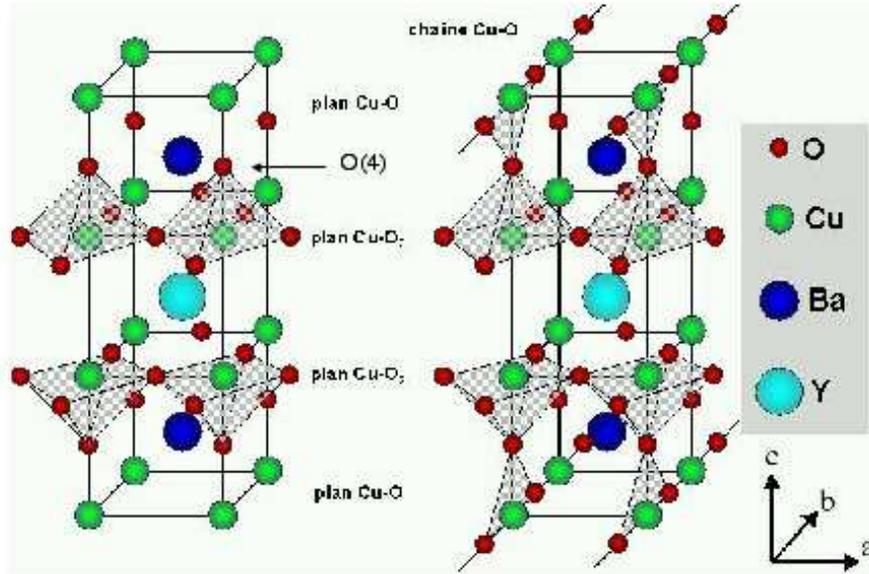


FIG. 3.1: Dessin de la maille tétragonale $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ -isolant (à gauche) et de la maille orthorhombique et totalement oxygénée $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ - supraconducteur (à droite).

La structure, comme les propriétés supraconductrices, est sensible à la stoechiométrie en oxygène δ , variant entre 0 ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ supraconducteur) et 1 ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ isolant antiferromagnétique). Au fur et à mesure que l'oxygène diffuse dans la structure, on observe le long de l'axe b une conversion progressive des chaînes $\text{Cu}^{(I)}\text{-Cu}^{(I)}$ en chaînes Cu-O-Cu . Pour δ compris entre 0 et 1, chaque oxygène ajouté oxyde les $\text{Cu}^{(I)}$ de la chaîne avec création de trous dans les plans CuO_2 , entraînant l'augmentation de la température critique pour $\delta \leq 0.4$. Du point de vue structural, l'oxygénation a un effet anisotrope sur les dimensions de la maille. L'évolution des paramètres de maille a, b, c avec le taux d'oxygénation δ est présentée dans la Fig. 3.2.a, [7]. Si δ , en modifiant les paramètres de maille et le nombre de porteurs, augmente la T_c , la question naturelle est de savoir si une simple déformation mécanique de la maille peut produire un effet

similaire. La Fig.3.2.b. montre la dépendance en compression de la température critique T_c et de la pente dT_c/dp en fonction du dopage en oxygène δ , [8]. De nombreuses hypothèses ont été lancées pour expliquer quel paramètre structural est à l'origine de l'évolution observée de la température critique :

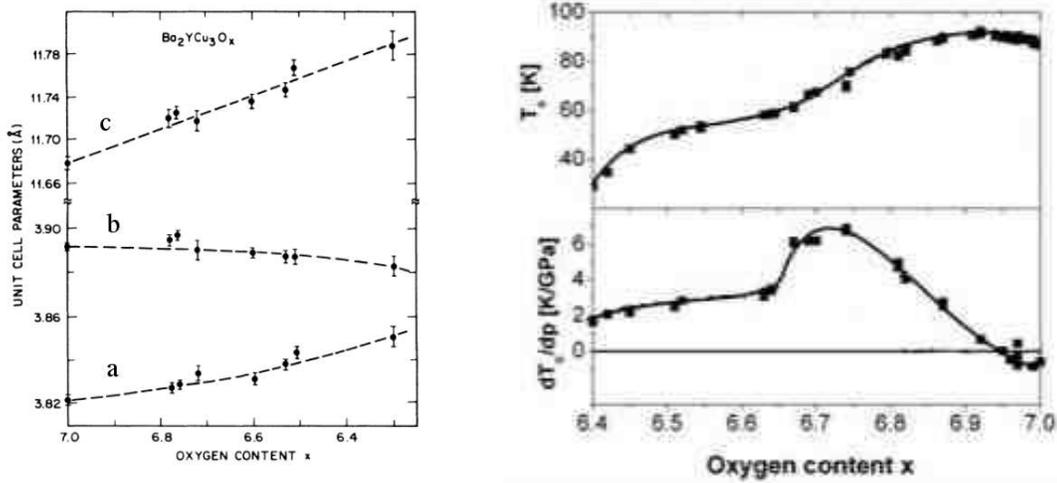


FIG. 3.2: (a) Variation des paramètres de maille YBCO avec la concentration en oxygène (d'après *Cava & al.*, [7]) (b) Effet de la pression hydrostatique sur la T_c des massifs YBCO suivant différentes concentrations en oxygène (d'après *Fietz & al.*, [8]).

Cromie & al. [5] démontrent qu'une compression appliquée suivant l'axe c d'un monocristal YBCO diminue la distance entre les plans supraconducteurs et améliore la T_c .

Trois années plus tard, dans le même groupe, *Fernandes & al* [3] précisent que c'est en fait la distance Cu(2)-O(4) qui seule joue un rôle dans la dépendance $T_c(p)$. Ils ajoutent que la pression chimique introduite par le changement d'élément Re, étant aussi anisotrope, produit une variation monotone de la T_c , opposée à celle induite par la pression hydrostatique.

Des nouvelles études, menées par *Bud'ko & al.* [6], insistent au contraire sur le changement de signe de dT_c/dp autour du rayon ionique du Dy^{3+} , causé par une dépendance non-monotone de la T_c avec la pression (Fig.3.3.b). Le rayon ionique trivalent $r(\text{Re}^{3+})$ pour différents films ReBCO/MgO modifie la dépendance de la T_c avec la pression hydrostatique suivant l'axe c (Fig.3.3.a). De plus, ces auteurs montrent que l'évolution de la T_c avec la compression hydrostatique est anisotrope suivant les axes a , b ou c le long desquels la contrainte est appliquée.

En contradiction avec ces résultats, *Meingast & al.* [4] notent qu’aucune dépendance suivant l’axe c n’a été observée pour les YBCO avec un dopage optimal. Ceci est confirmé par les calculs théoriques effectués par *Ledbetter & al.* [9] montrant qu’une compression uni-axiale suivant l’axe c ne produit aucun effet significatif sur la T_c . La plus importante augmentation du T_c est obtenue pour une extension suivant les chaînes CuO, c’est à dire suivant l’axe b de la maille.

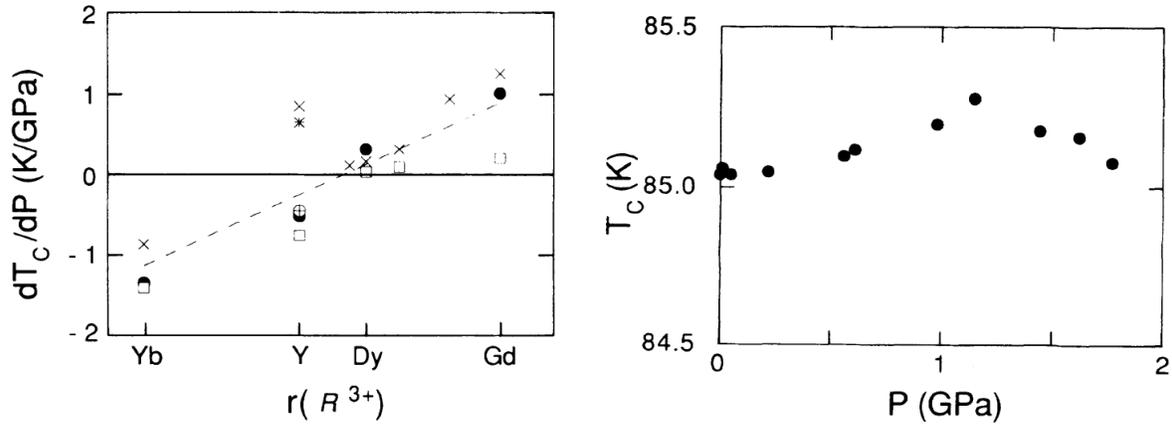


FIG. 3.3: (a) Derivée de la T_c avec la pression hydrostatique en fonction du rayon ionique $r(Re^{3+})$ pour des films ReBCO sur : STO (cercle), MgO (croix) et YSZ (carré) (b) Dépendance de la T_c en fonction de la pression hydrostatatique appliquée sur une couche mince DyBCO/MgO. D’après *Bud’ko & al.* [6].

Fietz & al. [10], en 2005, donnent une explication plus générale du phénomène en partant de l’hypothèse que la T_c suit une dépendance parabolique en fonction de la concentration des trous dans les plans CuO . Cette concentration peut être influencée par le dopage avec des atomes substituants (pression chimique) ou par la variation de la concentration en oxygène δ (qui peut être réalisée facilement dans les ReBCO par des recuits sous atmosphère d’oxygène). Dans le cas des échantillons surdopés en oxygène, une compression suivant l’axe c est associée, d’après les investigations par diffusion des neutrons, à des mouvement des atomes O_4 chargés négativement vers les plans CuO_2 pendant que les ions positifs Ba^{2+} s’approchent des chaînes CuO. Tout cela favorise un transfert des charges positives des chaînes CuO vers les plans CuO_2 , provoquant une augmentation de la T_c . Aucun de ces mouvement verticaux d’atomes n’a été observé pour une compression appliquée suivant les axes a ou b . D’autre part, cette étude souligne le fait que des variations de T_c avec le dopage en oxygène ont été aperçues pour les composées supraconducteurs

à base de Tl et Hg qui n'ont pas des plans CuO_2 .

La plupart des résultats ont été obtenus dans les années '90 sur des massifs ReBCO par compression hydrostatique. Quelques résultats sur les films supraconducteurs sur substrat monocristallin (MgO, STO, YSZ) ont été réalisés plus tard, les compressions s'appliquant de façon prépondérante suivant l'axe c . Les quelques études sur des films sur substrat monocristallin en flexion n'ont amenées que des informations vagues sur le sujet [11].

En conclusion, jusqu'à l'heure actuelle aucune explication fiable n'a été donnée pour la dépendance de T_c avec la contrainte et le dopage en oxygène. Les résultats obtenus dans les différentes équipes sont souvent contradictoires, car il s'agit d'échantillons de différentes concentrations en oxygène, ce qui change de manière effective leurs propriétés supraconductrices face à la contrainte appliquée. Chaque fois on part d'une structure particulière, toujours différente, et aucune étude systématique pour unifier les résultats n'a été conduite.

Les problèmes mécaniques rencontrés dans le cas de massifs ReBCO ou de films minces disparaissent dans le cas des CCs. Grâce à leur substrat flexible, on a accès à une large plage de contraintes dont les effets sont inexplorés jusqu'à présent. Les essais mécaniques sur les CCs constituent un outil original et intéressant pour l'étude de la supraconductivité.

Nos résultats sur des CCs YBCO et DyBCO par ISD réalisés chez Theva GmbH n'essaient pas d'éclaircir l'origine de la supraconductivité dans les HTc car nous travaillons aussi sur une architecture compliquée avec un taux d'oxygénation précis. Mais nous montrons, pour la première fois, des résultats de T_c par voie résistive sur des films ReBCO en extension, avec d'importantes valeurs de déformations. Toutes les interprétations présentées ouvrent la voie de futures études sur des matériaux moins complexes et optimisés de point de vue de l'homogénéisation et des problèmes mécaniques du substrat.

3.2.2 Effet de la contrainte sur T_c et I_c

Les mesures de T_c ont été effectuées dans le cryostat pressurisé décrit au paragraphe 2.3.3. La température critique est mesurée par la méthode dite "quatre fils" en utilisant une source de courant DC Keithley 2400* débitant 1 A maximum et un voltmètre "Keithley 2000" ayant une

*www.keithley.com

résolution supérieure à $1 \mu V$. La température est mesurée avec un thermomètre *Pt* 100 dont la résistance varie linéairement avec la température, que nous avons étalonnée grâce à deux points pris à 77 K (azote liquide) et à 273.15 K (eau glacée). Le thermomètre se trouve collé sur le porte-échantillon, à la même hauteur que le ruban.

Pour assurer la fiabilité de notre dispositif, deux autres thermomètres ont été placées, un sur le ruban et un autre sur un des mors en laiton massif. La variation de température se fait en relâchant la pression dans le cryostat par l'intermédiaire d'une vanne à débit réglable de façon à ce que, pour une rampe de température d'environ 0.3 K/min, nous ne détectons aucune différence de température entre les trois thermomètres. Aussi, les courbes $R(T)$ en montant et descendant la température sont identiques pour cette valeur de rampe.

La température critique T_c est définie, sauf autrement précisé, à 50 % de la transition résistive et la largeur de la transition ΔT_c est considérée entre 10 % et 90 % de celle-ci (cf.ch.I). Le courant de mesure est de 1 A, c.a.d. 0.3-1% de la valeur du I_c à 77 K.

La déformation est imposée par le dispositif de flexion décrit au chapitre II. Etant donné le rapport des sections transversales entre le film supraconducteur et le substrat, on considère que la déformation du film est donnée par la déformation du substrat, en l'absence des bandes de Lüders (BL). D'autre part, un film ReBCO avec une croissance épitaxiale sur MgO/Hastelloy peut subir des contraintes anisotropes même sans contrainte appliquée, du fait des différences de coefficients de contraction thermique de mailles cristallines. Dans notre cas, les coefficients de dilatation thermique de MgO et Hastelloy sont approximativement égaux ($\alpha_{MgO}=8.12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$; $\alpha_{C276}=10.8-11.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) et, étant donné la croissance par ISD qui produit des gaps à la base des colonnes MgO, on peut considérer que les petites variations élastiques induites peuvent être vite absorbées. Plus important va être le réajustement de maille entre le MgO et le ReBCO, mais des études ont montré que ces petites variations ne jouent pas sur la T_c [11]. On suppose donc que la réponse élastique du matériau n'est pas influencée par son état initial, probablement contraint, et que seulement la déformation imposée produit le changement de T_c .

3.2.2.1 Cas des rubans d'YBCO

La dépendance de la température critique $T_{c(10\%)}$ et $T_{c(90\%)}$ avec la contrainte appliquée en flexion/extension sur un CC-YBCO est présentée dans la Fig.3.4. La température critique augmente de façon linéaire avec la déformation imposée : 0.31 K/GPa. La charge correspondante dans un essai de traction pour une telle déformation a été calculée (cf.ch.II) en utilisant la valeur de module de Young du ruban : $E=200$ G Pa.

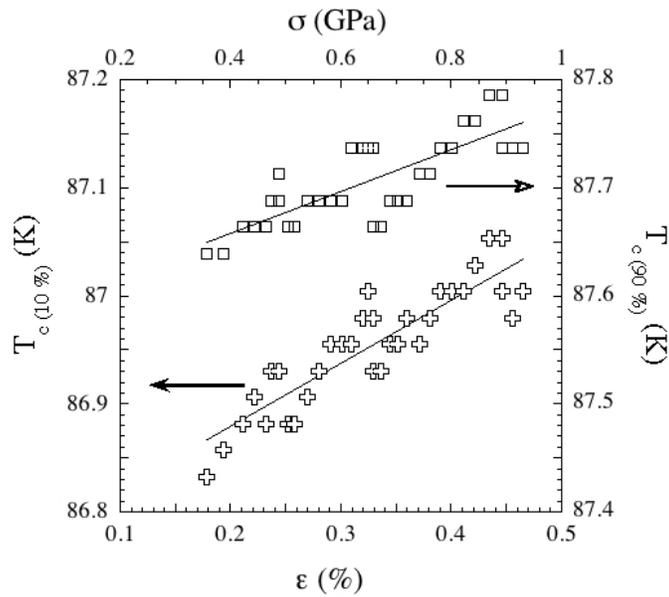


FIG. 3.4: Dépendance de la température critique choisie à 10% ($T_{c(10\%)}$) et à 90% ($T_{c(90\%)}$) de la transition résistive avec la déformation ϵ par flexion-extension pour un CC-YBCO 2^{gen} . Sur l'abscisse supérieure les valeurs des contraintes correspondantes, déduites pour une valeur de module de Young $E=200$ GPa, sont affichées.

A notre connaissance c'est la première fois qu'un tel résultat est obtenu. Dans la littérature seuls des résultats montrant une augmentation de T_c en compression ont été rapportées, jamais en extension comme dans notre cas. De plus c'est la première fois que des telles études sont effectuées sur des CCs, les travaux antérieurs s'étant limités aux faibles flexions des couches minces sur substrat monocristallin [11].

La déformation imposée modifie les paramètres de la maille YBCO dans une proportion similaire. Ceci favorise le transfert des charges et change la T_c . Mais pour réaliser une étude rigoureuse

dans le but de comprendre l'origine du phénomène, il serait nécessaire de disposer de matériaux "modèles" dont les différentes caractéristiques (taux d'oxygénation, contrainte sélective selon a , b ou c , etc.) peuvent être modifiées une par une. Par la suite, nous allons nous concentrer sur l'étude des propriétés des CCs dont nous disposons, qui sont optimisés (ou en cours d'optimisation) pour des besoins industriels (forts T_c et I_c).

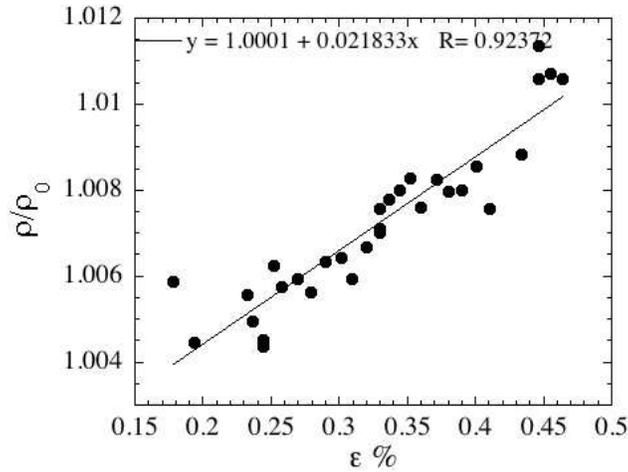


FIG. 3.5: Résistivité à l'état normal, pour une température de 89 K, en fonction de la déformation (même échantillon). ρ_0 est la résistivité du CC non-déformé.

La largeur de la transition, considérée entre 10 % et 90 % de la résistance de l'onset de supraconductivité, tend à décroître légèrement, (l'écart entre les deux caractéristiques présentés dans la Fig.3.4). La transition normal-supraconducteur devient donc plus raide avec l'allongement, indiquant une amélioration de l'homogénéité du supraconducteur.

