



HAL
open science

Etude des réseaux de vortex supraconducteurs et de systèmes électroniques désordonnés

Alain Pautrat

► **To cite this version:**

Alain Pautrat. Etude des réseaux de vortex supraconducteurs et de systèmes électroniques désordonnés. Supraconductivité [cond-mat.supr-con]. Université de Caen, 2009. tel-00431683

HAL Id: tel-00431683

<https://theses.hal.science/tel-00431683>

Submitted on 12 Nov 2009

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.

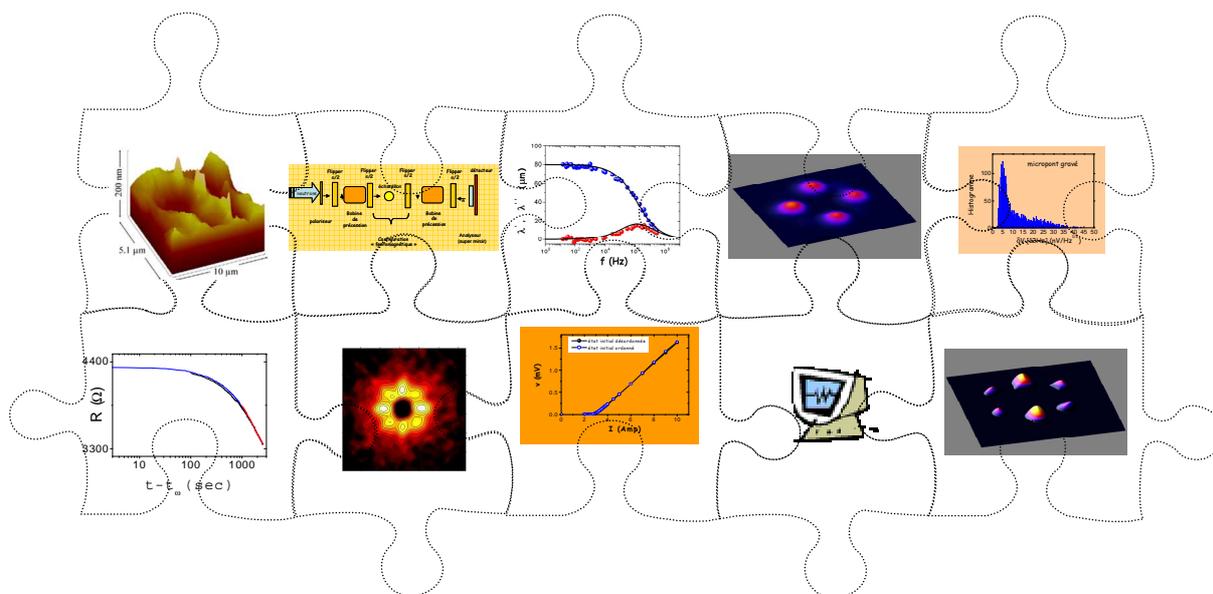
L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Mémoire présenté par Alain Pautrat
en vue de l'obtention
de l'habilitation à diriger des recherches

Soutenance le 14 Octobre 2009

Etude des réseaux de vortex supraconducteurs et de systèmes électroniques désordonnés



Jury

Philippe Bourges, Directeur de Recherche CEA, Laboratoire Léon Brillouin, Saclay (rapporteur)

Eric Vincent, Directeur de Recherche CEA, SPEC, Saclay (rapporteur)

Charles Simon, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire CRISMAT, Caen (rapporteur)

Christophe Goupil, Professeur ENSICAEN, Laboratoire CRISMAT, Caen

Pierre Monceau, Directeur de Recherche émérite CNRS, Institut Néel, Grenoble

Bernard Plaçais, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire Pierre Aigrain de l'ENS, Paris

Remerciements

Philippe Bourges, Eric Vincent, Pierre Monceau et Bernard Plaçais ont accepté de juger mon travail. J'en suis très sincèrement heureux et même un peu fier.

Un Merci majuscule à Christophe Goupil et Charles Simon pour tout leur soutien et leur confiance indéfectible depuis mes timides premiers pas au laboratoire jusqu'à aujourd'hui, et pour leur collaboration toujours amicale. C'est un grand plaisir de travailler avec Annie Brûlet, notre collaboratrice neutronicienne privilégiée, pour ses compétences et sa sympathie. Patrice Mathieu a rejoint l'équipe des neutroniciens. Je me rappelle lire ses articles très «hors mode» et enfin comprendre quelque chose sur les vortex quand j'étais un petit scarabée durant mon DEA: sa présence amicale, sa modestie, signifient beaucoup pour moi. Bernard Plaçais a été d'une grande influence pour mon travail, pour avoir toujours généreusement partagé un peu de ses grandes connaissances, m'avoir aidé dans les montages expérimentaux, et aussi pour ses encouragements continus.

Une pensée spéciale et affectueuse à ma voisine de bureau, ma secrétaire préférée, Sylvie Hébert pour sa (vraiment très) patiente présence amicale et son incroyable gentillesse. Un grand merci à tous les (anciens) étudiant(e)s avec qui j'ai eu la chance de travailler (et de bien rigoler aussi...): Silvana, Joseph, Maud, Natalia, Clara, Laure... Merci pour vos questions faussement naïves qui m'ont montré que j'avais beaucoup plus de doutes que de certitudes, et que j'avais intérêt à relire quelques livres avant de faire le malin. Une pensée particulière pour Joseph, pour sa grande maturité (☺) et ses jeux de mots calamiteux.

Merci aux têtes de mules, épicuriens, coureurs à pied, comiques sur le retour, rebelles du facteur H, pour leur amitié et, malgré l'énumération de toutes ces tares sociétales, pour faire votre métier avec passion, en respectant suffisamment votre travail et celui des autres pour être exigeants, sincères, critiques...et humains. Vous vous reconnaitrez...ou pas...

Merci à mon père de m'avoir murmuré les choses importantes qui me servent tous les jours. Merci à ma mère, mes sœurs et mon frère pour m'avoir tant apporté.

Finalement, tout cela n'a pas beaucoup d'importance comparé au reste. Le reste, c'est quand les vortex, les neutrons, les bruits et les fluctuations se reposent, et que des singularités bien plus intéressantes m'occupent : Les 2 yeux bleus de ma Marylou, les 2 yeux verts de ma Lola, leurs 2 grands sourires, ... et bientôt les deux yeux de ... ?

Et pour ma chérie, Fanny, merci pour tout...et pour tout le reste à venir.

*Je ne veux pour flambeaux que tes yeux.
(La terre du désir du coeur) de Yeats*

Sommaire

Rapport sur la candidature	page 3
Curriculum Vitae	page 5
Publications et conférences	page 9
Synthèse des travaux	page 17
Travaux de recherche	page 21
I- Les réseaux de vortex supraconducteurs	page 18
II- Bruit et transport mésoscopique dans les oxydes	page 83
III- Perspectives de recherche	page 97
Bibliographie des travaux de recherche	page 101
Annexes	page 109
Annexe A	
La diffraction de neutrons aux petits angles appliquée au réseau de vortex	page 110
Annexe B	
Bruit et fluctuations	page 121
Bibliographie des annexes	page 128

CRISMAT
(CNRS UMR 6508)

Rapport sur le mémoire d'habilitation à diriger des recherches de Alain Pautrat, chargé de recherches au CNRS, par Charles Simon, directeur de Recherches au CNRS.

Alain Pautrat a commencé ses travaux de recherche en 1997 au sein du laboratoire CRISMAT sur les supraconducteurs en préparant sous ma direction une thèse sur l'ancrage des vortex par les défauts de surface, thèse qui a été soutenue en juillet 2000 à l'université de Caen. Il a ensuite passé un an au CEA de Grenoble dans l'équipe de Jacques Flouquet où il a poursuivi ses travaux sur l'ancrage des vortex dans les supraconducteurs.

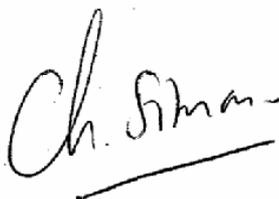
Depuis l'année 2001 où il a été recruté au CNRS dans la section « chimie du solide 15 », il travaille au sein du laboratoire CRISMAT dans mon équipe sur les propriétés physiques des matériaux, principalement dans le domaine de la supraconductivité. Il s'agit d'optimiser les propriétés des matériaux pour les applications et en particulier de mieux comprendre les mécanismes d'ancrage des vortex à l'œuvre dans ce problème. Nous avons commencé cette étude par celle des supraconducteurs à basse température critique en particulier des mesures de diffraction de neutrons et des mesures de bruit de tension. Nous avons développé une connaissance du sujet qui nous a permis de devenir au cours du temps un des pôles français importants dans une collaboration Grenoble-Paris-Orsay-Caen très active, et où Alain Pautrat est devenu peu à peu l'élément principal, puis moteur du sujet. Il est reconnu par tous aujourd'hui comme le leader du groupe. Il est reconnu dans ce domaine de l'ancrage des vortex au plan national et international, comme le montrent les publications et les communications qu'il a co signées et présentées, souvent en premier auteur. Il a aussi été organisateur de plusieurs réunions spécialisées sur le sujet.

Par ailleurs, il assure au sein de notre groupe un travail très important de « défrichage » des propriétés magnétiques et de transport sur une partie des nouveaux matériaux très nombreux qui sont synthétisés au laboratoire CRISMAT. Il a ainsi

travaillé en particulier sur les oxydes de vanadium, les manganites, les oxydes de cobalt et de nickel et détecté plusieurs effets importants, en particulier par les mesures de bruit de tension. Il s'agit là d'un rôle très important qu'il joue entre les physiciens et les chimistes dans notre laboratoire pluridisciplinaire.

Le diplôme d'habilitation à diriger des travaux de recherches, outre l'excellence scientifique dont je viens de parler, reconnaît également la capacité de tracer une voie originale et personnelle dans son travail de chercheur, ainsi que celle d'encadrer des jeunes chercheurs. Depuis sa soutenance de thèse, Alain Pautrat a montré dans son travail ces capacités, en particulier lors de son travail de co-encadrement de la thèse de Joseph Scola où il a été vraiment très actif, mais sans oublier sa contribution significative dans les thèses de N. Luchier, S. Mercone, C. Grygiel et M. Giot.

En réalisant une activité de recherches de haut niveau sur un sujet qui est à la fois très fondamental et tout à fait appliqué (un brevet a été récemment déposé), en montrant qu'il était capable de concilier une recherche de fond sur un sujet, tout en poursuivant un travail de défrichage de nouveaux sujets, en traçant une voie originale, en dirigeant de fait une thèse, il a montré à mon avis qu'il méritait tout à fait d'obtenir son habilitation à diriger des travaux de recherches.

A handwritten signature in black ink, reading "Ch. Simon", with a horizontal line underneath.

Charles Simon

Directeur de Recherche

Curriculum Vitae

Alain Pautrat
né le 05/11/71 au Mans
Nationalité Française
2 enfants, vie maritale

Adresse personnelle : 5B Rue Barbeux, 1400 Caen.

Chargé de Recherche au laboratoire CRISMAT de Caen, UMR 6508 du CNRS ENSICAEN et Université de Caen, en section 15 de 2001 à 2009, maintenant en section 6.

Formation universitaire

- *Septembre 1997-Juillet 2000* : Doctorat de l'Université de Caen (milieux denses et matériaux), mention très honorable.
Jury de soutenance : T. Giamarchi (rap), J. Flouquet (rap), B. Plaçais, A. Brûlet, Ch. Simon et B. Raveau.
- *Septembre 1996-Juin 1997*: DEA sciences des matériaux, Université de Caen, mention TB (major).
- *Septembre 1994-Juin 1995* : Maîtrise de physique de l'Université de Caen, mention AB, option Physique du solide, mention bien.

Formation scientifique

- *Depuis Octobre 2001* : Chargé de recherche CNRS section 15 puis section 6. Les travaux portent sur les réseaux de vortex supraconducteurs, les propriétés magnétiques et électroniques d'oxydes.
- *Décembre 2000 - Septembre 2001*: Post doctorat au Commissariat à l'Energie Atomique, Grenoble (Service Physique Statistique, Magnétisme et Supraconductivité, directeur: Jacques Flouquet, encadrement: Christophe Marcenat et Jean Pascal Brison): "Etude des réseaux de vortex dans des supraconducteurs non conventionnels »
- *Septembre 1997 - Juillet 2000* : Doctorat au laboratoire CRISMAT (Caen), (directeur de thèse: Charles Simon): « Structure et dynamique d'un réseau de vortex supraconducteur en ancrage de surface ».
- *Septembre 1996 - Juin 1997* : Stage de DEA au laboratoire CRISMAT (Caen).

Enseignement

- *Septembre 1998 - Juin 2000* : Chargé de travaux pratiques et de travaux dirigés de thermodynamique et d'électromagnétisme à l'IUT de mesures physiques de Caen.

- **Septembre 2003** : Cours d'introduction aux supraconducteurs (Ecole sur les conducteurs supraconducteurs organisée par la Société Française du froid).

Encadrement d'étudiants

Participation à l'encadrement de doctorants

- **2000-2001** : Laboratoire CRTBT de Grenoble, Nicolas Luchier, « *Supraconductivité du composé borocarbure $TmNi_2B_2C$: rôle du magnétisme et phase FFLO* ».
- **2001-2002** : Laboratoire CRISMAT Silvana Mercone, « *Microstructures magnétiques et propriétés de transport dans les manganites à séparation de phase de la famille des $Pr_{1-x}Ca_xMnO_3$* ».
- **2002-2005** : Laboratoire CRISMAT Joseph Scola, « *Etude de la dynamique d'un réseau de vortex dans un supraconducteur par mesures de bruit* ».
- **2005-2006** : Laboratoire CRISMAT Maud Giot, « *Etudes structurales et magnétiques de manganites $Bi_xCa_{1-x}MnO_3$ présentant des mises en ordre complexe* » .
- **2007-2008** : Laboratoire CRISMAT Clara Grygiel, « *Etude multi-échelle de la transition métal-isolant de V_2O_3* » .

Encadrement d'étudiants master/Ecole d'ingénieur

- **2003** : G. Bazin, stage de Licence de l'université de Rennes, « *Propriétés magnétiques du $Bi-2212$* ».
- **2006** : M. Sportisse, J.F. Mélat, projet 1ere année Ensicaen, « *Etude du transport électronique dans un oxyde à propriété remarquable* ».
- **2006** : M. Sportisse, stage ingénieur 1ere année Ensicaen, « *Etude des propriétés d'un verre de spins* ».
- **2008** : M. Haburas, stage Master 2, Université de Rouen, « *Etude de l'effet de pic supraconducteur* ».
- **2009** : V. Gaté, R. Deshayé, projet 2eme année Ensicaen, « *Influence de l'état de surface sur les propriétés du Niobium supraconducteur* ».

Jury de thèse

- **Juin 2009** : Rapporteur de la thèse de Feng Yang (dir. C.J. Van der Beek), école Polytechnique Palaiseau, « *Heterogenous vortex dynamics in high temperature superconductors* ».

Principaux thèmes de recherche

Réseaux de vortex et supraconductivité.

Systèmes magnétiques et électroniques désordonnés.

Bruit, fluctuations et transport non linéaire. Impédance complexe.

Diffusion neutronique.

Participation à des projets

- Projet Européen **COMEPHS** (*Controlling Phase Separation in Electronic Systems*) en 2007-2008.

- ANR **MAD-BLAST** : Materials Design : Blocks and Layers Assembly for Spin-Tronic (sur les oxides de Cobalt) en 2009-2012.

Activités diverses

- Membre du comité scientifique 5B « structures magnétiques » de *L'Institut Laue Langevin* depuis 2007.

- Conseiller scientifique extérieur *NIST Center for Neutron Research* (USA) (rapports d'expertise pour le choix des expériences) depuis 2007.

- Expertises pour *ECOS SUD* : projets scientifiques Franco-Argentin en 2003 et 2005.

- Membre du conseil de laboratoire depuis 2004.

- Ancien Membre de la commission 28^{ème} section de l'université de *Caen* 2007-2008.

- Ancien Membre de la commission 28^{ème}/63^{ème} sections de l'Université de *Rouen* 2006-2008.

- Trésorier de la *Société Française de Physique Basse-Normandie* depuis 2006.

- Membre nommé par le CNRS au conseil scientifique de *relais d'sciences Basse-Normandie* depuis 2008.

- Organisation du colloque supraconductivité, *Journées de la Matière Condensée*, à Toulouse en Août 2006 et co-organisation avec Pierre Rodière à Strasbourg en Août 2008.

- Co-organisation de la réunion GDR 2284 « *Systèmes élastiques, du désordre à la plasticité* » à Asnelles sur mer (octobre 2003).

- Referee habituel pour *Phys Rev Lett*, *Phys Rev B*, et occasionnel pour *Solid State Sciences*, *Physica C*.

Publications et conférences

Publications dans des revues internationales à comité de lecture et conférences

Publications soumises

Percolation in colossal magnetoresistive manganites: A magnetic small angle neutron scattering study

D. Saurel, Ch. Simon, **A. Pautrat**, A. Brûlet, Ch. Martin, soumis à *Phys Rev B*.

Publications en tant que chargé de recherches

41/ Galvanomagnetic properties and noise in a barely metallic film of V_2O_3

Clara Grygiel, **Alain Pautrat** and Pierre Rodière

Phys. Rev. B **79**, 235111 (2009)

40/ Fabrication of metallic oxide nanowires

F. Gaucher, **A. Pautrat**, S. Autier-Laurent, C. David, L.E. Calvet, Ph. Lecoœur, A.-M. Haghiri-Gosnet

Microelectronic Engineering **86**, 820 (2009)

39/ Structure of the flux lines lattice in $NbSe_2$: Equilibrium state and influence of the magnetic history

A. Pautrat, M. Aburas, Ch. Simon, P. Mathieu, A. Brûlet, C. D. Dewhurst, S. Bhattacharya, and M. J. Higgins

Phys. Rev. B **79**, 184511 (2009)

38/ Narrow-band noise due to the moving vortex lattice in superconducting niobium

Alain Pautrat and Joseph Scola

Phys. Rev. B **79**, 024507 (2009)

37/ Hysteresis in the electronic transport of V_2O_3 thin films: Non-exponential kinetics and range scale of phase coexistence

C. Grygiel, **A. Pautrat**, W. Prellier and B. Mercey

Europhysics Letters **84**, 47003 (2008)

36/ Mesoscopic electronic heterogeneities in the transport properties of V_2O_3 thin films

C. Grygiel, **A. Pautrat**, W.C. Sheets, W. Prellier,

J. Phys.: Condens. Matter **20**, 472205 (2008) (*Fast track communication*)

35/ Magnetic states and spin-glass properties in $Bi_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$: Macroscopic ac measurements and neutron scattering

Maud Giot, **Alain Pautrat**, Gilles André, Damien Saurel, Maryvonne Hervieu, and Juan Rodriguez-Carvajal

Phys. Rev. B **77**, 134445 (2008) (*editor suggestion*)

34/ Substrate and orientation influence on electrical properties of sputtered La-doped PZT thin films

G. Leclerc, G. Poullain, C. Yaïcle, R. Bouregba, **A. Pautrat**

Applied Surface Science **254**, 3867(2008)

- 33/ Overview of Electrons and Orbitals in a Nearly One-Dimensional $\text{Co}^{3+}/\text{Co}^{4+}$ System
 Matthieu Kauffmann, Olivier Mentré, Alexandre Legris, Sylvie Hébert, **Alain Pautrat**, and Pascal Roussel
Chem. Mater. **20**(5), 1741 (2008)
- 32/ Transport and magnetic properties in $\text{YBaCo}_2\text{O}_{5.45}$: Focus on the high-temperature transition
A. Pautrat, P. Boullay, S. Hébert, and V. Caignaert
Phys. Rev. B **76**, 214416 (2007)
- 31/ Persistence of an ordered flux line lattice above the second peak in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$
A. Pautrat, Ch. Simon, C. Goupil, P. Mathieu, A. Brûlet, C. D. Dewhurst, and A. I. Rykov
Phys. Rev. B **75**, 224512 (2007)
- 30/ Nonlinear electronic transport and anomalous resistance fluctuations in the stripe state of $\text{La}_2\text{NiO}_{4,14}$
A. Pautrat, F. Giovannelli, and N. Poirot
Phys. Rev. B **75**, 125106 (2007)
- 29/ Critical point of the competition between different orbital- and Bi lone pair-orderings in the Bi-rich part of the Bi-Ca-Mn-O system
 M. Giot, **A. Pautrat**, O. Perez et al.
Solid State Sciences **8**, 1414 (2006)
- 28/ New insight into the fluctuations of the moving vortex lattice: Non-Gaussian noise and Levy flights
 J. Scola, **A. Pautrat**, C. Coupil et al.
Fluctuations and Noise Letters **6**, 287 (2006)
- 27/ Driven depinning of vortices in irradiated microbridge single-crystals of Bi-2212
 A. Ruyter, B. Pignon, D. Plessis, P. Topart, J. Plain, Ch. Simon, **A. Pautrat**, A. Maignan, L. Ammor.
Journal of Physics and Chemistry of Solids **67**, 468 (2006)
- 26/ Why pinning by surface irregularities can explain the peak effect in transport properties and neutron diffraction results in NbSe_2 and Bi-2212 crystals?
 Ch. Simon, **A. Pautrat**, C. Goupil et al.
Panama-Journal of Physics **66**, 83 (2006)
- 25/ Experimental study of the correlation length of critical-current fluctuations in the presence of surface disorder: Probing vortex long-range interactions
 J. Scola, **A. Pautrat**, C. Goupil, and Ch. Simon
Phys. Rev. B **73**, 024508 (2006)
- 24/ Out-of-equilibrium electronic transport properties of a misfit cobaltite thin film
A. Pautrat, H. W. Eng, and W. Prellier
Phys. Rev. B **72**, 233405 (2005)
- 23/ Voltage noise and surface current fluctuations in the superconducting surface sheath
 J. Scola, **A. Pautrat**, C. Goupil, L. Méchin, V. Hardy, and Ch. Simon
Phys. Rev. B **72**, 012507 (2005)

- 23/ Longitudinal and transverse noise in a moving vortex lattice
J. Scola, **A. Pautrat**, C. Goupil, and Ch. Simon
Phys. Rev. B **71**, 104507 (2005)
- 22/ Metastable states of a flux-line lattice studied by transport and small-angle neutron scattering
A. Pautrat, J. Scola, Ch. Simon, P. Mathieu, A. Brûlet, C. Goupil, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya
Phys. Rev. B **71**, 064517 (2005)
- 21/ On voltage-current characteristics and critical current in Bi-2212
A. Pautrat, Ch. Simon, J. Scola et al
European Physical Journal B **43**, 39 (2005)
- 20/ The vortex depinning transition in untwined YBaCuO using complex impedance measurements
A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon et al.
Physica C **408**, 577 (2004)
- 19/ Influence of twin boundaries on the flux-line-lattice structure in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: A small-angle neutron scattering
Ch. Simon, **A. Pautrat**, G. Poullain, C. Goupil et al.
Phys. Rev. B **70**, 024502 (2004)
- 18/ Quantitative analysis of the critical current due to vortex pinning by surface corrugation
A. Pautrat, J. Scola, C. Goupil, Ch. Simon, C. Villard, B. Domengès, Y. Simon, C. Guilpin, and L. Méchin
Phys. Rev. B **69**, 224504 (2004)
- 17/ Non-linear electrical response in a PrCaMnO crystal: the charge density wave scenario
S. Mercone, A. Wahl, **A. Pautrat** and Ch. Simon
Journal of Magnetism and Magnetic Materials **272**, 388 (2004)
- 16/ Anomaly in the dielectric response at the charge-orbital-ordering transition of $\text{Pr}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$
S. Mercone, A. Wahl, **A. Pautrat**, M. Pollet, and Ch. Simon
Phys. Rev. B **69**, 174433 (2004)
- 15/ Nonlinear electrical response in a charge/orbital ordered $\text{Pr}_{0.63}\text{Ca}_{0.37}\text{MnO}_3$ crystal: The charge density wave analogy
A. Wahl, S. Mercone, **A. Pautrat**, M. Pollet, Ch. Simon, and D. Sedmidubsky
Phys. Rev. B **68**, 094429 (2003)
- 14/ Electrodynamics of the vortex lattice in untwinned YBaCuO by complex impedance measurements
A. Pautrat, A. Daignere, C. Goupil et al.
European Physical Journal B **33**, 279 (2003)
- 13/ Comment on "Collapse of the vortex-lattice inductance and shear modulus at the melting transition in untwinned $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ "
A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, B. Plaçais, and P. Mathieu
Phys. Rev. B **67**, 146501 (2003)

12/ Distribution of Transport Current in a Type-II Superconductor Studied by Small-Angle Neutron Scattering

A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, D. Charalambous, E. M. Forgan, G. Lazard, P. Mathieu, and A. Brûlet

Phys. Rev. Lett. **90**, 087002 (2003)

11/ Use of the Neutron Spin Echo Technique to Observe Flux Line Motion

E.M. Forgan, P.G. Kealey, A. Pautrat, Ch. Simon, S.L. Lee, R. Cubitt, B. Farago, and P. Schleger.

Lecture Notes in Physics **601**, 215 (2002)

Publications issues de ma thèse

10/ Evidence for vortex surface pinning in YBa₂Cu₃O₇-delta from the frequency dependence of the complex penetration depth

Alain Pautrat, Christophe Goupil, Charles Simon, Norbert Lütke-Entrup, Bernard Plaçais, Patrice Mathieu, Yvan Simon, Alexander Rykov, and Setsuko Tajima

Phys. Rev. B **63**, 054503 (2001)

9/ Small angle neutron scattering and vortex lattice dynamical phase diagram

C. Goupil, A. Pautrat, Ch. Simon, et al

Physica C **341**, 999 (2000)

8/ Vortex pinning in untwinned YBCO

A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, et al

Physica C **341**, 1059 (2000)

7/ Measurement of vortex motion in a type-II superconductor: A novel use of the neutron spin-echo technique

E. M. Forgan, P. G. Kealey, S. T. Johnson, A. Pautrat, Ch. Simon, S. L. Lee, C. M. Aegerter, R. Cubitt, B. Farago, and P. Schleger

Phys. Rev. Lett. **85**, 3488 (2000)

6/ High-frequency linear AC response of a pinned vortex lattice

N. Lutke-Entrup, B. Plaçais, P. Mathieu, Y. Simon, A. Pautrat et al

Physica B **284**, 719 (2000)

5/ Evidence for vortex pinning by surface irregularities in untwinned YBaCuO crystals

Ch. Simon, A. Pautrat, C. Goupil et al

Physica C **332**, 61 (2000)

4/ Small-angle scattering from the vortex lattice in high-T_c and other superconductors

S. L. Lee, P. G. Kealey, E. M. Forgan, S. H. Lloyd, T. M. Riseman, D. McK. Paul, S. T. Johnson, Ch. Simon, C. Goupil, A. Pautrat, R. Cubitt, P. Schleger, C. Dewhurst, C. M. Aegerter and C. Ager

Physica B **276**, 752 (2000)

3/ Fluxoids and neutron polarisation effects

E.M. Forgan, P.G. Kealey, T.M. Riseman, S.L. Lee, D.McK. Paul, C.M. Aegerter, R. Cubitt, P. Schleger, S.T. Johnson, A. Pautrat, and Ch. Simon

Physica B **268**, 115 (1999)

2/ Experimental evidence for vortex lines in the vortex-liquid phase of YBa₂Cu₃O_{6.95} in a geometry of tilted vortices

A. Pautrat, Ch.Simon, A.I Rykov et al

Phys. Rev. B 59, 199 (1999)

1/ Experimental evidence for a loss of correlation of vortex lines in YBCO: electric field direction in a geometry of tilted vortices

A. Pautrat , F. Warmont , Ch. Simon et al.

Physica C 307, 12 (1998)

Highlights :

2/ "Small Angle Neutron scattering from the flux lines lattice: new developments ",

A.Pautrat et al, LLB Scientific Highlights (2003-2004).

1/ "Investigation of flux lattices using IN15",

E.M. Forgan, P.G. Kealey, T.M. Riseman, A.Pautrat, Ch. Simon, S.T. Johnson, S.L. Lee, C.M. Aegerter, R. Cubitt, P. Schleger, Scientific Highlights of ILL (1998).

Brevet en cours d'évaluation:

-*Superconducting Field-Effect Transistor*

par C. Goupil, A. Pautrat, Ch.Simon et P. Mathieu.

Conférences invitées (la personne soulignée présentait)

13/ A.Pautrat, C. Grygiel, W. Prellier et B. Mercey, "Phase separation in V₂O₃ thin film: from mesoscopic to macroscopic transport properties", Second CoMePhS Workshop in Controlling Phase Separation in Electronic Systems COPSES 2008, Nafplion, Greece - Septembre 2008.

12/ Ch. Simon, A. Pautrat, C. Goupil, A. Brûlet, P. Mathieu, « vortex pinning and sliding in superconductors », 5th international workshop on electronic crystals, ECRYS-2008, Cargèse, Août 2008.

11/ Joseph Scola, Alain Pautrat, Christophe Goupil et Charles Simon, « noise measurements in superconductors », 10 years of international laboratory collaborations (Caen-Paris-Chicago-Urbana) on functional oxides, Caen Juillet 2006.

10/ A.Pautrat , Joseph Scola, Christophe Goupil et Charles Simon, "Experimental study of vortex Flux-Flow noise in presence of surface disorder: From conventional to abnormal cases", The 11th International Workshop on Vortex Matter July 3rd - 8th, 2006 Wrocław, Poland.

9/ A.Pautrat, J. Scola, C. Goupil et Ch. Simon, "Vortex noise and surface current fluctuations", "Franco-American workshop on functional oxides ", Décembre 2005 ESPCI Paris.

8/ Charles Simon, **Alain Pautrat**, Christophe Goupil, Joseph Scola, Patrice Mathieu, Annie Brûlet, Antoine Ruyter, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya. "Why pinning by surface irregularities can explain the peak effect in transport properties and neutron diffraction results in NbSe₂ and Bi-2212 crystals?" "Xth International Vortex State Studies Workshop" January 9-14, 2005, Tata Institute of Fundamental Research Mumbai, India.

7/ Joseph Scola, **Alain Pautrat**, Christophe Goupil et Charles Simon, "Dynamical Study of the Vortex Lattice by Transverse Noise Measurements", "Nanostructured Superconductors: From fundamentals to applications" 15-19 Mai 2004, Bad Münstereifel, Germany.

6/ D.D. Lawrie, J. P. Franck, Guanwen Zhang, C. Marcenat, and **A. Pautrat**, « Resistivity, specific heat, and boron isotope effect in MgB₂ », March Meeting 2001, Washington.

5/ **A. Pautrat**, C.Goupil, Ch. Simon, E.M. Forgan, P.G. Kealey, S.L. Lee, R. Cubitt, "Study of Flux-flow in type II superconductors using neutron scattering techniques", Vortex Physics and ESF-Vortex Matter workshop, Lutheren (Pays-Bas), Aout 2000.