Simultanément, la résistivité de l'échantillon à 89 K (état normal) augmente en extension selon la courbe présentée dans la Fig.3.5. Nous avons supposé dans la formule de la résistance $R = \frac{\rho \cdot l}{S}$, que la longueur du conducteur était donnée par $l = l_0(1 + \epsilon)$ et que la section subit les effets Poisson de compression transversale. La résistivité normalisée, qui corrige les effets géométriques dus à l'allongement sur la résistance, a ensuite été calculée avec la formule :

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{R}{R_0} \frac{1 - 2\nu\epsilon}{1 + \epsilon} \quad (3.1)$$

où ρ , ρ_0 et R , R_0 sont respectivement les résistivités et les résistances de l'échantillon avec et sans la déformation ε et ν est le coefficient Poisson égal à 0.3 pour un métal et légèrement inférieur pour une céramique. L'augmentation de la résistivité normalisée est en contradiction avec le comportement d'YBCO. Dans ce composé, une augmentation de la T_c coïncide avec une diminution de la résistivité à l'état normal [1], [12], [13]. Nous supposons donc, en tenant compte du rapport 350 : 1 entre la résistivité du film d'au et celle du YBCO, que nous mesurons principalement la résistivité de la couche d'au écrouie, qui augmente avec la déformation comme déjà montré dans la littérature [14].

Cet accroissement de la résistivité pourrait créer un artefact sur l'augmentation de T_c avec la déformation. Plus précisément, il décalerait artificiellement vers les hautes températures la valeur de T_c lue à mi-hauteur de la transition. Mais l'offset de la supraconductivité croît également, tandis que la largeur de la transition diminue. L'effet de la contrainte sur T_c est donc net et sans aucune ambiguïté d'interprétation.

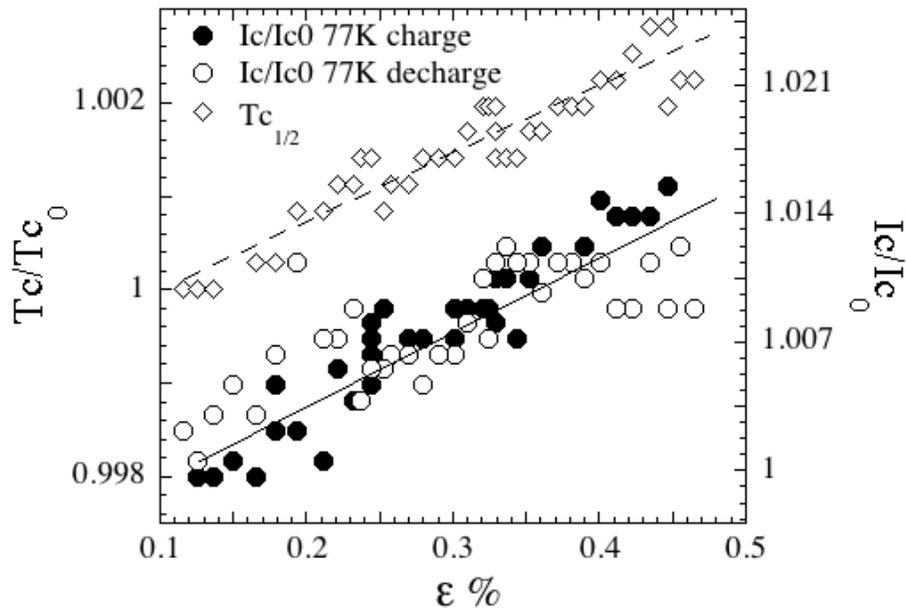


FIG. 3.6: Dépendance de la température critique à mi-hauteur ($T_{c1/2}$) et du courant critique I_c avec la déformation ε par flexion-extension (même échantillon). La normalisation se fait par rapport aux valeurs correspondantes à $\varepsilon = 0$.

L'augmentation de la T_c avec la contrainte devrait avoir une répercussion sur les valeurs du courant critique I_c , qui devrait donc augmenter avec T_c , du moins tant que la déformation est de nature élastique et contrôlable (c'est à dire en absence des BL dans le substrat, causant la fracture de la céramique). Nous observons effectivement une telle variation du courant critique, de plus, parfaitement réversible selon la charge ou la décharge de l'échantillon (Fig.3.6.a).

3.2.2.2 Cas des rubans DyBCO

Nous retrouvons le même type de comportement dans les rubans DyBCO (Fig.3.7).

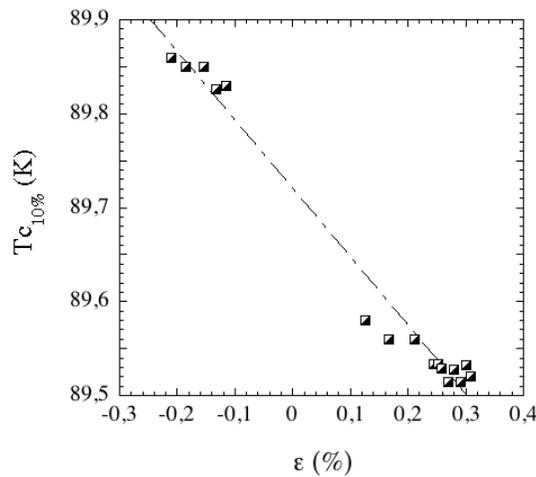


FIG. 3.7: Température critique $T_{c(10\%)}$ en fonction de la déformation par flexion (compression et extension) pour deux CC-DyBCO.

En revanche, la température critique comme le courant critique varie linéairement de façon décroissante avec la contrainte appliquée pour des valeurs de ε comprises entre -0.46% et $+0.28 \%$ (Fig.3.8.a). Au delà de cette valeur, nous constatons une dégradation du courant critique qui est la signature d'apparition de fissures dans la céramique supraconductrice.

Si l'on ne regarde que la plage élastique réversible $\varepsilon \in (-0.46 \%, +0.28 \%)$ (Fig.3.8.b), l'effet de la contrainte sur le I_c est considérable avec une décroissance de 5.5% .

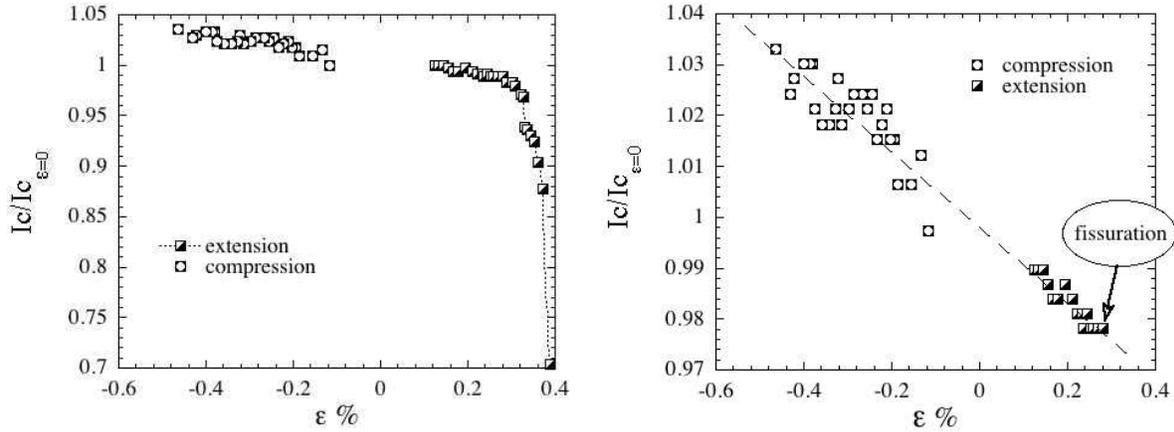


FIG. 3.8: (a) Courant critique normalisé en fonction de la déformation par flexion en compression et en extension pour deux CC-DyBCO. (b) Zoom sur la plage élastique réversible de la déformation. Les pointillés sont un guide pour les yeux.

3.2.3 Corrélation entre T_c et I_c

Pour comprendre les mécanismes à l'origine des variations $T_c(\varepsilon)$ et $I_c(\varepsilon)$ que nous observons dans nos deux types de matériaux, il serait intéressant de se pencher sur une éventuelle cohérence entre ces deux paramètres. En effet, T_c et I_c varie dans le même sens, bien qu'opposé dans les CC-YBCO et CC-DyBCO. Il reste cependant à déterminer si la courbe $I_c(\varepsilon)$ peut se déduire de la courbe $T_c(\varepsilon)$.

Pour cela, nous pouvons nous appuyer sur les courbes $I_c(T)$ à contrainte nulle, qui suivent pour tous nos matériaux une loi linéaire de type $I_c/I_{c0} = \alpha \cdot (T/T_c) + \beta$, avec I_{c0} le courant critique à 77 K en l'absence de déformation (Fig.3.9). Une variation de la température critique produit un changement d'abscisse T/T_c , ce qui implique un déplacement du point correspondant à $T=77$ K sur la droite expérimentale. Par conséquent, une variation du courant critique à 77 K est reliée à une variation de T_c selon l'équation :

$$\frac{\Delta I_c(T)}{I_c(77K, \varepsilon = 0)} = \alpha \left(\frac{T}{T_{ci}} - \frac{T}{T_{cf}} \right) \quad (3.2)$$

où : $\Delta I_c(T)$ est la variation du courant critique à la température T , due à la déformation imposée $\Delta\varepsilon$, $I_c(77K, \varepsilon=0)$ est le courant critique à 77 K en absence de déformation, T_{ci} et T_{cf}

sont les températures critiques correspondant aux limites de la plage de déformation $\Delta\varepsilon$ et α la pente expérimentale de la caractéristique normalisée $I_c(T)$ présentée dans la Fig.3.9.

Pour les deux échantillons étudiés dans cette section, nous avons mesuré la variation du I_c due à la contrainte et nous l'avons comparé à la variation attendue du fait du changement de T_c selon la formule (3.2). Les résultats sont présentés dans le tableau 3.1.

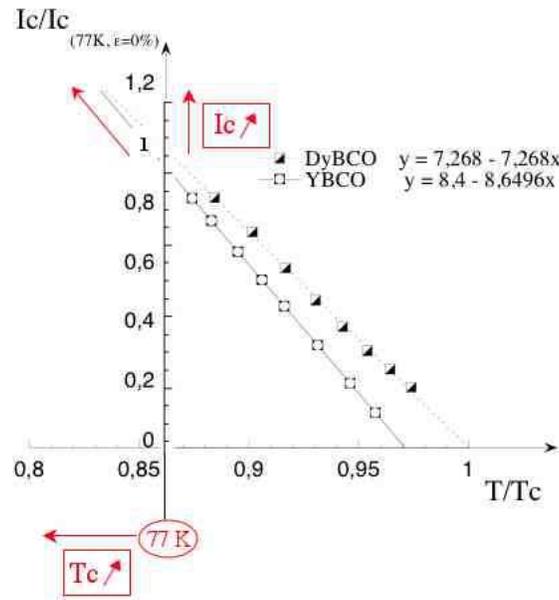


FIG. 3.9: Courant critique normalisé à la valeur à 77 K en fonction de la température normalisé à la température critique T_c .

TAB. 3.1: Caractéristiques des échantillons

CC	plage de déformation réversible	$\Delta\varepsilon$	ΔT_c	α	$\Delta I_c(77\text{ K})$ calcul	$\Delta I_c(77\text{ K})$ expérience
DyBCO	$\varepsilon \in (-0.46\%, +0.28\%)$	0.74 %	-0.2 %	7.40	-1.19 %	-5.58 %
YBCO 2^{gen}	$\varepsilon \in (0\%, +0.46\%)$	0.46 %	+0.3 %	8.64	+3.11 %	+2.05 %

La similitude entre les valeurs issues de l'expérience et du calcul dans YBCO fait apparaître clairement que la variation $T_c(\varepsilon)$ est ici à l'origine de celle de $I_c(\varepsilon)$. Une conclusion opposée s'impose pour DyBCO. Afin d'interpréter ces résultats, revenons sur la signification des paramètres

T_c et I_c .

Dans nos matériaux caractérisés par de faibles largeurs de transition résistives ($\Delta T_c < 1$ K), la valeur de T_c reflète principalement la qualité des grains supraconducteurs. Cela provient du fait que, même s'il s'agit d'une mesure en transport, le faible courant envoyé (0.5% du I_c à 77 K) trouve des chemins de percolations favorables, suivant les grains et les "bons joints des grains". Un tel chemin de percolation, mis en évidence par des observations magnéto-optique réalisées par *Feldmam & al.* [15], est présenté dans la Fig3.10.b.

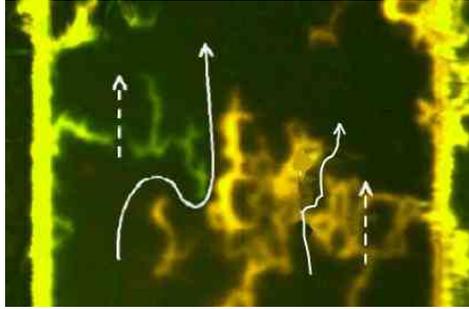


FIG. 3.10: Image magnéto-optique du champ propre pour un courant de transport de 1 A à 77 K (0.6 MA/cm^2). Le courant se sépare et contourne les "mauvais joints de grains" et pércole les "bons joint de grains" (d'après *Feldman* [15]).

Le courant critique en revanche balaie toute la section supraconductrice et chaque zone faible va limiter sa valeur. Dans le cas des CCs, qui sont des matériaux polycristallins, la densité de courant critique inter-grains est inférieure à la densité de courant critique intra-grain ($J_{c_{inter}} \leq J_{c_{intra}}$) [16], [17]. Autrement dit, le courant critique, limité par "le maillon faible", est expérimentalement égal à $I_{c_{inter}}$.

Dans le cas d'YBCO, la forte corrélation entre les variations de T_c et de I_c suivant la déformation montre que le matériau a un comportement homogène vis à vis de la contrainte mécanique. Ce qui gouverne la physique du chemin de percolation retentit sur toute la section du conducteur.

Dans le cas de DyBCO, les effets du courant critique et de la température critiques sont découplés (facteur 5 entre le calcul et l'expérience). Une extension de l'échantillon peut produire le découplage partiel des grains supraconducteurs en abaissant la qualité des joints de grains. Ainsi, la section effective autorisant le passage d'un courant supraconducteur diminue, réduisant la valeur du courant critique. La dépendance $I_c(\varepsilon)$ ne reflète donc pas une caractéristique intrinsèque du

DyBCO monocristallin, mais donne une moyenne de la qualité des joints de grains et de leur sensibilité à la déformation mécanique.

Ceci montre l'utilité de combiner les essais mécaniques avec les mesures en transport. En appliquant successivement des faibles contraintes sur les CCs et en mesurant des caractéristiques $I_c(T)$ et $R(T)$, on peut séparer les effets des grains et des joints de grains sur les propriétés supraconductrices, grâce aux mesures de courant et température critiques en fonction de la déformation.

3.2.4 Variation absolue $T_c(\varepsilon)$

Un dernier point concerne la pente des droites $T_c(\varepsilon)$. Il serait tentant d'essayer d'établir une correspondance avec le dopage en oxygène des échantillons, et ainsi de préciser ce paramètre difficile à estimer dans des films minces (la diffraction par rayons X peut être faussés par des contraintes résiduelles de croissance, et l'analyse chimique est délicate du fait des petits volumes mis en jeu).

Il faut cependant préciser que la déformation de nos échantillons (CCs YBCO et DyBCO) ne se fait pas de manière "classique" suivant un des axes de la maille cristalline. La croissance par ISD se caractérise par une rotation des plans (a, b) telle que la contrainte σ est appliquée suivant la diagonale de la base (a, b) . L'axe c , penché à environ 30° dans un plan perpendiculaire à la direction de la contrainte, n'est pratiquement pas concerné par la déformation si on néglige les effets Poisson de compression transversale dans une lame mince. Comme le CC est un matériau orthorhombique, il y a une permutation aléatoire des axes a et b ce qui nous mène à l'hypothèse que les contraintes suivant a ou b sont identiques et égales à environ $0.7*\sigma$ (Fig.3.11.a). Ceci signifie, dans le cas des CC-YBCO, une variation $dT_c/dp=0.21$ K/GPa pour une contrainte simultanée suivant a et b (au lieu de 0.3 K/GPa mesuré).

Dans la littérature ([10], [6], [4], [9]), il a été montré que les allongements suivant les axes a et b ont des effets opposés sur la T_c . Prenons par exemple la dépendance $T_c(p)$ suivant les trois axes cristallographiques, mesurée en compression par *Fietz & al.* [10] pour un monocristal d'YBCO avec $\delta = 6.95$ (Fig.3.11.b). En considérant que l'effet sur la T_c est en réalité une addition des effets opposés suivant a et b nous trouvons une valeur $dT_c/dp=0.2$ K/GPa. L'ordre de grandeur coïncide avec nos résultats, même si cette caractéristique est obtenue en compression, alors que

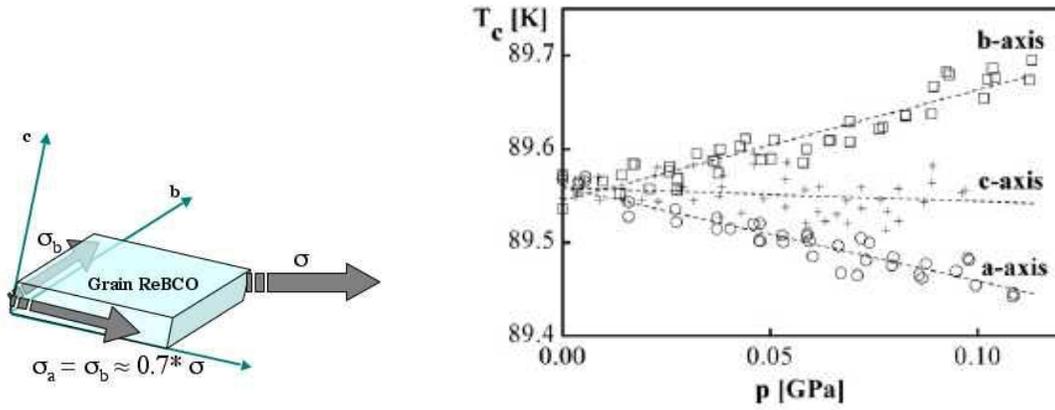


FIG. 3.11: (a) Décomposition de la charge de traction σ suivant les axes a et b du grain ReBCO. (b) Effet de la pression uni-axiale suivant les directions a , b et c pour une couche mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.95}$ (d'après *Fietz* [10]).

nos mesures sont réalisées en extension. Nous avons choisi de montrer l'analogie pour mettre en avant le fait que pour une charge appliquée uniquement suivant l'axe b (mais impossible à réaliser pour les CCs), des variations dT_c/dp de l'ordre 1.3 K/GPa auraient pu être obtenues. Mais comme δ reste inconnu pour échantillons et aussi dT_c/dp , une étude précise reste en perspective.

3.2.5 Variation $n(\varepsilon)$ et énergie de piégeage

Outre T_c et I_c , la forme même des courbes $V - I$ ($V \propto I^n$) change avec la déformation. L'indice n , qui est le témoin de la qualité du piégeage dans le système, croit légèrement avec la contrainte dans YBCO (Fig.3.12.a). Nous pouvons montrer que ceci est également dû à l'amélioration de T_c en quantifiant la relation $n(T_c)$ déduite des dépendances $T_c(\varepsilon)$ et $n(\varepsilon)$. Puisque nous sommes près de I_c , les modèles de flux creep s'appliquent, avec en particulier celui développé par Zeldov [18]. Ce modèle en effet permet de prendre en compte le comportement en loi de puissance des courbes $V - I$ dans les HTc jusqu'à des niveaux de dissipation élevés.