4/ C. Goupil, **A. Pautrat**, Ch. Simon, E.M. Forgan, P.G. Kealey, S.T. Johnson, G. Lazard, B. Plaçais, Y. Simon, P. Mathieu, R. Cubitt, Ch. Dewhurst, "vortex lattice ordering studied by Small Angle Neutron Scattering", Cadiz (Espagne), juin 2000.

3/ C. Goupil, **A. Pautrat**, Ch. Simon, E.M. Forgan, P.G. Kealey, S.T. Johnson, G. Lazard, B. Plaçais, Y. Simon, P. Mathieu, R. Cubitt, Ch. Dewhurst, "vortex lattice dynamical phase diagram", M²S-HTSC-VI, Houston (USA), Février 2000.

2/ S.L. Lee, C. Ager, F.Y. Ogrin, ..., **A. Pautrat**, ... "recent neutron and muon measurements on the vortex lattice", vortex physics in high Tc superconductors, Stanford (USA), Juin 1999.

1/ Ch. Simon, **A. Pautrat**, N. Lütke-Entrup, B. Plaçais, Y. Simon, P. Mathieu, A. Rykov, S. Tajima, "the vortex "melting" in untwinned YBCO",
- Chem HTSC-V, Tokyo (Japon), Fevrier 1999.
- First Euro conference in vortex matter in superconductors, Crête, Septembre 1999.
- Vortex physics in high Tc superconductors, Stanford (USA), Juin 1999 .

Communication orales

10/ C. Grygiel, **A.Pautrat**, W. Prellier et B. Mercey, "Mesoscopic heterogeneities in V₂O₃ thin films : consequences on the transport", COMEPHS Symposium, Rome, Avril 2008.

9/ **A.Pautrat**, " Etude expérimentale des fluctuations dans le transport électronique: vortex et stripes ", GDR Nouveaux Etats Electroniques de la Matière, Tours, Mai 2007.

8/ **Alain Pautrat**, Joseph Scola, Christophe Goupil, Charles Simon « Les fluctuations de vitesse d'un réseau de vortex supraconducteur: une étude expérimentale », JMC 9, Nancy, Août 2004.

7/ A. Pautrat, "Dynamique de réseaux de vortex supraconducteurs", GDR systèmes élastiques, Asnelles/mer, Octobre 2003.

6/ S. Mercone, A. Wahl, A. Pautrat, M. Pollet et Ch. Simon, "Anomaly in the dielectric response at the charge orbital ordering transition of cristalline $Pr_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3$ " GDR Oxydes à propriétés remarquables- Colleville/mer -18/21 Mai 2003.

5/ S. Mercone, A. Wahl, A. Pautrat, D. Saurel et al, "transport measurements in manganite thin films", 6th Franco-American workshop on functional oxides"- Caen-5/6 Septembre 2002.

4/ S. Mercone, A. Wahl, A. Pautrat, D. Saurel et al, "Réponse électrique non-linéaire et excitation des états magnétique dans des cristaux et des films minces d'oxydes de manganèse", JMC8 à Marseilles, Août 2002.

3/ A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, N. Luchier et J.P. Brison, « ancrage et dynamique des vortex dans $YBaCuO$ et $TmNi_2B_2C$ », JMC8 à Marseilles, Août 2002.

2/ A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, G. Lazard, B. Plaçais, Y. Simon, P. Mathieu, "Vortex et courants critiques", journées d'études de cryogénie et supraconductivité, Aussois (France), Mai 2000.

1/ A. Pautrat, Ch Simon, A. Rykov, S. Tajima, S. Sanfillipo, X. Chaud, "Etude de la tension transverse en champ incliné dans $YBCO$ maclé et non maclé", GDR sur les supraconducteurs, Annesles/mer (France), Décembre 1998.

Séminaires invités:

4/ « Quelques nouveaux résultats sur les réseaux de vortex supraconducteurs: états métastables et fluctuations » Séminaire Lema Tours, Février 2006.

3/ « Phénoménologie des réseaux de vortex ». Séminaire théorique EnsiCaen, Février 2005.

2/ « Diffraction de neutrons sur le réseau de vortex » puis « l'ancrage des vortex vu par la réponse en fréquence » séminaire du CRTBT Grenoble, Juillet 2001.

1/ « Réseau de vortex et diffraction de neutrons », séminaire de l'Ecole Normale Supérieure, Paris, Mars 2000.

Synthèse des travaux

Je suis chercheur au CNRS depuis octobre 2001, au sein du laboratoire de cristallographie et de science des matériaux CRISMAT (UMR 6508) de Caen. Je travaille dans l'équipe « Physique du solide », qui développe la compréhension des propriétés physiques variées (supraconductivité, magnétisme non conventionnel, multiferroélectricité, thermoélectricité...) de nouveaux matériaux, essentiellement des oxydes de métaux de transition. Mes travaux de recherche ont été principalement axés sur l'étude des supraconducteurs, avec un attrait particulier pour l'ancrage et la dynamique des réseaux de vortex de ces matériaux. Plus récemment, j'ai également travaillé sur des oxydes à propriétés de transport et/ou magnétiques particulières, le lien étant l'étude des propriétés « hors équilibre » et la manière de les appréhender expérimentalement.

Ma thèse s'est déroulée de 1997 à 2000 au laboratoire CRISMAT de Caen et a été dirigée par *Charles Simon*. Son intitulé était « *Structure et dynamique d'un réseau de vortex dans le cadre d'un ancrage de surface* ». C'était une étude expérimentale avec deux socles principaux que l'on retrouvera plus loin dans mes travaux : Les techniques de laboratoire, essentiellement le transport non linéaire et la réponse linéaire alternative, et les mesures de diffraction neutronique sur grand instrument. Des collaborations avec *Bernard Plaçais* et *Norbert Lütke-Entrup* (ENS Paris) pour la réponse linéaire alternative, avec l'importante équipe du professeur *Ted Forgan* (*Université de Birmingham*) et avec *Annie Brûlet* (LLB) pour la diffusion neutronique, ont été très importantes dans cette thèse. J'ai pu travailler sur des jolis monocristaux non maclés d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($YBaCuO$) d'une taille à ma connaissance inégalée à l'époque (plusieurs mm^3), et synthétisés par *Sacha Rykov* lors de son passage à l'ISTEC (Japon). La réponse linéaire alternative a montré que l'ancrage des vortex était dominé par la surface dans cet échantillon. Dans un supraconducteur conventionnel, la diffraction neutronique nous a permis, en utilisant la technique du spin écho, d'apporter une mesure directe de la vitesse du réseau de vortex soumis à un courant de transport ainsi que de sa dispersion. Nous avons également étudié la structure des réseaux de vortex par diffraction neutronique aux petits angles, en lien avec leur dynamique et leurs propriétés d'ancrage. J'ai ensuite effectué mon post-doctorat au CEA de Grenoble entre 2000 et 2001 dans le service SPSMS/DRFMC dirigé par *Jacques Flouquet*. En collaboration avec *Christophe Marcenat*, je me suis initié aux mesures de chaleur spécifiques en travaillant sur le diagramme de phase de MgB_2 et j'ai débuté des mesures de bruit de tension au SQUID dans $YBaCuO$. J'ai également travaillé avec *Jean-Pascal Brison* dans le cadre de la thèse de *Nicolas Luchier* en mesurant les propriétés de transport de *borocarbures*, supraconducteurs avec un fort paramagnétisme de Pauli, dans le but de trouver une phase à paramètre d'ordre modulée, appelée phase FFLO. Ce post-doctorat m'a permis de m'initier aux techniques de dilution permettant l'accès aux très basses températures.

En 2001, j'ai été embauché comme chargé de recherches au CNRS dans la section 15. Mon laboratoire d'accueil est le CRISMAT et j'y travaille depuis dans le groupe de physique des solides. J'ai poursuivi des activités en continuité directe avec mon travail

de thèse, d'abord en améliorant la résolution et la gamme spectrale pour nos mesures d'impédance de surface, confirmant en détail les premiers résultats obtenus sur $YBaCuO$ et apportant des nouvelles informations sur la transition du premier ordre observée dans ce matériau. En adaptant cette expérience pour pouvoir mesurer l'impédance complexe de matériaux à forte impédance, j'ai participé à la thèse de *Silvana Mercone* sur les manganites à séparation de phase, et nous avons débuté des mesures de constante diélectrique sous champ magnétique, qui s'apparentent aux études actuelles sur les couplages magnéto-diélectriques et multiferroïques. J'ai rapidement repris une activité de neutronicien par alternance au LLB et à L'ILL, continuant les travaux sur la diffraction aux petits angles et les réseaux de vortex. Ces expériences ont été réalisées au sein de l'équipe constituée de *Charles Simon* et *Christophe Goupil* (CRISMAT), *Annie Brûlet* (LLB), *Patrice Mathieu* (ENS), et *Charles Dewhurst* pour les expériences à L'ILL. Nous nous sommes spécialisés sur les mesures de diffraction du réseau de vortex en présence de courant de transport, afin de sonder les états dynamiques et les distributions de courant. En 2002, *Joseph Scola* a commencé une thèse au laboratoire, dirigée par *Christophe Goupil*, à laquelle j'ai activement participé. Il s'agissait d'abord de monter une expérience permettant de mesurer le bruit de tension et de flux magnétique d'un réseau de vortex en mouvement. Une fois le montage expérimental jugé satisfaisant, nous avons travaillé sur le rôle de la surface dans le bruit de vortex, en continuité des travaux de *Bernard Plaçais* (ENS). Nous avons d'abord montré, par des mesures de fluctuations croisées, l'isotropie des fluctuations de vitesse des vortex en mouvement. Nous avons ensuite exploré la conséquence des changements d'état de surface sur les enveloppes spectrales de bruit et sur l'amplitude des fluctuations, et mis en évidence des effets qui s'apparentent à un temps de vol. Une preuve directe que le bruit de vortex vient de la surface est venue de mesures originales en régime de supraconductivité de surface, régime où le volume répond comme un métal normal. Enfin, grâce aux microponts de *Niobium* (Nb) fournis par *Catherine Villard* (Institut Néel, ex CRTBT-Grenoble) et aux gravures de surface effectuées par *Bernadette Domengès* (LAMIPS-Caen) à une échelle de quelques 10 nm avec la technique du FIB (Focused Ion Beam), nous avons pu explorer des régimes de fluctuations anormales, où le caractère non ergodique et non Gaussien des fluctuations montre des caractéristiques de vols de Lévy. En même temps, nous avons étudié en détail le rôle de la rugosité de surface sur le courant critique et ses fluctuations. Les rugosités ont été mesurées à l'AFM et une analyse de la topographie nous a permis de calculer un angle de rugosité qui explique totalement le courant critique de films minces ou de cristaux de Nb . Ce courant critique est alors expliqué sans aucun paramètre ajustable. Tous ces travaux sur le lien entre courant critique et les états de surface nous ont conduits à penser à des mises en forme utilisables et nous avons déposé un brevet initié par *Christophe Goupil*, actuellement en cours d'évaluation.

Un phénomène encore mal compris est l'effet de pic, une remontée forte du courant critique en fonction du champ magnétique, au lieu de la décroissance usuelle. L'interprétation généralement admise dans la littérature est celle d'une destruction du réseau de vortex au passage de pic. *Sacha Rykov* nous a fournis un très gros cristal de $Bi-2212$. Grâce à son grand volume diffractant et en travaillant sur $D22$ à L'ILL pour avoir un flux de neutrons très intense, l'intensité a pu être mesurée sur plusieurs ordres de grandeur. Les résultats obtenus sont sensiblement différents que ceux publiés dans la

littérature, à savoir que le réseau de vortex n'est pas détruit au passage du pic. Une étude détaillée au LLB puis à l'ILL sur des monocristaux de $NbSe_2$ (+ 100 ppm de Fe) fournis par *Shobo Bhattacharya (Tata Institute, Bombay)* montre quantitativement que le réseau d'*Abrikosov* n'est pas affecté par le pic, même si des effets hors équilibre dus à des états métastables « gelés » du réseau sont observés. En ce sens, nous sommes en désaccord avec l'interprétation générale de l'effet de pic comme preuve d'une transition ordre-désordre volumique du réseau de vortex.

En 2005-2006, j'ai retravaillé sur les oxydes de manganèse à ordre de charge en collaborant à la thèse de *Maud Giot*. Nous nous sommes focalisés, en utilisant des mesures de susceptibilité alternative et de susceptibilité non linéaire, ainsi que l'étude des relaxations et du vieillissement magnétique, sur les phases verres de spin dans les composés $Bi_xCa_{1-x}MnO_3$ ($x=0.66, 0.75$), en lien avec les structures magnétiques. Je me suis ensuite spécialisé sur les mesures de transport et de bruit sur des cristaux ou films minces. L'idée centrale est que les oxydes dits « à propriétés remarquables » (Cuprates, Manganites, Cobaltites, Nickelates, oxydes de Vanadium...) sont le siège de nombreuses interactions en compétition, le tout souvent en présence de désordre de la structure. Le système choisit alors des états non triviaux : à séparation de phase, frustrés et/ou désordonnés...La conséquence est directe sur les propriétés (CMR par des mécanismes de percolation, magnétisme désordonné allant jusqu'au verre de spins, localisation et verres électroniques, phase dites « stripes »...). Dans le cas des films minces, il faut rajouter les effets de taille finie et les effets de pression effective dus au substrat qui renforcent ce caractère hétérogène. Il est clair que pour sonder ces états souvent complexes de la matière, une mesure simple de résistivité ou d'aimantation peut s'avérer insuffisante. J'ai essayé de mettre en évidence les mécanismes importants via des mesures non linéaires et de bruit de transport (c'est-à-dire des fluctuations de résistance) de divers composés à propriétés particulières : Les Cobaltites à structure désaccordée $Ca_3Co_4O_9$, les Cobaltites $YBa_2Co_3O_{5.5}$, les Nickelates $La_2NiO_{4+\delta}$ à phases zébrées (« stripes »), les oxydes de Vanadium V_2O_3 (thèse de *Clara Grygiel*). De part l'activité du laboratoire, je travaille également sur les propriétés magnétiques plus conventionnelles de nouveaux matériaux synthétisés par diverses méthodes, en essayant de travailler en un lien étroit avec leur propriétés structurales. Mes outils expérimentaux sont alors essentiellement la susceptibilité magnétique alternative linéaire et non linéaire. Je travaille ainsi actuellement avec *Laure Adam* sur les propriétés magnétiques des matériaux obtenus durant sa thèse (phosphates à valence mixte de Fer et de Manganèse). Je travaille également avec *Natalia Bellido* lors de son stage post doctoral sur le bruit de transport de fils de Cuivre sous contrainte.

Ces travaux ont conduit à 41 publications dans des revues internationales à comité de lecture, 13 conférences invitées et 10 communications orales, et un brevet a été déposé. Plusieurs collaborations suivies se sont nouées avec les laboratoires LPA de l'ENS Paris, le LLB à Saclay, l'ILL à Grenoble, l'institut Néel (ex CRTBT) de Grenoble. De part mes sujets de recherche et ma formation scientifique, j'ai souhaité un changement de section d'évaluation du CNRS, et je viens d'être affecté en section 6.

Travaux de recherche

I-Les réseaux de vortex supraconducteurs

I-1 Introduction

La supraconductivité a toujours occupé une place privilégiée dans le domaine de la physico-chimie de la matière condensée. Comme preuve, le *superconductivity paper database*, qui couvre les principaux journaux associés à cette thématique sur une période de 1987 à 2009, recense le chiffre astronomique de 104403 articles sur la supraconductivité, dont plus de 10000 ont comme sujet propre les vortex ou le courant critique (source http://riodb.ibase.aist.go.jp/db013/DB013_eng_top_n.html). Depuis mes débuts dans la recherche, une grande partie de mes travaux s'est focalisée sur l'étude des supraconducteurs et des réseaux de vortex. Ces derniers existent en pratique dans la quasi-totalité de l'état supraconducteur de seconde espèce (qui regroupe les supraconducteurs ayant un intérêt technologique, dont les supraconducteurs à Haute Température critique). Les vortex sont des tubes de flux magnétiques, peuplés par une densité d'électrons normaux dans le cœur, qui traversent le supraconducteur de part en part (fig. 1). Leur densité est fixée par le champ magnétique total (appliqué, éventuellement induit par un courant de transport, et corrigé par l'écrantage diamagnétique). Ils se repoussent par interaction électromagnétique et peuvent donc se stabiliser sous la forme d'un réseau, que l'on appelle couramment le réseau d'Abrikosov¹.

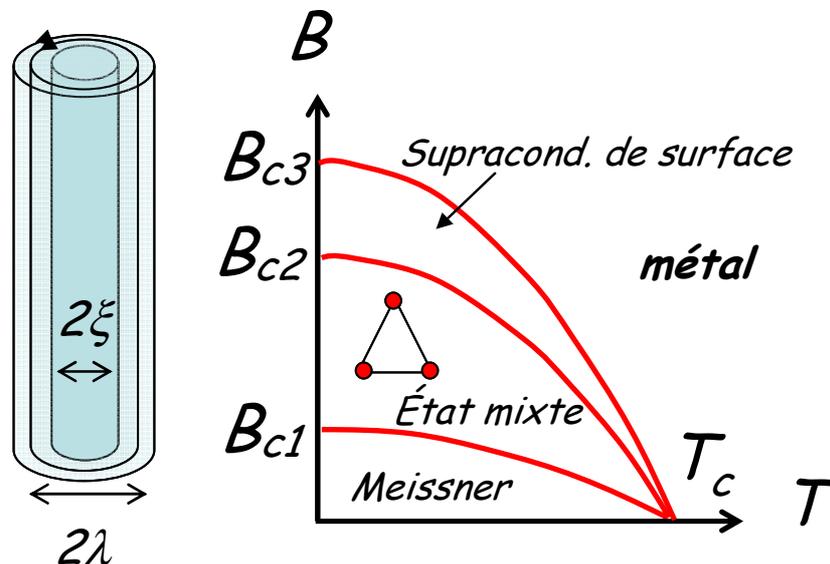


Figure 1: A gauche, un vortex supraconducteur, que l'on schématise avec un cœur d'électrons normaux de rayon ξ (longueur de cohérence) entouré de courants paramagnétiques décroissant sur une longueur λ (longueur de London). A droite, le diagramme de phase (champ, température) d'un supraconducteur conventionnel de type II. Typiquement, $B_{c1} \approx 0.1$ T et $B_{c2} \approx 0.3$ T à 100 T, $B_{c3} \approx 1.7.B_{c2}$.

¹ Ce travail lui a valu le prix Nobel de Physique 2003.

http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2003/abrikosov-lecture.html

La quasi-totalité des propriétés de transport et des propriétés magnétiques d'un supraconducteur est gouvernée par la présence des vortex, de leur ancrage et de leur dynamique. L'effet d'un courant de transport sur le réseau d'*Abrikosov* est de mettre celui-ci en mouvement, ce qui génère de la dissipation et fait ressembler le supraconducteur à un (mauvais) métal. La réalité est heureusement autre car quelque chose empêche ce mouvement. La raison est l'ancrage des vortex par les défauts des matériaux. On comprend l'intérêt technologique immédiat qu'il y a à comprendre et à optimiser cet ancrage pour garder la propriété de base d'un supraconducteur, à savoir une conduction parfaite.

Le réseau de vortex est également un laboratoire expérimental avec une richesse assez extraordinaire. De part leur interactions répulsives, les vortex se stabilisent dans un réseau triangulaire, dont on peut faire varier le pas et les propriétés élastiques en changeant le champ magnétique. On peut également atteindre des états à fortes fluctuations thermiques en jouant sur la température. De plus, ce système est immergé dans un échantillon qui peut jouer le rôle de potentiel désordonné et de centre d'ancrage. En appliquant un courant dans l'échantillon, il est possible d'étudier la réponse dynamique de ce système à multiples interactions. C'est pour toutes ces raisons que le réseau de vortex est devenu l'outil privilégié pour étudier les systèmes élastiques désordonnés, dont les applications sortent très largement du cadre strict de la supraconductivité. Les ondes de densité de charges ou de spins (ce sont les cousins proches des vortex), les cristaux de *Wigner*, peut être plus classiquement la dynamique de parois de domaines ferromagnétiques et la dynamique vitreuse sont quelques exemples de thématiques voisines. Le point clé à tous ces systèmes, à priori très différents, est la compétition entre des forces qui veulent préserver l'intégrité du système et le désordre dans lequel il est plongé. Dans ces systèmes désordonnés, des signatures génériques sont observées: les propriétés électroniques et magnétiques deviennent hystériques, des phénomènes de relaxation et de dispersion apparaissent, on observe des fluctuations particulières et importantes et des phénomènes non linéaires. Cet aspect générique rend la problématique particulièrement intéressante, mais pose également un vrai problème : il faudra rentrer dans les détails des processus et des signatures pour pouvoir vraiment conclure sur chaque système. On peut prendre un exemple qui concerne directement la problématique discutée dans ce manuscrit. Une hystérésis magnétique, des phénomènes de relaxation, des susceptibilités qui peuvent disperser aux basses fréquences sont des caractéristiques communes aux réseaux de vortex et aux verres magnétiques. En conséquence, on trouvera souvent dans la littérature une directe analogie entre ces deux systèmes. Nous verrons au cours du manuscrit que lorsqu'on mesure les propriétés discriminantes, le réseau de vortex montre finalement des propriétés sensiblement différentes d'un verre magnétique, pour des raisons qui ont à voir avec la cohérence du réseau de vortex et à la nature réelle de l'ancrage. L'électromagnétisme a aussi un rôle important en fixant des contraintes pour la physique des vortex, et ce, indépendamment de la nature exacte du désordre microscopique. On ne pourra pas traiter ces aspects, a priori très différents, de manière séparée.

Dans nos travaux, la diffraction neutronique a été un outil essentiel pour sonder la structure des réseaux de vortex statiques et en mouvement. Pour étudier l'ancrage des vortex et les conséquences sur les propriétés de transport, nous avons également privilégié trois approches complémentaires :

- (i) Etudier comment la vitesse des vortex évolue avec la force appliquée : La caractéristique tension-courant $V(I)$.
- (ii) Etudier la réponse harmonique du système soumis à de petites excitations : La réponse linéaire alternative.
- (iii) Etudier les fluctuations et la dissipation du système : Le « bruit de vortex ».

Tout au long de la présentation des résultats, il s'avèrera que tous ces phénomènes sont toujours intimement liés avec le mécanisme d'ancrage des vortex et que la dichotomie statique/dynamique est en fait assez trompeuse. On doit donc arriver à insérer ces diverses expériences dans un même cadre de modélisation du courant critique, et le rôle prédominant des surfaces s'est avéré le point clé. La grande sensibilité des vortex à la surface avait déjà été remarquée et étudiée dans les supraconducteurs à BT_c^2 , mais il n'y eut que très peu d'effet mémoire lors des nombreux travaux sur les HT_c . Nos travaux ont essayé d'apporter de nouvelles évidences de l'importance systématique des surfaces dans la physique des vortex, et ce même dans les HT_c qui se sont finalement avérés être des cousins proches. En plus d'un aspect très fonctionnel, à savoir prédire et contrôler un courant critique, les interactions surfaces/vortex se sont révélées être des sources de phénomènes intéressants. Le résultat est que si l'on peut contrôler le courant critique par des traitements de surface simples, résultat très pratique, on peut aussi changer la statistique des fluctuations de vitesses des vortex pour les rendre comme des vols de Lévy, résultat nettement plus exotique.

Le socle théorique sur lequel nous avons basé nos travaux est le modèle d'ancrage de surface proposé par *Patrice Mathieu et Yvan Simon [MAT88]*. Ce modèle est basé sur l'écriture en continuum de l'énergie libre d'un réseau de vortex à l'équilibre thermodynamique. Les lois de conservation permettent ensuite de déduire plusieurs équations dont deux s'avèrent fondamentales pour la compréhension du courant critique. Je présenterais ce modèle de manière non rigoureuse mais pour donner les principales lignes directrices. Le lecteur pourra se référer aux articles originaux pour lire le modèle complet. On peut d'abord se poser la question de la légitimité d'un nouveau modèle d'ancrage proposé à la fin des années 80, plus de 20 ans après les premiers travaux sur les vortex et au début de la vague des HT_c . L'essentiel de la communauté scientifique s'accordait sur l'idée que les mécanismes d'ancrage étaient bien connus, vérifiés, et décrits par la théorie d'ancrage collectif de *Larkin-Ovchinnikov (LO) [LAR73, LAR79]*. Néanmoins, il restait de nombreux problèmes qu'une complexité croissante des théories n'a pas permis de résoudre et qu'il est nécessaire de rappeler.

² BT_c : Supraconducteur à basse température critique. Ce sont les métaux et alliages décrits par la théorie BCS.

HT_c : Supraconducteur à haute température critique. Ce sont les cuprates, plus récemment les oxypnictides. A priori, la théorie BCS n'est pas adaptée...mais il n'y a pas encore de modèle microscopique validé de la supraconductivité HT_c

I-2 Sur l'ancrage des vortex

J'ai des questions à toutes vos réponses
Woody Allen

Avant la découverte des HT_c , les supraconducteurs étudiés étaient des alliages et des métaux purs. De nombreux travaux avaient été réalisés sur le courant critique et sur l'ancrage et dynamique des vortex. Malgré cela, il n'y avait pas de consensus sur les mécanismes en jeu. Je me base ici sur les conclusions de plusieurs articles de revue : ceux de Dew-Hughes en 1971 [DEW71] et de Campbell en 1972 [CAMA72,CAMB72], qui ont proposé une lecture critique de la quasi-globalité des résultats expérimentaux des années 60 et des lacunes des théories d'ancrage existantes. La revue de Clem sur le bruit de vortex en 1981 [CLEM81] est également instructive car elle explique bien la difficulté d'interprétation croissante des expériences en utilisant les modèles en présence. Sa conclusion, juste antérieure à la vague des HT_c , est d'ailleurs sans appel: « *The present theory of flux pinning is deficient in several aspects* ». Il est clair ces conclusions prudentes, issues de 30 années de travaux et d'expériences souvent minutieuses sur les BT_c , n'ont pas vraiment été considérées comme point de départ à l'arrivée des HT_c ³. L'orientation générale a plutôt été que le courant critique était bien compris et trouvait son origine dans un ancrage collectif volumique, tel que décrit par le modèle statistique de Larkin-Ovchinnikov (LO). Ce point de départ a été à l'origine de très nombreuses extensions, qui sont vite devenues très compliquées et bien souvent difficiles à comparer avec l'expérience... (voir « *Vortices in high-temperature superconductors* » de G. Blatter et al [BLA94]). Quelles étaient les idées et les prédictions contenues dans le modèle de LO ?

I-2a L'ancrage volumique collectif

LO ont calculé la réponse élastique d'un réseau de vortex soumis à un potentiel d'ancrage aléatoire [LAR73, LAR79]. On suppose une forte densité de défaut n_i et chaque défaut exerce une force d'ancrage f_i . On rappelle qu'une distorsion élastique d'un vortex coûte de l'énergie, reliée aux modules de cisaillement C_{66} et de courbure C_{44} , et que la présence d'un vortex sur une zone normale permet un gain d'énergie de condensation. Cette compétition entre la perte d'énergie élastique et le gain d'énergie de condensation est calculée de manière statistique, de sorte que N défauts créent une force $N^{1/2} f_i$. Finalement, le calcul isotrope donne une densité de courant critique :

$$J_c \approx \sqrt{\frac{n_i f_i^2}{V_c}} \approx \frac{(n_i f_i^2)^2}{8BC_{44}C_{66}^2}$$

³ Les premiers échantillons HT_c mesurés étaient des polycristaux avec des larges distributions de taille de grains. Macroscopiquement, on mesure alors des propriétés qui ont à voir avec la physique des supraconducteurs granulaire. C'est le cas dans l'article pionnier de Müller [MUL87], qui est souvent cité comme un exemple montrant que les HT_c se comportent comme des verres supraconducteurs. Il faut cependant éviter de généraliser ces résultats aux monocristaux étudiés plus récemment.

La force du modèle est de donner un lien entre l'ordre du réseau de vortex via un volume de cohérence, le volume de Larkin V_c (fig. 2), et le courant critique. Pour un réseau parfaitement rigide, $V_c = \infty$ et on trouve $J_c = 0$, c'est à dire qu'un réseau parfait ne peut résister au passage du courant.

Pour un expérimentateur, le principal problème de la formule de LO est qu'elle est difficilement vérifiable. Les coefficients élastiques peuvent être calculés, même si les expressions non locales sont plutôt lourdes à manipuler. Plus problématique est la connaissance de f_i et surtout de n_i . Le volume de Larkin peut être vu comme une cristallite de vortex, et on pourrait s'attendre à observer des caractéristiques d'un polycristal de vortex, donc directement visible par diffraction neutronique. On observe en fait des pics de Bragg bien résolus dont la largeur ne semble pas corrélée au courant critique [THO72]. Les traitements théoriques plus récents semblent lever cette contradiction apparente⁴. Il reste que, expérimentalement, on ne sait pas mesurer et donc confirmer directement, le volume de Larkin. Ceci étant dit, le résultat central de LO , à savoir qu'un désordre aléatoire brise l'ordre à longue distance du système qui le subit, est un résultat important, qui a été à la base de très nombreux développements dans la physique des systèmes désordonnés.

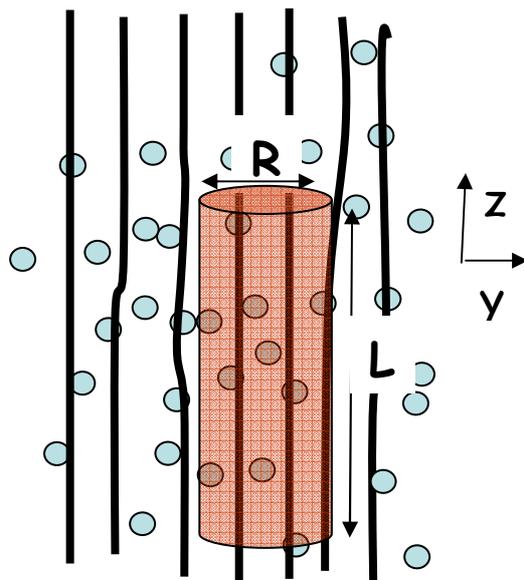


Figure 2 :

Vue très schématique d'un domaine de Larkin $V \approx LR^2$.

Les deux longueurs R et L fixent l'échelle du désordre.

Elles sont définies avec la fonction de corrélation

$$g(r_y, r_z) = \langle |U(r_y, r_z) - U(0, 0)|^2 \rangle$$

par les limites

$$g(R, 0) = r_p \text{ et } g(0, L) = r_p, \text{ } r_p \text{ étant la portée d'un piège.}$$

La point de départ du modèle LO est de pouvoir expliquer une densité de courant critique volumique J_c modifiable en changeant la densité d'impuretés volumiques. Cette densité de courant critique est-elle vraiment justifiée par les résultats expérimentaux ?