Le champ électrique dans le modèle de Zeldov s'écrit :

$$E = Bv_0 \left(\frac{I}{I_0} \right)^{\frac{U(T)}{T}} \quad (3.3)$$

avec

$$U(T) = U_0 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right) \quad (3.4)$$

où v_0 la vitesse de déplacement des vortex, B le champ propre né du passage du courant, U_0 l'énergie de piégeage des vortex à la température T (divisée par la constante de Boltzmann) et I_0 le courant pour lequel la barrière de potentiel s'annihile.

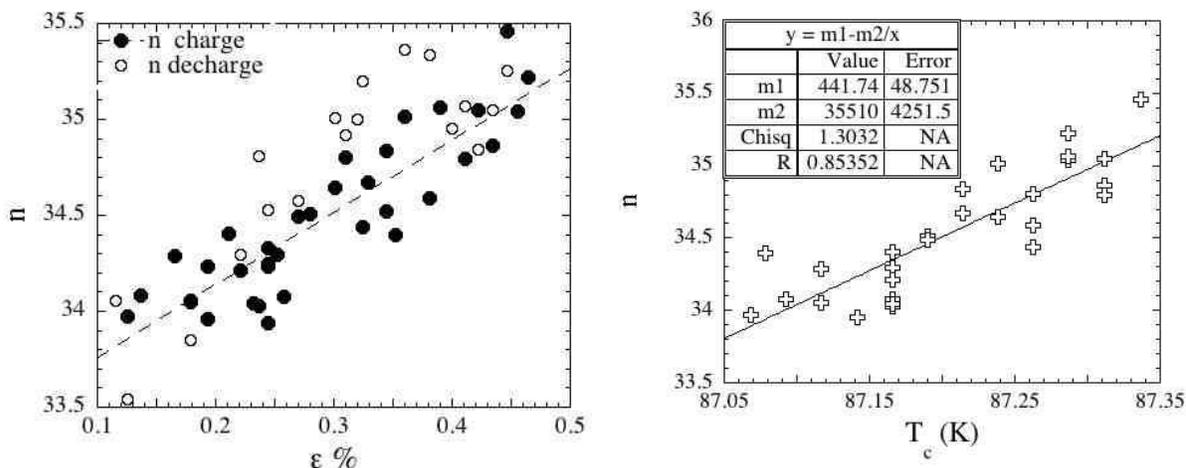


FIG. 3.12: (a) Evaluation qualitative des piégeage des vortex par l'indice n ($V \approx I^n$) en fonction de la déformation. (b) Indice n en fonction de la température critique. Le fit conformément à l'équation (3.5) permet l'évaluation de l'énergie de piégeage U_0 . La variation du T_c est obtenue par une flexion-extension d'un CC YBCO 2^{gen} et la valeur de n en réalisant un fit en loi de puissance conformément à l'équation (3.2) sur les caractéristiques $U(I)$.

On a alors :

$$n = U_0 \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_c} \right) \quad (3.5)$$

Ceci montre qu'un changement de T_c produira une variation de n dans le même sens. Sur la caractéristique $n(T_c)$ de la Fig.3.12.b, nous avons réalisé un fit conformément à l'équation (3.5) et nous avons obtenu une valeur d'énergie de piégeage $U_0=35000$ K. L'ordre de grandeur est en concordance avec celui de 25000 K obtenu par *Chung & al.* [19] sur des CC-SmBaCuO et plus petit que la valeur de 100000 K obtenu par *Xu & al.* [20] sur des couches minces YBCO sur STO. Les deux résultats cités ont été obtenus par des mesures magnéto-résistives ($R(T)$) pour différents

valeurs du champ magnétique appliqué) en considérant la formule d'Arrhenius, qui décrit le régime de flux creep des vortex [21] :

$$\rho = \rho_0 \cdot \exp\left(-\frac{U(H, T)}{kT}\right) \quad (3.6)$$

La Fig. 3.13 présente la dépendance de l'indice n en fonction de la température critique obtenue par déformation en compression et en extension pour deux échantillons CC-DyBCO. On ne retrouve pas ici un comportement parfaitement linéaire, et de plus, celui-ci ne respecte pas le passage par l'origine demandé par l'équation (3.5). Il semble donc nécessaire d'avoir au préalable une corrélation entre $I_c(\varepsilon)$ et $T_c(\varepsilon)$ pour faire correspondre n et T_c .

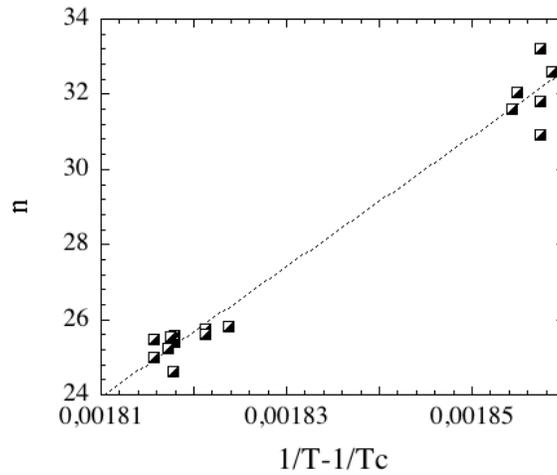


FIG. 3.13: Dépendance de l'indice n avec la température critique, conformément à l'équation (3.5). Le fit ne permet pas une corrélation entre n et T_c . La variation du T_c est obtenue par une flexion-extension des CC DyBCO et la valeur de n en réalisant un fit en loi de puissance conformément à l'équation (3.2) sur les caractéristiques $U(I)$.

3.3 Courant critique et dynamique associé aux fissures

Nous nous intéressons ici à l'apparition et à la propagation des fissures dans la céramique supraconductrice, qui sont associées à la transition élastique-plastique du substrat via les bandes de Lüders (BL).

En effet, une fois créés les premières BL dans le substrat, la céramique se fissure, entraînant une chute du I_c . Les fissures déjà nucléées peuvent se propager à déformation constante et réduire en fonction du temps la section utile du conducteur. Le courant critique, très sensible à la réduction de la section supraconductrice, va décroître en fonction du temps et en proportion de la zone occupée par les fissures. Pour avoir un suivi plus proche du réel de la déformation imposée, nous allons utiliser les essais de flexion.

3.3.1 Méthodes usuelles

La dynamique des fissures dans les matériaux fragiles est un phénomène non-linéaire en temps, dépendant de plusieurs paramètres : vitesse de la déformation imposée, homogénéité, forme et dimensions du matériau, nature des liaisons atomiques, etc. Elle découle de plusieurs étapes : la formation des microfissures dans des points aléatoires de l'éprouvette, la coalescence des microfissures et la formation des fissures initiales, la croissance des fissures initiales jusqu'à ce qu'une des fissure devienne plus grande que les autres et se propage avec une vitesse croissante, et enfin la rupture du matériau. Mesurer cette dynamique est un paramètre important pour la compréhension des mécanismes mis en jeu dans la propagation d'une fissure.

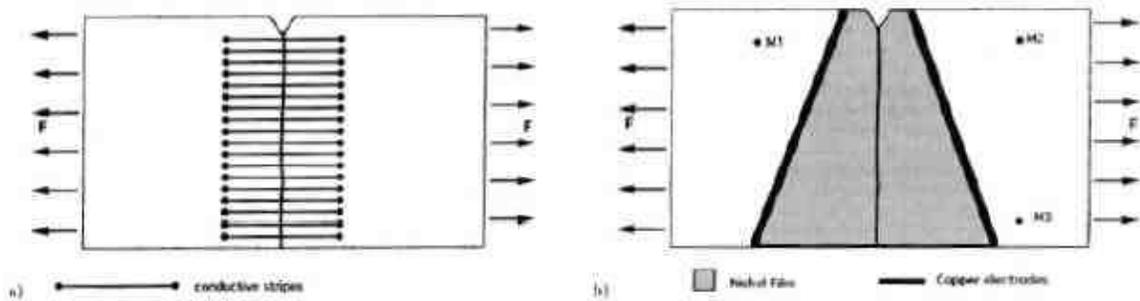


FIG. 3.14: (a) Schéma de l'échantillon sous traction avec amorce de fissure et bandes conductrices utilisées pour détecter de façon discrète l'avancement de la fissure. (b) Schéma d'un échantillon recouvert d'un film métallique connecté à deux électrodes qui permettent la mesure resistive. La résistance du film augmente avec l'avancement de la fissure. D'après *Boudet & al.* [22].

Parmi les techniques utilisées dans la communauté des mécaniciens [22], nous nous intéresserons à deux types de mesures dynamiques. On précise que pour les deux méthodes décrites, une amorce de fissure est créé artificiellement dans la zone de mesure.

La première méthode mesure la conductivité de plusieurs bandes métalliques, régulièrement espacées et collées sur la partie à fracturer de l'échantillon (Fig.3.14.a). La fissure, en avançant, coupe les bandes les unes après les autres, ce qui est détecté par un circuit électronique. Toutefois, cette technique donne la taille de la fissure de manière discrète, dépendant du nombre de bandes métalliques initialement fixées sur l'échantillon.

Une deuxième méthode, consiste à mesurer la résistance d'un film métallique mince, déposé sur la surface de l'échantillon (Fig.3.14.b). De deux cotés du film, deux électrodes sont collées à l'aide d'une colle conductrice. La résistance du film, mesurée à l'aide des électrodes, augmente avec la propagation de la fissure à travers le film. La sensibilité de cette méthode est de 5 % au mieux, et elle nécessite de définir la géométrie du film résistif pour chaque dimension de l'échantillon.

Cette section propose l'utilisation de mesure de courant critique comme nouvelle méthode d'étude de la dynamique des fissures dans une céramique, dans le cas particulier où cette fissuration est liée à l'entrée en plasticité du support. Ainsi, nous pouvons mesurer, à travers les propriétés de la couche supraconductrice, les propriétés mécanique d'un acier doux. Cette technique comporte deux avantages : une très bonne exactitude parce que I_c donne une image directe de la section intacte d'un échantillon, et donc de la taille de la fissure (fixée par la sensibilité de la mesure de I_c) et une indépendance par rapport à la localisation de la fissure. En effet, aucune amorce de fissure n'a été créée en préalable, et nous nous intéressons ici à l'évolution naturelle du système.

3.3.2 Un outil original : le courant critique.

Un essai de flexion sur un CC-DyBCO a été réalisé avec le banc de flexion présenté dans le paragraphe 2.3.2. La céramique a été placée vers l'extérieur de la courbure, donc ceci est l'équivalent d'une traction opérant à déformation constante. Nous précisons qu'il s'agit d'essais statiques, étant donné que nous ne disposons pas d'une machine d'essai dont on peut contrôler la vitesse de déformation. Ainsi, pour chaque déformation imposée à l'échantillon, le courant critique est mesuré. Dans nos essais, on ne connaît pas les détails de nucléation des fissures dans la céramique. L'amorce de certaines fissures peut passer inaperçue par une première mesure de courant critique et faire sentir sa présence seulement après un certain temps. C'est pourquoi nous prenons des mesures successives, en fonction du temps (essai de relaxation), pour détecter

l'éventuelle nucléation et propagation des fissures dans le supraconducteur.

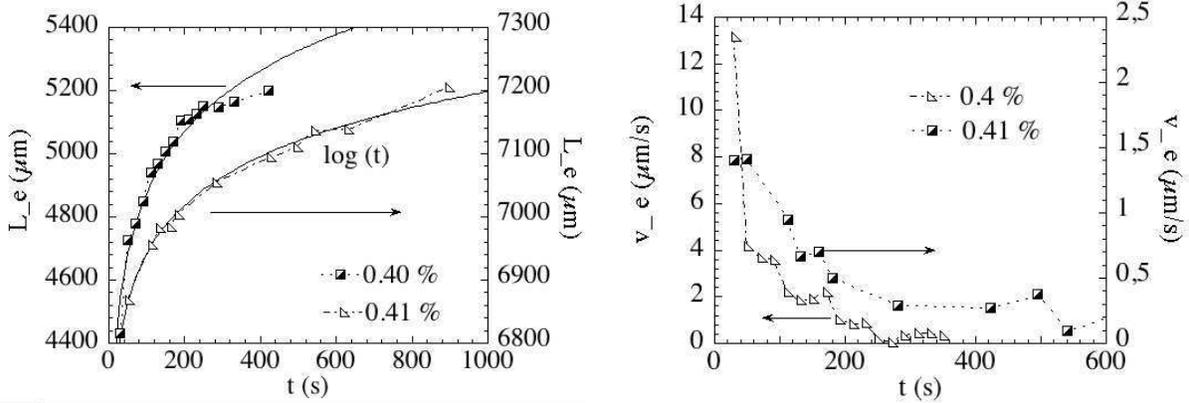


FIG. 3.15: (a) Longueur moyenne des fissures dans le film céramique en fonction du temps, obtenue par des mesures de courant critique pour deux valeurs de la déformation imposée. (b) Vitesse moyenne de propagation de l'endommagement pour les mêmes déformations. Les rayons de courbure correspondantes sont 11.6 mm (0.4%) et 11.3 mm (0.41%).

A petites déformations, tant que I_c reste constant en fonction du temps, le supraconducteur est intact et l'échantillon confiné dans l'état élastique. A partir d'un rayon de courbure de 14 mm ($\varepsilon=0.29\%$) une diminution du courant critique est observée en fonction du temps. Nous avons considéré comme temps zéro l'instant de la déformation endommageante. Cette diminution irréversible du I_c , correspond à une réduction de la section supraconductrice effective due à la propagation des fissures.

Si on considère que le courant critique en absence de déformation I_{c0} correspond à la largeur vraie de l'échantillon L_0 , alors le courant critique I_c , mesuré pour une déformation ε de l'échantillon, dépend de la nouvelle largeur effective, réduite par la propagation des fissures. Ainsi, on calcule la longueur de l'endommagement L_e suivant la formule :

$$L_e = L_0 \cdot \left(1 - \frac{I_c}{I_{c0}}\right) \quad (3.7)$$

L'évolution de l'endommagement en fonction du temps, pour deux déformations fixées (ici 0.4% et 0.41%), est présentée dans la Fig.3.15.a. Nous notons sa dépendance logarithmique en fonction du temps.

Nous précisons que la vitesse de propagation des fissures dans un matériau fragile (comme la céramique) est un phénomène accéléré dont la vitesse maximale atteint des valeurs de l'ordre de 10 à 1000 m/s [22], [23], [24] (Fig.3.16.a). Ainsi nous pouvons considérer que la propagation des fissures pour atteindre une certaine largeur associée à la largeur de la BL du substrat est instantanée. Les fissures dans la céramique décrivent donc parfaitement les phénomènes qui gouvernent la plasticité du substrat.

En traçant la dérivée en chaque point de la courbe présentée dans la Fig.3.15.a, on obtient la vitesse instantanée de propagation des BL dans le substrat métallique (Fig.3.15.b). Par la suite nous voulons vérifier l'ordre de grandeur de 10 $\mu\text{m/s}$ pour la vitesse de propagation des BL.

La vitesse moyenne de propagation des N bandes de Lüders, v_L , est liée à la vitesse de déformation imposée dans le cadre de l'essai mécanique $\dot{\epsilon}$, et de la déformation dans la BL ϵ_L , [25], [26], [27] :

$$v_L = \frac{\dot{\epsilon} L_0}{\epsilon_L N} \quad (3.8)$$

Dans notre cas, on n'a pas accès au nombre N des bandes et à la déformation correspondante ϵ_L . C'est pour cela que nous allons plutôt extrapoler la courbe expérimentale $v_L(\dot{\epsilon})$ effectué par *Sun & al.* [28] sur des rubans en acier (Fig.3.16.b) dans le but de vérifier les valeurs expérimentales de la Fig.3.15.b.

Nos essais de déformation sont quasi-statiques. Pour $\epsilon=0.4\%$, nous calculons une "vitesse de déformation moyenné" par le rapport entre l'incrément de déformation imposée et le temps d'attente pour le ϵ fixé. On obtient $\dot{\epsilon} \approx 0.01 \mu\text{m/s}$. En utilisant cette valeur et le fit des données expérimentales présentées dans la Fig.3.16.b :

$$v_L = 380 * \dot{\epsilon}^{0.875} \quad (3.9)$$

nous trouvons que la vitesse de propagation des BL est environ 7 $\mu\text{m/s}$, ce qui est du même ordre de grandeur que nos données expérimentales obtenues pour $\epsilon=0.4\%$ (Fig.3.15.b), du moins pour des temps courts. Il semblerait donc que l'évolution en fonction du temps du courant critique à déformation imposée soit reliée à la nucléation et à la propagation très rapide des BL aux temps courts. Les vitesses plus faibles d'évolution de l'endommagement associées aux temps longs

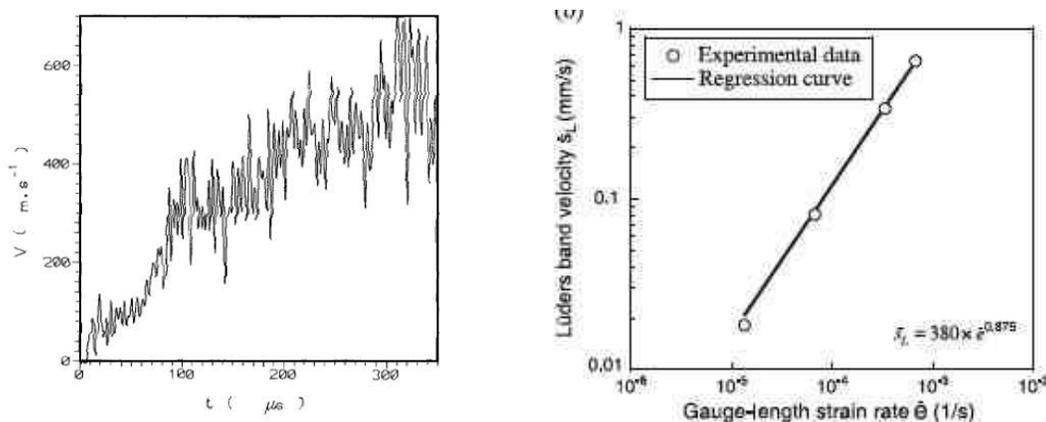


FIG. 3.16: (a) Vitesse instantané d’une fissure en fonction du temps pour un échantillon en plexiglas [22] (b) Valeurs expérimentales et le fit de la vitesse de propagation des bandes de Luders en fonction de la vitesse de déformation de l’essai mécanique, pour des rubans en acier [28].

pourraient correspondre à un élargissement des BL, comme observé dans la thèse d’Alain Villaume [29].

Il apparaît en effet difficile de créer des nouvelles BL plusieurs secondes après l’application d’une déformation ϵ donnée, surtout lorsque chaque bande existante qui s’élargit fait baisser la contrainte sur les zones adjacentes de façon à maintenir une déformation ϵ moyenne constante sur la totalité de l’échantillon. Mais ces essais de relaxation nous permettent d’étudier l’élargissement et l’avancement concomitant des BL déjà amorcées.

Pour étudier plus finement la dynamique des BL, un nouvel essai a été réalisé. Outre la mesure de tension longitudinale, qui donne une information globale sur la section efficace restante de l’échantillon, une mesure de tension transversale a été mise en oeuvre (Fig.3.17).