⁴ Il y a maintenant un certain consensus pour définir la structure exacte d'un réseau de vortex soumis à un faible désordre comme un verre de Bragg, cette phase possédant un ordre positionnel presque parfait, donc des pics de Bragg divergents en accord avec les expériences de diffraction, et un ordre topologique parfait (pas de dislocations), mais serait un verre de point de vue de son paysage énergétique et donc de sa dynamique. L'idée est qu'il existe deux échelles pertinentes de longueur. Le régime de *Larkin* se retrouve pour les petites échelles, dû aux fluctuations à courte distance à cause du grand nombre d'impureté entre vortex. Les prédictions sur le courant critique sont inchangées.

I-2b Est-ce que J_c est un bon paramètre (ou peut-on négliger les surfaces) ?

Expérimentalement, on quantifie la capacité d'ancrage d'un supraconducteur par une mesure du courant critique I_c . L'habitude est de l'exprimer comme une densité J_c , en divisant par la section S de l'échantillon, telle que $J_c = I_c/S = F_p/B$. F_p étant alors définie comme une force macroscopique d'ancrage. L'hypothèse sous-jacente est celle d'une distribution de courant homogène sur la section des échantillons et sa vérification peut se faire en contrôlant que I_c augmente dans les mêmes proportions que cette section. C'est en fait très rarement le cas. Les expériences de *Joiner* et *Kuhl* [JOI67] dans des lames de *Pb-Bi* montrent même des résultats totalement opposés : I_c est indépendant de l'épaisseur à largeur constante, comme si les courants critiques étaient strictement superficiels. Il est également bien connu que les films supraconducteurs ont une densité de courant critique J_c systématiquement plus grande que les échantillons massifs, et on peut remarquer que la différence est toujours de l'ordre de grandeur du rapport des épaisseurs. Nous l'avons nous-mêmes vérifiés quantitativement sur du Niobium [PAU04, SCO06]. Dans ce cas, si un bon paramètre doit être invariant entre des échantillons de même nature, un courant exprimé de manière linéique $i_c = I_c/2W$ en A/m (W =largeur) semble le plus adapté. A ma connaissance, les seuls cas où il a été démontré que J_c avait un réel sens sont ceux de supraconducteurs composites, ceux dénotés «durs» dans la littérature. Une matrice supraconductrice est alors peuplée de multitudes de zones normales, voire supraconductrices mais avec des paramètres localement affaiblis, de taille non microscopique. Il est intéressant de constater que dans ce cas, on trouve effectivement que le courant critique est volumique, mais il n'a jamais été rapporté qu'il varie en fonction d'une densité de pièges. Il varie comme le rapport de la quantité d'interfaces par unité de volume, ce qui a été démontré de manière systématique dans les BT_c [DEW71], et reconfirmé plus tard dans les HT_c , dans des échantillons céramiques d' $YBaCuO$ contenant de la phase verte « 211 » [MUR92]. Ce mécanisme « d'ancrage » par des surfaces internes a été bien expliqué par *Campbell* dès 1968 [CAM68]. C'est un modèle d'ancrage magnétique, le paramètre clé étant la différence d'aimantation entre la matrice et les inclusions et non le gain d'une énergie de cœur comme dans le modèle *LO*.

En dehors de ce problème important de paramétrisation de l'ancrage en une densité de courant critique ou en un courant linéique, on peut lister quelques conclusions issues des expériences des années 60 :

- (i) "The evidence presented in the previous section suggests that... point interactions are negligible in flux pinning". La variation du courant critique ne présente pas de corrélation directe et systématique avec la densité de petits défauts volumiques dilués [DEW71].
- (ii) I_c dépend de manière critique de l'état de surface de l'échantillon. En particulier, on peut faire varier très fortement I_c de manière réversible en rugosifiant ou bien en polissant les surfaces normales au champ magnétique [SCH66, LOW69, GUP72]. Les surfaces jouent donc un rôle non négligeable dans l'ancrage des vortex.

- (iii) I_c mesuré à différentes températures peut souvent se mettre sous la forme réduite en fonction de B/B_{c2} [CAM72, PLA90, PAU04]. Ceci suggère que les variations thermiques de I_c sont les mêmes que celles de la matrice supraconductrice, et donc sans effet d'agitation thermique qui introduirait une dépendance supplémentaire. Dans bien des cas, cette variation ressemble très fortement à celle de l'aimantation réversible. En particuliers, I_c à fort champ est d'autant plus grand que le paramètre de Ginzburg-Landau $\kappa = \lambda/\xi$ est petit.

- (iv) Les valeurs de I_c , exprimées en courant linéique i_c sont très semblables d'un échantillon à l'autre, toujours voisines de 10-50 A/cm à bas champ, et ce quasi-indépendamment de la taille des échantillons et du détail des microstructures.

Au sujet du point (i), il est important de préciser le propos, qui peut être source de confusion. Il est tout à fait possible de changer le courant critique en ajoutant des défauts ponctuels dans un supraconducteur. La question concerne l'effet réel de ces défauts en tant que source d'ancrage et on ne peut s'affranchir d'une étude détaillée de tous les autres changements subits par le matériau pour conclure. *Dew-Hugues* a longuement discuté ce point, références expérimentales à l'appui, pour conclure que l'effet essentiel est de changer les paramètres du condensât supraconducteur [DEW71]. L'efficacité du paysage efficace d'ancrage reste globalement inchangée. Dans les HT_c , de par la complexité des matériaux oxydes et du manque de connaissance du mécanisme d'appariement des paires de Cooper, il semble très difficile de conduire les mêmes études et d'isoler sans ambiguïté tous les paramètres.

Si l'on rassemble les points (i) à (iv), on se rend compte qu'il faudrait un modèle sensiblement différent de LO , qui puisse tenir compte en particulier du rôle des surfaces. Ce constat a été effectué par Mathieu et Simon qui ont proposé une interprétation alternative du courant critique découlant de leur modélisation de l'état mixte supraconducteur.

I- 2c L'ancrage de surface par le modèle de Mathieu-Simon

En 1987, *Mathieu* et *Simon* ont proposé un traitement thermodynamique en continuum⁵ de l'état mixte supraconducteur [MAT87]. Deux conditions d'équilibre découlent de la minimisation de l'énergie libre :

$$\mathbf{J}_s = -\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\varepsilon} \wedge \boldsymbol{\nu} = \mathbf{0}$$

\mathbf{J}_s est la densité de courant supraconducteur, $\boldsymbol{\varepsilon}$ le potentiel et $\boldsymbol{\nu}$ le vecteur unitaire.

⁵ Le traitement en continuum, ou les champs sont moyennés sur plusieurs distances intervortex, peut se justifier en remarquant qu'un échantillon est peuplé de millions de vortex en interaction à longue portée dans des conditions expérimentales classiques ($B \sim 0.1T$).

Si l'on multiplie la première équation par \mathbf{B} , on voit apparaître l'équilibre entre une force de type Lorentz $\mathbf{J}_s \wedge \mathbf{B}$ et une force de courbure $-\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon} \wedge \mathbf{B}$. La deuxième équation impose une condition aux limites des vortex : Ils doivent terminer normaux aux surfaces, pour avoir uniquement des composantes tangentielles de courant. Une condition similaire $\partial\psi/\partial\nu = 0$ où ψ est le paramètre d'ordre supraconducteur se déduit des équations de *Ginzburg-Landau*. Dans la littérature, on retrouve généralement la notion d'aimantation et non $\boldsymbol{\varepsilon}$. Notons que $\boldsymbol{\varepsilon}$ est strictement un potentiel mais se comporte effectivement comme une densité volumique d'aimantation en fixant la distribution des courants diamagnétiques, qui eux assurent l'aimantation macroscopique (qui n'est pas due à des moments magnétiques localisés dans l'état supraconducteur). Par définition, le moment magnétique macroscopique est $\mathbf{M} = -\frac{1}{2} \int \mathbf{J}_s \wedge \mathbf{r} d^3r$ et on trouve bien $\mathbf{M} = -\int \boldsymbol{\varepsilon} d^3r$.

Ces conditions de l'équilibre thermodynamique du réseau de vortex sont définies de manière rigoureuse. La suite est plus phénoménologique. La condition aux limites doit se vérifier à l'échelle du vortex, où il est irréaliste d'imaginer une surface idéalement lisse. Le vortex voit alors de nombreuses possibilités de satisfaire localement sa condition aux limites en se tordant à ses extrémités avec des angles θ . A l'échelle de l'échantillon, toutes ces solutions sont équiprobables et par effet statistique conduisent à un angle moyen $\langle \theta \rangle = 0$. En moyenne, les bouts de vortex sont donc droits, et $\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{J}_s = \mathbf{0}$. Une autre solution autorise le réseau à se courber dans la même direction, d'un angle moyen $\langle \theta \rangle \neq 0$ (fig.3). Dans ce cas, $\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon}$ devient non nul et on déduit l'existence d'un courant macroscopique I ne brisant pas l'équilibre du réseau :

$$I = \int_S \mathbf{J}_s \cdot d^2r = \int_S \text{rot } \boldsymbol{\varepsilon} \cdot d^2r \approx 2W\varepsilon \sin \theta$$

Le courant critique superficiel (en A/m) peut donc s'écrire :

$$i_c = \varepsilon \sin \theta$$

i_c est relié à un angle critique θ que l'on imagine contraint par la rugosité de la surface. Pour que θ ait un sens, on s'attend à des angles typiques de 0.1 à quelques degrés. θ est un paramètre moyen, alors que l'on imagine toute une distribution statistique pour décrire la rugosité de surface. Dans le cas le plus simple, on aura une distribution aléatoire de type bruit blanc, donc une distribution Gaussienne d'angles, mais il est clair que les structures de surface peuvent révéler des distributions bien plus complexes.

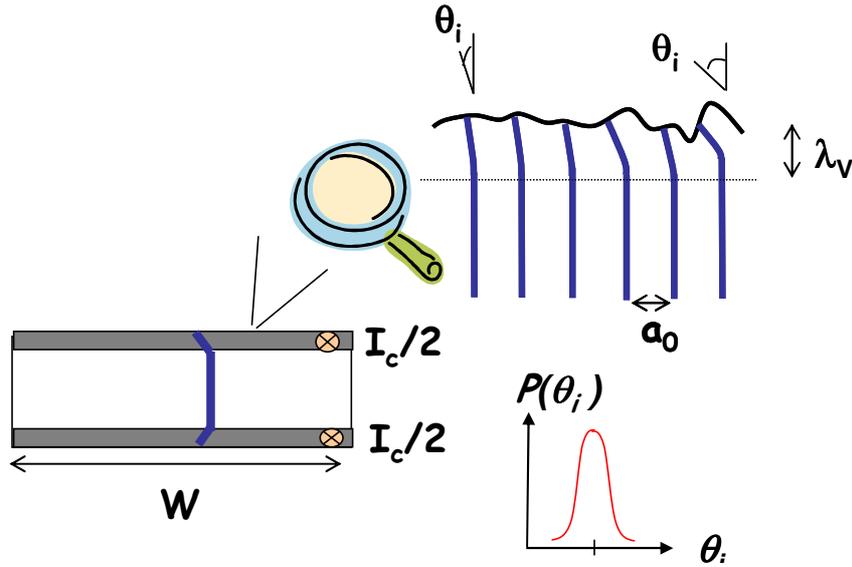


Figure 3 : Vue schématique d'une tranche d'échantillon et un zoom montrant le raccord des vortex sur la rugosité de surface. Cette dernière peut être schématisée par une distribution $P(\theta_i)$ d'angles de raccordement. λ_v est la longueur sur laquelle le vortex peut se déformer, i.e. la longueur de guérison. Elle est fixée par l'élasticité du réseau et ses valeurs limites sont λ ($B \sim 0$) et 0.7ξ ($B \sim B_{c2}$).

Etant basée sur les conditions d'équilibre du réseau, l'idée qu'il puisse exister des courants superficiels non dissipatifs apparaît naturelle : Ce sont d'ailleurs des courants de même nature que ceux qui assurent le diamagnétisme de l'état mixte. L'existence de ces courants n'exclue en rien d'autres sources de courant critique, par exemple du type LO . La question essentielle est donc celle des contributions relatives, et pour cela, on s'appuiera sur la relative simplicité et du caractère quantitatif du modèle S , qui repose sur deux paramètres, ε et θ . ε peut être calculé numériquement en résolvant les équations de Ginzburg-Landau de manière itérative pour toutes les valeurs de champ magnétique. *E.H Brandt* a proposé une méthode numérique [BRA97], et *Yvan Simon* (ENS Paris) et *Christian Guilpin* (Institut des Nanosciences Paris) ont écrit un programme permettant ces calculs, programme que nous avons largement utilisé au laboratoire. Si l'on ne dispose pas de résultat numérique, des expressions analytiques de ε sont bien établies dans les cas limites. Pour B proche de B_{c2} , on retrouve la populaire expression d'Abrikosov ⁶ [ABR57]:

$$\varepsilon = \frac{B_{c2} - B}{\mu_0 [(2\kappa^2 - 1) + 1]}$$

Pour B proche de B_{c1} , on compare l'énergie magnétique et l'énergie d'un vortex pour trouver :

⁶ Le calcul du réseau de vortex d'Abrikosov est très général, mais l'approximation d'Abrikosov pour le calcul de l'aimantation n'est strictement valide que pour $B \sim \mu_0 H$, donc très proche de B_{c2} où le diamagnétisme s'évanouit. En pratique, on vérifie que cette approximation reste très raisonnable (quelques %) pour $B > 0.4 B_{c2}$.

$$\varepsilon = \frac{B_{c1} - B}{\mu_0}$$

Un rapide test de la valeur de i_c peut se faire en prenant sa valeur à faible champ $B \rightarrow 0$, où le modèle prédit $i_c \approx 0.04 H_{c1}$ pour $\theta_c \approx 2 \text{ deg}$. Comme B_{c1} varie (relativement) peu d'un supraconducteur à l'autre (typiquement $0.02 \text{ T} < B_{c1} < 0.1 \text{ T}$), on en déduit un courant critique $i_c \approx 30 \text{ A/cm}$. Dans les métaux purs, alliages, cuprates sous formes de cristaux et de films, et tant que le matériau peut être considéré homogène (on exclut de fait les composites et matériaux à forts taux de déformation dits « durs » où l'ancrage vient essentiellement des barrières et interfaces internes), on retrouve toujours cet ordre de grandeur.

Nous avons voulu explorer plus quantitativement le paramètre θ_c , via des mesures d'AFM et un traitement statistique simple des profils de rugosité. L'idée est de pouvoir fixer le seul paramètre ajustable du modèle. Le choix de l'échantillon, du Nb pur, a été fait dans le souci d'avoir des résultats a priori généralisables à tous les supraconducteurs de type II conventionnels.

I-3 Preuves expérimentales du courant critique de surface

I-3a Comment mesurer le courant critique I_c ?

La caractéristique tension-courant ou $V(I)$ est l'outil historique à l'étude du courant critique (Fig.4). Dans un supraconducteur conventionnel et relativement homogène, typiquement ceux utilisés pour les expériences de la littérature, cette $V(I)$ a une forme simple et caractéristique. Tant que $I < I_{c1}$, on ne mesure pas de tension et pour $I > I_{c1}$, il y a une partie non linéaire plus ou moins étendue selon les échantillons. Nous dirons ici, sans le justifier, que I_{c1} est le plus petit des courants critiques de l'échantillon. Ceci sera précisé plus avant dans le manuscrit. A plus fort courant, on observe que la tension V varie linéairement avec le courant surcritique ($I - I_c$), où I_c est le courant critique moyen de l'échantillon qui sera analysé dans l'étude suivante. Ce régime permet également de définir la résistance flux-flow $R_{ff} = V/(I - I_c)$ reliée à la pente de la $V(I)$.

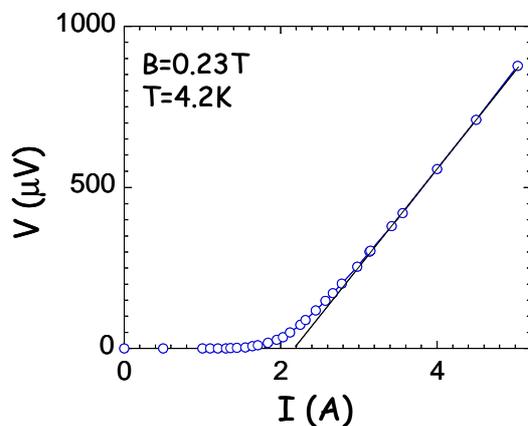


Figure 4 : Caractéristique $V(I)$ typique d'un supraconducteur de type II (ici, Pb-In).

Le trait plein est le régime flux-flow où $V = R_{ff} (I - I_c)$ avec I_c le courant critique moyen qui est supérieur (ou égal pour un échantillon parfaitement homogène) au premier courant critique où la dissipation apparaît.

I-3b Une étude simple pour comparer le courant critique mesuré et le courant critique de surface

Il est souvent difficile de mesurer les courants critiques sur une gamme de champs magnétiques étendue, car ceux-ci sont très élevés à bas champ et les échauffements par effet Joule deviennent souvent trop critiques pour faire des mesures contrôlées. Il est alors sympathique de mesurer des microponts de faible largeur (typiquement 10-100 μm), I_c diminuant d'autant (tant qu'il est homogène sur cette largeur). J'ai donc travaillé sur le courant critique de microponts de *Nb* (figure 5) fournis par Catherine Villard de l'institut Néel (ex CRTBT-Grenoble). Le courant critique est mesuré pour différentes températures et différents champs magnétiques par caractéristiques courant-tension.

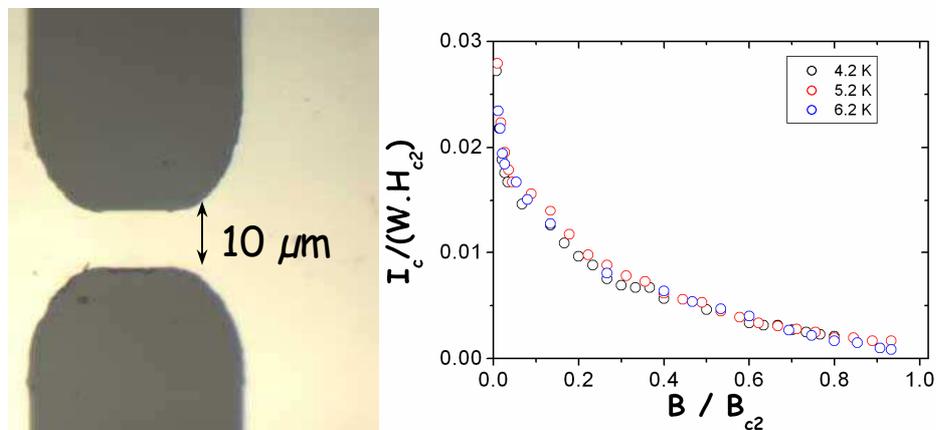


Figure 5 : A gauche, photographie optique d'un micropont de Niobium. A droite, le courant critique mesuré normalisé (W =largeur) en fonction du champ magnétique réduit pour 3 températures. Toutes les courbes sont superposables.

Après normalisation par le second champ critique, toutes les courbes $I_c(B)$ sont superposables (fig.5), signe que la dépendance en température de $I_c(T)$ est régie simplement par $B_{c2}(T)$ et donc par la thermodynamique de l'état mixte, sans rôle de l'activation thermique qui introduirait une dépendance en température additionnelle.

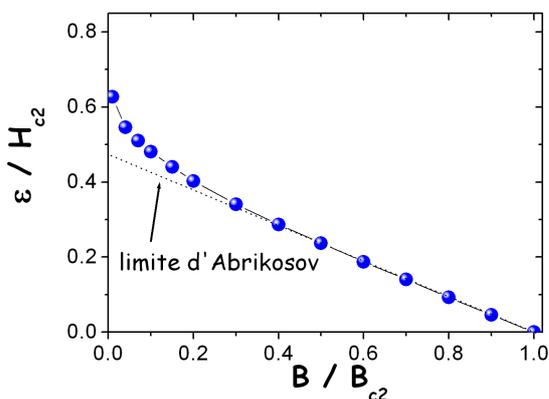


Figure 6 : potentiel de l'état mixte (\sim aimantation) pour $\kappa=1$, normalisé et tracé en fonction du champ magnétique réduit. Le calcul a été réalisé numériquement.

Le calcul numérique de $\varepsilon(B)$ a été effectué pour $\kappa=1$, valeur typique du Niobium sous forme de film mince (fig.6). On retrouve une allure très voisine de $I_c(B)$, avec une loi linéaire pour $B > 0.4.B_{c2}$, caractéristique du régime d'Abrikosov.

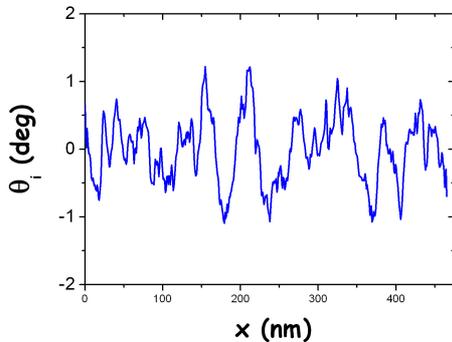
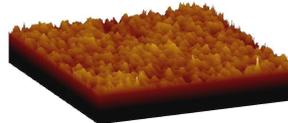


Figure 7: A Gauche, l'angle de rugosité moyenné sur différentes tranches en fonction de la longueur. En bas, l'image AFM du film de Nb (échelle hauteur(z) :10*profondeur(y) :500 nm²)



Il reste à déterminer l'angle critique de rugosité de surface. Grâce à des mesures d'AFM⁷, nous avons mesuré le profil de rugosité $h(x,y)$ (fig.7). Dans le cas du Nb, la rugosité est isotrope dans le plan et on se limite à $h(x)$. Pour avoir la distribution d'angles de rugosité, il convient de dériver le profil pour obtenir $\tan \theta(x)$. Pour augmenter la statistique, nous avons systématiquement moyenné une dizaine de profils pris à différentes valeurs de y . Le résultat $\theta(x)$ est présenté sur la figure 7. Afin de donner une valeur efficace à l'angle de rugosité, nous avons utilisé le théorème de Wiener-Khintchine pour calculer sa densité spectrale de puissance et ensuite effectuer l'intégration sur une zone que nous pensons raisonnable pour un vortex, à savoir entre $2\pi/a_0$ et $2\pi/\xi$ ⁸. Finalement, utilisant :

$$C_{\theta\theta}(x) = \langle \theta(x_0)\theta(x_0 + x) \rangle$$

$$S_{\theta\theta}(k) = 4 \int_0^{\infty} C_{\theta\theta}(x) \cos(2\pi kx) dx, k = 2\pi / x$$

$$\langle \theta^2 \rangle \approx \int_0^{2\pi/\xi} S_{\theta\theta}(k) dk$$

Le calcul donne $\sqrt{\langle \theta^2 \rangle} = 0.60 \pm 0.18 \text{ deg}$.

Dans le cas d'un film mince, on ne compte que le courant de la face supérieure, considérant que l'interface substrat/film est idéalement lisse à l'échelle des vortex. La

⁷ AFM : Atomic Force Microscopy

⁸ La borne $2\pi/a_0$ donne une dépendance en champ à $\langle \theta \rangle$ qui n'est pas irréaliste, donnant une piste pour expliquer la légère remontée de θ_c que nous observons pour les plus faibles champs magnétiques [PAU04]. Néanmoins, ceci reste dans les barres d'erreur et en pratique, les bornes d'intégration n'ont que peu de poids statistique. Ceci est vrai de manière rigoureuse dans le cas de rugosité type bruit blanc, ce qui est très proche de la réalité expérimentale dans le cas présent. Cependant, dans le cas de surfaces complexes avec des défauts renforcés pour certains vecteurs d'ondes, il est clair que la modélisation doit être adaptée. Nous avons commencé à travailler sur ce point précis en étudiant des états de surface différents (avec des rugosités corrélées ou non) dans des lames de Niobium.

valeur issue du courant critique mesuré et de l'injection de ε calculé dans l'équation MS donne alors $\theta = 0.70 \pm 0.15$ degrés. L'accord est très satisfaisant. On peut donc expliquer tout le courant critique sans paramètre ajustable [PAU04]. En conséquence, il n'y a pas de raison de chercher d'autres sources d'ancrage. Ceci ne signifie nullement l'absence de défauts volumiques, mais plutôt que leur efficacité en tant que centre d'ancrage est toute relative.

Le raisonnement habituel consiste à calculer une densité de courant critique J_c , ce qui donnerait ici $J_c \sim 10^6$ A/cm² à faible champ. Cette valeur élevée est tout à fait représentative de l'ordre de grandeur que l'on trouve dans la littérature pour un film mince, et ce quel que soit le supraconducteur. Si l'on raisonne sur un courant volumique, il faut alors expliquer pourquoi un film présente un J_c de deux à trois ordres de grandeur plus élevé qu'une céramique ou qu'un cristal de même composition. De part la méthode de croissance des films, les effets de contrainte et une moins bonne cristallinité peuvent conduire à la création de centres d'ancrage plus nombreux que dans un monocristal. C'est l'explication généralement admise [PAN99]. La différence de deux ordres de grandeur sur J_c entre un film et une céramique qui possède une densité de défauts volumiques au moins aussi importante reste cependant difficile à comprendre avec cette approche. Nous avons effectué la même étude pour un échantillon massif de Niobium pour des champs assez proches de B_{c2} [SCO06]. Dans ce cas, la rugosité mesurée donne un angle caractéristique de 2 degrés, qui se compare bien avec les 2.5 degrés déduits des mesures de courant critique et en comptant cette fois les 2 faces de l'échantillon pour transporter le courant critique. Le courant critique i_c (A/cm) est donc tout à fait voisin de celui du film mince, alors que $J_c \sim 10^4$ A/cm². La conclusion importante est qu'un même mécanisme d'ancrage de surface permet d'expliquer tout le courant critique dans un film ou dans un échantillon massif de même nature.

Une preuve « directe » que le courant critique est superficiel sera toujours plus convaincante que l'accord d'un modèle avec des données expérimentales. Dans l'idéal, il faudrait être capable de mesurer la distribution spatiale du courant pour savoir si celui-ci est volumique ou superficiel, mais comment localiser le courant dans un échantillon ?

Une possibilité est de mesurer le champ induit via des microbobines (ou des microsondes de Hall) et de comparer avec différents modèles de distribution. Il avait ainsi été montré que la distribution de courant critique est très proche d'une distribution de type London, en accord avec l'idée d'un courant superficiel [THO73]. Néanmoins, les mesures de flux magnétique nécessitent l'emploi d'une excitation non continue et donc l'analyse des régimes d'effet de peau. La problématique de la réponse du réseau de vortex en régime d'effet de peau est un sujet en lui-même [LUT98], qui sera un peu détaillé page 47. Pour mesurer la distribution de courant en régime continu, nous avons utilisé une technique (peut être un peu lourde...) qui à l'avantage d'offrir une réponse directe, à savoir la diffraction neutronique.

I-3c Mesurer la distribution de courant critique par diffraction neutronique

Une introduction à la technique de diffraction neutronique sur les réseaux de vortex est proposée dans l'annexe A. La particularité expérimentale est ici que la diffraction est réalisée avec un courant de transport important imposé dans l'échantillon. Pour limiter au maximum les effets d'échauffement durant des temps de mesures qui peuvent être de plusieurs heures pour une valeur de courant, toutes ces expériences sont réalisées avec l'échantillon baignant dans l' He^4 superfluide ($T \approx 1.8$ K).

L'idée de ces expériences vient d'un effet « parasite » observé par *Schelten* en 1975 [SCH75]. *Schelten* et ses collaborateurs avaient essayé d'extraire la vitesse du réseau de vortex par une mesure de la rotation de l'angle de Bragg des vortex dû à l'effet *Doppler* (c'est le pendant « statique » du changement d'impulsion des neutrons expliqué dans l'annexe A). Même si cette technique fonctionne, nous l'avons nous-mêmes vérifié durant nos propres expériences, *Schelten* et ses collaborateurs étaient gênés car les pics de Bragg du réseau de vortex s'élargissent de façon importante et très particulière dès que les vortex bougent. L'interprétation est en fait assez simple, et avait été déjà proposée par ces mêmes auteurs. D'après l'équation de Maxwell-Ampère, une densité de courant J est associée à un champ magnétique \mathbf{b} , que l'on appelle le champ propre ou le champ d'oersted. En présence d'un champ macroscopique \mathbf{B} , le passage d'un courant volumique crée un gradient et/ou à une courbure des lignes de flux magnétique. La conséquence est un élargissement des pics de Bragg du réseau de vortex. Cet effet, gênant dans les expériences de *Schelten*, peut être utilisé à profit pour sonder la présence d'un courant volumique, d'une manière directe et quantitative. Les échantillons que nous avons utilisés ont été des alliages de *Nb-Ta*, *Pb-In* et *Nb-Se₂*.

Le principe de l'expérience est de mesurer, pour différents courants de la caractéristique $V(I)$, une coupe du pic de Bragg du réseau de vortex. Conventionnellement, cette coupe est obtenue en effectuant une rocking-curve (RC) en tournant l'ensemble (cryostat, champ magnétique) autour de l'axe vertical (angle ω) (voir l'annexe A, page 111). Si l'on imagine un réseau de vortex idéal, ordonné et aligné le long du champ magnétique appliqué, la RC est une fonction de Dirac convoluée par la résolution expérimentale. Imaginons le même réseau courbé dans la direction de la rotation, le pic de Bragg est alors élargi, d'un angle directement donné par le rayon de courbure. Si la courbure est homogène, la RC prend une allure très caractéristique, faisant un plateau d'intensité sur la plage angulaire associée (fig.8).

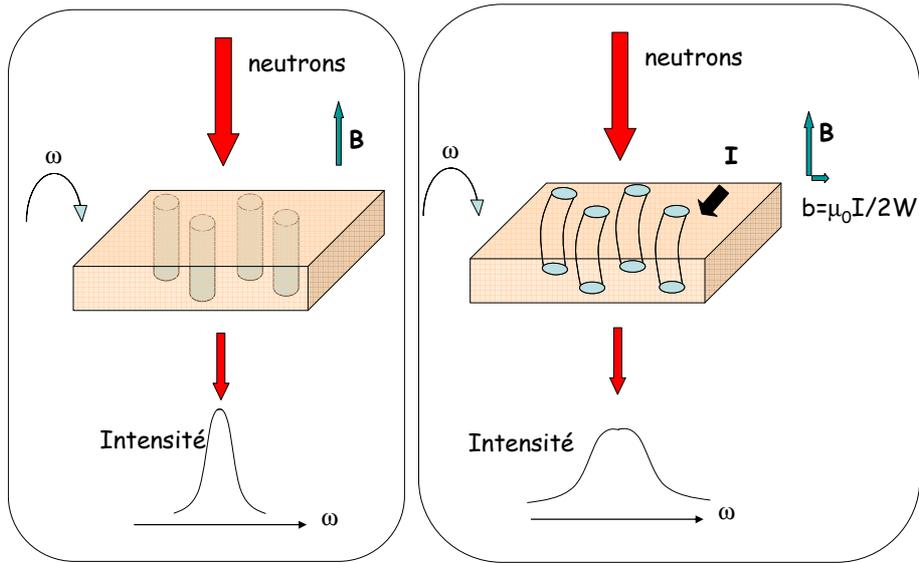


Figure 8 : Vision très schématique d'une expérience de diffraction de neutrons sur des lignes de vortex avec : A gauche, aucun courant volumique et à droite, un courant volumique qui va élargir les pics de Bragg.

Il est donc possible d'associer directement et quantitativement l'élargissement des RC à la présence de courant volumique dans l'échantillon. Notons cet élargissement $\Delta\omega$, on trouve immédiatement que $\Delta\omega \approx b/B = \mu_0 I^*/(2W.B)$ où I^* est le courant dans le volume de l'échantillon et W la largeur de l'échantillon.

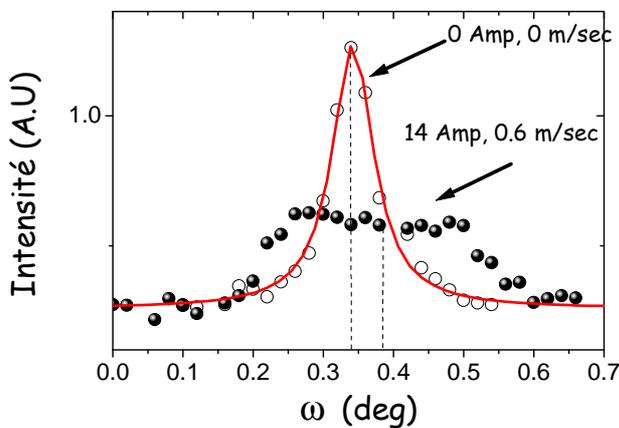


Figure 9 : Rocking curve du pic (1,0) du réseau de vortex dans Pb-In (2K, 0.1T) pour deux valeurs de courant I appliqué. On remarque le décalage du centre du pic du mouvement des vortex (décalage Doppler), ainsi que l'élargissement dû à la courbure des lignes de champ magnétique associée au courant de transport dans l'échantillon.

Sur la figure 9, on peut observer deux RC, sans et avec courant volumique. Si l'on trace $\Delta\omega$ (FWHM⁹) en fonction du courant appliqué, on a ainsi une lecture directe du courant volumique présent dans l'échantillon.

⁹ FWHM : largeur à mi-hauteur

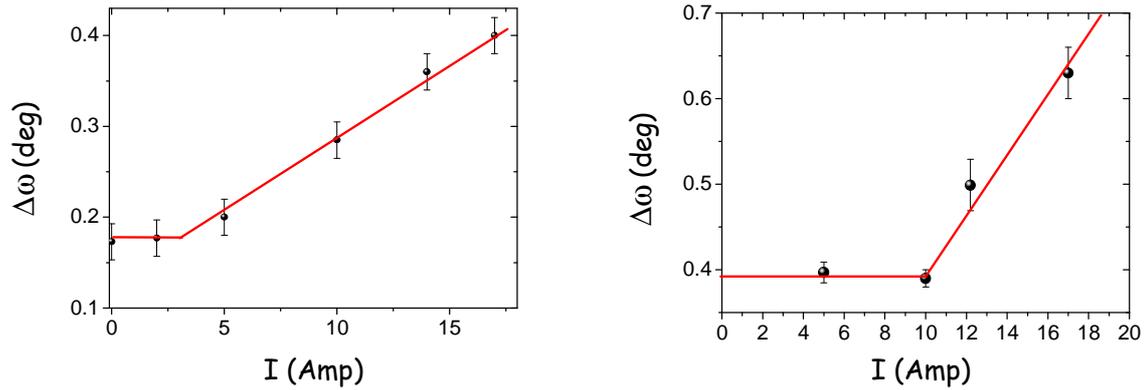


Figure 10: Variation de la largeur de la RC en fonction du courant de transport pour le même échantillon de Pb-In avec les surfaces normalement rugueuses (à gauche) et très rugueuses (à droite). Le trait plein est la prédiction en utilisant l'équation de Maxwell-Ampère et un courant volumique ($I-I_c$).

Sur l'exemple de la figure 10 à gauche (Pb-In, 2K, 0.2T), on trouve une loi linéaire avec une pente de 0.017 deg/A , à comparer avec $\mu_0 / (2W.B) = 0.018 \text{ deg/A}$ pour $W=5 \text{ mm}$. L'élargissement n'apparaît que pour $I > I_c$, montrant que le courant sous-critique ne pénètre pas l'échantillon. Nous avons retrouvé ce même comportement pour Pb-In [PAU03], Nb-Ta [GOU00], et aussi NbSe₂ [PAU05] en dehors de l'effet de pic. Il est intéressant de voir l'effet d'un traitement de surface sur la distribution de ce courant. Après une très légère abrasion des surfaces¹⁰ pour augmenter la rugosité, le courant critique augmente de manière très importante (à 0.1 T, I_c varie de 4 A à plus de 10 A). Cette augmentation se corrèle parfaitement avec la valeur du courant pour laquelle les pics de Bragg s'élargissent (fig.10), démontrant définitivement que le courant sous-critique est superficiel et que sa valeur est pilotée par l'état de surface. On peut également, par des traitements de surface contrôlés, rendre le courant critique inhomogène. L'idée est alors de mieux comprendre quels phénomènes peuvent être à l'origine de non linéarités dans une $V(I)$. Quelques rappels sont nécessaires pour comprendre en quoi ces non linéarités sont importantes à analyser.

I-3d La non-linéarité des $V(I)$ et le rôle de l'activation thermique

La résolution classique d'une mesure de tension est de quelques nV . Pour définir un courant critique I_{c1} , on considérera que $V = 0$ quand V sera de cet ordre de grandeur. Il y a donc un arbitraire dans la définition de I_c . Que se passerait-il si l'on augmentait la résolution en tension? A la limite, on pourrait imaginer que la tension ne serait jamais strictement nulle, et donc que $I_{c1} \rightarrow 0$. C'est ce qui est suggéré dans un modèle où les

¹⁰ Pour rugosifier les surfaces d'alliage ou métaux et augmenter le courant critique, on peut utiliser un polish « mirror » acheté au supermarché. Cette méthode peu professionnelle marche très bien dans le Pb-In. Pour lisser les surfaces et diminuer le courant critique, on utilise la « potion magique » (un mélange d'acide acétique et de peroxyde d'hydrogène).

vortex se désancrent par paquets de leur piège par effet de l'activation thermique (le modèle de Creep, ou reptation). $V = 0$ se vérifierait alors uniquement à température nulle, et un vrai état non dissipatif n'existerait pas. Historiquement, le modèle de *Creep* avait été introduit pour expliquer la variation de I_c avec la température [AND62,AND64]. L'idée est que les vortex acquièrent une probabilité de désancrage non nulle $\propto \exp(U/kT)$ dès qu'ils sont soumis à l'agitation thermique, d'où l'apparition d'une dissipation faible, mais perpétuelle. Une conséquence est que le courant circulant dans un supraconducteur n'est pas permanent mais doit décroître continuellement avec le temps. Ceci a bien été observé sur des intervalles de temps restreints [AND64]. Cependant, même dans les HTc, on trouve que le courant se stabilise après une décroissance de quelques pourcents sur plusieurs jours [GON05], la relaxation semble donc être un état transitoire vers un état de courant critique permanent.

Nous avons montré page 32 que les variations thermiques de I_c dans du Nb sont celles du condensat, et, comme cela a été déjà remarqué par d'autres auteurs [PLA90], ceci ne plaide pas en faveur d'un courant critique gouverné par l'activation thermique. Ce mécanisme d'activation thermique se verrait également dans la forme quasi exponentielle observée au pied des $V(I)$, ce qui, via la loi de Faraday, peut se corrélérer avec la relaxation d'aimantation qui est quasi-logarithmique [AND64]. Le problème est que cette dépendance est loin d'être systématique. Très souvent, on observe des lois de puissance $V \propto I^n$ avec n voisin de 2, c'est-à-dire des lois paraboliques. Si l'échantillon et sa surface sont très homogènes, il n'y a simplement pas de zone non linéaire utile (voir fig. 16)¹¹.

En 1967, Jones et al avaient astucieusement vérifié que si l'on rapproche les prises de mesure de tension, une $V(I)$ d'apparence non linéaire se révèle intrinsèquement linéaire [JON67]. L'explication ne peut venir que d'inhomogénéités de courant critique à grande échelle. Quand on mesure une $V(I)$ à l'échelle de l'échantillon, on sonde alors une superposition de $V_i(I) = R_{ff} (I - I_c^i)$, chaque bande d'échantillon possédant un même courant critique répondant de manière linéaire. On peut formaliser cela en définissant une distribution de courant critique $D(I_c)$, et définir la longueur de l'échantillon ℓ par $\ell = \int D(I_c) dI_c$. La tension mesurée sur la longueur est alors $V(I) = \rho_{ff} S \int_{I_c^1}^{I_c^2} (I - I_c) D(I_c) dI_c$. On remarque que $d^2V/dI^2 \propto D(I_c)$, donc la forme de la distribution fixera l'allure de la $V(I)$. Le cas le plus simple est celle d'une distribution plate, et dans ce cas une parabole ajustera la partie non linéaire de la $V(I)$.

Nous avons essayé, grâce à la diffraction neutronique, et dans un cas où la distribution de courant critique était contrôlée, de valider ce modèle. Pour cela, la surface de

¹¹Dans sa revue, A.M. Campbell conclut sur ce sujet : « There is at present no evidence directly confirming thermal activation », ou encore : « This (the suggestion that the changes in thermal activation are responsible for variation of I_c with temperature) can convincingly shown to be false ». Le bruit de vortex, qui aurait dû apporter une preuve directe d'un mécanisme de mouvement de paquets de vortex, montre au contraire que le réseau est très cohérent, sans fluctuation de paquet de vortex (les fluctuations de flux mesurées sont bien trop faibles), comme le montre également la diffraction neutronique. Finalement, le régime stationnaire sans perte observé à basse fréquence en réponse linéaire alternative est incompatible avec un modèle de *Creep*.

l'échantillon a été rugosifiée de manière non homogène, en traçant des bandes au « mirror » sur l'échantillon, comme il est schématisé sur la figure 11. Le premier résultat est le changement de la forme de la $V(I)$, qui devient très fortement courbée (fig.12), malgré que le traitement n'ait été que superficiel.

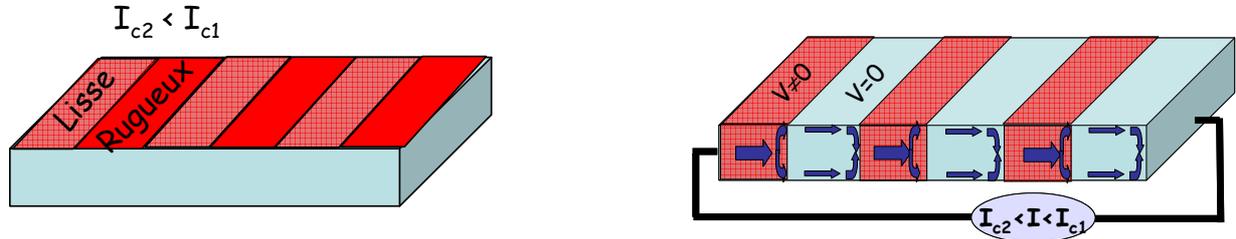


Figure 11 : A gauche, schéma représentant grossièrement la distribution « bimodale » du courant critique de surface après traitement.

A droite, schéma représentant la distribution de courant volumique pour un courant intermédiaire entre I_{c1} et I_{c2} . Il y a une alternance de tranches de vortex en mouvement et statiques.

On trouve que la largeur $\Delta\omega$ vérifie quantitativement la relation prédite dans notre modèle simple $\Delta\omega \approx \mu_0 V / (2W.B.R_{ff})$, où R_{ff} est la résistance flux-flow (fig.12). Dans notre échantillon, la non-linéarité de la $V(I)$ ne vient donc pas de processus intrinsèques de dynamique du réseau de vortex, mais uniquement du courant volumique non homogène imposée par la distribution du courant critique superficiel [PAU03].

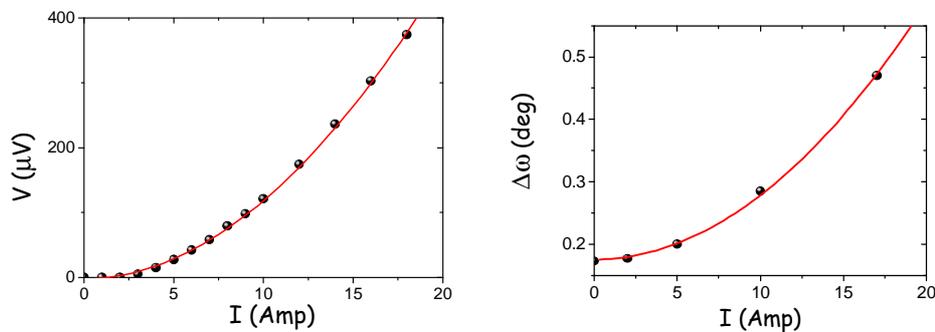


Figure 12 : A gauche, $V(I)$ d'un échantillon de Pb-In dont la surface a été traitée de manière inhomogène. Le trait plein est un ajustement $V \propto I^n$ (avec $n=1.95 \pm 0.03$).

A droite, l'élargissement de la RC en fonction du courant pour le même échantillon. Le trait plein est le résultat du calcul du modèle de distribution de courant $\Delta\omega \approx \mu_0 V / (2W.B.R_{ff})$.

L'inhomogénéité a été ici fabriquée artificiellement afin d'avoir un fort contraste expérimental. Il n'est donc pas question d'affirmer que ce mécanisme va expliquer toutes les non linéarités des $V(I)$ dans tous les supraconducteurs. Cependant, il est important de garder à l'esprit qu'un courant critique « parfaitement » homogène, que ce soit via ϵ ou via le paysage d'ancrage, étant potentiellement rare, et vu les difficultés rencontrées par le modèle du *Creep*, ce mécanisme simple ne doit pas être négligé quand il est question de régimes non linéaires.

I-3e L'anisotropie de l'effet de courbure et la longueur de Larkin

Il existe une conséquence de la courbure des lignes de champ magnétique en présence de courant volumique, qui a des conséquences importantes dans l'interprétation des données expérimentales. Les pics de Bragg sont extrêmement anisotropes dès que $I > I_c$. Alors que la RC en fonction de l'angle ω s'élargit considérablement, la RC en fonction de l'angle ϕ est presque inchangée, même si les ajustements donnent systématiquement un petit affinement que l'on peut relier avec un effet de lissage des plans de Bragg dû à la forte courbure homogène et perpendiculaire. Un exemple de cette anisotropie est montré sur la figure 13, avec des mesures dans un échantillon de *Nb-Ta*.

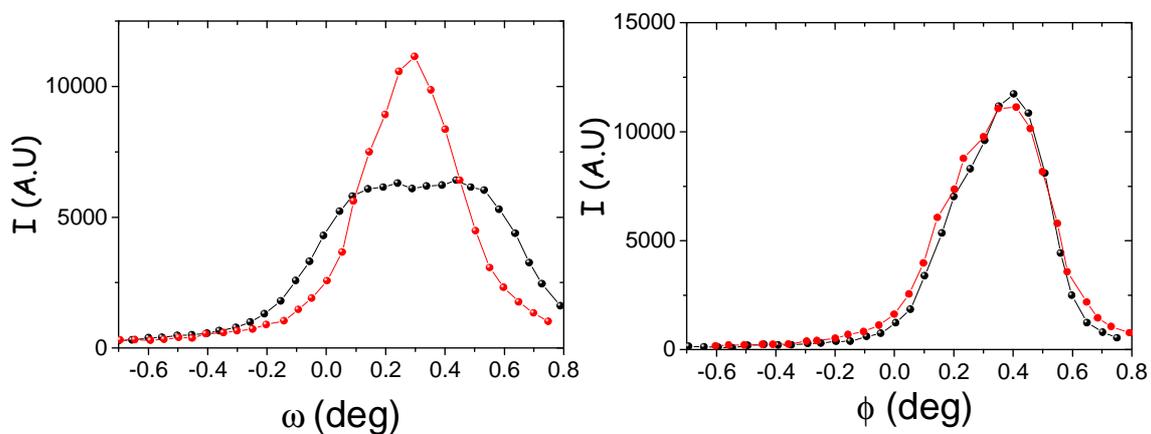


Figure 13 : Rocking curve du réseau de vortex dans *Nb-Ta* ($T = 2K$, $B = 0.3T$) pour les 2 axes de rotation $\omega(\phi = \phi_{Bragg})$ et $\phi(\omega = \omega_{Bragg})$ pour $I=0$ et $10 A$. On remarque le net élargissement de la RC en ω soumis à un courant fort et le très léger affinement de la RC en ϕ .

Cette anisotropie est une conséquence du caractère vectoriel de l'équation de *Maxwell*, et ne nous apprend rien sur la physique des vortex. Par contre, on peut raisonnablement penser qu'elle est à l'origine d'une mauvaise interprétation des expériences de *Yaron et collaborateurs* [YAR94,YAR95] qui sont systématiquement citées comme la preuve expérimentale que le désancrage des vortex est une transition désordre-ordre via un changement de la longueur de *Larkin*. *Yaron et collaborateurs* ont effectué des expériences similaires aux nôtres dans du *NbSe₂* et observent que la RC s'affine très légèrement dès que le courant est surcritique (fig. 14).

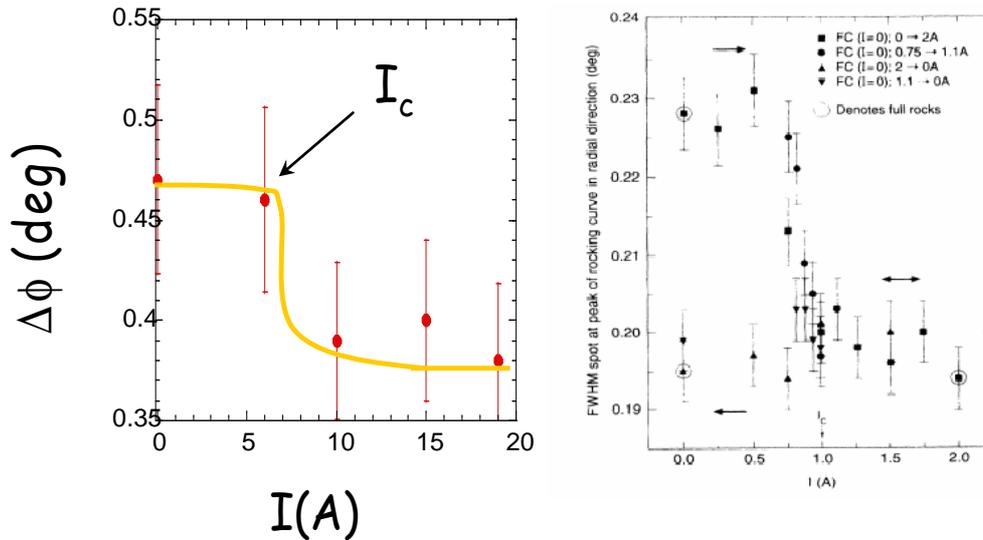


Figure 14 : A gauche, variation de la largeur $\Delta\phi(\omega=\omega_{Bragg})$ en fonction du courant pour un échantillon de Nb-Ta. A droite, la largeur de la RC en fonction du courant dans NbSe₂ d'après Yaron et al. Les variations sont très similaires.

Leur interprétation est la suivante : la largeur de la RC est liée à la longueur de Larkin, associée à l'ordre longitudinal du réseau, qui augmente au désancrage. On peut également penser qu'ils mesurent l'effet de lissage des plans de Bragg comme nous l'avons observé, et l'hystérésis en courant peut être simplement interprétée dans ce cadre. Comme une seule direction de rotation est mesurée, et comme la direction du courant n'est pas précisée, il est impossible d'être totalement affirmatif. Cependant, vu son aspect systématique [PAU03, PAU05, SCH75] et son origine purement électromagnétique, on comprendrait assez difficilement pourquoi l'effet de champ propre aurait mystérieusement disparu.

I-4 La dynamique du réseau de vortex à forte vitesse

I-4a Le régime de flux-flow

En régime de flux-flow, la vitesse V_L du réseau de vortex doit être reliée au champ électrique et à l'induction magnétique par la relation de Josephson $V_L=E/B$. Cette relation est très générale [JOS65] et peut être retrouvée avec des arguments énergétiques, mais sa démonstration expérimentale directe est plus délicate. L'idéal serait de pouvoir mesurer directement V_L et de comparer avec les valeurs mesurées par ailleurs via le champ électrique. Une technique souvent utilisée pour mesurer des vitesses est celle de la vélocimétrie par effet Doppler. Le principe que nous avons utilisé est le même, en utilisant comme sonde le faisceau de neutrons. La principale difficulté vient de la résolution nécessaire à la mesure, de l'ordre de 10^{-6} sur le changement d'impulsion des neutrons après interaction sur le réseau de vortex. En collaboration avec l'équipe de Ted

Forgan (Université de Birmingham), nous avons utilisé la technique de l'écho de spin pour mesurer la vitesse des vortex sur IN15 à l'ILL (voir l'annexe A).

Nous avons ainsi démontré que la vitesse des vortex est bien strictement donnée par $V_L = E/B$, comme il est prédit par la relation de Josephson (fig.15) [JOS65]. On montre aussi qu'il n'y a pas de distribution ΔV_L de vitesse du réseau, avec une sensibilité relative $\Delta V_L/V_L \approx 0.1$, donc que le réseau n'est pas ou très peu perturbé [FOR00].

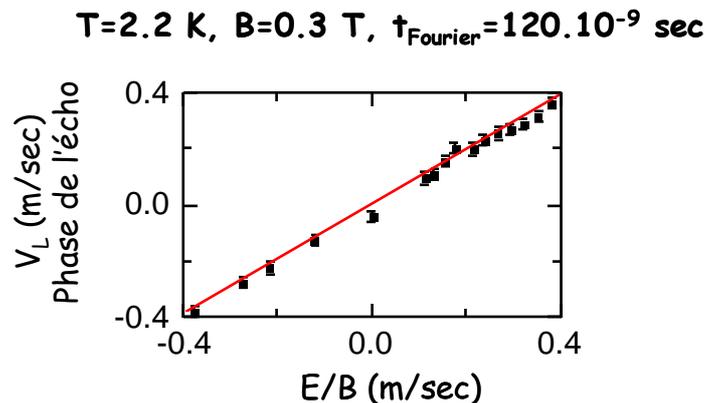


Figure 15 : Vitesse du réseau de vortex déduite de la phase de l'écho et comparée avec E/B pour un temps de Fourier de 120 ns. Le trait plein est la prédiction théorique donnée par la relation de Josephson.

Il est généralement admis que le flux-flow est un régime où l'ancrage devient totalement inefficace, avec comme conséquence une seule vitesse de ligne pour tous les vortex qui forment un réseau parfait. Ceci semble en bon accord avec nos expériences d'écho de spin, mais il convient de nuancer ce propos.

I-4b Le vieux problème de la force dynamique d'ancrage

Si le réseau était totalement parfait, avec un ancrage inefficace, on devrait retrouver à fort courant un régime ohmique $V \sim R_{ff}.I$. C'est ce que l'on retrouve dans les modèles de dynamique vitreuse où le potentiel d'ancrage se trouve moyenné à forte vitesse [NAT00]. L'expérience montre un résultat tout autre (fig.16) : La caractéristique courant-tension reste $V = R_{ff}.(I-I_c)$ même pour les plus forts courants. Pour preuve, une caractéristique $V(I)$ mesurée dans l' He^4 superfluide pour pouvoir augmenter le courant de manière importante sans problème d'échauffement thermique. Cette courbe est moins anecdotique que sa simplicité apparente pourrait le suggérer. Elle est parfaitement linéaire, de I_c jusqu'à $15.I_c$, mais n'est jamais ohmique, même aux plus fortes vitesses des vortex.

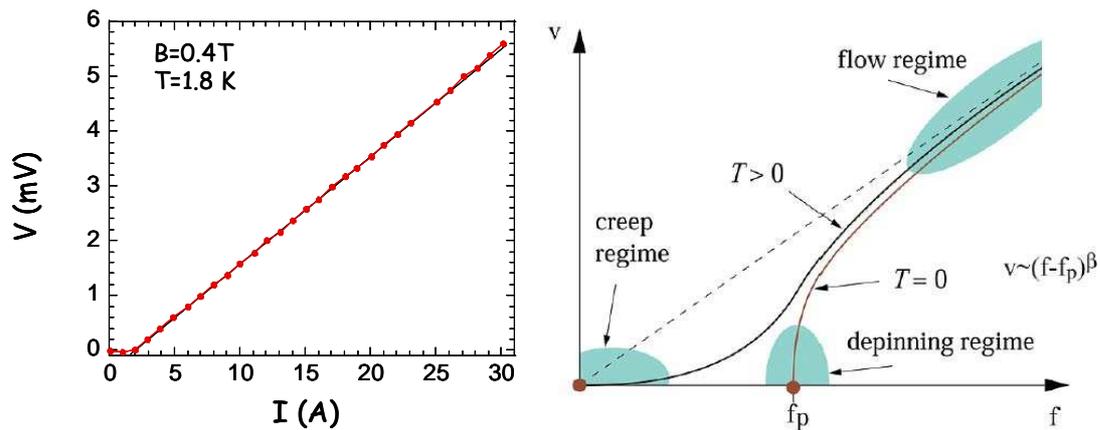


Figure 16 : Caractéristique $V(I)$ expérimentale d'un supraconducteur de type II (ici, Pb-In monocristallin). L'accent est mis sur le régime à fort courant, d'où la mesure en He^4 superfluide. Aucun écart à la relation $V = R_{ff}(I-I_c)$ n'est noté, même pour $I > 15 \times I_c$. Au contraire, à gauche, les modèles de dynamique vitreuse appliqués aux vortex prédisent un régime de fluage Ohmique à fort courant (d'après [NAT00]).

Ce comportement à forte vitesse est fondamental, car il montre que la force d'ancrage se comporte comme l'équivalent d'une force de frottement solide. Historiquement, cette force a été appelée « the dynamic pinning force ». Il est apparu que la clé résidait dans des instabilités élastiques du réseau [IRI67, YAM67]. On peut penser que ces instabilités seront liées à des fluctuations de mouvement des vortex, donc au bruit de vortex qui sera détaillé plus avant dans le manuscrit. Ce problème essentiel a été peu abordé dans les modèles récents, disons post-cuprates. Revenons à l'image classique du désancrage des vortex dans les HT_c , qui a été énormément étudié en tant que système élastique désordonné. On gardera à l'esprit que la tension donne la vitesse des vortex via la relation de Josephson et que le courant peut être vu comme une force de Lorentz. La $V(I)$ est donc une caractéristique *Vitesse (force)*.

Même s'il existe des nuances sur l'effet exact du désordre volumique¹², il y a un certain consensus théorique sur l'allure que devrait avoir la caractéristique $V(I)$. A cause de la compétition entre l'élasticité du réseau et le désordre, les propriétés dynamiques seraient dominées par un caractère vitreux [NAT00, LED98]. Les caractéristiques $V(I)$ prédites sont schématisées sur la fig.16. Depuis les travaux de Fisher [FIS83, FIS85], le désancrage à $T=0$ est souvent vu comme un phénomène critique caractérisé par une loi $V \propto (I-I_c)^\beta$ où β est l'exposant critique¹³. A température non nulle, le régime à bas courant est linéaire et dissipatif à cause des excitations thermiques (régime TAFF). A fort courant, le système répond comme un métal (ohmique) car les effets d'ancrage se moyennent à forte vitesse, et il n'y a plus de force de frottement solide, ou son équivalence en terme de courant

¹² Le caractère vitreux se voit essentiellement dans les fluctuations du mouvement et dans la manière où le désordre statique imprime sa marque. On parle de mouvement à faible vitesse via régime plastique, où le désordre isotrope, puis de canaux en mouvement qui sont plus ou moins couplés selon le moyennage du désordre perpendiculairement au mouvement. Les mesures de fluctuations de vitesse sont importantes et complémentaires à la diffraction de neutron pour proposer des comparaisons expérimentales à ces prédictions.

¹³ Les derniers développements théoriques tendent à nuancer cette approche, voir par exemple [KOL06].

critique permanent. La forme de la $V(I)$ est donc une prédiction en elle-même. Une simple comparaison entre les $V(I)$ de la figure 16 démontrent des différences indiscutables entre la théorie et l'expérience, en tout cas tant qu'il est question de supraconducteur BT_c : les régimes non linéaires sont en fait tout à fait négligeables et le régime à fort courant n'est jamais ohmique. Pourquoi une telle différence ? Nous pensons que la clé réside dans les effets de surface qui gouvernent la distribution de courant, effets non pris en compte dans ces modèles qui de fait ne s'appliqueront que quand le courant sera volumique, i.e. au delà du courant critique de surface. Une nuance toutefois : les modèles les plus récents ont surtout été développés pour les HT_c , on doit donc vérifier si une $V(I)$ dans un HT_c sera très différente.

I-4c les caractéristiques courant-tension dans les HT_c

Le problème expérimental est clair : réaliser une caractéristique $V(I)$ dans un cuprate avec des courants suffisamment importants pour atteindre un régime de flux-flow et s'affranchir des inhomogénéités éventuels de courant critique, le tout sans échauffement. La principale difficulté est très pratique : la réalisation des contacts qui permettent d'injecter le courant. Les meilleurs contacts que l'on sache réaliser (avec de la laque d'Ag et des recuits modérés) sur un oxyde sont de quelques 0.1Ω . C'est suffisant pour réaliser une mesure propre en quatre pointes avec des courants faibles, mais un courant de $1 A$ correspond à une puissance Joule de $0.1 W$ qui va être très localisée. Il est possible de calculer l'élévation de température en connaissant les conductivités thermiques (particulièrement mauvaises pour les oxydes non stœchiométriques) et la géométrie de l'échantillon [GUR07, MER05]. On trouvera que $0.1 A$ est un courant typique maximum pour un cuprate de dimension millimétrique. Comme j'ai souvent mesuré des transitions vers l'état normal par « emballement thermique totalement non contrôlé », je prendrais sur moi pour affirmer que cette valeur est largement confirmée par l'expérience. En comparaison, une soudure à base d'In ou de Sn réalisée sur un supraconducteur métallique permet de faire des contacts virtuellement « parfaits », et les problèmes de chauffage par effet Joule ne sont plus qu'intrinsèques à l'échantillon. Si l'échantillon, lui-même bon conducteur thermique, baigne dans un milieu qui est très bon conducteur de chaleur, les études par transport de courant sont sans souci majeur. Par exemple, utilisant l' He^4 superfluide comme bain cryogénique, l'unique limitation vient de la résistance de Kapitza, et il est possible de passer plusieurs dizaines d'Ampères avec une excellente thermalisation (voir la fig. 16). Les valeurs des résistances de contact étant le facteur limitant, la solution est de travailler sur des échantillons avec des petits courants critiques $I_c < 0.1 A$. Le moyen le plus simple est de diminuer la largeur de l'échantillon. Evidemment, si les échantillons deviennent trop petits leur résistance dominera sur celle des contacts et le chauffage sera alors du à l'échantillon. Nous avons donc travaillé sur des monocristaux de Bi-2212 prédécoupés au laser et fournis par Antoine Ruyter (LEMA-Tours) (fig. 17).