Pour un conducteur intact, le courant va préférer passer suivant la longueur de l’échantillon. Lors de l’apparition d’une bande de fissuration, les lignes de courant vont être déviées et ainsi acquérir une composante transversale. Un potentiel transverse, proportionnel à la longueur de la trajectoire transversale du courant, va apparaître. Dans une configuration où les BL traversent l’échantillon, il existent deux possibilités d’obtenir une tension transversale :

- ◊ Une BL nouvellement créée limite localement la section supraconductrice. Les lignes de courant s’étalant sur toute la section disponible du conducteur sont obligées de se courber et de

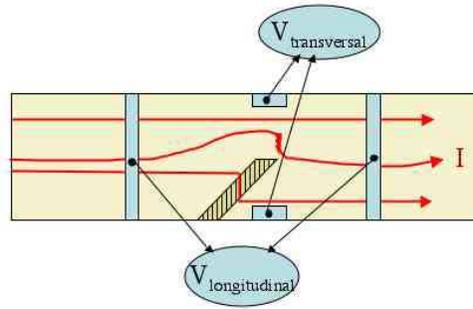


FIG. 3.17: Configuration de mesure du courant critique et de la tension transversale créé par l'apparition des fissures dues aux BL.

se reserrer. On mesure ainsi une différence de potentiel suivant la largeur de l'échantillon. Plus cette bande principale avance ou s'élargit, plus le chemin transversal du courant va s'allonger. En revanche, l'apparition d'une autre bande voisine décale latéralement la courbure des lignes de courant et engendre localement une diminution de la tension transversale (Fig.3.18.a). Ainsi, selon cette hypothèse, la tension transversale doit passer par un maximum puis chuter au fur et à mesure de l'envahissement de l'échantillon par les BL.

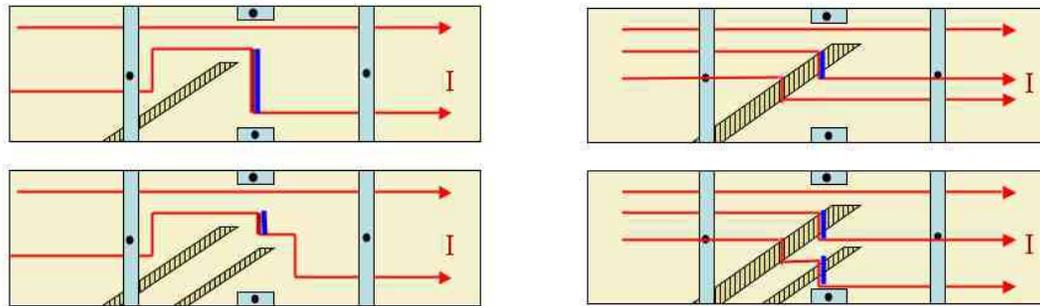


FIG. 3.18: (a) Trajectoire du courant, contournant les BL. La nucléation d'une nouvelle bande déplace les lignes de courant et le potentiel transversal diminue. (b) Trajectoire du courant entre les fissures appartenant à une BL. Une nouvelle bande additionne une composante transversale du courant et le potentiel transversal augmente.

- ◊ La deuxième possibilité tient compte qu'une partie du courant passe entre les fissures (Fig.3.18.b). Ainsi chaque nouvelle bande qui traverse la zone de mesure augmente la valeur de la tension transversale. Cette hypothèse de traversée et non de contournement des fissures demande cependant à être testée indépendamment, ce qui fait l'objet de la section

suivante.

3.3.3 Conditions d'établissement d'un courant transverse

Un échantillon CC-YBCO ayant subi une traction de 800 MPa est utilisé pour cette étude. Les clichés MEB et MO ont été déjà présentés dans la Fig.2.8. L'échantillon a été photo-lithographié pour réaliser des ponts supraconducteurs de taille 1 mm×8 mm parallèles "par" et perpendiculaires "perp" aux failles (Fig.3.19.b). Des mesures de résistivité en 4 fils ont été réalisées sur chaque pont. Nous précisons que la photolithographie empêche tout contact électrique avec le substrat, donc nos mesures proviennent uniquement des films YBCO/Au.

Les caractéristiques $R(T)$ sont présentées dans la Fig.3.19.a. Pour les deux configurations, T_{CONSET} ne change pas, montrant que les propriétés du matériau sont les mêmes.

Dans la configuration "par", la transition supraconductrice a une raideur standard et une valeur de la résistance à l'état normale de 0.43 Ω . Comme déjà montré auparavant par les observations MO, la supraconductivité est préservée entre les fissures et le courant passe parallèlement aux fissures dans les îlots supraconducteur.

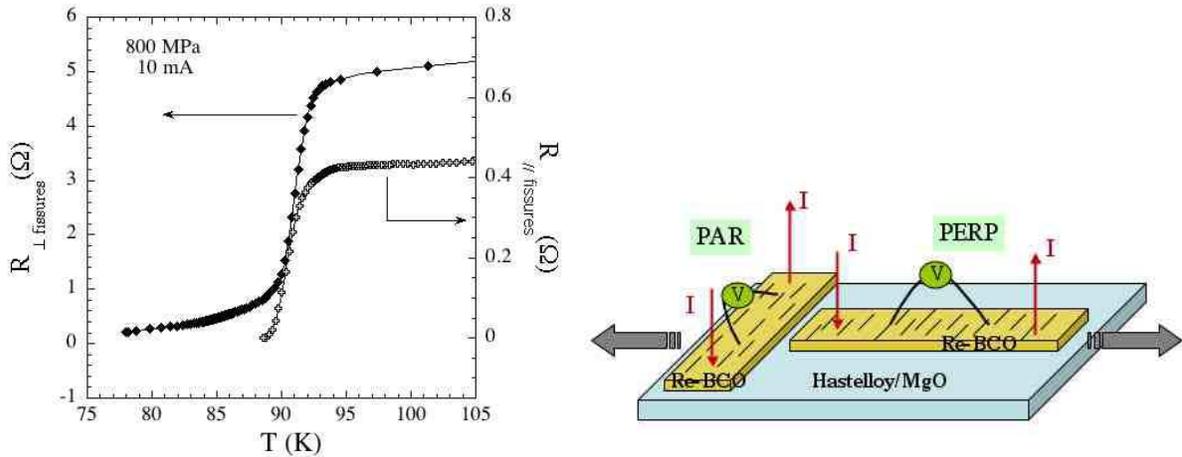


FIG. 3.19: (a) Transition supraconductrice $R(T)$ pour un CC-YBCO ayant subi une traction de 800 MPa. La mesure de résistance se fait parallèlement et perpendiculairement aux fissures. (b) Configuration de mesures de résistivité dont le courant est envoyé parallèlement aux failles (PAR) respectivement perpendiculairement aux failles (PERP).

La configuration "perp", présente une résistance à l'état normale de 4.8Ω , 10 fois plus grande que pour la configuration "par", mais pour la même dimension du pont ! Ceci valide l'hypothèse que le courant emprunte des chemins en zigzag pour contourner les fissures en allongeant ainsi la trajectoire. La caractéristique se finit avec "une queue de transition", qui s'agrandit avec l'augmentation du courant envoyé. Les fissures ne traversant donc pas toute la section supraconductrice, entre deux fissures qui se rapprochent il reste parfois un passage étroit, que le courant sature facilement. Plus le courant envoyé est grand par rapport à la densité de courant critique d'une telle zone de passage, plus cette zone va transiter et chauffer localement en provoquant ainsi une transition en chaîne sur les parties voisines.

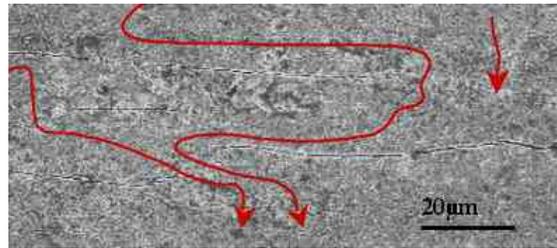


FIG. 3.20: Image MEB des fissures dans un CC-YBCO/Au après une traction de 800 MPa. Les flèches représentent l'éventuelle trajectoire du courant contournant les fissures.

3.3.4 Mesures transverses

Puisque la supraconductivité est préservée entre les failles, la longueur du chemin du courant transversal devrait être donnée par la longueur des fissures (largeur cumulée des BL) qui traversent la zone de mesure. Le faible élargissement d'une bande de Lüders, qui se matérialise par un allongement des fissures, se traduirait ainsi par une augmentation continue de tension transversale. En revanche, chaque nouvelle bande traversant la section concernée par la mesure transverse ajouterait brusquement une différence de potentiel correspondant à sa largeur (Fig.3.18.b). Cependant, l'approche d'une BL par rapport à la section mesurée, pourrait commencer par dévier les lignes de courant et par conduire à une diminution du potentiel transversal préalablement à un incrément brutal de ce potentiel.

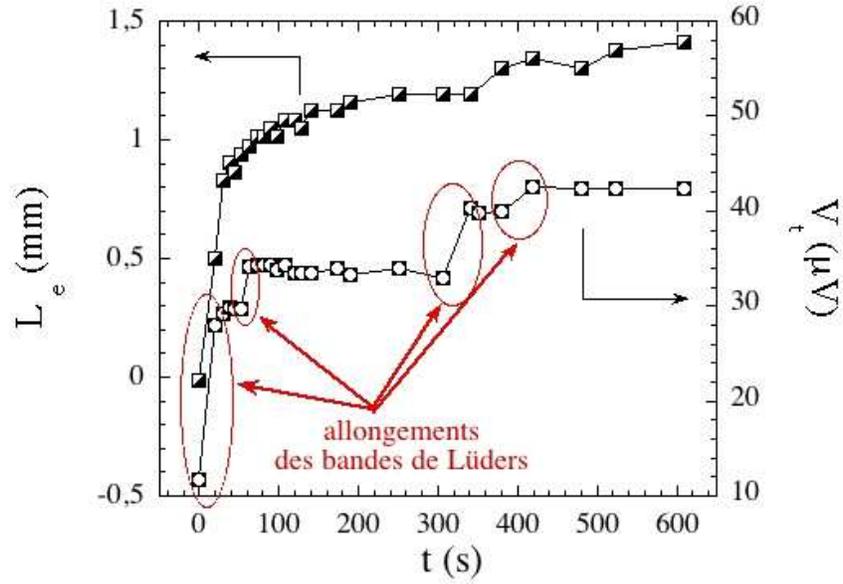


FIG. 3.21: Longueur de l'endommagement et tension transversale en fonction du temps pour une déformation fixée. L'augmentation douce de l'endommagement est une conséquence de l'élargissement des bandes de Lüders existantes. Chaque saut de tension transversale traduit l'entrée d'une de ces bandes dans la zone concernée par la mesure du potentiel transverse.

En gardant ce raisonnement en mémoire, nous mesurons simultanément, pour une déformation fixée, la tension transversale proportionnelle à la longueur du chemin du courant transversal, et le courant critique qui nous donne la longueur de l'endommagement suivant la formule (3.7) (Fig.3.21).

La courbe de l'endommagement en fonction du temps montre un accroissement rapide de celui-ci dans les 20 s suivant l'application de la contrainte. L'endommagement est ensuite freiné fortement pour continuer à croître lentement mais régulièrement. La continuité dans la courbe $L_e(t)$ suggère qu'on suit le déroulement d'un seul phénomène qui est la propagation d'une ou de plusieurs BL déjà nucléées.

En revanche, le potentiel transversal nous indique des phénomènes caractérisés par des sauts ponctuels qui n'ont pas de correspondant dans la caractéristique régulière $L_e(t)$ et sont donc indépendants du nombre de BL. Nous précisons que le potentiel transversal est déterminé pour une valeur fixée du courant de transport (142 A dans notre cas), choisie dans la transition supra-

conductrice.

Plus précisément, dans les premières 20 s, nous mesurons une augmentation rapide des deux signaux. Puis, alors que L_e tend à se stabiliser, un saut de V_t est presque immédiatement observé. Celui-ci pourrait correspondre à une BL qui avance brusquement entre les deux plots de potentiel transversaux. V_t décroît ensuite légèrement, alors que L_e continue de croître. Ceci pourrait témoigner, conformément à nos hypothèses, qu'une nouvelle bande de Lüders approche de la zone de mesure transverse, avec une dynamique ralentie par rapport au phénomène similaire observé précédemment vers 60 s. Une telle BL secondaire pousserait latéralement une partie des lignes de courant transversal. Quand cette "amorce" de bande s'allongerait jusqu'à atteindre la zone située entre les deux plots de potentiel transversal, nous observons un saut de V_t . L'augmentation du potentiel transverse correspondrait à la longueur de la nouvelle fissure additionnée à celles existantes déjà présentes sur la largeur de l'échantillon.

Aux petites déformations, il est également possible que la nucléation de BL secondaires passe inaperçue pour le courant critique longitudinal. La section intacte du conducteur est encore trop importante et par conséquent la partie du courant qui contourne les BL est très grande par rapport au faible courant transversal qui passe entre les fissures d'une bande. En revanche, ces BL secondaires pourraient être détectées par une mesure de potentiel transverse.

Une autre façon d'utiliser les signaux de tension transverses est, pour chaque déformation imposée, d'attendre suffisamment longtemps de façon à ce que la dimension des BL soit stabilisée. La valeur du potentiel transversal donne alors une image de la longueur totale des fissures dans une tranche fine transversale (Fig.3.22). On voit ici, jusqu'à un rayon de courbure de 16 mm, une légère diminution du courant critique, dans le palier de réversibilité élastique. Le potentiel transversal reste constant et négligeable tout ce temps. Dès que le courant critique accélère sa chute, le potentiel transversal croît de manière linéaire, suggérant l'avancement des fissures qui réduisent la section du conducteur. Cette mesure est très sensible au seuil de fissuration, avec un changement de régime brutal qui s'oppose à la variation continue de I_c .

Pour résumer, le courant critique et la mesure du potentiel transverse nous donnent accès à la dynamique de propagation des BL (élargissement et allongement). Le potentiel transversal nous renseigne plus précisément sur la localisation de ces bandes fissurées.

L'avantage de cette méthode par rapport aux mesures usuelles de propagation des fissures est

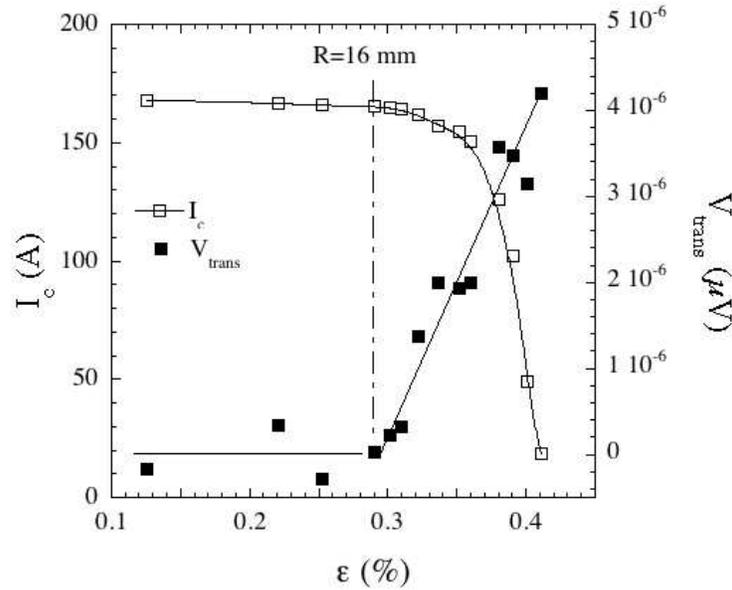


FIG. 3.22: Courant critique et tension transverse en fonction de la déformation pour des BL stabilisées. Dans le domaine réversible la tension transversale reste constante. Dès l'apparition des premières fissures V_{trans} croît de façon linéaire avec la déformation imposée.

qu'elle nous donne accès à chaque instant à la taille de la fissure, avec une très bonne sensibilité d'environ 0.05 %, correspondant à la résolution de 0.1 A pour un I_c de 200 A. La sensibilité diminue avec nos sources de courant, pour des échantillons avec des faibles I_c , mais elle peut être améliorée par l'utilisation d'autres dispositifs électroniques de mesure plus précis. Aussi, nos mesures ne nécessitent pas un amorçage de la fissure, choisit en préalable, mais elles ont la capacité de mesurer toute la longueur de l'échantillon. Enfin, ces mesures en relaxation nous informent que des phénomènes de plasticité peuvent se produire à déformation imposée constante.

3.4 Effets de redistribution du courant

Dans les caractérisations électriques, les mesures en quatre fils s'imposent pour éliminer les effets dus à la résistance de contact des échantillons. La configuration idéale est de choisir les quatre points de mesure colinéaires, sinon le chemin du courant reste inconnu et les résultats faussés. On obtient alors des pics de résistivité (Fig.3.23) sur la caractéristique $R(T)$ [30], [31],

[32].

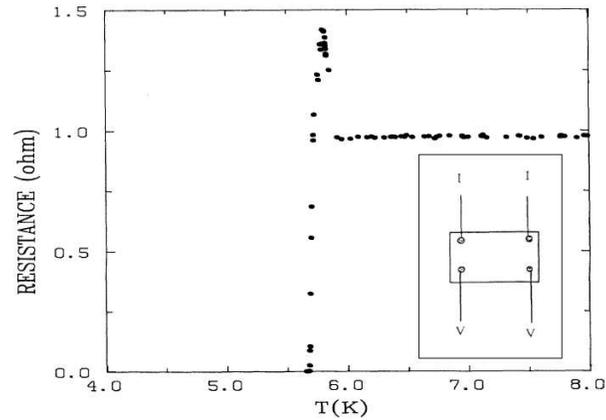


FIG. 3.23: Transition résistive d'un film supraconducteur $\text{Nb}_{80}\text{V}_{20}\text{N}$. Dans l'insert est présentée la configuration de mesure [30].

Toutes nos mesures de résistivité (et de I_c) ont été faites en respectant la consigne des points colinéaires. Pourtant, pour un CC sous traction ayant dépassé la limite d'élasticité, la caractéristique $R(T)$ révèle un important pic (Fig.3.24.a). Une mesure similaire, réalisée cette fois en deux points (Fig.3.24.b), ne présente pas d'anomalie. Nous notons à cette occasion que plus la charge appliquée est importante (au delà de la limite élastique de 500 MPa), plus la transition s'élargit. Certains zones de l'échantillon sont envahies par les fissures et la faible section restante devient très sensible au courant envoyé. Les CCs sont déjà assez inhomogènes, due à leur procès de fabrication, qui pourtant s'améliore constamment. Avec la répartition aléatoire des BL fissurés, le degré d'inhomogénéité est encore augmenté et la possibilité d'obtenir des pics de $R(T)$ croît.

Pour comprendre l'origine de ce pic de resistivité, une nouvelle expérience a été réalisée. L'échantillon a été divisé en quatre segments adjacents, correspondant à 4 mesures de tension. Une cinquieme paire de contact mesure en deux points toute la longueur de l'échantillon. On rappelle que dans les mesures de $R(T)$ sous traction les mors serrent le CC, produisant un court-circuit avec le substrat d'Hastelloy (Fig.3.25.a).

Le schéma électrique de l'échantillon est présenté dans la Fig.3.25.b. La résistance électrique du substrat est branchée en parallèle avec le reste du système grâce à l'isolation imposée par le film MgO. Le film d'au représente un shunt électrique pour le YBCO, et chaque prise de potentiel V

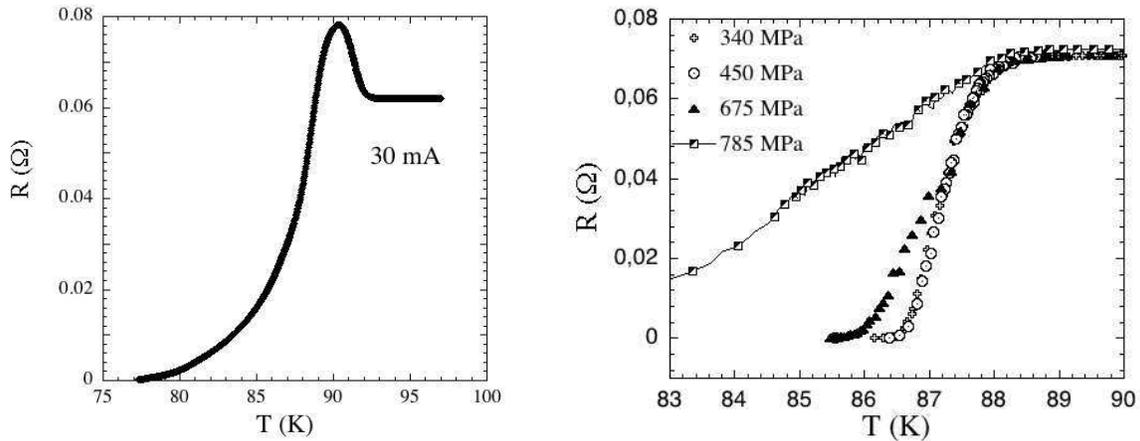


FIG. 3.24: (a) Dépendance de la résistance d'un CC-YBCO 1^{gen} avec la température, après avoir dépassé la limite élastique. La configuration de mesure est en 4 points. (b) Dépendance $R(T)$ pour un CC 1^{gen} pour plusieurs valeurs de la charge appliquée en traction uni-axiale. La mesure est réalisée en 2 points.

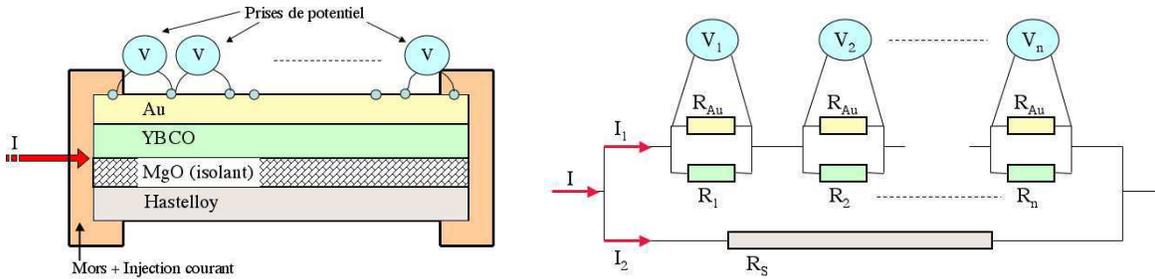


FIG. 3.25: (a) Configuration de mesure de $R(T)$ sous contrainte pour un CC YBCO. Le YBCO est shunté par l'Au et isole du substrat métallique par la couche de MgO (b) Schéma électrique équivalent.

mesure la tension au bord de ces deux éléments en parallèle. Si l'on considère l'échantillon divisé en n éléments de différents longueurs et mesurés par les n prises de tension, alors on peut calculer la valeur de la "résistance mesurée" de l'élément j ,

$$Rm_j = \frac{V_j}{I} \tag{3.10}$$

comme étant donnée par la formule :

$$Rm_j = \frac{R_j R_{Au}}{R_j + R_{Au}} \cdot \frac{R_S}{R_S + \sum_{i=1}^n \frac{R_i R_{Au}}{R_i + R_{Au}}} \quad (3.11)$$

Cette expression montre que :

$$R_k \rightarrow 0 \implies Rm_j \nearrow$$

$$R_j \rightarrow 0 \implies Rm_j \rightarrow 0$$

Ainsi, si une partie voisine au segment mesuré transite de manière précoce à l'état supraconducteur, elle produit une augmentation de la résistance. Quand l'élément j transite à son tour, la résistance mesurée chute, produisant ainsi le pic de résistivité présenté dans la Fig.3.24.a.

Pour revenir à la formule (3.10), on rappelle que l'erreur systématique qui conduit au pics de $R(T)$ est de diviser V_j par tout le courant I envoyé dans l'échantillon. Etant donné les épaisseurs des couches Hastelloy/ YBCO/Au et leurs résistivités à 100 K (Tab.2), on peut calculer les rapports des courants envoyés en chaque couche juste avant la transition supraconductrice :

TAB. 3.2: Caractéristiques de l'échantillon

	Hastelloy C276	YBCO	Shunt Au
ρ (100 K)	42 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$	250 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$	0.73 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$
S	10 mm \times 90 μm	8 mm \times 0.6 μm	8 mm \times 0.1 μm

$$I_{Hastelloy} : I_{YBCO/Au} = 19 : 1$$

En réalité, comme chaque R_k transite de manière imprévisible, il y a une redistribution continue du courant entre les trois couches Hastelloy/YBCO/Au. La formule (3.11) explique qualitativement l'apparition du pic, mais ne reflète pas la variation absolue de résistance. En réalité chaque segment possède une transition usuelle pour un courant vrai (mais inconnu) dans YBCO. Ceci a été déjà mis en évidence par la Fig.3.24.b.

Les résultats de ce nouveau test confirment la théorie. Dans la Fig.3.26, les transitions de

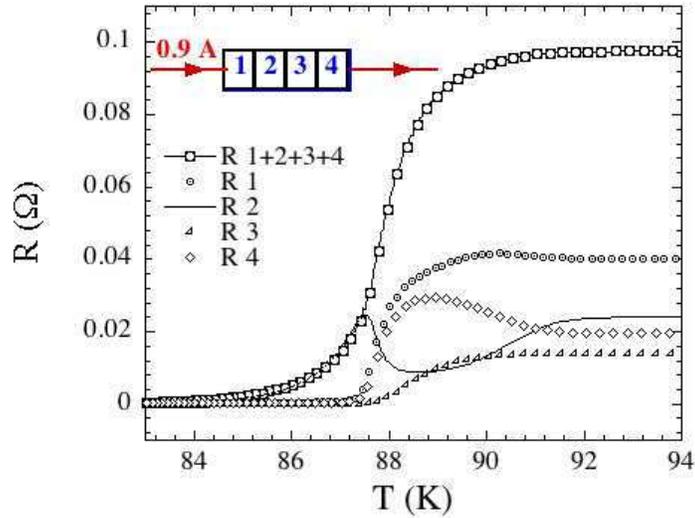


FIG. 3.26: Caractéristiques $R(T)$ sur les quatre segments adjacents de l'échantillon, présentant les traces de la redistribution du courant. La résistance totale de l'échantillon, qui intègre les quatre segments mesurés, a une transition "propre", non-perturbée par des transitions plus avancées.

chaque segment sont présentées, ainsi que la transition de l'échantillon entier. Le segment R_2 commence en premier une transition très molle qui engendre une bosse sur R_4 . La douceur de la transition R_2 vient sûrement de la création des fissures dans cette zone comme déjà montre dans la Fig.3.24.b. Quand R_1 et R_4 vont transiter brusquement, R_2 n'aurait pas fini sa propre transition. Il va montrer à son tour un pic de résistivité. A noter, que la résistance totale de l'échantillon, mesurée en deux points et qui est la somme des autres quatre courbes, présente une transition propre, même si très large, car elle intègre la distribution des températures critiques associées à chaque segment.

Dans la Fig.3.27, on voit l'évolution de deux types des tels pics de résistivité (R_1 et R_4) avec la variation du courant envoyé dans le système. La largeur du pic est donné par la différence de T_c entre le segment k qui déclenche le pic (R_2) et le segment j mesurée (R_1 respectivement R_4). Nous remarquons, que l'amplitude du pic ne décroît pas forcément avec le courant, comme affirmé dans la littérature [30]. Mais l'amplitude du pic est sensible au courant selon que la partie j mesure est encore résistive ou commence sa transition quand une partie voisine transite déjà. Un tel pic de résistivité est caractéristique de matériaux extrêmement non-homogènes (comme les

CCs déformés) et il est mis en évidence pour la première fois.

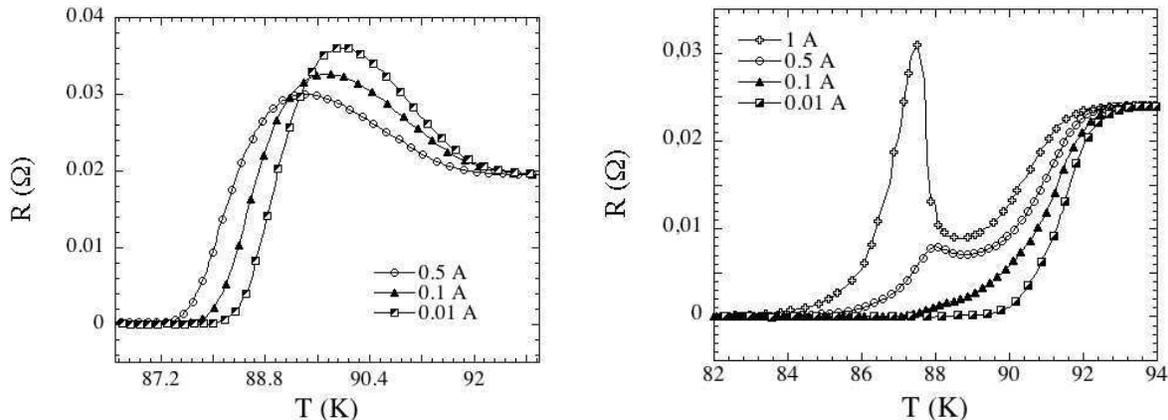


FIG. 3.27: Effets de la distribution du courant dus aux in-homogénéités produites par les fissures dans les CCs.

Nous précisons que nous avons repéré des faibles pics de résistivité même dans les CCs non-déformés, pour lesquels il y a un court-circuit avec le substrat. Ceci est du aux inhomogénéités de texture dans l'YBCO, qui fait que différentes parties de l'échantillon ont des T_c différentes.

3.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons utilisé les mesures de T_c et de I_c corrélées avec les essais mécaniques pour étudier les mécanismes internes des CCs, soit en régime élastique, soit en régime plastique du substrat.

Une évolution de la T_c en extension par des mesures résistives a été mesurée pour la première fois dans des CCs à base de YBCO et DyBCO. Ainsi, une augmentation de la T_c avec la contrainte mécanique supérieure à 0.3 K/GPa a été rapportée. Nous avons montré, grâce aux mesures de $I_c(T)$, que dans le cas des DyBCO polycristallins, où les joints de grains doivent être encore améliorés, les effets de la T_c et du I_c sont découplés. La charge en compression améliore les joints de grains, alors qu'en extension ceux-ci se dégradent. Pour le YBCO, les joints de grains ne semblent pas avoir été gênés par l'application de la contrainte et la variation intrinsèque $T_c(\varepsilon)$ contrôle celle de $I_c(\varepsilon)$.

De plus, nous avons illustré, grâce aux déformations mécaniques, la connexion entre la T_c et l'énergie de piégeage dans les CCs, une telle valeur ($U_0=35500$ K) étant calculée pour les CC-YBCO.

Dans le domaine plastique du substrat, nous avons démontré que le courant de transport percolle entre les fissures des couches céramiques causées par la déformation plastique du substrat.

Les essais de relaxation mécanique combinés avec les mesures de I_c nous ont permis de mettre en évidence la nucléation et la propagation des BL dans les CCs. La grande sensibilité des mesures et l'indépendance par rapport à la localisation des fissures représentent des bons atouts pour ces types de tests, comparativement à d'autres techniques mécaniques. Grâce aux mesures de potentiel transversal, nous avons mis en évidence la propagation de plusieurs BL pendant la relaxation de l'échantillon.

Au final, nous avons expliqué les effets de redistribution du courant dans les CCs, produisant des pics de résistance autour de la température critique. Une mesure en quatre points colinéaires n'est pas suffisante pour éviter ce genre de phénomène. Il faut toujours éliminer le contact électrique entre le substrat et le supraconducteur. Ceci n'est pas évident, car souvent la fabrication des CCs favorise ce court-circuit pour des raisons d'évacuation de la chaleur pendant la transition supraconductrice. De nouveaux types de pics de résistivité avec une dépendance différente en courant ont été également observés.

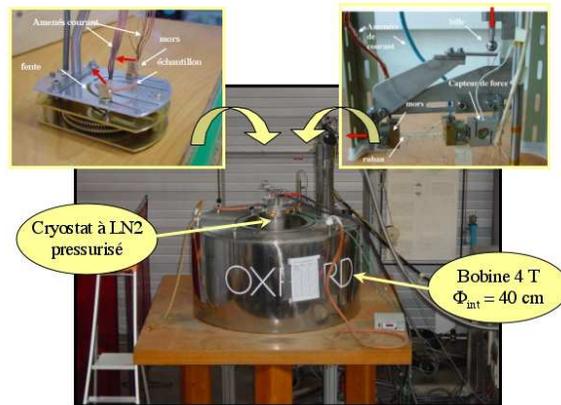
Bibliographie

- [1] B. Batlogg R.J. Cava, A.W. Hewat. Structural anomalies, oxygen ordering and superconductivity in oxygen deficient ybco. *Physica C*, 165 :419–433, (1990).
- [2] A.P.Paulikas L.J.Nowiki G.W.Crabtree H.Claus W.K.Kwok J.D.Jorgensen, B.W.Veal. Structural properties of oxygen-deficient ybco. *Phys.Rev.B*, 41(4) :1863–1877, (1990).
- [3] S.L.Bud'ko O.Nakamura J.Guimpel I.K.Schuller A.A.R.Fernandes, J.Santamaria. Effect of physical and chemical pressure on the superconductivity of high-temperature oxide superconductors. *Phys.Rev.B*, 44(14) :7601–7606, (1991).
- [4] T.Wolf H.Wühl A.Erb G.Muller-Vogt C.Meingast, O.Kraut. Large a-b anisotropy of the expansivity anomaly at T_c in untwinned ybco. *Phys.Rev.Lett*, 67(12) :1634–1637, (1991).
- [5] A.Zettl M.L.Cohen P.Parilla M.F.Hundley-W.N.Creager S.Hoen M.S.Sherwin M.F.Cromie, A.Y.Liu. c-axis stress dependence of normal superconducting state properties of ybco. *Phys.Rev.B*, 39(7) :4231–4234, (1989).
- [6] O.Nakamura M.B.Maple I.K.Schuller S.L.Budko, J.Guimpel. Uniaxial pressure dependence of the superconducting critical temperature in YBaCuO high- T_c oxides. *Phys.Rev.B*, 46(2) :1257–1260, (1992).
- [7] C.H.Chen E.A.Rietman S.M.Zahurak D.Werder R.J.Cava, B.Batlogg. Single-phase 60-k bulk superconductor in annealed ybco with correlated oxygen vacancies in the Cu-O chains. *Phys.Rev.B*, 36(10) :5719–5722, (1987).
- [8] K.Grube T.Wolf B.Obst P.Schweiss-M.Klaser S.I.Schlachter, W.H.Fietz. The effect of chemical doping and hydrostatic pressure on T_c of ybco single crystals. *Physica C*, (328) :1–13, (1999).
- [9] M.Lei H.Ledbetter. Estimated dT_c/dp and $dT_c/d\sigma_{ij}$ for ybco superconductor. *Physica C*, 177 :86–88, (1991).
- [10] S.I.Schlachter W.H.Fietz, K.P.Weiss. Influence of intrinsic strain on T_c and critical current of high- T_c superconductors. *Supercon.Sci.Technol.*, 18 :S332–S337, (2005).
- [11] A.Roytburd C.J.Lobb S.J.Hagen R.L.Greene G.L.Belenky, S.M.Green. Effect of stress along the ab plane on the J_c and T_c of ybco thin films. *Phys.Rev.B*, 44(18) :10117–10120, (1991).
- [12] J.R.Thompson J.G.Ossandon R.Feenstra E.C.Jones, D.K.Christen. Upper-critical fields of ybco epitaxial thin films with variable oxygen deficiency. *Phys.Rev.B*, 49(1) :572, (1991).
- [13] G.Oomi K.Suenaga. High pressure studies of htc superconductor ybco. *Physica C*, 185–189 :1297–1298, (1991).
- [14] Michel Fallou. Résistivité des métaux. *Techniques de l'ingénieur*, K-710 :1–6.
- [15] D.M.Feldman. Current flow in ybco deformation textured coated conductors. *PhD Thesis*, University of Wisconsin-Madison, (2001).

- [16] D.T.Verebelyi W.Zhang Q.Li G.N.Riley-R.Feenstra A.Goyal D.F.Lee M.Paranthaman D.M.Kroeger D.K.christen D.M.Feldmann, D.C.Larbalestier. Inter and intra grain transport measurements in ybco deformation textured coated conductors. *Appl.Phys.Lett.*, 74(24) :1–3, (2001).
- [17] J.D.Budai D.K.Christen H.J.Kim J.R.Thompson D.T.Verebelyi, C.Cantoni. Critical current density of ybco low-angle grain boundaries in self-field. *Appl.Phys.Lett.*, 78(14) :2031, (2001).
- [18] G.Koren A.Gupta E. Zeldov, N.M.Amer. Flux creep characteristics in high temperature superconductors. *Appl.Phys.Lett.*, 56(7) :680, (1989).
- [19] H.S.Kim B.S.Lee S.M.Ihm D.Youm K.C.Chung, S.C.Choi. Growth properties and critical current measurements of smbacuo films on biaxially textures ni tapes. *Physica C*, 384 :291–296, (2003).
- [20] Wang Liangbin-Zhang Yuheng Fang Jun Cao Xiaowen Li Kebin Sekine Hisashi Xu Xiaojun, Fu Lan. Dependence of activation energy upon magnetic field and temperature in ybco epitaxial thin films. *Phys.Rev.B*, 59(1) :608–612, (1999).
- [21] L.F.Schneemeyer J.V.Waszczak T.T.M.Palstra, B.Batlogg. Thermally activated dissipation in bscco. *Phys.Rev.Lett.*, 61(14) :1662, (1988).
- [22] V.Steinberg J.F.Boudet, S.Ciliberto. Dynamics of crack propagation in brittle materials. *J.Phys.II France*, 6 :1493–1516, (1996).
- [23] M.Marder JU.Fineberg, S.P.gross. Dynamics of crack propagation in brittle materials. *Phys.Rev.B*, 45 :5146, (1992).
- [24] S.P.Gross E.Sharon, J.Fineberg. Local crack branching as a mechanism for instability in dynamic fracture. *Phys.Rev.Lett.*, 74 :5096, (1995).
- [25] E.O.Hall. Yield point phenomenon in metals and alloys. *Plenum, New York*, (1970).
- [26] H.G.Rogers J.C.Fisher. Local crack branching as a mechanism for instability in dynamic fracture. *Acta Metall.*, 4 :180, (1956).
- [27] G.Stone H.Conrad. Local crack branching as a mechanism for instability in dynamic fracture. *J.Mech. Phys. Solids*, 12 :139, (1964).
- [28] M.Ohmori H.B.Sun, F.Yoshida. Effects of strain rate on luders band propagating velocity and luders strain for annealed mild steel under uniaxial tension. *Materials Letters*, 57 :4535–4539, (2003).
- [29] A.Villaume. Imagerie magnéto-optique pour les matériaux supraconducteurs. *PhD thesis*, Université Joseph Fourier, 2006.
- [30] L.Maritato A.Ruossi R.Vaglio, C.Attanasio. Explanation of resistance-peak anomaly in non-homogeneous superconductors. *Phys.Rev.B*, 47(22) :15302–15303, (1993).
- [31] K.Nakajima T.Yamashita C.Buzza, T.Tachiki. The origin of resistance peak effect in high-temperature superconductors-apparent t_c anisotropy due to j_c anisotropy. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 11(1) :3655–3658, (2001).
- [32] M.Suzuki. Resistance peak at the resistive transition in high- t_c superconductors. *Phys.Rev.B*, 50(9) :6360–6365, (1994).