Figure 17 : Micropont monocristallin ($200 \times 400 \mu\text{m}^2$) de Bi-2212 ($T_c=79.5 \text{ K}$) ainsi que les contacts fils d'Or et laque d'Ag.

Grâce à cette mise en forme originale de monocristaux, nous avons pu mesurer les $V(I)$ sur une très grande partie du diagramme de phase ($2\text{K} - T_c = 79.5\text{K}$, $0\text{T} - 9\text{T}$). Le principal résultat est que l'on observe des courbes très voisines de celles mesurées dans un échantillon BT_c . Par exemple, sur la gauche de la fig. 18, on retrouve bien le régime linéaire de « flux-flow », dont l'extrapolation à $V=0$ permet définir un courant critique moyen I_c .

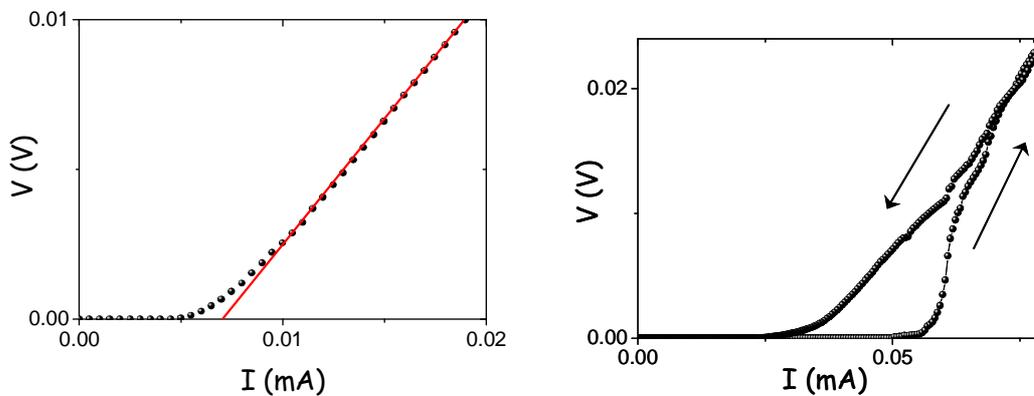


Figure 18 : A gauche, $V(I)$ réversible dans Bi-2212 (5K , 1T). A droite, $V(I)$ irréversible à plus bas champ magnétique (5K , 0.15T). Les deux courbes sont mesurées après un refroidissement sous champ magnétique (field cooling).

Pour des petits champs magnétiques, on peut remarquer l'allure en S de la branche montante de la $V(I)$ (fig.18 droite). Cette allure ressemble aux courbes théoriques de dynamique vitreuse, mis à part le problème récurrent de courant critique permanent. Cependant, ces courbes sont fortement métastables et ne représentent donc qu'un état transitoire du système. En cyclant le courant, on atteint un fort courant critique I^* lors de la première montée, puis on revient sur un plus petit courant critique, qui lui est stable, et donc que l'on peut assimiler à I_c . Cet effet existe pour $0.05 \text{ T} < B < 0.3 \text{ T}$, puis est très fortement atténué et est négligeable pour les plus forts champs. On observe également ces $V(I)$ hystérétiques dans des BT_c présentant un effet de pic. Nous reparlerons de ce phénomène plus en détail page 74. Néanmoins, on peut déjà noter que les expériences, nombreuses et détaillées, et par différents groupes [MAR01, MAR02, PAL02, PAU05], montrent que ces $V(I)$ pathologiques s'interprètent par une coexistence de deux zones macroscopiques avec des courants critiques différents, et non par un phénomène propre à la dynamique d'un unique réseau vortex.

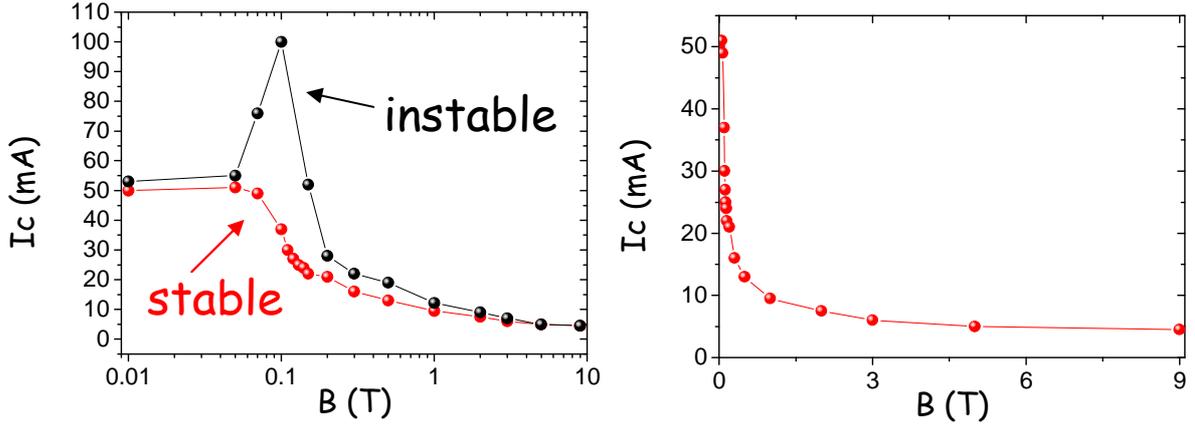


Figure 19 : A gauche, le courant critique stable et instable mesuré en fonction du logarithme du champ magnétique pour $T=5$ K. A droite, le courant critique stable mesuré en fonction du champ magnétique en échelle linéaire.

Mis à part cet effet d'hystérésis, les $V(I)$ sont finalement d'une allure très conventionnelle. De plus, la forme de $I_c(B)$ ainsi que les valeurs absolues des courants critiques (fig.19) nous incitent à comparer la valeur du courant critique mesurée avec celle du courant critique de surface. La configuration expérimentale est celle d'un supraconducteur anisotrope d'anisotropie électronique γ dans la configuration $\mathbf{B} // c$. Ce cas est particulièrement intéressant car il a été montré que le courant critique de surface pouvait devenir indépendant de la rugosité, spécialement dans le cas des fortes anisotropies [LAZ02]. Dans ce cas limite, et en utilisant la limite d'Abrikosov (avec $\beta_A=1.16$ pour un réseau hexagonal), on trouve :

$$i_c (A/m) \approx B_{c2} / (2\mu_0\beta_A\gamma\kappa^2/c) (1 - (B/B_{c2})^{2/3})^{3/2}$$

Les seuls paramètres ajustables sont les paramètres du condensat, à savoir $\xi = (\phi_0/2\pi B_{c2})^{1/2}$, $\lambda = \kappa\xi$ et γ . On réduit ce nombre en mesurant indépendamment $\gamma \approx 60$ grâce à une technique de lois d'échelles appliquées à des mesures de magnétorésistance angulaire [RAF91, WAR98]. Cette technique ne sera pas détaillée ici. On trouve finalement un bon ajustement des données expérimentales pour $\xi(5K) \approx 2$ nm et $\lambda(5K) \approx 150$ nm, valeurs tout à fait en accord avec la littérature. Cet accord se confirme pour les températures où nous avons effectué les mesures, à savoir $T = 20, 30$ et 50 K.

Les principaux résultats de cette étude sont donc que les $V(I)$ et la valeur du courant critique dans Bi-2212 sont raisonnablement en accord avec l'ancrage de surface. On trouve de plus un effet de pic dans le courant critique. Ce phénomène est bien connu dans les cuprates et est appelé l'effet papillon, à cause de la forme en « ailes de papillon » des courbes d'aimantation $M(B)$. Son étude en courant de transport est beaucoup plus rare à cause des difficultés expérimentales que nous avons mentionnées. A ma connaissance, seule une étude en courant pulsé a été réalisée [SAS00]. Les principaux résultats, à savoir qu'il existe un courant critique élevé et fortement métastable, sont globalement similaires aux nôtres. La cause de ce grand courant critique, ainsi que la

structure exacte du réseau (ou des réseaux) associé(s) restent largement discutées. Nous discuterons nos résultats de diffraction neutronique pour en apprendre plus.

I-5 La réponse linéaire du réseau de vortex

Tout doit être fait aussi simple que possible, mais pas plus simple...
Albert Einstein

Cette étude a été initiée durant ma thèse, en collaboration avec *Norbert Lütke-Entrup* et *Bernard Plaçais* de l'ENS-Paris, qui sont à l'origine de cette expérience. Elle s'est prolongée ensuite en retravaillant sur le montage expérimental pour obtenir des résultats plus détaillés.

I-5a La problématique et quelques modèles en présence

Nous avons vu que les caractéristiques $V(I)$ sont des outils fiables pour mesurer les deux caractéristiques essentielles d'un réseau de vortex en interaction avec un matériau : son ancrage via une mesure directe de I_c et sa viscosité via une mesure directe de la résistivité flux-flow ρ_{ff} . Comme nous l'avons expliqué, il n'est toutefois pas toujours possible de réaliser une $V(I)$ proprement ...voire même de la réaliser tout court. Les mesures de réponse linéaire alternative ont le gros avantage de pouvoir mesurer, *a priori*, ces deux mêmes quantités à faible excitation et sans avoir à utiliser de contact, éliminant ainsi les problèmes de chauffage souvent rédhibitoires¹⁴. Le principe est simple : on applique une excitation alternative $b_0 e^{i\Omega t}$ à l'échantillon. Dans un métal simple de résistivité ρ_n , cette excitation pénètre par effet de peau selon une loi $b(z) = b_0 e^{z/\lambda_n}$, λ_n étant une profondeur de pénétration complexe donnée par :

$$\lambda_n = \frac{(1+i)}{2} \cdot \delta_n = \frac{(1+i)}{2} \sqrt{\frac{2\rho_n}{\mu_0 \Omega}}$$

L'onde pénètre de moins en moins quand la fréquence $f = \Omega/2\pi$ augmente, la pénétration à basse fréquence étant elle limitée par les effets de taille finie non décrit par cette simple équation. Dans le cas des réseaux de vortex, les deux cas extrêmes, la limite haute fréquence ($> \text{MHz}$) et la limite basse fréquence ($< \text{KHz}$), ont été mesurés dans les années 60. Le premier cas a été étudié par *Rosenblum et collaborateurs [ROS64]* dans du *NbTa*, en utilisant une technique de cavité résonante à haute fréquence. Ils trouvent qu'un réseau de vortex ancré répond à haute fréquence comme un métal de résistivité ρ_{ff} . Le second cas a été étudié par *Campbell* en mesurant à basse fréquence un régime linéaire sans perte, caractérisé par une profondeur de pénétration indépendante de la fréquence [CAM69]. C'est le régime *Campbell*, modélisé par son auteur comme un oscillateur

¹⁴ Ce genre de méthode est également utilisé pour mesurer les résistivités de systèmes semi métalliques difficiles à mesurer par transport électronique, ou pour extraire les contributions intrinsèques de matériaux avec des joints de grain. C'est alors une pure mesure d'effet de peau.

harmonique, et dont l'analyse a permis de poser les bases expérimentales et théoriques de la réponse alternative d'un réseau de vortex.

L'existence du régime de Campbell est très importante pour deux raisons :

- (i) Elle montre qu'un réseau de vortex ancré présente une réponse linéaire en régime quasi-harmonique, i.e. l'ancrage et la réponse linéaire ne sont pas antinomiques, contrairement à ce qui est quelquefois rapporté [PAUB03, MAT03].
- (ii) Ce régime " ... is not consistent with the signal predicted from 'flux creep' " [CAM69]. Il n'y a pas d'effet de la fréquence, ce qui est totalement contraire avec un modèle d'activation thermique [ALA67].

Gittleman et Rosenblum ont également réalisé la mesure de la résistivité complexe d'un BT_c en couvrant les deux régimes [GIT66]. Pour cela, ils ont couvert la gamme impressionnante de 8 ordres de grandeur en fréquence.

Dans l'idée centrale du modèle de Campbell, qui sera reprise et développée par d'autres auteurs, on pose l'équation où se compensent 3 forces F_i : la force d'ancrage F_p , la force de Lorentz $F_L = J\Lambda B$, la force de frottement $F_f = -B\eta V_L/\varphi_0$. La condition d'équilibre est naturellement donnée par $\Sigma F_i = 0$. Le régime linéaire est sympathique car il s'intéresse uniquement aux petits déplacements d des vortex autour de leur position d'équilibre. La force d'ancrage s'écrit alors comme une force de rappel linéaire avec le déplacement $F_p = -\alpha_p \cdot d$, où α_p est le paramètre de Labusch qui contient les détails de l'ancrage selon le modèle utilisé [LAB69].

Finalement, ce modèle conduit à une réponse de type oscillateur harmonique, avec une longueur de pénétration donnée par :

$$\lambda_{ac} = \frac{\lambda_c}{\sqrt{1 - i\Omega/\Omega_p}}$$

Avec $\lambda_c = B/(\mu_0\alpha_p)^{1/2}$ la longueur de Campbell et $\Omega_p = \alpha_p\varphi_0/B\eta$ la pulsation de désancrage. A basse fréquence, la réponse est dominée par la force de rappel, les vortex suivent l'excitation sans introduire de déphasage et il n'y a donc pas de perte. A haute fréquence, les excitations sont trop rapides pour la force de rappel et la réponse est résistive.

Les calculs de Coffey-Clem [COF91] et de Brandt [BRA91] ont montré que l'activation thermique peut être introduite via un paramètre de Labusch effectif dépendant de la fréquence et d'une énergie de barrière U entre deux pièges (l'idée sous-jacente vient du modèle de CREEP à la Anderson et Kim [AND64], où les paquets de vortex se dépiègent par activation thermique avec une fréquence typique $f_0 e^{U/kT}$)

$$\tilde{\alpha}_p \approx \frac{\alpha_p}{1 + i\frac{\Omega}{\Omega_p} e^{-U/kT}}$$

Cela revient essentiellement à faire apparaître une divergence à basse fréquence dans la longueur de pénétration. On peut comprendre « avec les mains » que dans un modèle d'activation thermique, traitant de la probabilité de désancrage à un temps donné, on doit effectivement retrouver $J_c = 0$ et donc $\lambda_c = \infty$ à la limite des temps infinis ($f \rightarrow 0$). Cette divergence est fortement atténuée si la réponse est vitreuse. Dans ce cas, il existe des barrières divergentes à faible excitation qui limitent les probabilités de fluctuation thermique des vortex. Ce problème a été traité dans une approximation à deux niveaux par *Fisher et collaborateurs* [FIS91] et *Koshelev et collaborateurs* [KOS91]. La principale conséquence est une faible divergence logarithmique dans λ_{ac}^2 à basse fréquence. Cette variation logarithmique est une signature typique d'une dynamique vitreuse¹. On retrouvera une proposition d'unification de ces différentes approches dans l'article de *Van der Beek et collaborateurs* [VDB93].

Repartons du bilan des forces $F_P + F_L + F_f = \mathbf{0}$. On peut montrer que la longueur de Campbell, ou le paramètre de *Labusch*, peuvent se réécrire en fonction de l'énergie de piège et des coefficients élastiques du réseau de vortex [LUT00]. Le problème, c'est que ces derniers n'interviennent nulle part ailleurs. Annuler la force d'ancrage F_P revient donc à ne plus pouvoir traiter les déformations élastiques du réseau de vortex, ce qui n'est pas très souhaitable car on aimerait pouvoir traiter les déformations élastiques indépendamment des pièges. Des modèles permettent de résoudre ce problème : ce sont les modèles à deux modes développés par *Sonin et al* et *Plaçais et al* [SON92, PLA96, LUT97]. Les auteurs rajoutent la force manquante $F_r = -\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon} \wedge \mathbf{B}$, $\boldsymbol{\varepsilon}$ étant le potentiel de vortex. En absence d'ancrage ($F_P = \mathbf{0}$) et en condition d'équilibre ($F_f = \mathbf{0}$), on retrouve la condition de *Mathieu-Simon* $\mathbf{J}s = -\text{rot } \boldsymbol{\varepsilon}$, qui assure que la réponse élastique d'un réseau de vortex est de se courber pour rétablir l'équilibre. Après linéarisation des équations, on trouve que la réponse linéaire alternative est régie par une profondeur de pénétration complexe effective de la forme :

$$\lambda_{ac}^{-1} = L_s^{-1} + \sqrt{(\mu_r \lambda_c)^{-2} + (\mu_r \lambda_f)^{-2}}$$

où $L_s^{-1} \approx \frac{\mu_0 i_c}{\sqrt{\phi_0} B}$. L_s est la longueur de pénétration due à l'ancrage de surface.

$\lambda_c^{-1} \approx \sqrt{\frac{\mu_0 J_c}{r_p B}}$. λ_c est la longueur de Campbell due la force d'ancrage en volume¹⁵.

$\lambda_f^{-1} \approx \frac{2}{(1+i)\delta_f}$. λ_f est la longueur associée à la pénétration libre du mode *flux-flow*.

Si $\lambda_c (L_s) \rightarrow \infty$, l'ancrage de volume (resp. surface) est négligeable.

Il faut bien voir que la forme du spectre est une lecture directe de la relation de dispersion de l'état mixte. Elle est fixée par la nature de l'ancrage, et offre donc un moyen efficace de différencier entre les modèles en présence. Par cette méthode, *Lütke-*

¹ C'est ce que l'on observe classiquement dans les verres de spins par exemple (voir publication 35 p.10), et aussi très proche de la réponse diélectrique des ondes de charge et ondes de spin à basse température [NAD95]

¹⁵ r_p est la portée d'un piège, en première approximation, $r_p \approx \xi$.

Entrup et collaborateurs ont montré que le réseau de vortex ancré suit une réponse à deux modes, dominé par un ancrage de surface dans des BT_c (fig.20).

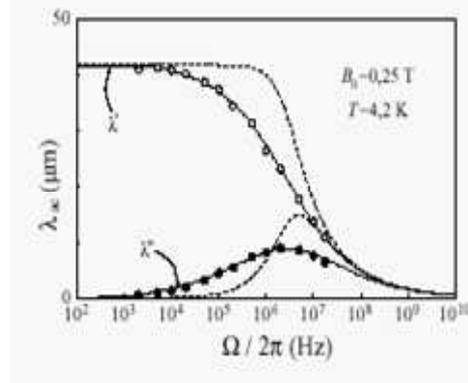


Figure 20 : Spectre de désancrage du réseau de vortex dans Pb-In d'après Lütke-Entrup et al [LUT97]. En trait pointillé, le calcul avec un pur ancrage de volume, et en trait plein le calcul avec un pur ancrage de surface.

Un aspect important des mesures d'impédance complexe est la prise en compte des effets de taille finie. Ceci est particulièrement vrai dans un modèle à deux modes où ils peuvent être très contre-intuitifs, la profondeur de pénétration déduite étant uniquement une profondeur apparente. Nous nous limiterons ici à signaler cet effet qui est détaillé chez [LUT00] mais les conséquences sont loin d'être anecdotiques¹⁶.

I-5b Le montage et l'échantillon d'YBaCuO

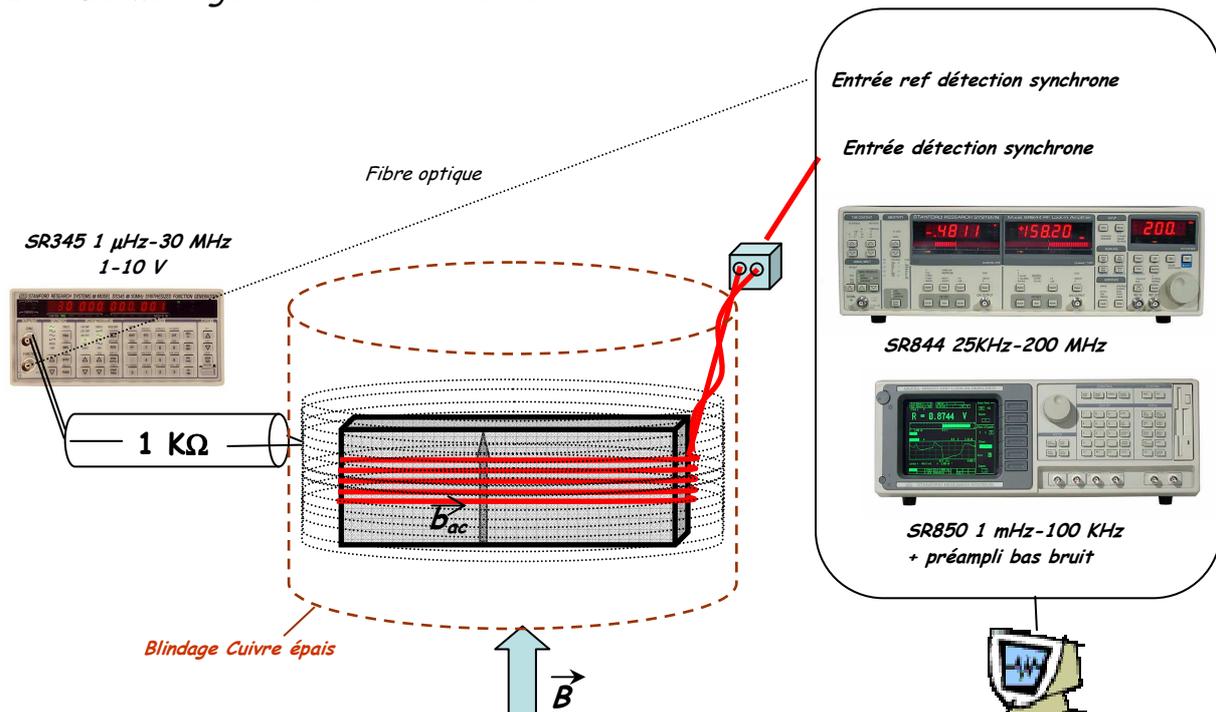


Figure 21 : Dessin schématique de l'expérience permettant de mesurer une impédance complexe. L'échantillon est lui-même placé au fond d'un cryostat.

¹⁶ Cet effet de taille apparaît quand la profondeur de peau résistive pénètre complètement le demi-échantillon. Cet effet est bien connu, mais généralement analysé dans une approche à un mode avec un modèle d'activation thermique. Il conduit alors à des contradictions importantes sur les temps caractéristiques [STE92]. Nous pensons que la clé réside dans le fait que les modèles à un mode mélangent systématiquement ancrage et dynamique, alors que l'effet de peau résistif doit être traité indépendamment de l'écrantage du courant critique. Quelques données existent qui montrent que les contradictions soulevées dans la littérature peuvent être expliquées par une électrodynamique à 2 modes [PAU00], mais une étude complète reste à faire.

Le principe de la mesure est simple. On applique un petit champ alternatif à l'échantillon pour mesurer son flux ϕ à une fréquence donnée grâce à une petite bobine de mesure entourant l'échantillon (fig.21). La difficulté vient de la région spectrale qui nous intéresse. Elle doit être la plus large possible pour essayer de couvrir au moins les 4 décades qui permettent de discriminer entre les modèles en présence. La zone couverte, typiquement $10\text{ Hz} - 10\text{ MHz}$, ne permet pas d'utiliser une technique clé en main, généralement optimisée pour les très basses ou très hautes fréquences.

A basse fréquence, les difficultés viennent de la petitesse du signal brut $U = -d\phi/dt$ car il est proportionnel à la fréquence. On peut trouver une solution avec un compromis entre l'utilisation de bons préamplificateurs très bas bruit et celle d'une bobine de détection avec un nombre suffisant de tours. Un autre problème, qui s'est avéré extrêmement gênant, est celui des vibrations mécaniques dues aux couplages entre les courants ac et les champs intenses. Tous les fils doivent être robustement collés. A haute fréquence, l'impédance totale du circuit crée une résonance qui limite la zone spectrale. On peut limiter l'inductance en diminuant le nombre de tours du bobinage de mesure, ce qui peut impliquer un changement de bobine entre les basses et les hautes fréquences. Le paramètre sur lequel on ne peut pas beaucoup jouer est la capacité des câbles coaxiaux, typiquement 100 pf/m , car leur longueur est au minimum celle de la canne de mesure. En pratique, en optimisant tous les paramètres, on arrive à couvrir un intervalle typique de $10\text{ Hz} - 30\text{ MHz}$, soit plus de 6 ordres de grandeur, le tout en gardant une précision suffisante sur l'amplitude et surtout la phase du signal. Il n'y a *a priori* pas de verrou expérimental à travailler à des fréquences encore plus basses, c'est la patience qui devient la meilleure arme. Les temps de mesures deviennent alors très longs et la mauvaise statistique signal/bruit demande un moyennage efficace (et des très bons amplificateurs bas bruit). La précision sur la phase est généralement le paramètre critique et le plus limitant. Les plus hautes fréquences demandent elles une autre technique, par cavité résonnante par exemple.

La mesure nécessite une double référence, sur la phase et sur l'amplitude. Cette partie, que l'on pourrait croire anodine, est en fait essentielle et peut être compliquée par les phénomènes d'effet de peau dans l'état normal. Une onde électromagnétique ne pénètre pas complètement un échantillon épais et peu résistif dès que la fréquence est (même modérément) élevée. Ceci étant précisé, le supraconducteur est un composé sympathique à mesurer car il permet d'avoir une référence de phase nulle idéale dans l'état Meissner. La pénétration est réelle et se fait sur la longueur de London λ . On mesure alors $\lambda_{ac} = \lambda' = \lambda \approx 0$ à notre précision ($\sim 1\ \mu\text{m}$) et dans nos gammes de fréquences (plus petites que les fréquences typiques de relaxation du paramètre d'ordre et donc du condensat qui sont de l'ordre de 10^{12} Hz). La pénétration complète se mesure à basse fréquence, en régime de taille finie de l'effet de peau, qui est clairement identifié dans l'état normal.

Nous avons étudié par cette technique un grand monocristal non maclé d' YBaCuO [PAUC03], au dopage optimal, de température critique $T_c=93.5\text{ K}$. La problématique est double. D'abord avoir une sonde expérimentale de la nature de l'ancrage dans un HT_c de référence, et ensuite extraire la variation des paramètres I_c et ρ_{ff} , très difficiles à obtenir par d'autres méthodes dans les HT_c (voir page 44). La zone qui nous a particulièrement intéressé est la région autour de T^* , la température de transition du premier ordre

observée dans quelques cristaux très propres d' $YBaCuO$ [BOU01]. Elle est généralement interprétée comme une fusion du réseau de vortex entre un réseau ordonné à basse température et un liquide de vortex à haute température.

I-5c Les principaux résultats

Pour les plus basses fréquences, on observe une transition entre un régime où la pénétration est complète dans l'état normal et un régime écrané sans pertes ($\lambda'' \approx 0$) dans l'état supraconducteur (fig.22). Pour les plus hautes fréquences, les pertes sont toujours importantes et $\lambda' \approx \lambda''$, c'est un régime de quasi-effet de peau que ce soit dans l'état normal ou dans l'état mixte. L'analyse quantitative des courbes en fonction de la température¹⁷ est extrêmement délicate, à moins d'injecter des dépendances *ad hoc* dans les paramètres d'ajustement L_s , λ_c , λ_{ff} . Par contre, analyser les spectres pour chaque couple (B, T) permet de confronter les modèles et d'extraire ces paramètres de manière robuste.

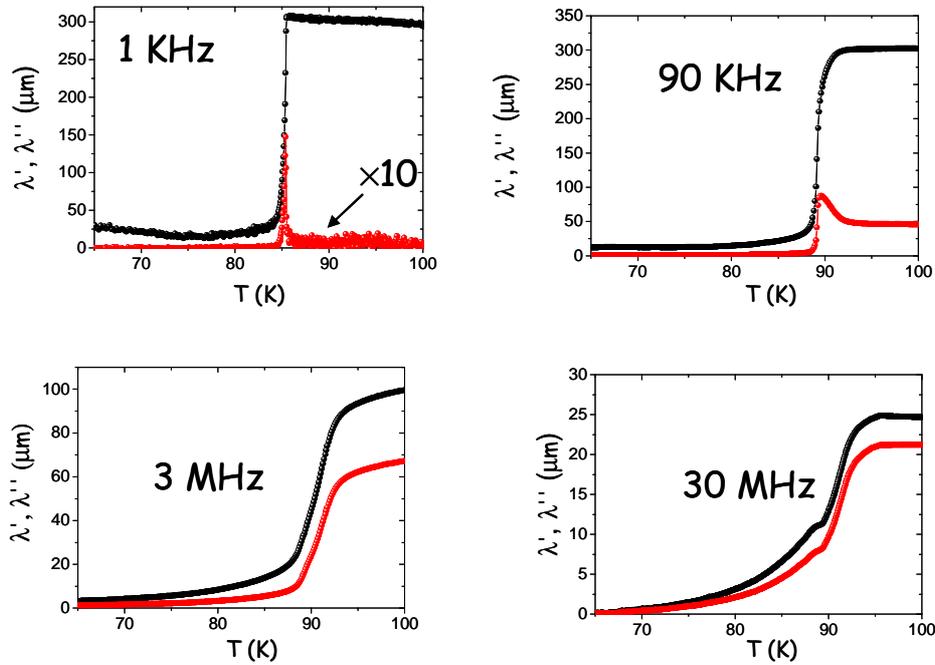


Figure 22 : Profondeur de pénétration réelle et imaginaire en fonction de la température pour $B=6T//a$. On remarque les changements d'échelles entre les basses et hautes fréquences à cause de l'effet de peau.

Un spectre typique de ceux mesurés dans l'état mixte est présenté dans la figure 23. On observe une réponse à deux modes comme cela avait été mesuré avant dans $Pb-In$ (fig.20) [LUT97]. Les paramètres de l'ajustement donnent $\rho_{ff} = 6.4 \pm 0.2 \text{ m}\Omega.cm$, $L_s = 48.5 \pm 0.2 \mu m$, et $\lambda_c = \infty$.

¹⁷ La même remarque s'applique si le paramètre variable est le champ magnétique.

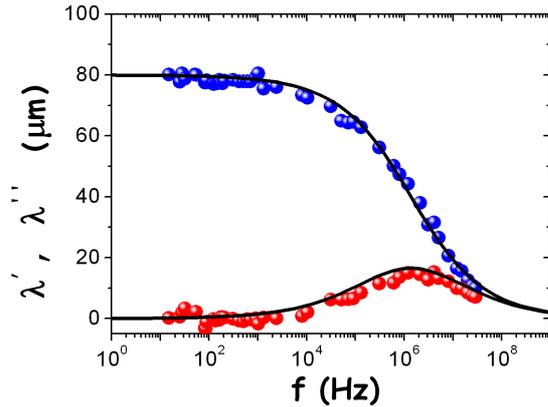


Figure 23 : Spectre de désancrage du réseau de vortex dans YBCO ($B \parallel a=6T$, $T=84.8K$). Le trait plein correspond à l'ajustement pour un pur ancrage de surface.

Cette allure, caractéristique de la réponse bimodale du réseau de vortex, se retrouve pour les autres températures de mesure¹⁸, tant que $T < T^*$, la température de transition du premier ordre (Fig. 24), et que la résolution expérimentale permet d'extraire des valeurs de λ' et λ'' . Dès que $T > T^*$, on retrouve une réponse idéale, c'est-à-dire un pur effet de peau avec un effet de taille finie comme dans un métal. On note toutefois que la résolution de l'expérience ne permet pas de distinguer un courant critique nul d'un courant critique très faible (typiquement moins de 10 mA).