Chapitre 4

Champ magnétique et contraintes



Les dispositifs de traction et flexion.

Contents

4.1	Introduction	cxiii
4.2	Tenue sous champ en l'absence des contraintes mécaniques	cxiii
4.2.1	Dispositif expérimental	cxiii
4.2.2	Notions de piégeage des vortex dans les ReBCO	cxv
4.2.3	Comparaison avec les couches minces YBCO sur saphir	cxv
4.2.4	Effet du champ et de la température sur YBCO	cxvii
4.2.5	Défauts de croissance et tenue sous champ des CC-DyBCO	cxix
4.2.6	Effet du champ sur DyBCO	cxix
4.3	Contrainte sous champ : compression et traction des différents échantillons	cxix
		cxix
4.3.1	Dispositif expérimental	cxix
4.3.2	Résultats sous champ magnétique et contrainte mécanique	cxix
4.4	Conclusions	cxix
	Conclusion générale	cxix

4.1 Introduction

Les CCs sont les nouveaux matériaux avec lesquels on espère remplacer les BTc dans certains dispositifs industriels tels que les câbles électriques, ainsi que ceux nécessitant un bobinage du conducteur (transformateur, aimant, etc). Les enroulements réalisés avec ces conducteurs souples parcourus de forts courants électriques génèrent des champs magnétiques plus ou moins importants suivant la géométrie requise pour chaque application. Les CCs nécessitent donc une bonne tenue du courant critique sous champ magnétique B pour des températures supérieures à 20 K pour pouvoir concurrencer les BTc ainsi que les conducteurs de 1^{ère} génération à base de Bismuth. C'est la raison pour laquelle nous nous intéressons tout d'abord dans ce chapitre à la tenue sous champ magnétique des CCs. Dans un deuxième temps, nous étudierons les effets possibles de la contrainte mécanique, inévitable dans les enroulements, sur la dépendance de $J_c(B)$.

4.2 Tenue sous champ en l'absence des contraintes mécaniques

Dans un bobinage, l'orientation du champ magnétique varie suivant la position le long de l'axe de symétrie de l'enroulement. Elle est parallèle à cet axe au centre du dispositif et perpendiculaire à ses extrémités. La famille de supraconducteurs ReBCO présente une forte anisotropie vis à vis de l'orientation du champ magnétique, la meilleure tenue sous champ étant pour une configuration B parallèle aux plans (a, b) supraconducteurs et la situation la plus défavorable pour B perpendiculaire aux plans (a, b) . Mais les autres configurations nous rapportent des informations complémentaires pour comprendre les mécanismes de la supraconductivité.

4.2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental pour les mesures sous champ magnétique (Fig.4.1.a) consiste en un cryostat commercial (Oxford Instruments) situé dans le trou de champ d'une bobine supraconductrice Oxford pouvant délivrer un champ magnétique allant jusqu'à 8 Tesla. Un échangeur à ouverture réglable, situé au fond du cryostat, pousse et vaporise l'hélium liquide du réservoir du cryostat vers l'enceinte où se trouve l'échantillon. La température du flux d'hélium est contrôlée

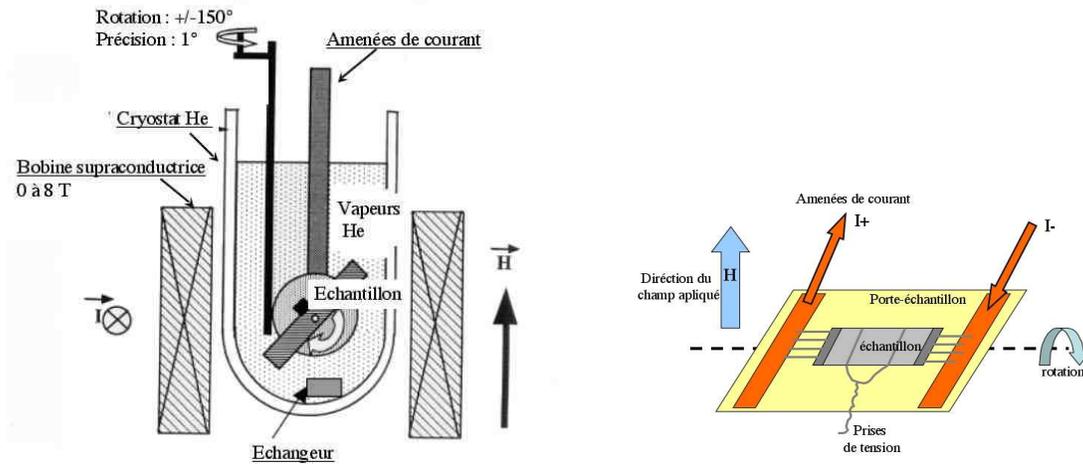


FIG. 4.1: (a) Schéma du dispositif de mesure de courant critique des échantillons HTc sous un champ magnétique maximum de 8 T, avec une orientation variable et dans une plage de température de 4.2 K à T_c . (b) Schéma du porte-échantillon.

par un régulateur PID Lakeshore* via un thermomètre Cernox, fixé au niveau de l'échantillon, et via une résistance chauffante. La plage de température couverte par le dispositif s'étend de 4.2 K à la température ambiante. L'échantillon d'une longueur maximale de 2 cm est fixé sur un porte-échantillon (Fig.4.1.b) qui tourne autour de son axe, perpendiculaire à la direction du champ magnétique appliqué. La rotation de l'échantillon est contrôlée par un moteur pas à pas Crouzet†, piloté par une interface Labview. La précision de rotation du porte-échantillon est de 1°. Les amenés de courant permettent l'injection de rampes de courant de vitesses et d'amplitudes réglables. Au delà d'une valeur de 150 A, on observe un échauffement des amenés de courant pouvant fausser les mesures (cf. ch. I et II). Les valeurs de courant critique des CCs à 77 K étant typiquement situées entre 100 et 300 A selon l'épaisseur de la couche supraconductrice, nous avons été souvent obligés de pratiquer une photolithographie de nos échantillons pour réduire leur section utile, et par conséquent le courant critique associé. Deux paires de prises de potentiel relèvent la tension de l'échantillon avec une précision supérieure au microvolt. La méthode de mesure est en quatre fils.

*www.lakeshore.com/

†www.crouzet.com/

4.2.2 Notions de piégeage des vortex dans les ReBCO

La structure lamellaire avec un faible couplage entre les feuillets confère une importante anisotropie aux propriétés sous champ magnétique des composés ReBCO. Ainsi l'orientation du champ magnétique appliqué par rapport aux plans (a, b) supraconducteurs met son empreinte sur le type de piégeage des vortex et sur la valeur de J_c .

Lorsque le champ magnétique et le courant injecté dans l'échantillon produisent une force de Lorentz perpendiculaire aux plans (a, b) , cette force qui tire sur les coeurs normaux des vortex se confronte à une forte barrière de potentiel créée par les plans CuO supraconducteurs. Le piégeage intrinsèque est maximal et on obtient un pic de J_c pour cette orientation.

Quand au contraire la force de Lorentz se trouve dans les plans (a, b) - par exemple pour un courant injecté suivant les plans (a, b) et un champ magnétique parallèle à l'axe c - les vortex ne voient pas la structure en feuillets et seulement les défauts constitués de centres de piégeage extrinsèques les retiennent. Parmi ces défauts suivant l'axe c , on mentionne les dislocations vis ou coin, les plans des macles, les défauts colonnaires ou d'empilement. Ces défauts renforcent le piégeage extrinsèque pour une orientation du champ extérieur $B_{\parallel c}$ et génèrent une bosse dans la dépendance $J_c(\Theta)$ à B fixé.

En dehors de ces deux configurations particulières, pour toute orientation du champ magnétique appliqué, ce sont les défauts aléatoires qui jouent un rôle important dans la qualité de l'ancrage : les défauts étendus se constituent en centres de piégeage surtout aux petits champs ($B < 1$ T) [1], [2], tandis que les défauts ponctuels sont actifs pour des valeurs importantes du champ magnétique.

4.2.3 Comparaison avec les couches minces YBCO sur saphir

Les deux configurations de mesure $B_{\parallel \text{substrat}}$ et $B_{\perp \text{substrat}}$ donnent des résultats bien connus dans le cas des couches minces YBCO sur substrat monocristallin, qui sont orientées avec l'axe c perpendiculaire au plan du substrat. En revanche, les CCs déposés par ISD ont une structure particulière imposée par la méthode de dépôt (cf. ch. I) et leurs plans (a, b) sont inclinés par rapport au plan de l'échantillon. Une tenue sous champ $J_c(B)$ différente de celle des couches minces est donc attendue. Nous rappelons ici qu'un courant injecté suivant la longueur du CC (c'est le cas de tous les résultats présentés par la suite), va emprunter le chemin suivant les plans

(a, b) sans être gêné par leur inclinaison vis à vis du substrat.

Dans un premier temps, nous avons considéré les deux configurations de mesure classiques, B parallèle et respectivement perpendiculaire à la surface de l'échantillon. La Fig.4.2 présente une comparaison entre les deux caractéristique d'une couche mince YBCO/saphir (source Theva-GmbH) et celles d'un CC-YBCO 1^{gen} . Les plans (a, b) de la couche mince coïncident avec le plan du substrat. Les deux échantillons ont été mesurés à 77 K.

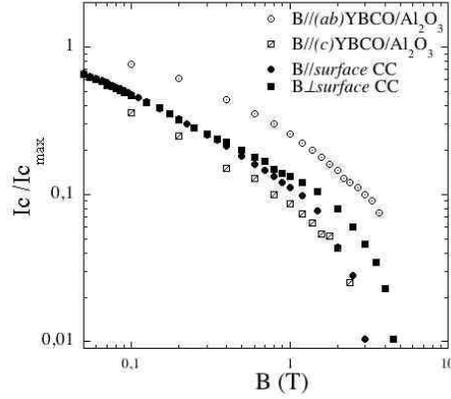


FIG. 4.2: Comparaison à 77 K des tenues sous champ (parallèle et perpendiculaire à la surface de l'échantillon) pour un CC-YBCO 1^{gen} et pour une couche mince YBCO/saphir.

Dans le cas de la couche mince on remarque le comportement clairement anisotrope $J_c(B_{||_{surface}}^{(a,b)}) \gg J_c(B_{\perp_{surface}}^{||c})$. Pour le CC, la dépendance $J_c(B)$ est quasi-identique dans les deux configurations de mesure, avec les valeurs des points expérimentaux situés entre les deux caractéristiques de la couche mince. De plus, $J_c(B_{||_{surface}}) < J_c(B_{\perp_{surface}})$ pour une valeur donnée du champ appliqué.

Avant d'aller plus loin dans l'étude quantitative des coated conductors sous champ, nous nous sommes placés dans un champ magnétique fixé de 600 mT et nous avons tourné l'échantillon en faisant varier l'angle Θ entre sa surface et le champ appliqué B . La Fig.4.3.a. présente ces mesures effectuées à 30 K sur un CC-YBCO 1^{gen} . Nous constatons que le maximum du pic $J_c(\Theta)$, qui correspond à une configuration $B_{||(a,b)}$, est décalé par rapport à une caractéristique classique réalisée sur une couche mince dont les plans (a, b) coïncident avec la surface de l'échantillon. Ceci signifie que les plans (a, b) de la maille YBCO des CCs sont inclinés à un angle d'environ 29° par rapport à la surface du ruban, comme récemment confirmé dans la littérature par *Sato*

& al. [3]. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé une figure de pôles de notre échantillon pour la raie (005) du YBCO (Fig.4.3.b). On voit ici trois pics, correspondant à trois familles des grains orientés suivant les trois facettes "visibles" des colonnes inclinées de MgO. Le pic principal montre que la majorité des grains ont les plans (a, b) inclinés à 23° par rapport à la surface de l'échantillon. La différence d'angle obtenue pour les mesures magnétiques par rapport aux figures de pôles vient de l'inclinaison initiale résiduelle de l'échantillon pendant son montage sur la canne de mesure.

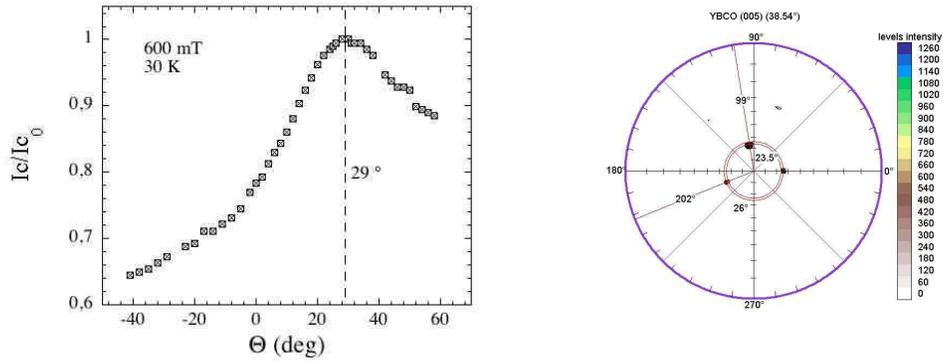


FIG. 4.3: (a) Dépendance du courant critique avec l'angle fait par l'orientation du champ magnétique appliqué de 600 mT avec la surface de l'échantillon. Expérience réalisée à 30 K. (b) Figure de pôles pour un CC-YBCO 1^{gen} , montrant une inclinaison d'environ 30° de la maille YBCO 1^{gen} par rapport à la surface du substrat.

4.2.4 Effet du champ et de la température sur YBCO

Si maintenant nous voulons connaître la meilleure tenue sous champ de nos échantillons nous nous plaçons dans une configuration où $J_c(\Theta)$ est maximum pour le champ magnétique imposé (c'est à dire environ $20\text{-}30^\circ$ par rapport à la surface du ruban). Pour avoir la situation la plus désavantageuse, nous réalisons une rotation de l'échantillon de 90° . Le résultat obtenu pour une température de 20 K sur un CC-YBCO 1^{gen} est présenté dans la Fig.4.4. L'anisotropie propre aux composées ReBCO est retrouvée.

A 77 K, la valeur du J_c en champ propre s'écroule rapidement avec la montée du champ, si bien qu'autour de 2-3 T J_c devient trop petit pour permettre l'utilisation des CCs dans les applications. Cependant, cette dépendance $J_c(B)$ est vite améliorée, en baissant la température

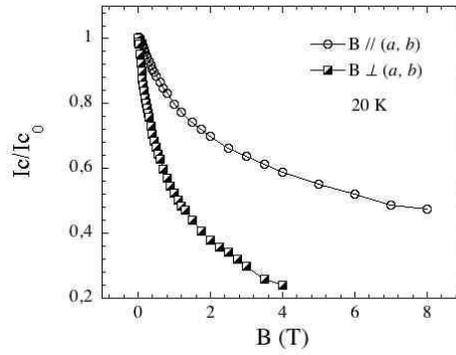


FIG. 4.4: Tenue du courant critique à 20 K sous champ magnétique appliqué parallèlement et perpendiculairement aux plans (a, b) pour un CC-YBCO 1^{gen} .

de travail de quelques degrés (ceci nous permet de l'utilisation des CCs refroidies à l'azote liquide dépressurisé par exemple). La Fig.4.5 montre l'évolution de la caractéristique $I_c(T)$ pour deux valeurs du champ magnétique appliqué perpendiculairement aux plans (a, b) de l'échantillon. On voit clairement en comparant la pente $I_c(T)$ avec et sans champ appliqué que l'effet du champ est moindre aux basses températures.

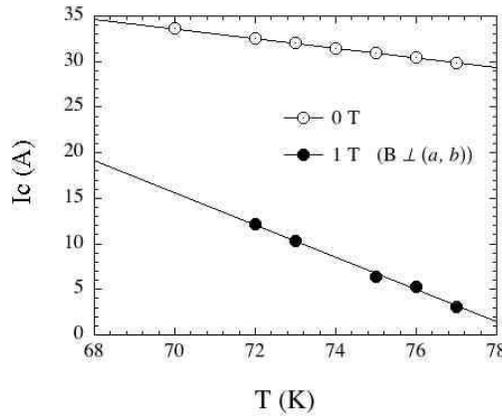


FIG. 4.5: Dépendance du courant critique avec la température pour un CC-YBCO 1^{gen} , en champ propre et pour un champ magnétique de 1 T orienté perpendiculairement aux plans (a, b) .

4.2.5 Défauts de croissance et tenue sous champ des CC-DyBCO

Dans la Fig.4.6 nous présentons la dépendance du courant critique à 20 K et à 60 K pour un pont de largeur de $500 \mu\text{m}$ gravé sur un CC-DyBCO. Le courant critique n'est pas sensible à la présence du champ magnétique appliqué (variation de quelques %). Paradoxalement, plus la température de travail diminue, plus la tenue sous champ se détériore. D'un autre point de vue, la valeur de la densité de courant critique est dix fois plus basse par rapport à celle attendue de part la documentation fournie par Theva.

Pour comprendre ce problème, nous avons réalisé avec Alain Villaume des images magnéto-optique de l'échantillon. Nous avons pu constater que de nombreux défauts en forme d'étoile couvraient la surface du CC (Fig.4.6.b). Ces défauts perméables au champ magnétique réduisent la section efficace nécessaire au passage du courant de transport tout en rendant son trajet plus sinueux. Les défauts-étoile sont présents dans la couche du MgO (d'après les observations en microscopie optique cf ch I) et induisent une texture désordonnée des grains DyBCO. Nous supposons que celle-ci est responsable de l'invariance de J_c avec B .

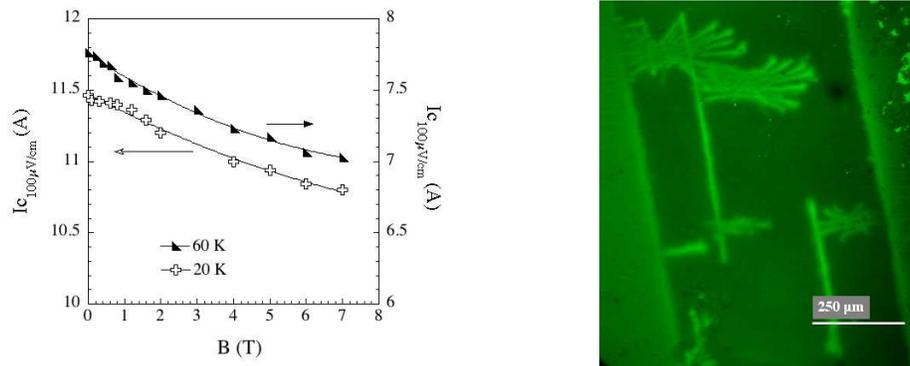


FIG. 4.6: (a) Dépendance du courant critique, à 20 K et 60 K, avec le champ magnétique appliqué suivant l'axe c de la maille, pour un CC-DyBCO avec une forte concentration de défauts de croissance dans la couche de MgO. (b) Image magnéto-optique de cet échantillon Ofc, 55 mT, 10 K. La présence des nombreuses zones faibles en forme d'étoile est responsable de la tenue atypique sous champ de l'échantillon.