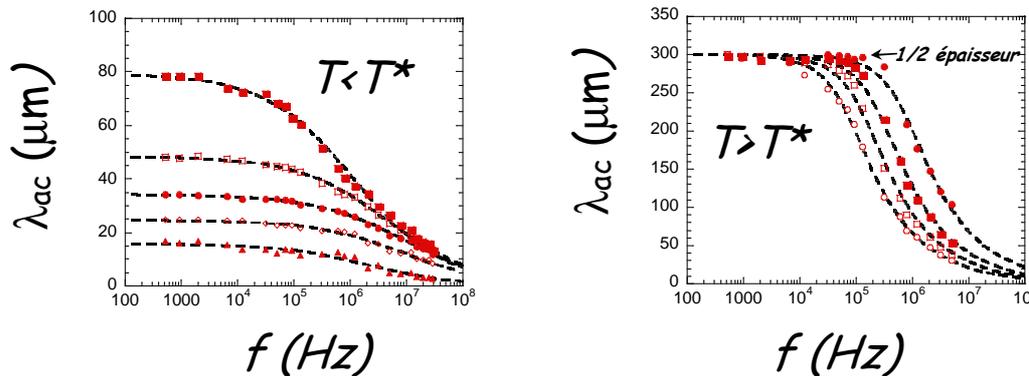


Figure 24 : A gauche, spectres du module de la profondeur de pénétration complexe pour différentes températures $T < T^*$ et à droite, pour $T > T^*$. Les traits pointillés sont des ajustements par le modèle à deux modes avec $L_s = \infty$ pour $T > T^*$, ce qui correspond à la réponse idéale.

La résistivité flux-flow ρ_{ff} , ainsi que le courant critique de surface i_c , s'extraient des ajustements des spectres complets mesurés en fonction de la température, et leur variation thermique est présentée sur la figure 25. On observe la chute brutale du courant critique I_c à T^* . Ce résultat a été souvent reporté comme une des caractéristiques de la transition du premier ordre. Notre expérience montre de plus que I_c est un courant

¹⁸ Les ajustements sont plus compliqués près des transitions à cause des effets de taille finie, mais restent robustes et sans ambiguïté quand au modèle le plus adapté.

de surface. Un autre résultat important et nouveau est l'observation d'une anomalie de la résistivité ρ_{ff} à la transition du premier ordre.

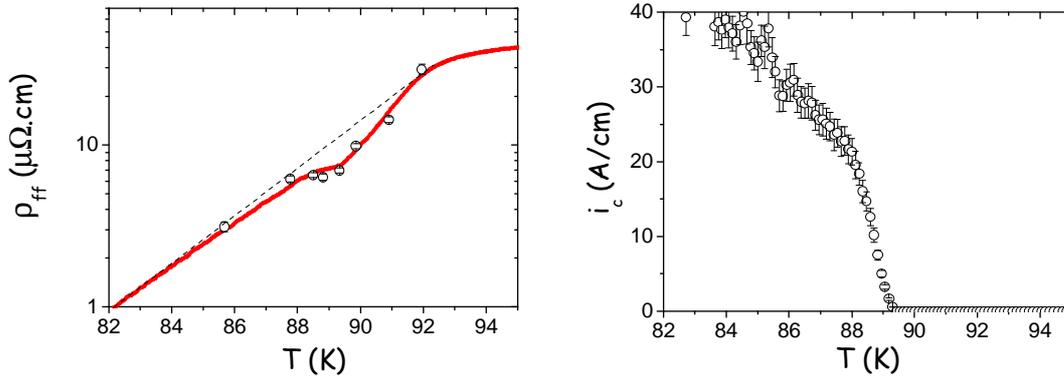


Figure 25 : A gauche, anomalie de la résistivité flux-flow à la température de transition de premier ordre T^* . Les points sont issus des ajustements des spectres et la courbe continue des mesures aux plus hautes fréquences en régime quasi-effet de peau. Le trait pointillé est une extrapolation des basses températures. A droite, le courant critique de surface déduit des régimes aux basses fréquences. On note sa chute à T^* .

Il faut insister sur le fait qu'une mesure classique de la résistivité dc à courant fixé ne permet pas d'extraire ρ_{ff} . Que cette résistivité soit affectée à la transition prouve que la structure même des cœurs de vortex doit être modifiée¹⁹. On pourrait alors affecter le caractère 1^{er} ordre de la transition à un aspect électronique, sans avoir à invoquer de fusion du réseau. Nos résultats peuvent être reliés avec les mesures thermodynamiques et l'analyse de *T.Klein* et *C.Marcenat* dans *KBaBiO₃* [BLA02, KLE04]. Ces auteurs concluent que ce qui est appelé ligne de fusion peut être interprétée comme étant la transition vers l'état normal soumis à de fortes fluctuations thermiques. Dans ce cas, la température T^* peut correspondre à la température de cohérence de phase et l'anomalie de ρ_{ff} semble plausible. Le liquide de vortex n'existerait pas en tant qu'état différent du réseau de vortex conventionnel. Une autre approche, comme le réseau de vortex présente très peu de résistance au cisaillement, il pourrait toujours être assimilé à un liquide ou un fluide²⁰ et aucune transition liquide solide ne serait attendue. En tout état de cause, le débat sur la nature exacte de la transition du premier ordre n'est pas clos.

¹⁹ Le modèle le plus simple de résistivité flux-flow est celui de Bardeen-Stephen, dans lequel on considère un vortex comme un cylindre de cœur normal ξ . Dans ce cadre, ρ_{ff} est la résistivité de l'état normal ρ_n à peu près corrigée du volume dissipant, c'est-à-dire : $\rho_{ff} \approx \rho_n (\xi/a)^2 \approx \rho_n (B/B_{c2})$

Cette expression a un domaine de validité en fait assez réduit. Le spectre des excitations électroniques des vortex doit être très voisin de celui de l'état normal. Ceci est vrai dans la limite où le gap supraconducteur Δ tend vers 0, donc près du second champ critique B_{c2} . Il faut également un milieu ohmique à l'échelle d'un vortex, ce qui revient à vérifier que le libre parcours moyen électronique ℓ est petit devant la taille du cœur ξ . La complexité des mécanismes microscopiques et le peu de mesures expérimentales existantes font qu'il n'existe pas d'expression de ρ_{ff} dédiée pour les cuprates. On retiendra juste qu'une modification du gap supraconducteur se verra dans ρ_{ff} .

²⁰ Dès 1964, De Gennes et Matricon notaient "it is very important to realize that the range of interaction is much longer than the lattice parameter, thus the lattice structure has only a very weak effect on the energy... For many effects, it is in fact sufficient to describe the lines as an ideal two dimensional fluid". Dans les modèles de continuum, on pose donc généralement $C_{66}=0$, sans que cela ne change fondamentalement les résultats, ni n'empêche l'existence d'un courant critique.

I-6 Le bruit de vortex

En ce monde l'on n'est sûr de rien, puisque le bruit est une illusion
Guy De Maupassant

I-6a Motivation et situation du sujet

Même avec la résolution temporelle (et spatiale) de l'écho de spin, nous avons vu page 42 que le réseau de vortex en mouvement semble « parfait » et bouge avec une vitesse unique. Cette image simple, en accord avec l'image du flux-flow, et validée par l'expérience, bloque néanmoins sur un point fondamental : l'explication, même qualitative, de la force d'ancrage dynamique. On peut poser le problème en fixant un point de fonctionnement sur une $V(I)$ pour $I > I_c$. Le bilan thermique à ce point donne une dissipation $V.I = V.(I-I_c) + V.I_c$ (fig.26).

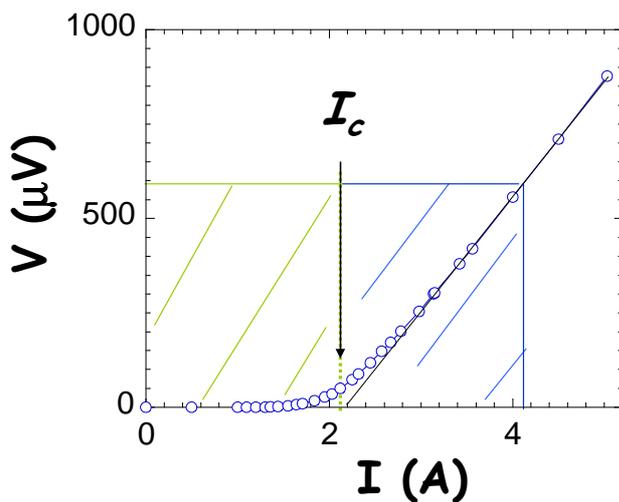


Figure 26 : Bilan dissipatif d'une $V(I)$. La partie hachurée à droite correspond à une dissipation $V.(I-I_c)$ par frottement visqueux. La partie hachurée à gauche correspond à une dissipation $V.I_c$. Son origine doit venir d'instabilités élastiques dues à une interaction du réseau avec les centres d'ancrage même en mouvement.

Le courant $(I-I_c)$ est le courant surcritique qui génère la tension moyenne V associée à la force de frottement visqueuse, et la dissipation $V.(I-I_c)$ est donc claire. Par contre, le courant I_c , par définition même, est associé à une tension moyenne nulle. On comprend mal ce qui crée une dissipation $V.I_c$ non nulle. Comme il a été discuté par différents auteurs [YAM67, KRAM72, MAT79, PLA90], cette dissipation implique des instabilités du réseau, et donc la nécessité de quitter les grandeurs moyennes pour s'intéresser aux fluctuations. Il doit exister des fluctuations de tension expliquant cette dissipation supplémentaire, et ces fluctuations doivent être liées au courant critique. Elles correspondent à ce que l'on appelle le bruit de vortex.

Le bruit de vortex a été beaucoup étudié à la fin des années 60, et une revue très détaillée a été écrite par J.R. Clem en 1980 [CLE80]. Si il est apparu clair que le bruit était lié au mouvement des vortex, la conclusion était pour le moins peu

encourageante quand à l'interprétation : " *The remaining task of developing a suitable theory for ... (flux-flow noise)... is likely to be challenging. Ideally such a theory should be intimately related to an appropriate theory for the critical current... As it has been pointed out recently the present theory of flux pinning is deficient in several respects* ". On ne comprendra pas le bruit de vortex tant que l'on n'aura pas un modèle fonctionnel d'ancrage des vortex.

Les premières mesures et les premiers modèles de bruit de vortex venaient de *Van Ooijen et Van Gorp [VAN65]*, puis de *Van Gorp [VAN68]*. Ces modèles de « Shot noise » étaient basés sur l'idée que des paquets de vortex (« bundles ») de flux ϕ^* étaient nucléés et traversaient l'échantillon avec un temps de transit $\tau_0 \approx W^*L^*B/V$, les fluctuations de champ électrique étant due aux fluctuations de ce flux coupé. On retrouve de manière sous-jacente les idées des modèles de *Creep* à la *Anderson-Kim [AND64]*, et en ce sens, un modèle de shot-noise semblait à l'époque tout à fait naturel. Le problème est que ni l'amplitude du bruit, ni la forme du spectre, ni les corrélations, ne sont en accord avec les prédictions du shot-noise, même en l'adaptant considérablement [*CLEM80, PLA94*]. Dans ce modèle, les fluctuations de flux magnétique et de tension sont totalement corrélées, alors qu'elles ne le sont pas expérimentalement. On trouve que ϕ^* varie de $10^4 \cdot \phi$ à moins que ϕ , ce qui n'a pas de sens, et la forme des spectres n'est pas compatible avec l'idée que les fluctuations de champ électrique sont données par la dérivée du flux coupé [*PLA94, SCO05*]. En résumé, tout ce qui est prédictif ne fonctionne pas. Malgré cela, pour des raisons difficiles à comprendre, ces mêmes idées ont été largement réutilisées pour interpréter le bruit de vortex dans les *HTc*.

Devant ces nombreuses difficultés, un modèle d'esprit sensiblement différent a été proposé par *Plaçais et collaborateurs* en se basant sur le modèle d'ancrage de surface [*PLA93, PLA94*]. Sa vérification expérimentale a été apportée dans des échantillons de *Pb-In*.

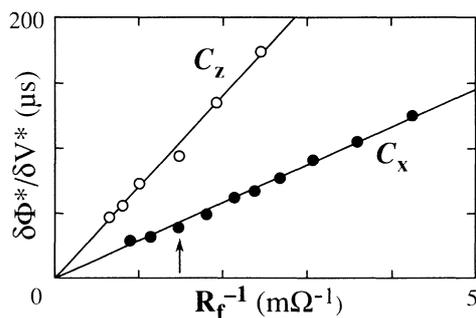


Figure 27 : Rapport du bruit de flux sur le bruit de tension en fonction de l'inverse de la résistance flux-flow pour deux géométries de bobines. Les traits pleins sont les prédictions du modèle de fluctuation de courant de surface sans paramètres ajustables, d'après [*PLA94*].

Les mesures consistent en des mesures des fonctions d'autocorrélation et d'intercorrélation des bruits de champ S_{bb} et de tension S_{vv} dans des alliages de *Pb-In* à la température de l' He^4 superfluide. Les prédictions fortes et vérifiées sont un rapport $S_{vv}/S_{bb} = \mu_0 LK / (2\pi R_{ff})$ sans paramètre ajustable (fig.27) (R_{ff} est mesurée par ailleurs et K est une constante de couplage, calculée et étalonnée, due à la géométrie des bobines de mesure) et une absence de corrélation temporelle entre S_{vv} et S_{bb} .

Dans ce modèle, le bruit de flux-flow vient d'instabilités du courant de surface. Les principales hypothèses, ainsi que des conséquences que nous nous sommes attachés à explorer plus avant, sont les suivantes :

1/ L'existence de pavés bruyants de surface moyenne $C_x C_y$, petits devant la taille de l'échantillon et indépendants statistiquement, les fluctuations sont non corrélées de manière à pouvoir appliquer un moyennage statistique classique (voir fig. 28 et l'annexe B).

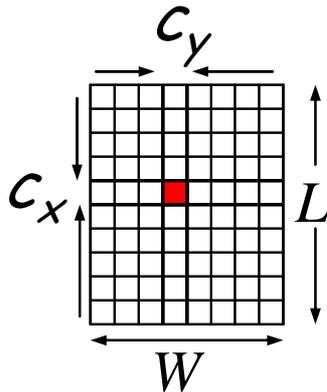


Figure 28 : Schéma de la surface $S=W \times L$ et d'un pavé bruyant de surface $C_x \times C_y$

Le fluctuateur élémentaire est constitué d'une fluctuation cohérente du courant de surface d'amplitude I^* . La fluctuation macroscopique est donc :

$$\delta I_c = I^* (C_x C_y / S)^{1/2} \approx I_c (C_x C_y / S)^{1/2} \text{ où } S \text{ est la surface de l'échantillon.}$$

On s'attend à ce que C_x, C_y soient constants tant que $C_x, C_y \ll S$, de même que le bruit soit Gaussien, mais éventuellement à des changements drastiques pour les petits échantillons de surface $S \sim C_x, C_y$.

2/ L'échantillon (surface+volume) se comporte comme deux résistances en parallèles soumis à un courant constant (le générateur de courant est considéré non bruyant). Chaque fluctuation de courant de surface δI_c est donc strictement compensée par une fluctuation de courant volumique $\delta I_v = -\delta I_c$ qui crée la tension bruyante $\delta V = R_{ff} \delta I_v$ et en conséquence, une fluctuation de vitesse volumique.

Le volume se comporte comme une « pompe » à fluctuations. Une conséquence étonnante est que la présence de vortex en volume ne semble pas essentielle dans le mécanisme. Nous y reviendrons plus tard.

3/ La rugosité de surface est à l'origine des fluctuations, de même qu'elle est à l'origine du courant critique. Pour une rugosité de type bruit blanc, on peut s'attendre à un fluctuateur quasi-isotrope. On peut espérer une modification significative de l'amplitude et de la forme du spectre de bruit après un traitement de surface.

Une petite introduction au bruit, à l'analyse statistique du signal et aux outils que nous avons utilisés est présentée en annexe B. Notons qu'elle est fortement orientée vers

l'expérience et beaucoup moins sur la rigueur mathématique... L'essentiel de ce travail a été réalisé durant la thèse de *Joseph Scola*.

I-6b Le montage expérimental

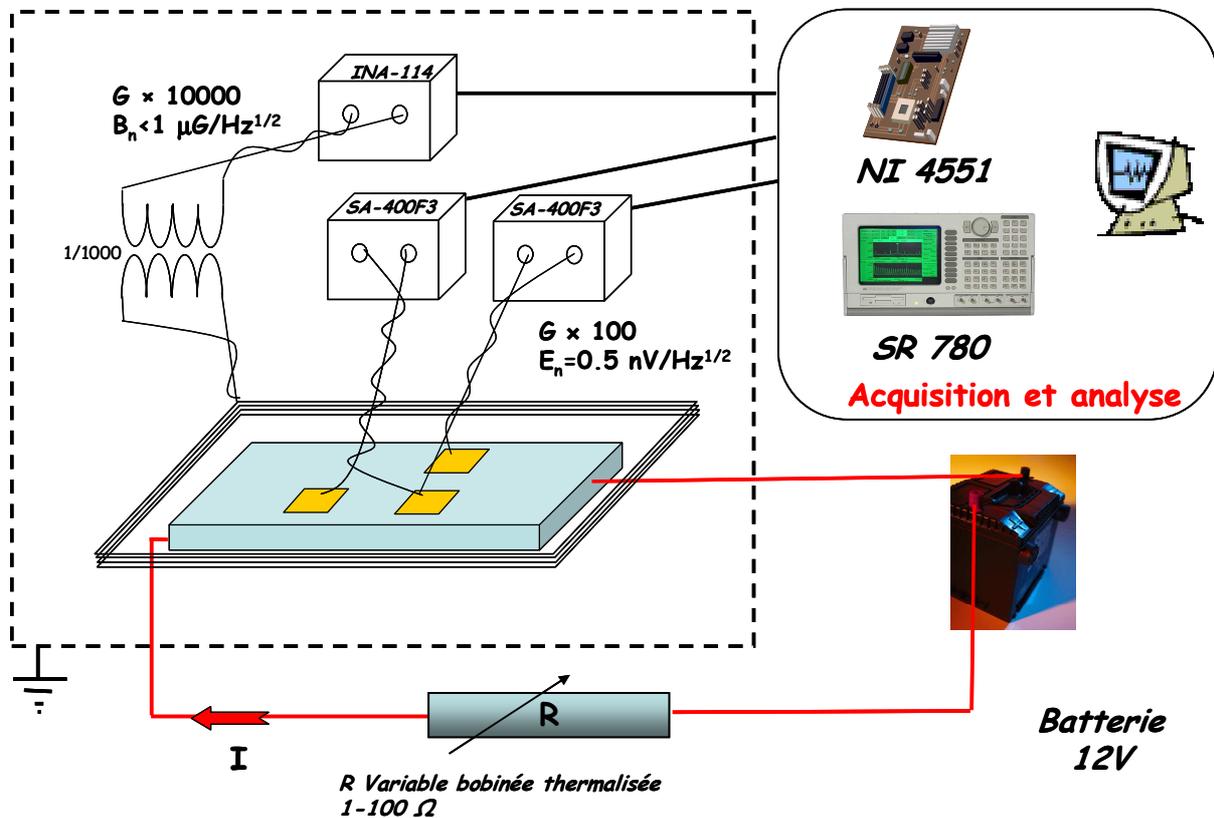


Figure 29 : Schéma représentant le montage expérimental permettant de mesurer le bruit de vortex

Un montage utilisé pour des mesures de bruit est généralement constitué des points suivants, le tout étant soigneusement blindé pour minimiser toutes les perturbations extérieures (fig. 29):

- Une excitation la moins bruyante possible. Pour générer des forts courants, nous avons utilisé ici des batteries de voiture en série avec des résistances de puissance non bruyantes et thermalisées.
- Une forte amplification adaptée en impédance. Nous avons utilisé des préamplis très bas bruit (*NF-SAF400F3*, $E_n \approx 0.5 \text{ nV/Hz}^{1/2}$), des transformateurs *vitrovac* 1/200 couplés à des préamplis *INA-114* adaptés maison. Il y a toujours un compromis entre le gain et le domaine spectral à trouver. En utilisant deux amplificateurs, on peut aussi travailler en corrélation croisée pour éliminer le bruit de l'électronique et extraire un signal plus faible que leur bruit en entrée.

- L'acquisition/numérisation, ici avec une carte numérique NI 4551 ou un analyseur de spectre SR 780.

Un point critique est l'absence de toute boucle pouvant capter des signaux parasites : tous les fils sont torsadés et fixés du mieux possible. Malgré toutes les précautions, il est rare d'avoir un signal parfaitement propre, et la suite est d'un empirisme le plus complet. On optimise ensuite la position des amplificateurs, des fils de mesure (...) en essayant de minimiser les signaux parasites pouvant perturber la mesure.

I-6c Les fluctuations de vitesse d'un réseau de vortex

Pour valider notre montage, nous avons d'abord choisi un échantillon de *Pb-In* afin de retrouver les caractéristiques de la littérature [PLA94, SCO05]. Ensuite, nous nous sommes intéressés à une problématique plus spécifique, à savoir la géométrie des fluctuations, dont l'intérêt avait récemment été souligné.

Une des signatures expérimentales prédite de la dynamique vitreuse des vortex est la présence de canaux dans lesquels les vortex seraient corrélés, et non corrélés entre eux à forte vitesse [GIAM96]. Il existe également un modèle de cristallisation du réseau de vortex à forte vitesse [KOS94]. Comment peut-on espérer mettre en évidence ces effets ? D'abord une sonde structurale, comme la diffraction neutronique, peut être envisagée (voir l'annexe A). Les fluctuations de vitesse transverses au mouvement moyen ont été proposées comme les quantités les plus pertinentes pour différencier entre ces différentes phases (fig.30) [KOL99]. Dans toutes ces approches, l'idée générique est celle d'un moyennage du potentiel d'ancrage volumique à forte vitesse le bruit de vortex doit chuter fortement dans l'une des directions au moins. A notre connaissance, ces prédictions sur l'anisotropie des fluctuations de vitesse en fonction de la vitesse du réseau n'avaient pas été confrontées avec l'expérience.

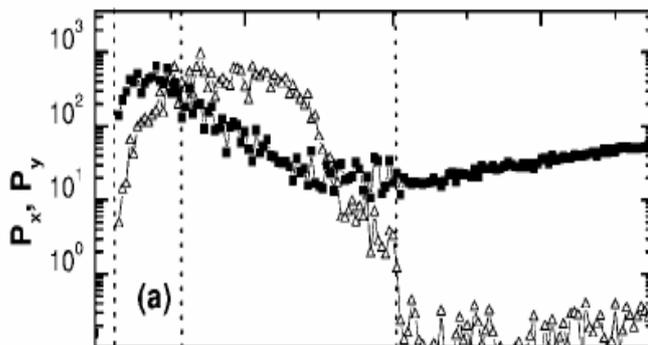


Figure 30 : Simulation numérique de Bruit transverse et longitudinal du réseau de vortex en fonction de la force appliquée [KOL99]. Le bruit est quasi-isotrope au seuil de désancrage puis est fortement anisotrope. La dynamique est alors celle de canaux. Dans l'analyse de Kolton, P_x et P_y représentent des quantités homogènes à des fluctuations de vitesse.

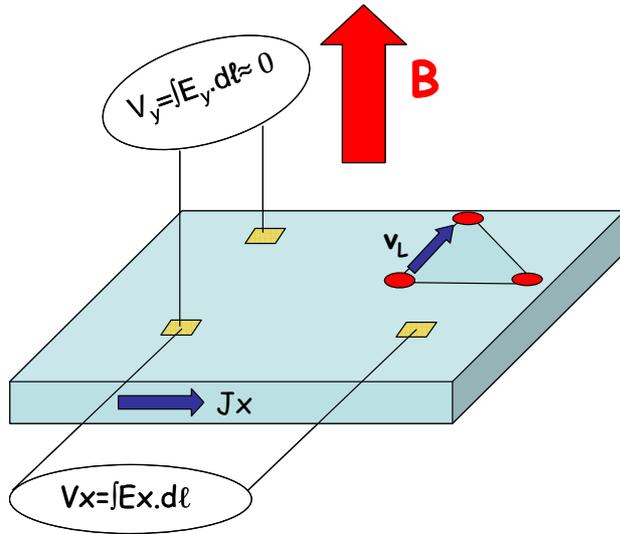


Figure 31 : Géométrie expérimentale permettant de mesurer les fluctuations croisées de vitesse des vortex. V_L est la vitesse de ligne des vortex. Même si la tension moyenne V_y est quasi nulle, il existe des fluctuations δV_y du même ordre de grandeur que δV_x .

Une première difficulté est d'extraire d'une mesure de bruit de tension ce qui correspond aux fluctuations de vitesse [CLE80, PLA90]. La géométrie utilisée est celle de la figure 31. La tension mesurée entre deux points a et b est $V = \int_a^b E \cdot d\ell$. Le développement de l'équation de Josephson à deux dimensions donne :

$$\begin{aligned} E_x &= v_{Ly} \times B \\ E_y &= v_{Lx} \times B \end{aligned}$$

L'angle de Hall est très faible dans l'état mixte, comme on le vérifie expérimentalement ($E_y < 1 \text{ nV/mm}$ à comparer à $E_x \approx 1 \mu\text{V/mm}$ dans le Pb-In), les vortex bougent à angle droit du courant de transport et le champ électrique moyen est alors aligné avec celui ci.

$$\begin{aligned} E_x &\approx v_{Ly} \times B \approx \rho_{ff} (J - J_c) \text{ en flux-flow} \\ E_y &= v_{Lx} \times B \approx 0 \end{aligned}$$

Par contre, rien n'empêche les fluctuations du champ électrique d'avoir une symétrie différente et beaucoup plus isotrope, comme par exemple pour des fluctuations turbulentes lors d'un écoulement fluide. De manière générale, comme $v_{Lx} \approx 0$, on obtient :

$$\begin{aligned} \delta E_x &= \delta v_{Ly} \times B + v_{Ly} \times \delta B \\ \delta E_y &= \delta v_{Lx} \times B + v_{Lx} \times \delta B \approx \delta v_{Lx} \times B \end{aligned}$$

Une fluctuation δV peut donc venir de fluctuation magnétique δB et/ou de vitesse δv_L . On est donc *a priori* capable de mesurer, via le bruit de tension, les fluctuations de vitesse dans les deux directions du plan et les fluctuations de champ magnétique. Ces dernières peuvent également être mesurées indépendamment, offrant ainsi une bonne vérification des équations déduites de la relation de Josephson. On peut finalement extraire le vecteur fluctuation de vitesse δv_L .

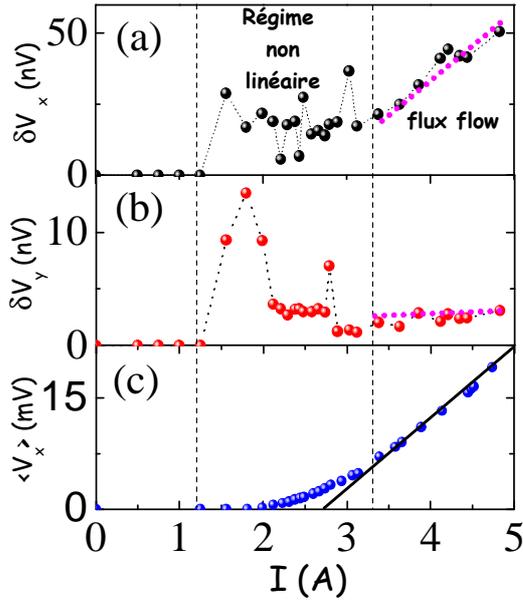


Figure 32 :
 $T=4.2\text{ K}$, $B=0.1\text{ T}$, échantillon Pb-In

- (a) bruit de tension longitudinal
- (b) bruit de tension transverse
- (c) Caractéristique $V(I)$

Nous ne parlerons que de l'analyse en régime de flux-flow, c'est-à-dire pour des forts courants où $dV/dI = \text{cte}$, et où le réseau de vortex à un mouvement *en moyenne* homogène. On observe dans ce régime $\delta V_x = \text{cte}_1 + \text{cte}_2(I-I_c)$ et $\delta V_y \propto \text{cte}_3$ (fig.32), où $\text{cte}_{1,2,3}$ sont des constantes.

Ceci est cohérent avec l'équation de Josephson, où δV_y ne comporte pas de dépendance en vitesse et ne varie donc pas avec le courant. C'est une pure mesure de fluctuation de vitesse.

Comme $v_{Ly} = E_x/B = \rho_{ff}(J-J_c)/B$, la variation de δV_x en fonction de $(I-I_c)$ s'identifie au terme $v_{Ly} \times \delta B$. On en déduit la valeur de δB que l'on peut comparer avec une mesure directe des fluctuations de flux via une bobine entourant l'échantillon (fig. 32). L'accord est très satisfaisant et conforte la méthode de mesure (fig. 33).

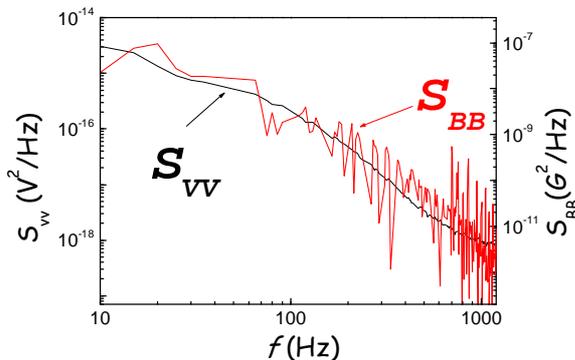


Figure 32 : Bruit de tension et de champ magnétique pour $B= 0.1\text{ T}$. Les spectres sont identiques mais non corrélés. L'intégration de S_{BB} donne $\delta B \approx 3,2\ \mu\text{ T}$.

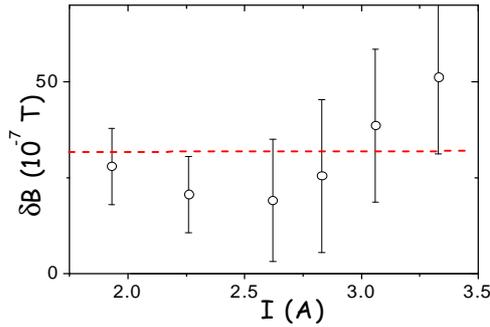


Figure 33 : Comparaison entre δB donné par l'intégration de S_{BB} (points) et δB extrait de la pente de la pente $d(\delta V_x)/dI$ (trait pointillé).

De cette analyse, on déduit la variation des composantes du vecteur δv_L en fonction de la vitesse moyenne du réseau (fig.34).

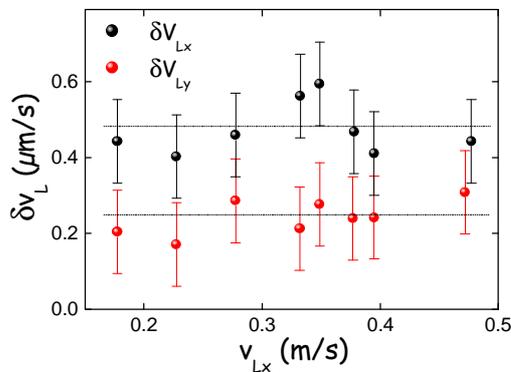


Figure 34 : Les deux composantes des fluctuations de vitesse en fonction de la vitesse moyenne du réseau. Les traits pointillés sont des guides pour les yeux.

Les fluctuations relatives de vitesse des vortex sont très petites, de l'ordre de $\delta V_L/V_L \approx 10^{-6}$. L'écho de spin pouvait résoudre des fluctuations relatives d'environ 10 %, ce qui explique que le réseau de vortex en mouvement est toujours vu très ordonné par les techniques de diffraction. Un résultat important est que les fluctuations sont indépendantes de la vitesse. En utilisant un moyennage statistique classique, on trouve un fluctuateur de taille $\sqrt{C_x C_y} \leq 1 \mu m$, en accord avec la littérature [PLA93]. Le calcul donne un fluctuateur quasi-isotrope $C_x/C_y \approx 1 \pm 0.3$, qui n'est pas influencé par la direction du mouvement moyen des vortex. Comme les fluctuations de vitesse sont isotropes, il n'y a pas d'évidence de canaux qui confineraient les fluctuations dans une direction. Le bruit n'est donc pas d'origine dynamique et montre peu d'influence des interactions volumiques entre les vortex et le matériau. Il reflète plutôt les distorsions liées au réseau statique ancré.

Il est possible de montrer directement que ces distorsions ne peuvent être que superficielles, en étudiant un régime très particulier du diagramme de phase d'un supraconducteur de type II : Le régime de supraconductivité de surface.

I-6d La supraconductivité de surface, sa caractérisation et son bruit de vortex

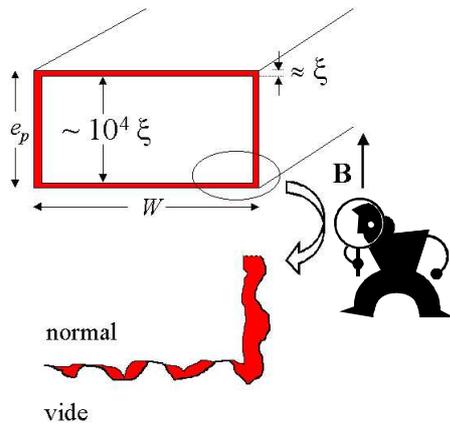


Figure 35: Schéma de l'échantillon en régime de supraconductivité de surface. L'échelle typique de nucléation est ξ . ($\xi \approx 30$ nm dans nos échantillons de Niobium à 4.2K)

Le régime de supraconductivité de surface a été théoriquement établi par de Saint James et de Gennes [SAI63]. Pour $B_{c2} < B < B_{c3}$, il existe un état de plus basse énergie que l'état normal où la supraconductivité se nucléé sur une épaisseur $\xi^* \approx 0.7 \xi$ (fig.35). Le volume est lui dans l'état normal, comme en atteste les courbes expérimentales de la figure 36 mesurées sur un échantillon de Nb pur ($T_c = 9.2K$). La chaleur spécifique, ainsi que la résistance différentielle dV/dI à fort courant²¹, montrent que la supraconductivité se nucléé en volume pour $B < B_{c2} = 0.29$ T.

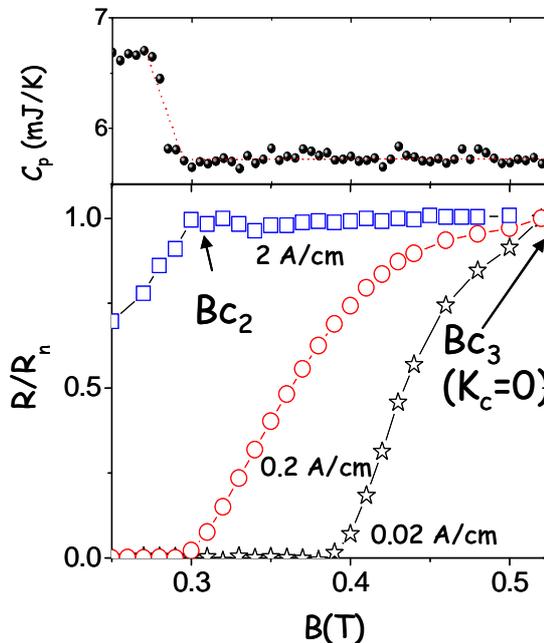


Figure 36 : En haut, la chaleur spécifique en fonction du champ magnétique mesurée à 4.2K. La transition volumique est à $B_{c2} = 0.29$ T. En bas, la résistance normalisée mesurée sous plusieurs courants. On observe les non linéarités à petit courant à cause du courant critique existant en régime de supraconductivité de surface.

²¹ Il existe un courant critique $I_c \sim 2 \cdot (W+t) \cdot K_c$ pour $B_{c2} < B < B_{c3}$ ($W, t =$ largeur, épaisseur), donc le régime de supraconductivité de surface possède des propriétés de transport électronique non ohmique, exactement comme l'état mixte. La transition à B_{c2} est souvent difficile à voir et on peut facilement la surestimer en examinant des mesures faites avec un faible courant $I < 2 \cdot (W+t) \cdot K_c$. $R = 0$ peut être observé même si $B > B_{c2}$.

Par contre, les mesures sensibles au courant critique telle que l'aimantation montrent une hystérésis jusqu'à $B^* \approx 0.52T$ (fig.37). Ce champ critique définit la fin de la supraconductivité de surface en accord avec la prédiction *Saint James- De Gennes* ($B^* = B_{c3} \approx 1.7 B_{c2}$).

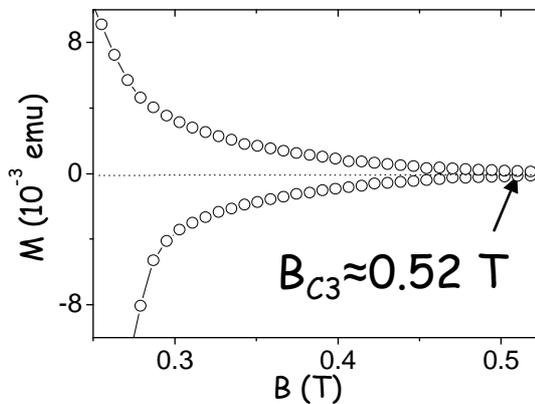


Figure 37 :
Zoom sur un cycle d'aimantation dans du Niobium pur à $T= 4.2 K$. L'hystérésis ne se referme pas à $B_{c2}= 0.29 T$, mais à B_{c3} , même s'il est souvent difficile à voir car bien plus petit que l'hystérésis de l'état mixte.

La supraconductivité de surface se nucléé strictement sur les faces parallèles au champ magnétique. En pratique, il est peu probable qu'une surface soit idéalement lisse à l'échelle de ξ , et la rugosité naturelle permet d'observer ce régime même pour B perpendiculaire aux grandes faces (voir la figure 35 pour une vue schématique) [MAT93]. C'est ce que nous avons conclu en mesurant une forte indépendance de K_c en fonction de l'orientation des vortex par rapport aux faces. On connaît assez peu de chose sur les causes de ce courant critique. Les calculs purement thermodynamiques [ABR64, PAR66], ne tenant pas compte de l'ancrage des vortex, donnent une valeur bien trop élevée par rapport à celle mesurée [HAR67]. Il a été prédit l'existence de petits vortex peuplant la surface : les vortex ou « flux-spots » de *Kulik* [KUL69, MON75]. Par analogie avec l'état mixte où le courant critique I_c est plus faible que le courant de brisure de paires, on peut penser que ce courant K_c est fixé par les mécanismes d'ancrage de ces petits vortex. Certaines expériences sont en accord avec ce point de vue [GOS70, MAT93] mais il est difficile d'imaginer avoir des véritables preuves de l'existence des vortex de *Kulik*.

Nous avons réalisé des mesures de bruit de vortex dans un régime de supraconductivité de surface. La majorité des modèles de bruit de vortex, ceux liés aux interactions entre vortex et pièges volumiques, conduisent à un bruit nul quand le volume est métallique. Comme conséquence assez logique, il n'y avait pas eu de mesures pour des champs supérieurs à B_{c2} . Celles-ci sont cependant très instructives.

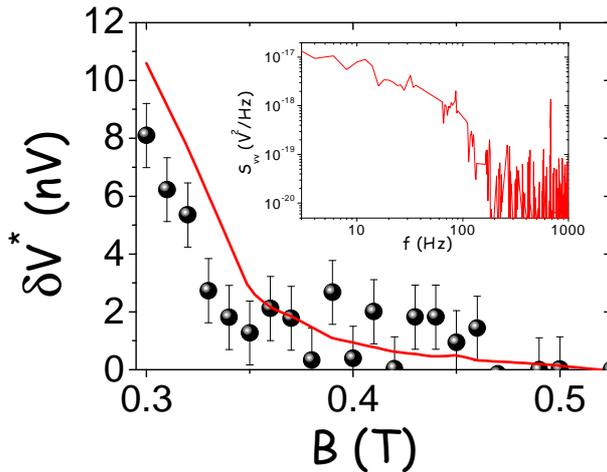


Figure 38 : Amplitude du bruit en régime de supraconductivité de surface (points). Le trait plein montre la variation relative du courant critique. En insert, un spectre de bruit typique en régime de supraconductivité de surface une lame de Nb ($B = 0.36\text{ T} > B_{c2}$, $T = 4.2\text{ K}$).

Le bruit de vortex en régime de supraconductivité de surface est faible mais tout à fait mesurable. Le spectre est parfaitement similaire à celui de l'état mixte. On peut remarquer sur la figure 38 que l'amplitude du bruit varie comme le courant critique. Comme le volume de l'échantillon est dans son état métallique, sa résistance est R_n indépendante du champ en première approximation et, en appliquant le modèle de fluctuations de surface, on en déduit une valeur de $\sqrt{C_x C_y} \approx 0.3\ \mu\text{m}$. Le bruit de vortex en supraconductivité de surface possède donc toutes les caractéristiques du bruit de l'état mixte, c'est-à-dire qu'un même mécanisme est en œuvre, confirmant que le volume ne joue pas de rôle dans le bruit de flux-flow.

I-6e La taille des fluctuateurs et le rôle de la rugosité de surface

Le modèle utilisé, celui de domaines aléatoires indépendants, de dimension C , répartis à la surface, ne se justifie que si l'on peut prouver que le bruit se moyenne bien comme $S^{-1/2}$, où S est la surface de l'échantillon. Ce test avait été validé dans le *Pb-In* [PLA93], et nous l'avons vérifié dans le *Nb* avec des échantillons de largeurs très nettement différentes²². Si la source de bruit vient des instabilités de têtes de vortex près de la surface, et que chaque instabilité crée une fluctuation de champ électrique, on peut calculer par un calcul classique la profondeur de peau δ associée qui ne dépend que de B et de i_c [PLA90]. On trouve que $\delta \sim C$ avec un bon accord (fig. 39) [SCO06].

²² Nous avons aussi vérifié que I_c varie bien comme la largeur de l'échantillon, montrant que le courant critique est homogène sur une surface et non concentré sur les bords comme cela peut être le cas s'il existe des barrières dues aux bords des échantillons [BEA63, ZEL94].

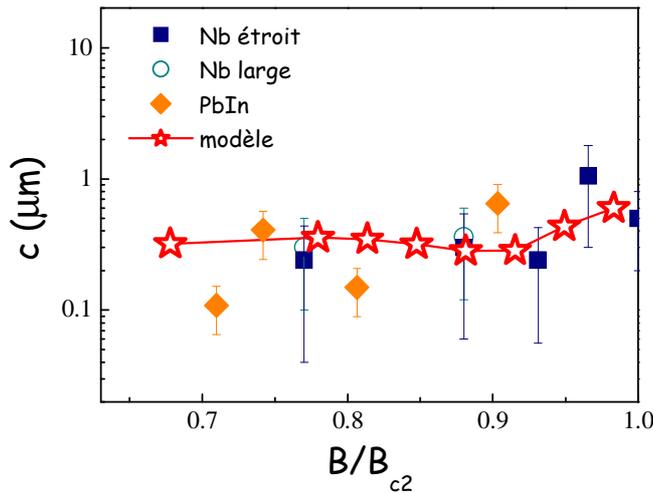


Figure 39 : Comparaison entre la taille des fluctuateurs C déduite des mesures et la modélisation comme venant d'instabilités de surface. Il n'y a pas de paramètres ajustables.

Nous avons ensuite travaillé sur les changements du bruit de vortex après modification de l'état de surface. Les deux grandes surfaces ont été bombardées par un faisceau d'Ar, accéléré à 600 V durant 30 min. A ces faibles énergies, les dégâts sont strictement superficiels et on estime par simulation (le code Monte Carlo SRIM/TRIM²³) une implantation limitée aux 30 premiers nanomètres. On observe d'ailleurs que les propriétés de volume, à savoir le champ critique B_{c2} , la température critique T_c (les deux sont mesurés par résistivité et chaleur spécifique) et la résistivité de l'état normal sont inchangés. Par contre, le champ critique de surface B_{c3} augmente significativement jusqu'à $B_{c3} \approx 0.6 T$, conduisant à un rapport apparent $B_{c3}/B_{c2} \approx 2$, bien au delà du rapport 1.7 de Saint James-De Gennes mesuré avant irradiation. Nous allons voir que les mesures de bruit montrent que le champ critique B_{c2} a été rendu inhomogène et plus élevé près de la surface, ce qui est une conséquence assez raisonnable des dégâts d'irradiation. Le rapport B_{c3}/B_{c2} en surface resterait alors voisin des 1.7, mais B_{c2} (surface) serait plus élevé que B_{c2} (volume).

Après irradiation, le courant critique augmente nettement, d'un facteur $\times 2.9$ dans l'état mixte, un peu plus que la rugosité de surface qui conduit à un angle critique mesuré par AFM de $\theta = 4 \pm 0.2 \text{ deg}$ à comparer avec $\theta = 2.3 \pm 0.2 \text{ deg}$ avant irradiation (fig.40).

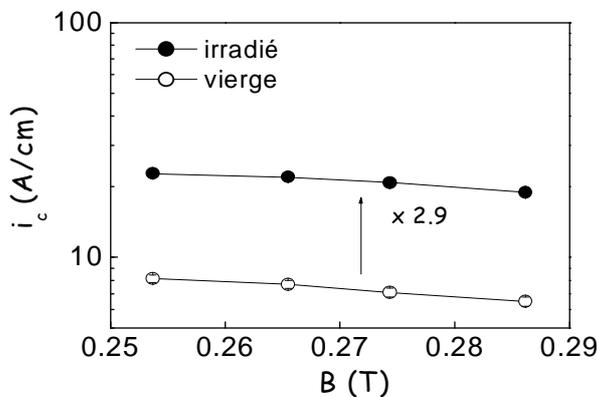


Figure 40 : Variation du courant critique en fonction du champ magnétique pour $B < B_{c2} \approx 0.29 T$ dans une lame de Nb avant et après irradiation des deux faces.

²³ <http://www.srim.org/>

Les principales conséquences de l'irradiation de surface sont :

- Une augmentation significative du courant critique dans l'état mixte et en supraconductivité de surface, expliquée par l'augmentation de la rugosité (fig. 41) et la modification des paramètres du condensat supraconducteur près des surfaces.
- Une augmentation du bruit après l'irradiation de surface, laissant la taille des fluctuateurs inchangés en supraconductivité de surface, mais l'augmentant significativement dans l'état mixte corrélativement avec une importante modification des spectres de bruit (fig. 42).

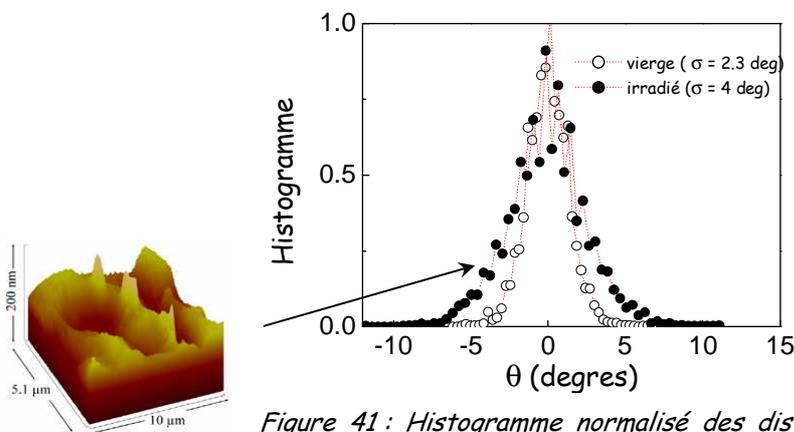


Figure 41 : Histogramme normalisé des distributions statistiques des angles de rugosité avant et après irradiation des surfaces dans une lame de Nb massif. La distribution est parfaitement Gaussienne pour la surface vierge, et légèrement plus large qu'une loi normale et asymétrique pour la lame irradiée.

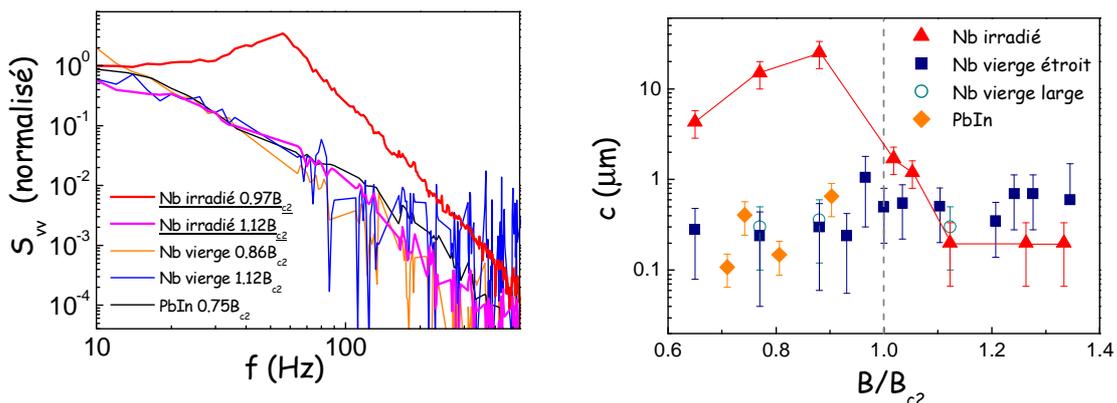


Figure 42 : A gauche, spectre de bruit de tension en flux-flow normalisés pour les comparer facilement. Tous sont similaires (Pb-In, Nb large, Nb étroit, Nb en supraconductivité de surface avant et après irradiation), sauf pour le Nb irradié dans l'état mixte. On note pour ce dernier une cassure du spectre pour $f^* \approx 60$ Hz.

A Droite, taille du fluctuateur en fonction du champ magnétique pour tous les échantillons mesurés, on trouve $c \sim 0.1-1 \mu\text{m}$ pour tous, sauf pour le Nb irradié dans l'état mixte. On note que pour ce dernier, c augmente dès $B < 1.15 \cdot B_{c2}$, ce qui est explicable par l'implantation ionique à la surface conduisant à $B_{c2 \text{ surf}} > B_{c2 \text{ volume}}$.

Le spectre observé dans l'état mixte après irradiation est très différent de celui observé dans tous les autres cas (fig. 42). En particulier, il montre une nette loi de puissance $S_{vv} \propto f^{-4.4}$ pour des fréquences $f > f^*$ et un bruit quasi-blanc voire une étonnante croissance de S_{vv} avec f pour $f < f^*$ dans le régime non linéaire de la $V(I)$. Nous n'avons pas de modèle précis, mais on remarquera que $C.f^*$ est homogène à une vitesse, et est toujours de l'ordre de grandeur de la vitesse du réseau quand il arrive en flux-flow homogène. On notera aussi que l'échantillon irradié montre une rugosité très renforcée pour des échelles 3-4 μm , ce que l'on montre en étudiant la densité spectrale de rugosité. Nous pensons que ces rugosités à grande échelle contribuent à ralentir les fluctuations par un effet de cage. On aurait des sauts collectifs des têtes de vortex dans des domaines de taille fixée par la rugosité, et autorisée par les interactions à longue portée du système réseau de vortex. Un effet spectaculaire se produit au passage en régime supraconductivité de surface où la taille d'un fluctuateur C retourne à sa valeur avant irradiation (fig.42), comme si les têtes de vortex réadoptaient une dynamique locale gouvernée par la rugosité à petite échelle. Ceci est en accord avec l'image que l'on se fait des vortex de *Kulik*, qui s'évanouissent très vite en volume et seraient très peu liés les uns aux autres.

On remarque également que C retrouve sa valeur avant irradiation pour $B \approx 1.15 B_{c2}$, comme si le champ critique B_{c2} près de la surface avait été augmenté (on rappelle que B_{c2} en volume est inchangé comme le montre les mesures de chaleur spécifique). L'explication est très vraisemblablement que l'implantation superficielle d'*Ar* a réduit le libre parcours moyen électronique ℓ , de sorte que la limite sale soit localement atteinte ($\ell < \xi$), conduisant à une diminution de $\xi \rightarrow 0.6 (\ell\xi)^{1/2}$ et à une augmentation de $B_{c2} \propto \xi^2$ [CAR63]. En plus d'une augmentation de rugosité, nous avons rendu les propriétés thermodynamiques de la couche de surface sensiblement différentes de celles du volume. Les mesures de bruit nous permettent d'avoir une mesure de cet effet [SCO06].

I-6f Des effets non Gaussiens aux vols de Lévy

Rien n'est réel sauf le hasard...

Paul Auster

Dans tous les résultats précédents (flux-flow, régimes non linéaires, échantillons irradiés...), nous avons systématiquement vérifié le caractère gaussien et stationnaire du bruit, condition nécessaire pour modéliser les résultats avec un modèle statistique classique. Comme il est résumé dans l'annexe B, le théorème de limite centrale montre que ces conditions sont en pratique (et heureusement pour la physique statistique...) peu restrictives dans des échantillons massifs. Des effets non Gaussiens peuvent néanmoins apparaître dans certains cas : Si le nombre de fluctuateurs devient petit par exemple, la mesure peut révéler les statistiques individuelles non Gaussiennes.

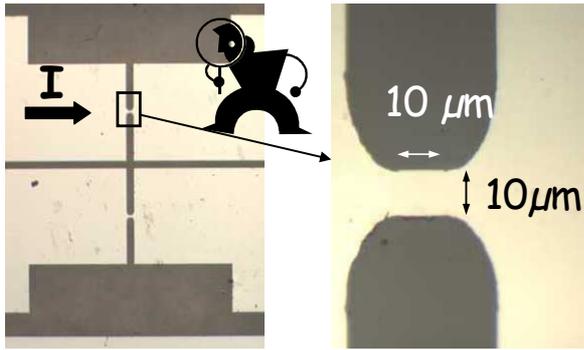


Figure 43 : Microponts de Niobium $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ (épaisseur=300 nm). Image au microscope optique

Nous avons étudié le bruit de vortex dans des microponts de *Niobium* (fabriqués par Catherine Villard de l'Institut Néel de Grenoble) (fig. 43). Afin de travailler avec des potentiels d'ancrage variables, ces microponts d'épaisseur 450 nm, de surface $10 \times 10 \mu\text{m}^2$, ont été gravés par faisceau ionique (fig.44 et 45). La technique est celle du Focused Ion Beam (FIB) et les gravures ont été réalisées par Bernadette Domengès au LAMIPS/CRISMAT de Caen (faisceau de Ga, 30 KeV, 2 pA, implantation ~ 10 nm). Les faces latérales ont été découpées ainsi que les faces supérieures.

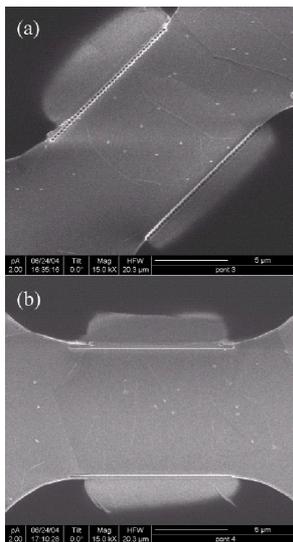


Figure 44 : Microponts de Niobium $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ (épaisseur=450 nm)

Image au MEB.

Les faces latérales des microponts ont été taillées par le FIB :

(a) dentelés

(b) lisses

300 nm

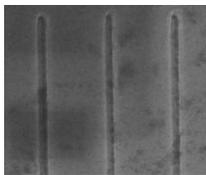


Figure 45 : Tranchées creusées avec un faisceau de Ga au FIB, espacées de 300 nm et profondes de 10 nm, sur la face supérieure.

Les résultats marquants sont les suivants. Le bruit de vortex en flux-flow varie comme $R_{ff}I_c$, exactement comme pour les échantillons massifs, indiquant un mécanisme bruyant par des instabilités de courant de surface, le courant critique étant quantitativement expliqué par la rugosité de surface. Par contre, la constante de proportionnalité est incompatible avec une taille physique de fluctuateur car $C < \xi$. Le mécanisme de moyennage statistique est donc brisé.

Nous avons alors étudié en détail les statistiques d'ordres supérieurs. Pour cela, nous avons mesuré des séries temporelles de 10 000 spectres séparés de $T_2 = 0.3 \text{ sec}$. Une fluctuation $S_{vv}(f_1, t)$ est ensuite traitée comme un signal avec sa propre représentation spectrale f_2 via le second spectre $S_2(f_1, f_2)$. C'est ce que l'on appelle « le bruit du bruit » [WEI88]. Les autres outils sont les histogrammes des fluctuations (pour connaître la forme de la distribution statistique) et la variation temporelle de la moyenne des fluctuations (comme un test d'ergodicité). Quelques explications plus techniques sont données en annexe B.

Pour un bruit Gaussien, S_2 est nécessairement un bruit blanc traduisant l'indépendance des fluctuations et le fait que toutes les informations sont dans les 2 premiers moments. L'histogramme est une loi normale et les fluctuations sont stationnaires. C'est ce que nous avons toujours observé pour les échantillons massifs, en flux-flow ou non. C'est que nous observons également dans les microponts, en flux-flow, et ce pour tous les états de surface (fig.46).

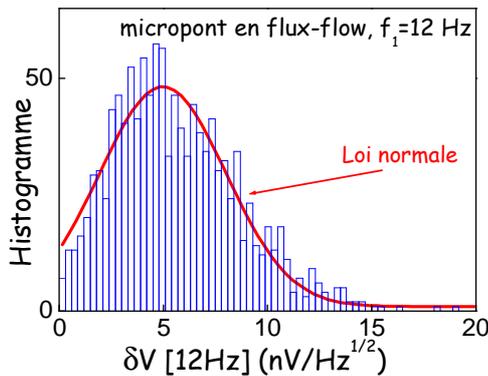


Figure 46 : Histogramme d'une fluctuation ($f_1=12 \text{ Hz}$) construit à partir de 10000 spectres de bruit de flux flow mesuré dans le micropont de Niobium vierge. La loi statistique est une normale, représentée en trait plein.

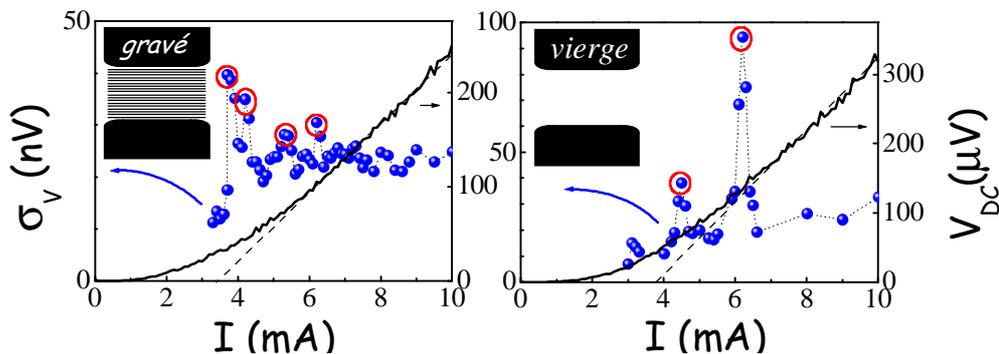


Figure 47 : Tension et puissance du bruit de tension en fonction du courant pour deux microponts de Nb ($T=4.2\text{K}$, $B=0.35\text{T}$). A gauche, la surface supérieure a été gravée au FIB. A Droite, la surface est vierge. Les ronds entourent les points de bruit fort, où la statistique est fortement non Gaussienne.

Cependant, au seuil de désancrage où tout le réseau n'est pas en mouvement, il existe des pics de bruits très intenses (fig. 47). Ces pics apparaissent à des valeurs de

courant reproductibles d'un cycle à l'autre, et sont extrêmement atténués quand les bords de l'échantillon sont lissés après traitement au FIB. Ceci suggère qu'ils reflètent une dispersion du courant critique dû à l'inhomogénéité de largeur. Les seconds spectres de bruit restent blancs, montrant que cet effet ne vient pas de l'apparition d'une corrélation entre les fluctuations. Les histogrammes montrent des distributions larges de type *Pareto* (fig. 48), très différentes d'une loi normale : ces pics présentent clairement un caractère non Gaussien. Ces lois larges décrivent des cas où des évènements rares peuvent dominer les processus²⁴. Une distribution *Pareto* $P(X) \propto 1/X^{1+\alpha}$ avec $\alpha < 2$ rentre dans le cadre des statistiques de Lévy [SCH95]²⁵. Dans notre cas, nous mesurons $\alpha \sim 0.4$ ²⁶.

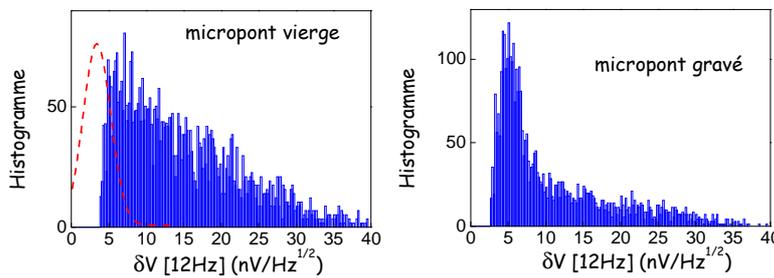


Figure 48 : Histogrammes montrant la distribution statistique non Gaussienne des fluctuations de tension (gauche, $I = 4.5 \text{ mA}$, droite $I = 6 \text{ mA}$, $T = 4.2 \text{ K}$ et $B = 0.35 \text{ T}$). En rouge est tracée une loi normale typique afin de montrer en comparaison la grande largeur des histogrammes non Gaussiens.

Les statistiques de Lévy sont utilisées pour décrire des cas de diffusion anormale. En ajoutant un potentiel d'ancrage fort, de effets de *vols de Lévy*, montrant une dynamique fortement non stationnaire, peuvent apparaître.