Cette hypothèse est soutenue par des études menées par *Verebely & al.* [4], qui montrent que les joints de grains dont la désorientation est supérieure à 4° ont à 77 K un J_c faible et sont très peu sensibles au champ magnétique par rapport aux échantillons "propres" (Fig.4.7). Ces effets s'amplifient avec l'accroissement de la désorientation.

Ces défauts-étoile sont à éviter dans le processus de fabrication des CC-DyBCO. Responsables de la désorientation massive des grains supraconducteurs sur des zones étendues de 100-300 μm , ils réduisent la valeur de la densité de courant critique. Les caractéristiques $I_c(B)$ reflètent les propriétés des mauvais joints de grains et non les propriétés intrinsèques du DyBCO.

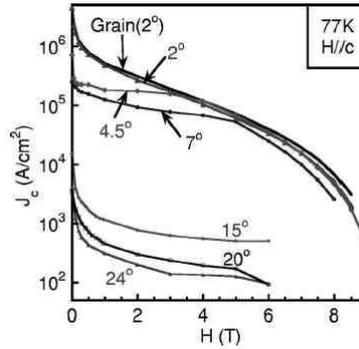


FIG. 4.7: Dépendance du courant critique avec le champ magnétique appliqué suivant l'axe c de la maille YBCO, à 77 K, pour plusieurs CCs caractérisés par des grains de désorientation croissante. Les joints de grains présentent un J_c réduit mais sont moins sensibles au champ appliqué que les grains du voisinage. Pour des valeurs fortes du champ, J_c est limité par les grains [4].

4.2.6 Effet du champ sur DyBCO

Afin de mesurer les propriétés intrinsèques des CC-DyBCO, nous avons observé nos échantillons en magnéto-optique de façon à sélectionner une zone sans défauts-étoile. La partie sélectionnée a ensuite été "découpée" par photolithographie en obtenant à la fin un pont supraconducteur de 500 μm de large.

Une caractéristique $I_c(B_{\parallel surface})$ a été tracée et comparée à celle d'un CC-YBCO obtenue dans les mêmes conditions. Les courbes normalisées à la valeur du courant critique en champ propre sont présentées dans la Fig.4.8.a. La meilleure tenue sous champ du DyBCO par rapport à YBCO est nette pour des valeurs du champ magnétique appliqué jusqu'à 3.5 T.

Le courant critique chute brutalement pour les premiers 300 mT appliqués, continuant avec une décroissance molle pour des champs forts. Pour donner un ordre de grandeur, pour un champ appliqué de 100 mT, de l'ordre de grandeur de champs magnétiques dans les câbles électriques, une réduction de 60 % du I_c est observée dans le cas de YBCO-ISD et de 40 % dans le cas de

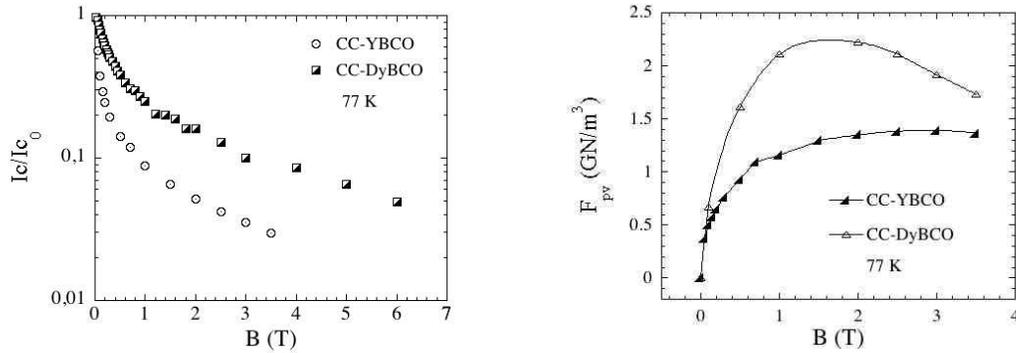


FIG. 4.8: (a) Comparaison des tenues du courant critique à 77 K sous champ magnétique appliqué parallèlement à la surface de l'échantillon pour un CC-YBCO 1^{gen} et pour un CC-DyBCO (b) Comparaison des forces de piégeage volumiques des vortex en fonction du champ magnétique, pour les mêmes configurations d'échantillons.

DyBCO-ISD. Ceci représente un véritable obstacle dans la route des applications industrielles. C'est aussi la raison pour laquelle les HTc ne sont pas entièrement opérationnels pour pouvoir concurrencer les BTc. Des résultats similaires ont été obtenus sur des CCs fabriqués par MOCVD pour SuperPowerInch, par la substitution du Y par Sm. Les résultats rapportés indiquent pour un champ magnétique $B_{\parallel c}=1$ T, un rapport $I_c(0\text{ T}) : I_c(1\text{ T})=5 : 1$ dans le cas du SmBaCuO et de $10 : 1$ dans le cas du YBaCuO [5].

Pour expliquer le comportement différent des deux CCs nous lançons plusieurs hypothèses :

- ◊ Une première explication pourrait venir de la T_c des échantillon car YBCO a une $T_c=86.5$ K, alors que pour DyBCO nous avons $T_c=89$ K. Une température critique plus grande contribue à l'amélioration de la tenue sous champ à 77 K. Toutefois, des nombreuses études ont montré qu'une décroissance de la T_c peut cohabiter avec une amélioration des caractéristique $J_c(B)$ [?], si le piégeage est modifié par l'inclusion des défauts artificiels, par exemple.
- ◊ Des études récentes [6], [5], [7], ont montré que le dopage du YBCO avec des terres rares de rayons ioniques importants, comme le Sm ou le Gd, améliore la tenue sous champ des échantillons. Egalemeent, des ReBCO à base de mélanges de deux terres rares de rayons ioniques proches et situés autour du r(Y^{3+}), produisent le même résultat (Fig.4.9). L'explication donnée est que l'alternance des éléments semblables produit des dislocations [8] qui se constituent en centres forts de piégeage.

- ◊ Quelques auteurs ont parlé de la croissance particulière des grains supraconducteurs SmBCO et GdBCO, caractérisés par un nombre important des plans de macles et des défauts d'empilement qui se constituent en excellents centres de piégeage [7]. Ces défauts ont à l'origine une permutation du Re et Ba dans la maille cristalline. Or de tels phénomène ont été rapportes dans les DyBCO, ce qui nous fais supposer que des défauts similaires pourraient exister dans nos échantillons et améliorer leur tenue sous champ magnétique.

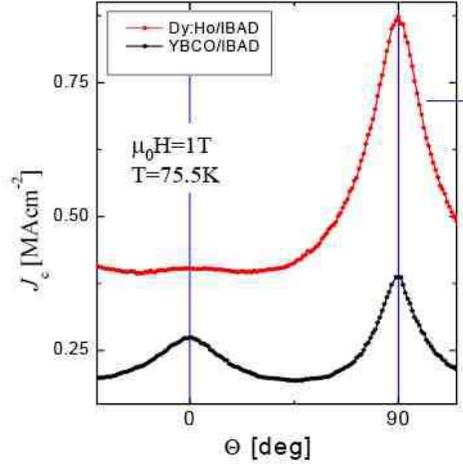


FIG. 4.9: Courant critique en fonction de l'angle fait par la direction du champ magnétique de 1 T vis à vis de l'axe c de l'échantillon, à 75.5 K pour deux CC : YBCO/IBAD et Dy-HoBCO/IBAD réalisés chez LANL. Le piégeage a été amélioré de façon globale par le remplacement de l'yttrium par une combinaison de deux terres rares de rayon ionique semblable [6]

La notion de densité de courant critique, J_c , pour les supraconducteurs de type II, repose sur le concept d'équilibre, à l'état critique, entre la force de piégeage des vortex et la force de Lorentz. La force de piégeage volumique, F_{pv} est donc définie comme :

$$F_{pv}(B) = J_c \times B \quad (4.1)$$

Pour mettre en évidence d'un façon plus explicite la différence de comportement entre les CC-YBCO et DyBCO, la force de piégeage volumique des vortex $F_{pv}(B)$, a été tracé Fig.4.8.b. Les CC-YBCO présentent un ancrage des vortex "mou", mais uniforme pour une large plage des valeurs de champ magnétique. Les CC-DyBCO, en revanche, ont une meilleure tenue, maximale

dans une fourchette de 0 à 2 T, où un maximum de la F_{pv} est observé.

Dans le but de comprendre la différence entre les mécanismes de piégeage pour les deux types d'échantillons, nous avons calculé la distance moyenne entre deux vortex et nous l'avons comparé à l'espacement moyen des différents types de défauts connues dans les composées ReBCO. Nous sommes pour cela parti de l'expression du flux magnétique :

$$\Phi = BS = n \cdot \Phi_0 \cdot S \quad (4.2)$$

où B est le champ magnétique appliqué, S est la section du conducteur traversée par le champ magnétique, n est la densité des vortex et $\Phi_0=2.07 \cdot 10^{-15}$ Wb est le quantum de flux d'un vortex. Pour un supraconducteur idéal, le réseau des vortex est triangulaire et la distance entre vortex, a , est donné par :

$$a = \sqrt{\left(\frac{2 \cdot \Phi_0}{B \cdot \sqrt{3}}\right)} \quad (4.3)$$

Ainsi pour un champ magnétique appliqué de 200 mT nous obtenons un espacement moyen entre les vortex de $a=110$ nm. Cette distance coïncide, d'après l'étude réalisée par *Dam & al.* [9] avec la distance entre les dislocations qui est d'environ 100 nm. Une concentration plus forte en dislocation pour le DyBCO par rapport à l'YBCO a déjà été rapportée par *Driscoll & al.* [6] et explique la meilleure tenue sous champ du DyBCO par rapport au YBCO aux faibles champs.

Aux grands champs, 4 T par exemple, nous trouvons un espacement entre vortex d'environ 25 nm conformément à l'équation (4.3). Ce sont dans ce cas les défauts d'empilement qui jouent sur la force de piégeage. La distance moyenne entre les défauts d'empilement est typiquement de 20-30 nm pour le Gd [7] et leur densité croit avec le rayon ionique $r(Re_3+)$.

4.3 Contrainte sous champ : compression et traction des différents échantillons

Dans les application industrielles, les CCs sont contraints pendant leur mise en fonction. C'est la raison pour laquelle nous nous intéressons dans cette section à l'effet de la contrainte sur la

tenue sous champ magnétique des CCs.

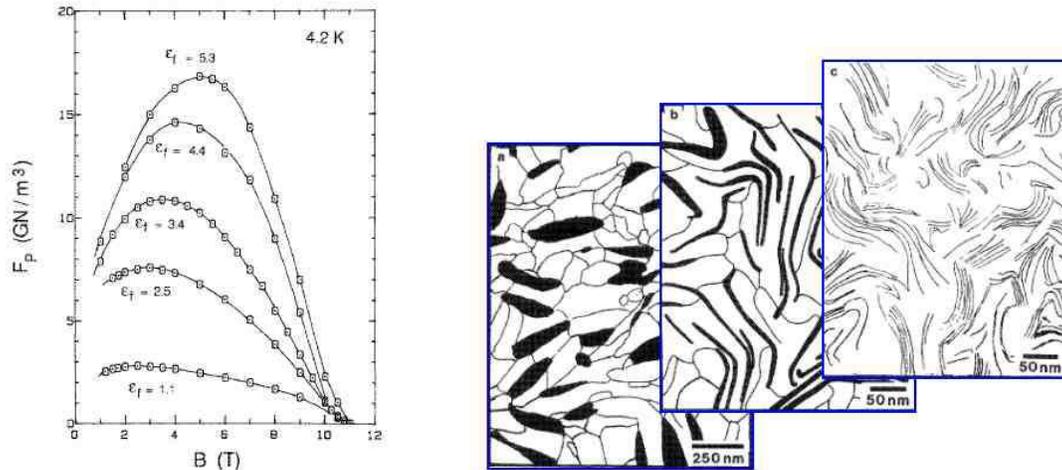


FIG. 4.10: (a) Force de piégeage volumique à 4.2 K en fonction du champ magnétique appliqué pour des conducteurs à base de Nb_3Sn pour différents contraintes mécaniques [10] (b) Images TEM d'un échantillon NbTi pour des déformations de 1.1 %, 3.76 %, 5.57 %. Les zones noires représentent des précipités α -Ti.

De nombreux essais similaires ont été déjà réalisés sur les BTc [11], [12], [13]. Dans le cas de Nb_3Sn , par exemple, l'extension du conducteur induit une amélioration du courant critique sous champ magnétique. Ceci est illustrée dans la Fig.4.10.a, où la force de piégeage volumique est représentée en fonction du champ magnétique appliquée à 4.2 K pour plusieurs valeurs des déformations. On voit clairement une amélioration de piégeage d'un facteur 5 pour un allongement de 5.3 %. L'explication donnée est que les nombreux défauts ponctuels migrent et reforment de nouveaux défauts sous l'application de la contrainte mécanique, dont la nouvelle taille devient comparable à la longueur de cohérence du supraconducteur. Ces défauts induits par la contrainte se constituent en nouveaux centres de piégeage des vortex. La Fig.4.10.b montre la formation des tels défauts pour un échantillon NbTi ayant subi des déformations croissantes jusqu'à 5 %.

Sur des CC-RABiTS réalisés chez American Superconductor, une telle amélioration du J_c sous contrainte pour un champ appliqué fixé a été rapporté [14]. Deux régimes sont signalés : les CCs présentent une augmentation du J_c sous contrainte quand le champ magnétique monte jusqu'à 3 T, et une dégradation de la dépendance $J_c(\epsilon)$ pour des champs magnétiques supérieurs (Fig.4.11). Toutefois l'effet de la contrainte est net dans une plage de déformations de 0.4 à 0.8% centrée sur

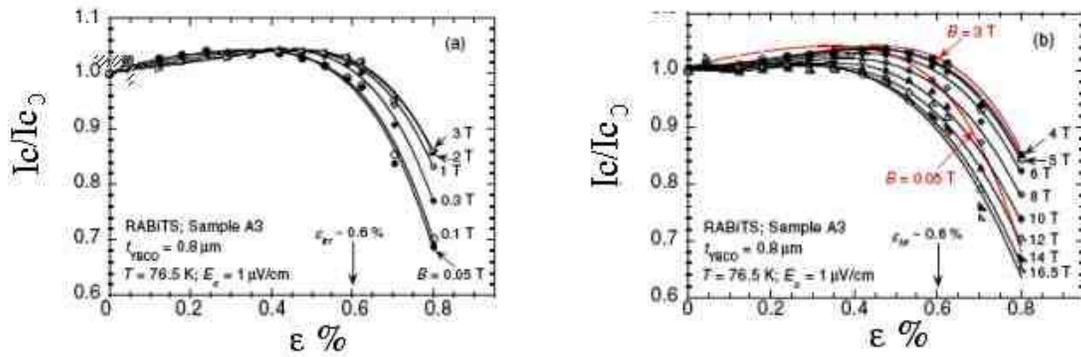


FIG. 4.11: Courant critique normalisé en fonction de la déformation uniaxiale de traction pour un CC-YBCO (RABiTS de chez AmSup) dans des champs magnétiques (a) faibles de 0.5 à 3 T et (b) forts de 4 à 16 T. La dépendance du J_c avec la contrainte s'améliore de façon inattendue quand le champ magnétique croît dans la gamme faible et change de comportement en se dégradant pour les champs forts. D'après Cheggour et al. [14]

la valeur de la limite d'irréversibilité. Ceci pose un doute sur la présence des microfissures et leur influence sur la tenue sous champ du CC.

4.3.1 Dispositif expérimental

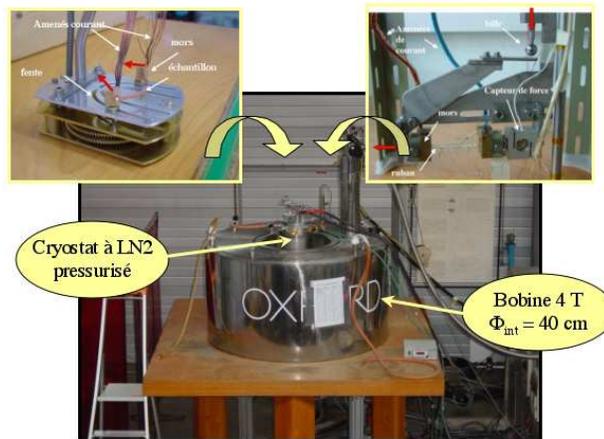


FIG. 4.12: Dispositif expérimental de mesures de courant critique sous contrainte mécanique (flexion ou traction) et sous un champ magnétique vertical de maximum 4 T. On voit la bobine supraconductrice de 4 T et d'un diamètre intérieur de 40 cm et le cryostat à l'azote liquide pressurisé. Le cryostat peut contenir un de deux dispositifs présentés dans les inserts.

Par la suite, nous voulons savoir si nos CC-par ISD réalisés chez Theva-GmbH présentent une évolution similaire. Pour cela nous avons utilisé les dispositifs de traction et de flexion positionnés dans le cryostat pressurisé à l'azote liquide. Le système a déjà été décrit dans le ch II. Ce cryostat est ensuite inséré dans le trou du champ d'une bobine supraconductrice Oxford de 40 cm de diamètre intérieur (Fig.4.12).

4.3.2 Résultats sous champ magnétique et contrainte mécanique

Un premier essai a été effectué sur un CC-YBCO 2^{gen} . Pour chaque déformation imposée par une flexion-extension, nous mesurons la densité de courant critique en fonction du champ magnétique appliqué parallèlement à la surface de l'échantillon. La Fig.4.13.a. illustre les résultats obtenus à 77 K pour des déformations de 0.116 %, 0.202 %, 0.4 % et 0.451%. Les caractéristiques $I_c(B)$ avec différentes contraintes ne se différencient pas, comme si la déformation de la maille et des centres de piégeage ne jouait pas sur la tenue sous champ ou comme s'il y avait une absence des défauts de petite taille dans l'échantillon.

La force de piégeage volumique des vortex a été également tracée dans la Fig.4.13.b en utilisant les datas de la Fig.4.13.a. A forts champs (supérieurs à 1.5 T) un léger décalage est perçu pour les différentes déformations.

Dans les chapitres précédents on a vu que pour le YBCO, la contrainte mécanique déforme les grains supraconducteurs. Leur allongement est accompagné d'une légère amélioration du T_c et J_c . Nous nous attendions donc à voir un effet de la déformation sous la tenue sous champ magnétique. Mais dans les mesures sous champ, la précision dans la détection du J_c est affaiblie par le bruit inductif et les faibles variations de $J_c(B, \varepsilon)$ si elles existent, restent imperceptibles.

La même expérience a été réalisée pour un CC-DyBCO sous traction (Fig.4.14.a). Le champ magnétique est appliqué cette fois perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Comme déjà montré auparavant (cf.ch II), la déformation de traction, augmente très vite avec le temps une fois passée la limite élastique de l'échantillon. Pour cet raison nous n'avons pas dépassé une déformation de 0.226 %. La force de piégeage volumique est tracée dans la Fig.4.14.b. Pour les CC-DyBCO, les petites extensions mécaniques ne changent pas la dépendance $I_c(B)$.

L'effet de la compression par flexion sur la tenue sous champ à 77 K est présentée dans la

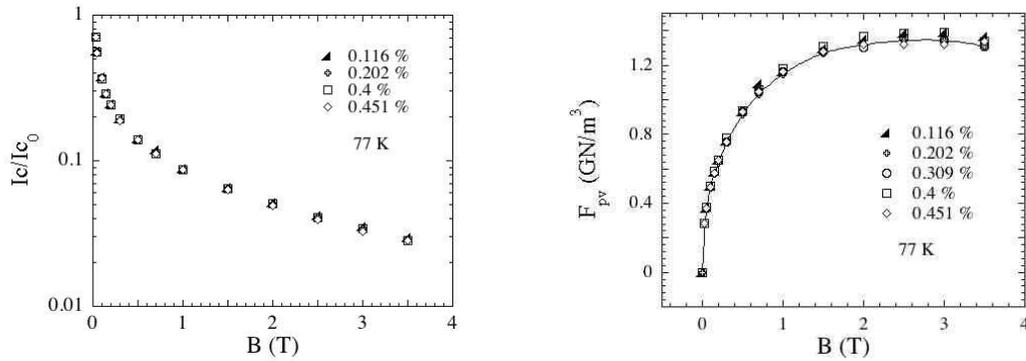


FIG. 4.13: (a) Courant critique normalisé en fonction du champ magnétique appliqué parallèlement à la surface de l'échantillon pour un CC-YBCO 2^{gen} et pour différents déformations par flexion en extension de celui-ci. (b) Force de piégeage volumique des vortex en fonction du champ magnétique, pour les mêmes configurations de l'échantillon.

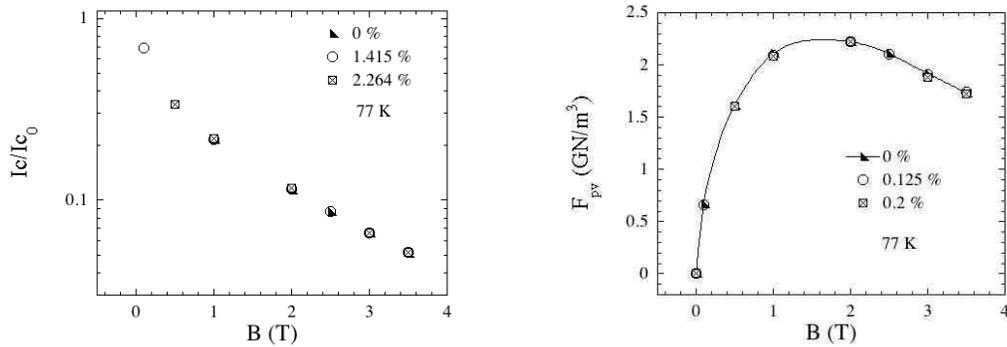


FIG. 4.14: (a) Courant critique normalisé en fonction du champ magnétique appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon pour un CC-DyBCO et pour différents déformations par flexion en extension de ceci. (b) Force de piégeage volumique des vortex en fonction du champ magnétique, pour les mêmes configurations de l'échantillon.

Fig.4.15 pour un CC-DyBCO. Un léger décalage des points expérimentaux est perçu pour les différentes valeurs des compressions appliquées. Pour voir en détail l'effet de la contrainte sur la tenue sous champ magnétique nous avons tracé la dépendance $I_c(\varepsilon)$ pour différents champs appliqués (Fig.4.16). Deux régimes sont suggérés : pour des valeurs faibles du champ magnétique (150 mT) on remarque une amélioration du I_c avec la contrainte, par rapport à la même caractéristique réalisée en champ propre, alors que pour des valeurs du champ appliqué supérieures à 500 mT la tendance du $I_c(\varepsilon)$ est inverse. Un doute sur la précision des mesures vient du bas-

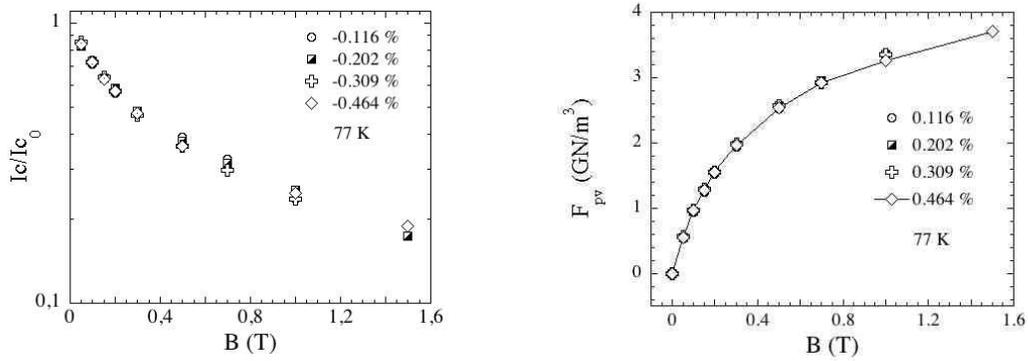


FIG. 4.15: (a) Courant critique normalisé en fonction du champ magnétique appliqué parallèlement à la surface de l'échantillon pour un CC-DyBCO et pour différents déformations par flexion en compression de celui-ci. (b) Force de piégeage volumique des vortex en fonction du champ magnétique, pour les mêmes configurations de l'échantillon

culement hypothétique des mors dans la rainure de flexion. Ainsi pour chaque rayon de courbure donné une inclinaison légèrement différente de la direction du champ magnétique vis à vis de la surface de l'échantillon peut être générée. Un tel effet, si il existe, décalerait dans le même sens tous les points expérimentaux correspondantes à un ε fixé. La présence de deux régimes opposés écarte cette possibilité pour cette mesure.

Toutefois, de manière générale, la faible précision de mesure causé par les effets inductifs nous empêchent de conclure fermement sur l'effet de la contrainte mécanique sur la tenue sous champ des CCs. Il reste en perspective d'affiner les mesures et de les compléter afin de comprendre quelle est l'influence de la contrainte sur la tenue sous champ magnétique des CCs.

4.4 Conclusions

Dans ce chapitre nous avons montré les conséquences de la méthode de fabrication des CC par ISD sur la tenue sous champ magnétique. La meilleure dépendance $I_c(B)$ est obtenue pour une orientation du champ magnétique appliqué à 20-30 ° par rapport à la surface de l'échantillon, contrairement aux conducteurs classiques dont les plans (a, b) coïncident avec le plan du substrat.

Une meilleure tenue sous champ du DyBCO vis à vis de YBCO a été rapportée, générée par la présence des défauts dans les grains supraconducteurs. Ces défauts sont de bons centres de

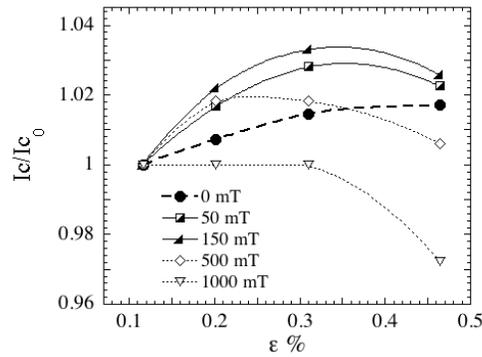


FIG. 4.16: Effet de la contrainte sur le courant critique (normalisé à sa valeur à contrainte nulle) pour différents valeurs du champ magnétique appliqué. Deux régimes se distinguent : une amélioration du courant critique, centré sur une déformation de -0.3% à faible champ et une dépréciation du courant critique avec la contrainte aux champs forts.

piégeage pour des champs magnétiques inférieurs à 3.5 T.

Etant donné nos résultats, nous ne pouvons pas conclure si les CC fabriqués par ISD chez Theva-GmbH présentent une variation de la dépendance $I_c(B)$ avec l'application d'une contrainte mécanique. Si l'effet existe, il est trop faible pour être détecté par nos appareils et son impact dans les application industrielles est donc négligeable. Nous rappelons que la majorité de nos essais a été effectuée sous un champ magnétique maximum de 3.5 T, car nous sommes limités par les performances de la bobine supraconductrice et par la taille du dispositif de contrainte mécanique. Il reste en perspective la réalisation des mesures sous contrainte pour des champs magnétiques forts sur ce type d'échantillons.

Bibliographie

- [1] K.Doï K.Myiamoto M.Murakami, M.Morita. A new process with the promise of high jc in oxyde superconductors. *Jpn.J.Appl.Phys*, Part 1 28 :1189, (1989).
- [2] A.Serquis J.O.Willis J.Y.Coulter H.Wang Q.X.Jia P.N.Arendt M.Jaime J.L.MacManus-Driscoll M.P.Maley S.R.Foltyn L.Civale, B.Maiorov. Understanding high critical currents in ybco thin films and coated conductors. *Journal of Low Temperature Physics*, 135 :87–98, (2004).
- [3] Y.takahashi K.Muranaka K.Fujino T.Taneda K.Ohmatsu H.Takei Y.Sato, S.Honjo. Angular dependence of critical current in ybco tapes fabricated by inclined substrate deposition. *Physica C*, 378-381 :1118–1121, (2002).
- [4] R.Feenstra C.Cantoni A.Goyal D.F.Lee M.Paranthaman D.T.Verebelyi, D.K.Christen. Low angle grain boundary transport in ybco coated conductors. *Appl.Phys.Lett.*, 76(13) :1755–1757, (2000).
- [5] Y.Chen Y.Li X.Xiong Y.Qiao P.Hou J.Reeves T.Salagaj K.Lenseth-L.Civale B.Maiorov Y.Iwasa V.Solovyov M.Suenaga N.Cheggour C.Clickner J.W.Ekin C.Weber V.Selvamanicham Y.Y.Xie, A.Knoll. Progress in scale-up of second generation high temperature superconductors at superpower inc. *Physica C*, 426-431 :849–857, (2005).
- [6] B.Maiorov L.Civale A.Serquis P.Arendt P.Dowden Q.Jia Y.Li-H.Wang J.MacManus-Driscoll, S.Foltyn. Understanding and improving pinning in coated conductors. *Superconductivity for electric systems-Annual peer review*, (27-29 July, washington DC), (2004).
- [7] H.Kobayashi M.Konishi T.Watanabe A.Ibi T.Muroga S.Miyata Y.Yamada, K.Takahashi. Epitaxial nanostructure and defects effective for pinning in y(re)bco coated conductors. *Appl.Phys.Lett.*, 87 :132502, (2005).
- [8] J.P.Attfield L.M.Rodriguez-Martinez. Cation disorder and size effects in magneto-resistive manganese oxyde perovskites. *Phys.Rev.B*, 54(22) :132502, (1996).
- [9] F.C.Klaassen R.C.F.van der Geest G.doornbos J.H.Rector A.M.Testa S.freisem-J.C.Martinez B.Stauble-Pumpin R.Griessen B.Dam, J.M.Huijbregste. Origin of high currents in ybco superconducting thin films. *Nature*, 399(6735) :439, (1999).
- [10] D.C.Larbalestier C.Meingast, P.J.lee. Quantitative description of a very high critical current density nb-ti superconductor during its final optimisation strain-1. microstructure, tc, hc2, and resistivity-2.flux pinning mechanisms. *J.Appl.Phys*, 66(12) :5962–5983, (1989).
- [11] J.Ekin. Strain scaling law for flux pinning in practical superconductors-basic relationship and application to nb3sn conductors. *Cryogenics*, 66, (1980).
- [12] E.J.Saur C.B.Muller. Influence of the mechanical constraints on the superconducting transition of nb3sn coated niobium wires and ribbons. *Adv.Cryo.Eng.*, 8 :574–578, (1962).
- [13] P.Tixador. Matériaux supraconducteurs. *Ed Hermes*, page 82, (1993).
- [14] C.L.H.Thieme N.Cheggour, J.W.Ekin. Magnetic field dependence of the reversible axial-strain effect in y-ba-cu-o coated conductors. *IEEE Transactions on applied superconductivity*, 15(2) :3577–3580, (2005).

Conclusion générale

Ce travail de thèse a permis la construction de deux bancs de mesure de courant critique sous traction et flexion in-situ, dans une gamme de température allant de 77 K à la température critique. Les résultats nous ont donné des indications technologiques sur ces échantillons "coated conductors" fournis par l'industriel Theva-GmbH, mais nous ont amené également à une étude plus fondamentale des propriétés de transport de ces échantillons déformés par contraintes mécaniques. Des corrélations des propriétés mécaniques, magnéto-optiques et propriétés de transport ont été réalisées. Certains résultats, comme la variation de la température critique en fonction de la contrainte ou l'utilisation des mesures de courant critique pour étudier la plasticité du substrat sont inédits. Nos systèmes expérimentaux ont été également adaptés à des mesures sous champ magnétique intense dans le but d'étudier l'influence de la contrainte mécanique sur la tenue sous champ des conducteurs.

Dans un premier temps nous avons étudié les caractéristiques de nos échantillons. La couche tampon de MgO présente une croissance colonnaire telle que les plans (001) font un angle de 30 ° avec le plan du substrat. Le film supraconducteur va croître de manière similaire avec les plans (a, b) inclinés par rapport au substrat. Ceci a deux conséquences importantes : une anisotropie des propriétés de transport, telle que le courant critique suivant la largeur de l'échantillon est plus faible que suivant sa longueur et une dépendance $I_c(B)$ présentant un maximum pour une direction du champ faisant un angle de 30 ° avec la surface de l'échantillon.

Les clichés MEB et les observations magnéto-optiques montrent une amélioration de texture

des échantillons entre la 1^{gen} et la 2^{gen} des CC-YBCO. Dans la 2^{gen} la taille de grains atteint 800 nm (contre 300 nm pour 1^{gen}) et la pénétration du champ magnétique se fait uniformément . Pour les CC-DyBCO, la présence des défauts en forme d'étoile dans la couche de MgO génère une désorientation locale des grains supraconducteurs. A part une réduction de la densité du courant critique, ces défauts génèrent une insensibilité aux effet des champs magnétiques intenses. Pour tous les échantillons étudiés, nous observons une différence de texture et une amélioration des propriétés supraconductrices au centre par rapport aux bords naturels.

Concernant le fonctionnement de ces CCs, nous avons attiré l'attention sur deux problèmes fondamentaux sur le chemin des applications : la résistance de contacts et le point chaud. La résistance de contacts est essentielle pour pouvoir injecter le courant dans l'échantillon sans le chauffer ou le brûler localement. Pour les CC-YBCO/Au, une feuille d'In pressée mécaniquement permet de résoudre le problème. Après des nombreux essais, une soudure InAg a été employée avec succès dans le cas des CC-DyBCO/Ag, les valeurs de résistivité de contacts étant inférieures au $\mu\Omega\cdot\text{cm}^2$. Le hot spot représente la cause principale de la destruction des échantillons. Le substrat en Hastelloy C276 est un mauvais conducteur de chaleur et le shunt métallique déposé à la surface du conducteur est trop fin pour pouvoir évacuer des puissances thermiques de l'ordre du kW. Pour cela, nous sommes obligés d'injecter le courant avec des vitesses supérieures à 100 A/s et à ne jamais dépasser un seuil de champ électrique de 100 $\mu\text{V}/\text{cm}$. Pour étudier les régimes de forte dissipation, nous pouvons travailler à une température supérieure à 77 K, réduisant ainsi la valeur du courant critique et évitant l'échauffement de l'échantillon.

Nous avons montré que le substrat métallique en Hastelloy (qui à l'heure actuelle a les meilleurs caractéristiques mécaniques parmi les substrats utilisés) présente une passage discontinu en plasticité via des bandes de déformation appelées bandes de Lüders. Sa limite élastique $\varepsilon_y \approx 0.27\%$ et $\sigma_y \approx 500 \text{ MPa}$ représente aussi la limite mécanique acceptable pour les CCs (ou limite d'irréversibilité pour la valeur du I_c). Une fois dépassée cette valeur, des bandes de déformation inclinées à 60 ° surgissent dans le substrat. Localement, dans les bandes, la déformation de l'échantillon est incontrôlable et la céramique déposée se fracture dans un réseau des failles équidistantes perpendiculaires à la direction de traction. Le courant critique chute brutalement et de manière irréversible pendant ce temps.

Dans le domaine élastique du substrat, la contrainte imposée produit une déformation de

la maille cristalline qui modifie la structure électronique de l'échantillon. Une fine variation de température critique est perçue : ainsi la température critique augmente en extension pour les CC-YBCO et diminue dans le cas des CC-DyBCO. Une corrélation entre la température et le courant critique a été démontré pour les YBCO. Pour le DyBCO les deux paramètres ne sont pas corrélés, à cause des joints de grains pas encore optimisés pour ce type de matériau.

Au début du domaine plastique, on se confronte avec l'apparition de bandes de Lüders dans le substrat et la céramique déposée se fissure à la surface de ces bandes de déformation. Un potentiel transversal est créé suivant la largeur de l'échantillon car le courant est obligé de contourner les fissures rencontrées dans son passage. Nous avons montré que les mesures de potentiel transversal et de courant critique peuvent devenir des outils originaux pour suivre la dynamique des bandes de Lüders.

Dans le domaine plastique du substrat, une fois apparues les premières fissures dans la céramique, les mesures $R(T)$ restent fiables seulement en absence de contact électrique avec le substrat. En cas contraire il y a le risque de redistribution du faible courant via le substrat métallique. Des pics de résistivité apparaissent dans les caractéristique $R(T)$ au début ou dans la transition supraconductrice. Un tel pic de résistivité au milieu de la transition a été mis en évidence pour la première fois pendant cette thèse.

Nous avons également évalué la tenue sous champ des CCs à base d'YBCO et de DyBCO. Ces matériaux nécessitent des améliorations pour pouvoir être utilisés dans les applications où des champs magnétiques intenses sont présents. Le courant critique chute d'un facteur dix pour les 100 mT appliqués pour YBCO. Nous avons montré que le DyBCO présente une meilleure tenue sous champ que le YBCO. Les premières mesures de courant critique sous contrainte mécanique et sous champ magnétique intense ont été réalisés. Un faible effet de la contrainte sur la tenue sous champ semble se manifester pour les DyBCO sous compression.

Nous pouvons imaginer plusieurs études comme perspectives à ce travail de thèse.

Pour améliorer la résistance mécanique des échantillons, des cycles charge-décharge avec une valeur de charge maximale légèrement croissante et autour de la limite élastique du substrat pourraient constituer une solution pour augmenter la valeur de la déformation acceptable de quelques 0.01%. Pour cela l'utilisation d'une vraie machine de traction fonctionnant à basse température dont on puisse contrôler la vitesse et le seuil de déformation imposées sont nécessaires. Les me-

sures simultanées de courant critique permettront l'identification des nouvelles limites mécaniques atteintes et la mise au point d'un protocole expérimental utilisable à la chaîne industrielle.

Pour étudier en détail l'influence de la contrainte mécanique sur les HTc, les CCs représentent un système intéressant grâce au substrat flexible permettant l'application des déformations importantes en extension et compression.

Le courant critique pourrait être un nouvel outil d'étude de la dynamique de propagation des déformations.

Enfin, une étude rigoureuse de l'influence de la contrainte mécanique sur la tenue sous champ reste en perspective pour ce type de matériaux.