Pour l'échantillon gravé, on observe effectivement que les fluctuations deviennent non stationnaires, c'est-à-dire que leur moyenne n'est plus définie (fig.49). Nous pensons avoir mesuré des *vols de Lévy* dans la dynamique des vortex [SCOB06].

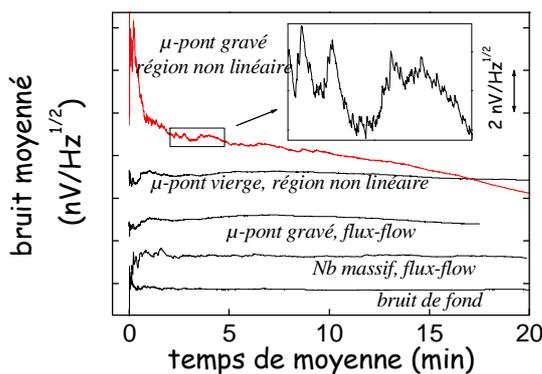


Figure 49 : Moyenne des fluctuations de tension en fonction du temps de moyenne. Tous les processus sont stationnaires sauf pour l'échantillon gravé qui montre une dérive de la moyenne. Nous l'interprétons comme un vol de Lévy.

²⁴ Cet effet se voit directement lors de la mesure avec de fortes instabilités sur l'amplitude du spectre qui montre soudainement des valeurs extrêmement intenses.

²⁵ On pourra trouver une approche extrêmement claire et pédagogique des vols de Lévy par François Bardou dans « proceedings of the Conference on Lévy processes: theory and applications (Aarhus (Denmark), 18-22 january 1999), O.E. Barndorff-Nielsen, S.E. Graversen and T. Mikosh (editors), MaPhySto Publication Miscillanea no. 11 (ISSN 1398-5957) », également sur <http://arxiv.org/abs/physics/0012049>.

²⁶ $\alpha \sim 0.4$ est une valeur très faible, signifiant que les processus sont dominés par un très petit nombre d'évènements intenses. On est proche du cas où une seule fluctuation domine la réponse.

I-6g Le Bruit à bande étroite (Narrow Band Noise)

Le Narrow Band Noise (NBN) n'est pas un bruit au sens premier. C'est un pic qui s'observe à une fréquence caractéristique, et qui démontre l'existence d'une modulation périodique dans le système. Le cas d'école pour l'étude du NBN est celui des ondes de densité de charges (ODC) [MON80]. C'est certainement la preuve la plus indiscutable, avec les pics de diffraction associés à la surstructure de l'ODC, que le courant est modulé périodiquement dans ces systèmes. Dans le cas des réseaux de vortex, l'observation de tels effets a été beaucoup plus rare. A ma connaissance, uniquement 3 publications ont reporté l'existence d'un NBN. La première par Heiden et collaborateurs qui ont observé des effets de temps de vol entre deux paires de contacts localisés près des bords d'échantillon [HEI77]. Les deux autres ont été D'Anna et collaborateurs dans un film d'YBaCuO [DAN95] et l'équipe de Maeda dans du Bi-2212 [TOG00]²⁷.

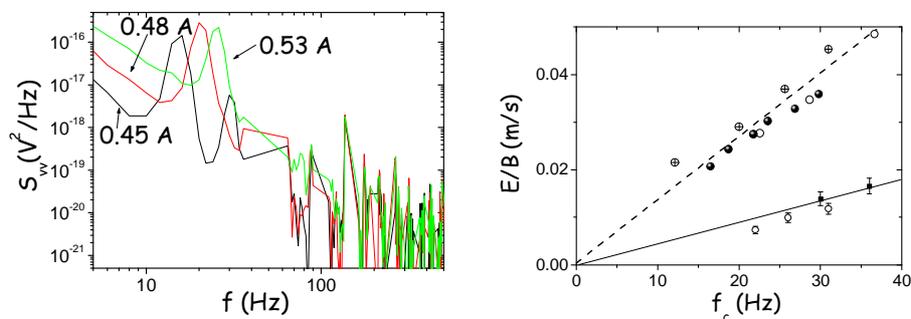
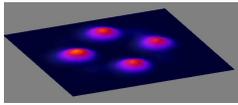


Figure 50 : A gauche, spectre de bruit du réseau de vortex dans une lame de Niobium pour différents courants I ($T=4.2K$, $B=0.28T$). On distingue nettement le NBN. A droite, E/B (m/s) en fonction de la fréquence f_c du NBN, les droites sont les pentes donnant respectivement 1.30 ± 0.05 et 0.35 ± 0.05 mm, à comparer avec $W= 1.25$ et 0.25 mm.

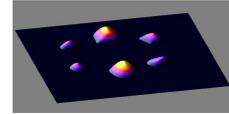
Dans les échantillons de Niobium suffisamment étroits, nous avons observé du NBN (fig. 50 gauche). Nous trouvons qu'il varie linéairement avec $(I-I_c)$, et donc sa fréquence caractéristique peut s'écrire $f_c \approx V_L/d$, où d est la période spatiale de l'oscillation (fig. 50 droite). Des harmoniques sont quelques fois observées. On trouve $d \approx W$, la largeur de l'échantillon [PAU09]. Malgré la simplicité de cette expression, l'interprétation de cet effet est loin d'être claire. Ce n'est pas un effet type washboard comme dans les ODC qui donnerait la période du réseau comme distance caractéristique. On peut penser à des dislocations nucléées au bord de l'échantillon et se propageant avec le réseau, ou bien à une onde stationnaire (même si cette dernière interprétation semble plus difficile à comprendre avec les vortex qui défilent dans un sens fixé par le courant). Clairement, cet effet intéressant est à étudier avec plus de détails.

²⁷ La rareté du NBN n'est vraisemblablement pas liée à un phénomène fondamental, mais plutôt à la fenêtre expérimentale très réduite qui permet son observation [PAU09].

I-7 La structure des réseaux de vortex par diffraction neutronique



*L'important, c'est de savoir ce qu'il faut observer.
Edgar Allan Poe - Extrait des Histoires Extraordinaires*



Quand on effectue la mesure d'une propriété physique, l'échantillon est une boîte noire. Dans le cas d'un supraconducteur, nous avons vu qu'un changement de propriété est bien souvent interprété par une transformation de la structure même du réseau de vortex, par exemple lorsque ce dernier est mis en mouvement lors de la mesure d'une $V(I)$ [GIAM02]. En comparaison, il n'existe que très peu d'expériences permettant d'observer ces éventuels changements. L'idéal est de mesurer, par diffraction²⁸, le réseau de vortex dans les mêmes conditions que celles des mesures. Dans notre cas, la diffraction est magnétique et les plans réticulaires plus éloignés que les plans atomiques, d'où l'utilisation de la technique de diffraction de neutrons aux petits angles (DNPA en français et SANS pour Small Angle Neutrons Scattering en anglais). C'est une technique historique pour les réseaux de vortex car elle a apporté la première preuve expérimentale de l'existence d'un réseau de lignes de flux, tel que prédit par Abrikosov [ABR57].

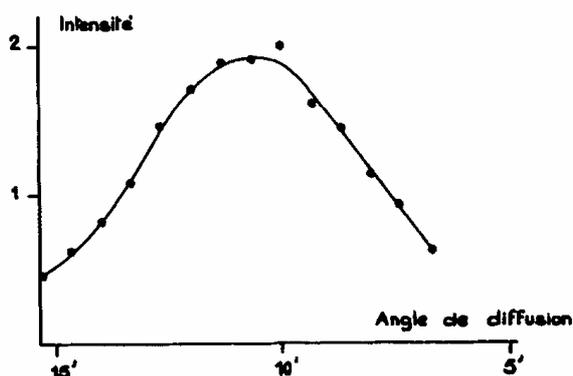


Figure 51 : Première observation du pic de Bragg du réseau de vortex dans du Niobium d'après [CRI64]. D'après l'auteur, « nous ne pouvons actuellement choisir entre un modèle de lignes de tourbillon et une structure Lamellaire ». Des expériences réalisées avec une meilleure résolution montreront que la structure est bien le réseau d'Abrikosov [CRI66].

A l'époque, il existait un modèle concurrent où un supraconducteur de type II était constitué d'une structure magnétique, lamellaire et périodique [GOO61]. De Gennes a suggéré que la technique de diffraction neutronique était la plus adaptée et que les ordres de grandeurs permettaient de réaliser l'expérience [DEG64]. La première mesure réalisée par Cribier et collaborateurs à Saclay a mis en évidence un pic de Bragg magnétique, donc la présence d'une structure périodique (fig.51) [CRI64]. Cribier et collaborateurs ont ensuite montré que cette structure était le réseau d'Abrikosov [CRI66], ce qui a été confirmé plus tard par une technique de décoration magnétique [ESS67]. Dans l'annexe A, je rappelle quelques aspects de la diffraction neutronique sur le réseau de vortex.

²⁸ La technique de décoration magnétique [ESS67], même si elle a l'avantage d'offrir une image dans l'espace direct, ne sonde que des petites parties de la surface des échantillons, trop petites pour reconstruire les fonctions de corrélation, et montre des limitations expérimentales intrinsèques qui limitent son utilisation aux champs voisins de B_{c1} . La technique de μsr (rotation du spin du muon) est également utilisée, permet d'avoir des informations sur l'arrangement local et la fonction de distribution du champ magnétique [MEN06], mais ne permet pas de faire la « cristallographie » du réseau de vortex.

I-7a L'interaction vortex-défauts étendus, le cas des plans de macles d'YBaCuO

Une des problématiques du réseau de vortex dans YBaCuO maclé était liée à sa structure particulière. YBaCuO est naturellement peuplé de défauts étendus que sont les plans de macles, espacés d'une distance proche de la distance inter-vortex (typiquement quelques centaines d'Angströms), que l'on pense responsables d'un effet d'ancrage fort des vortex. Les mesures de transport montraient une augmentation du courant critique dès lors que les vortex sont proches de la direction des macles. Parmi les modélisations proposées, il y avait une déformation des vortex qui préféreraient maximiser leur longueur le long du plan de macle même pour des champs magnétiques inclinés. Le gain en énergie pourrait venir d'un mécanisme d'ancrage de cœur [BLA91] ou d'un mécanisme ancrage magnétique [SON93]. La DNPA est le seul outil permettant de sonder les déformations de vortex en volume, et est donc la seule technique adaptée pour cette étude. Keimer [KEI93] et l'équipe de Ted Forgan [YET93] avaient déjà observé YBaCuO par DNPA, mais ne s'étaient pas intéressés en détail à la déformation du réseau²⁹. En étudiant longuement des échantillons massifs avec plusieurs densités de plan de macle, nous avons pu conclure les points suivants [SIM04].

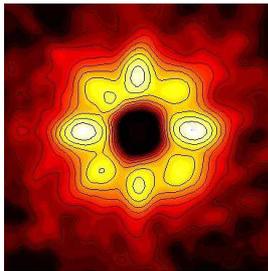


Figure 52 : Figure de diffraction du réseau de vortex dans YBaCuO fortement maclé ($T = 4.2\text{K}$, $B//\text{axe-c} = 0.1\text{T}$). Ce cliché peut être décomposé en plusieurs mailles symétriques par effet miroir des plans de macles, mais elles doivent être légèrement cisailées pour reconstituer la figure de diffraction.

- (i) L'interaction entre les vortex et les plans de macle est bien la cause d'une déformation des vortex qui ondulent pour rester au maximum alignés avec les plans de macle.
- (ii) Pour un champ inférieur à un champ critique, la maille élémentaire du réseau est elle-même déformée à cause des courants de bord circulants le long des plans de macles (fig.52). Nous avons proposé que l'augmentation de I_c quand les vortex sont alignés avec les macles vienne essentiellement de cet effet.

I-7b Ce que nous apprennent les neutrons sur l'effet de pic : le cas de Bi-2212 et de NbSe₂

Pour ces expériences, la problématique était d'essayer d'apporter des informations sur un éventuel lien entre la structure du réseau de vortex et un phénomène encore mal compris : l'effet de pic. Ce dernier est une remontée spectaculaire

²⁹ La problématique était essentiellement de savoir si l'apparente symétrie carrée du réseau venait d'une symétrie d du paramètre d'ordre supraconducteur [KEI93] ou bien des plans de macles [YET93].

du courant critique en fonction du champ magnétique, alors qu'il est généralement décroissant jusqu'à B_{c2} . Les premières observations de cet effet ont été réalisées au début des années 60 [LEB61, BER61]. Les modèles les plus populaires d'ancrage des vortex associent cette remontée du courant critique à une transition vers un état désordonné du réseau [GIAM02]. Le détail de cet état dépend des théories, mais l'idée centrale est celle proposée par Pippard dans les années 60 [PIP69]. Le modèle de Pippard était basé sur la divergence des coefficients élastiques au voisinage de B_{c2} . Le réseau de vortex devient alors mou, et donc plus sensible au désordre, conduisant à l'effet de pic. Plus récemment, une transition de phase du réseau de vortex vers un état désordonné (liquide, amorphe ou vitreux) a été proposée³⁰. Un peu plus précisément, l'idée généralement admise est que l'effet de pic marque la fusion du réseau de vortex via une prolifération de dislocation [GIAM95]. La longueur de corrélation dans le verre de Bragg est R_a , une fonction décroissante de B , signifiant que le désordre effectif augmente avec le champ. Celui-ci ne peut augmenter indéfiniment tout en préservant une structure de réseau et un critère de Lindemann donne une fusion pour $R_a \sim 20.a_0$ [KLE01].

Une telle analyse se trouve confortée par les expériences de DNPA. Les expériences de Cubitt et collaborateurs [CUB93] et de Klein et collaborateurs [JOU99, KLE01] montrent une disparition de l'intensité diffractée au début de l'effet de pic dans Bi-2212 et dans KBaBiO. Ces expériences sont à notre connaissance les seules indications directes que l'effet de pic marquerait une transition vers un autre état de la matière vortex, un état extrêmement désordonné. En particulier, ces données ont été analysées par la théorie du verre de Bragg, et il a été conclu que la décroissance de l'intensité et son annulation au second pic est explicable dans ce cadre [KLE01]. Cependant, cette conclusion ne peut être qu'indirecte. Pour prouver que le réseau est réellement désordonné, il faudrait observer dans l'état vitreux un anneau de diffusion du type Debye-Scherrer (désordre d'orientation) et/ou un élargissement des pics de Bragg (désordre de position). L'absence d'intensité ne permet pas de trancher. Bien sûr, on ne peut pas exclure que le réseau soit tellement désordonné qu'il n'y aurait plus aucune signature détectable en diffraction, mais la densité moyenne devrait être respectée, comme dans un liquide, et donc un pic de corrélation devrait être observable. Une réponse plus claire ne peut venir qu'en optimisant au maximum l'intensité. Pour cela, il faut un gros échantillon, de bonne qualité, et un flux de neutrons intense. Un impressionnant cristal de Bi-2212 nous a été fourni par Sacha Rykov (Radiation synchrotron center, Novosibirsk). En jouant également sur tous les autres paramètres (le spectromètre D22 à l'ILL qui possède un flux de neutrons extrêmement intense, et en changeant la collimation et la longueur d'onde suivant le champ magnétique), nous avons pu mesurer la chute d'intensité sur presque 3 ordres de grandeur, et pour des champs magnétiques B supérieurs au champ d'effet de pic B^* .

³⁰ Il est important de noter que l'effet de pic n'est pas observé de manière systématique. Par exemple, il n'est pas présent dans les meilleurs échantillons (les plus purs et les plus homogènes) de Nb ou de NbSe₂, ce qui semble totalement contradictoire avec l'idée d'un processus intrinsèque au réseau de vortex comme une fusion.

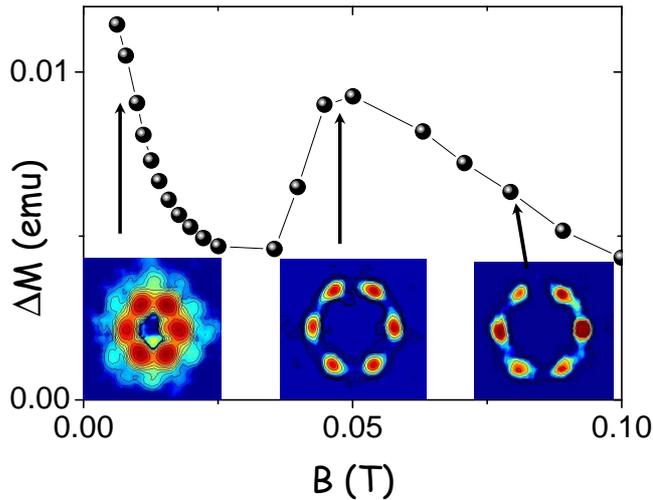


Figure 53 : Variation de l'aimantation irréversible ($\propto I_c$) de Bi-2212 en fonction du champ magnétique à $T=20K$. On montre également les images 2D des pics de Bragg du réseau de vortex dans le même échantillon mesuré à l'ILL.

La surprise vient du fait que l'on observe toutes les caractéristiques d'un réseau même au delà de l'effet de pic (fig. 53), et ce malgré la faible intensité (fig. 54) : Des pics de Bragg non élargis, centrés autour du vecteur de diffraction du réseau hexagonal, ainsi qu'un ordre orientationnel robuste. Ce résultat, clairement en désaccord avec les résultats précédemment publiés, est en particulier incompatible avec une transition ordre-désordre du premier ordre [PAU07].

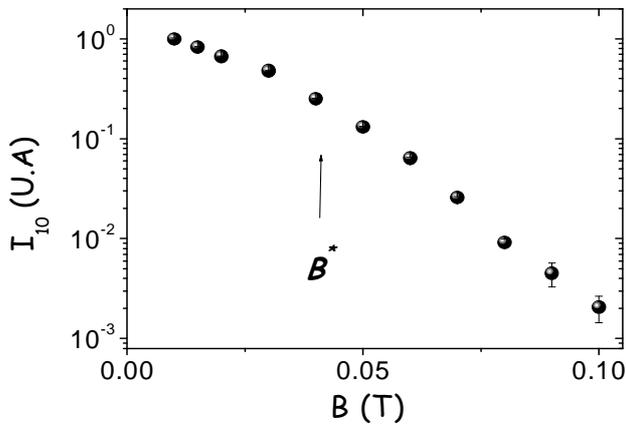


Figure 54 : Variation de l'intensité diffractée intégrée du premier pic de Bragg (10) en fonction du champ magnétique à 5K. B^* représente le champ d'effet de pic où le réseau devrait devenir totalement désordonné. L'intensité présente une valeur finie et les pics de Bragg restent bien définis et non élargis.

Il est difficile d'interpréter quantitativement les données. Malgré de nombreux travaux, les paramètres supraconducteurs des cuprates sont encore mal connus, surtout à basse température. On pense que B_{c2} est très grand (de l'ordre de 100 T), mais c'est par extrapolation des données hautes températures et bas champ. Cette valeur, et donc celle de ξ , est en fait très approximative. Il existe une polémique assez forte pour savoir si λ et ξ sont des fonctions du champ magnétique [HAR04, SON05], les résultats les plus argumentés tendant néanmoins vers l'affirmative [LAU06]. Dans le même ordre d'idée, il n'y a pas de consensus sur la symétrie du paramètre d'ordre supraconducteur des cuprates (une symétrie d , un mélange de symétries d et s ,...) et donc on connaît avec peu

de certitude les variations thermiques ou en champ magnétique des paramètres du condensat³¹.

Malgré ces restrictions, on peut quand même conclure que, utilisant les modèles usuels (voir l'annexe A) et les paramètres donnés dans la littérature, l'intensité diffractée mesurée semble bien trop faible par rapport à ce que l'on pense être une estimation « raisonnable ». On peut invoquer beaucoup de raisons (le caractère 2D qui est mal pris en compte, soit à cause d'effets de susceptibilité magnétique qui détruisent la modulation du champ, B_{c2} et donc κ sont beaucoup plus faibles que nous pensons ; nous ne mesurons qu'une partie du réseau de vortex, l'autre étant toujours en condition de Bragg mais désordonné³², ou bien avec des nouvelles conditions de Bragg, une partie du réseau ayant tourné), mais la conclusion la plus raisonnable est que, malgré un résultat intéressant, cette expérience n'est pas complètement concluante. Nos données et la décroissance de l'intensité observée ne semblent pas interprétables avec la théorie du verre de Bragg [PAU07], qui avait été utilisée pour expliquer une décroissance anormale d'intensité sans élargissement des pics de Bragg [KLE01]. Il ne faut pas oublier que les propriétés de transport du réseau FC³³ proche de l'effet de pic montrent beaucoup de métastabilité. Il serait donc très intéressant de comparer les différences de structure entre les états FC et ZFC, mais le fort courant critique à bas champ empêche de varier la densité de vortex en ZFC (les courants d'écrantage sont tellement grand que le champ ne pénètre que très partiellement). Toutes nos mesures dans Bi-2212 ont donc été réalisées en FC.

Comme il est difficile de conclure avec le Bi-2212, nous avons réalisé une expérience similaire dans un BT_c . $NbSe_2$ a certainement été l'échantillon le plus étudié, en tant que prototype de supraconducteur de type II présentant un effet de pic. En particulier, des études nombreuses et très détaillées de ses propriétés de transport ont été réalisées par les équipes de E. Zeldov [PAL02], S. Bhattacharya [MAR02] et E. Andrei [DOG05]. Les conclusions les plus importantes sont les suivantes :

- (i) Les propriétés de transport anormales observées près de l'effet de pic viennent d'une coexistence entre deux zones de courant critique très différent et séparées spatialement.
- (ii) Cette coexistence est fortement métastable.
- (iii) On suppose que la zone à fort courant critique est un état très désordonné du réseau de vortex, qui serait gelé en traversant l'effet de pic. Il n'y a pas de visualisation directe de cet état.

Nous avons donc réalisé une étude par DNPA du réseau de vortex dans un échantillon de $NbSe_2$ (Fe 200 ppm) de $T_c = 5.7K$ fourni par Shobo Batthacharya (Bell Labs et maintenant Tata Institute of Bombay).

³¹ Pour K.A. Müller, la symétrie serait d en surface mais avec au minimum une forte contribution s en volume, ce qui expliquerait les différences observées entre les sondes de type « champ proche » et les sondes volumiques [MUL02].

³² On ne peut pas non plus exclure qu'une partie du réseau est au contraire très ordonnée, donnant des largeurs de pic de la résolution instrumentale. Même si ce cas est *a priori* moins probable, il nous est arrivé de simplement manquer le pic de Bragg du réseau de vortex pour ces raisons dans $NbSe_2$.

³³ FC=field cooling (refroidissement sous champ magnétique) ; ZFC=zero field cooling (le champ magnétique est appliqué à basse température, généralement la température de mesure).

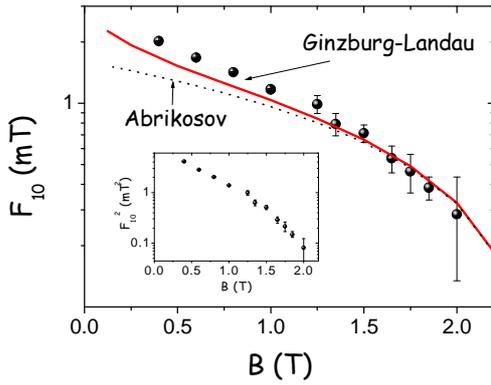


Figure 55 : Composante de Fourier de la modulation du champ magnétique interne déduite de l'intensité diffractée. En pointillé le calcul d'Abrikosov, en trait plein le résultat du calcul numérique de Ginzburg-Landau pour les paramètres $B_{c2}=2.5T$ (mesuré indépendamment) et $\kappa=12$.

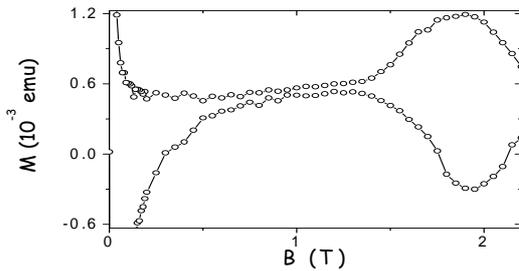


Figure 56 : Le cycle d'aimantation de $NbSe_2$, montrant l'effet de pic débutant à 1.45T (confirmé par des mesures de transport).

Les résultats sont similaires à ce que nous avons observé pour $Bi-2212$: il n'y a ni élargissement des pics de Bragg, ni chute brutale de l'intensité au champ caractéristique de l'effet de pic (fig. 55 et 56). Nous avons ici pu réaliser les mesures en ZFC, c'est-à-dire pour un réseau de vortex n'ayant pas traversé le pic, donc peu affecté par les fortes métastabilités. L'accord avec l'intensité théorique est cette fois satisfaisant (fig. 55). Une conclusion importante est qu'il n'y a pas de transition volumique du réseau de vortex « à l'équilibre » pouvant être associée à l'effet de pic.

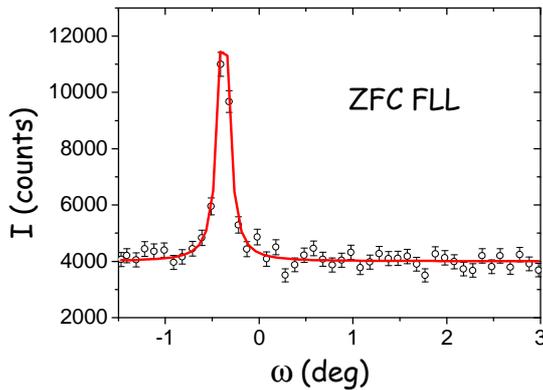
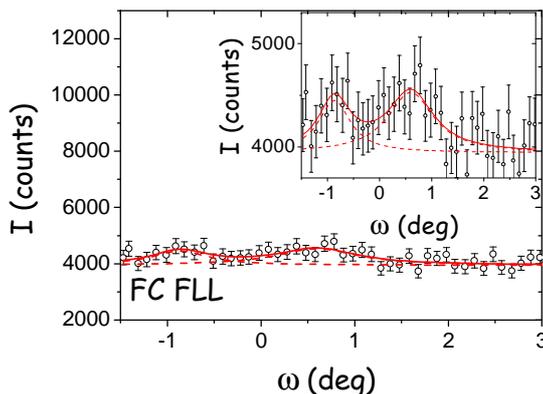


Figure 57 : Rocking-curves dues au réseau de vortex dans $NbSe_2$ pour $T=2K$ et $B=0.4T$. La seule différence est dans la préparation de l'état, en ZFC ou en FC. ZFC prépare un réseau de vortex de très bonne qualité, avec une RC très fine centrée sur son angle de Bragg théorique.



Par contre, l'état FC est très particulier, on arrive avec un effort sur la statistique à mettre en évidence 2 pics décentrés. Malgré l'impression visuelle, l'intensité intégrée est comparable à celle mesurée en ZFC, on mesure bien tout le réseau de vortex sans perte d'intensité due à un désordre incohérent.

Nous avons également étudié les différences de structure entre les réseaux FC et ZFC (fig. 57). Le pic de Bragg, associé au réseau ZFC, est bien résolu et parfaitement centré sur l'angle de Bragg théorique θ_B (on mesure 0.04 deg FWHM de plus que la résolution expérimentale calculée), ce qui montre un réseau bien ordonné.

La structure FC est elle extrêmement particulière et a été difficile à étudier. On observe deux pics, chacun tourné par rapport à θ_B . La largeur des pics n'est pas bien reproductible, par contre l'intensité totale intégrée est constante, aux incertitudes de mesure près, et est celle du réseau théorique [PAUB09]. Il n'y a pas de désordre observable en orientation, et nous n'avons pas trouvé de possibilités d'interprétation autres qu'une rotation du réseau de vortex par rapport à la direction du champ, rotation liée à des nappes de courants non dissipatifs, intenses et non symétriques (fig.58).

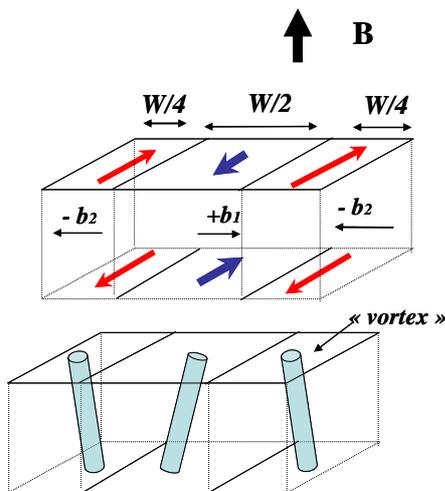


Figure 58: Distribution de nappe de courants superficiels pouvant expliquer la désorientation des vortex et les doubles pics en diffraction neutronique. Les valeurs des champs induits b_1 et b_2 correspondent bien aux valeurs des courants critiques mesurés [PAU05].

Nous avons pu étudier l'effet du courant de transport sur les différentes structures du réseau de vortex. L'effet le plus spectaculaire est sur le réseau FC. On observe une transition entre cet état à 2 pics de Bragg vers un état régulier à fort courant où l'on retrouve un pic de Bragg centré sur θ_B . L'interprétation est celle d'une polarisation progressive des courants sous-critiques superficiels (fig.59) [PAU05].

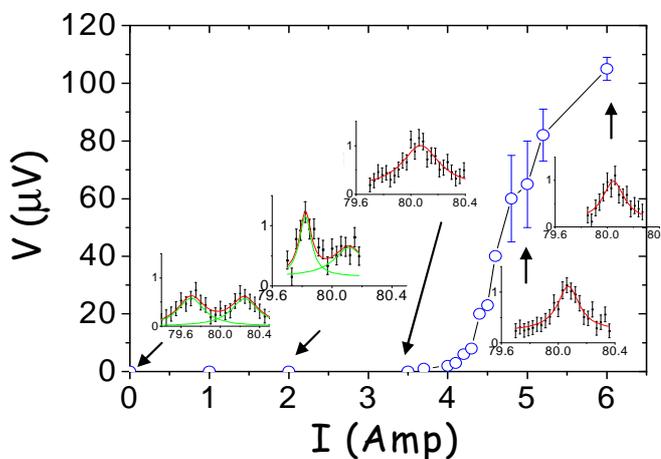


Figure 59 : $V(I)$ dans $NbSe_2$ (Fe 200 ppm) à 0.3T FC, 2K. Les rocking-curves correspondantes sont également montrées. Cette courbe est fortement irréversible, on ne montre ici que la branche montante pour ne pas surcharger la figure (la branche retour est totalement linéaire).

I-7c Un diagramme de phase dynamique ?

Nous avons vu qu'un très grand effort théorique a été réalisé pour traiter le cas de la dynamique des vortex comme un système modèle de transitions de phases en physique statistique hors équilibre. Les idées initiales étaient celles d'une cristallisation du réseau à forte vitesse [KOS94]. Ensuite, l'idée de caractéristiques vitreuses et de la formation de canaux rugueux est apparue [GIAM96], et nous avons vu que les mesures de bruit peuvent être une sonde expérimentale pertinente. De nombreuses phases ont été prédites et on peut rassembler l'ensemble des prédictions dans un diagramme de phase dynamique [SPE97, OLS98]. Une signature expérimentale serait une figure de diffraction anisotrope, avec des nombreux points communs avec les phases à ordre partiel observées dans les cristaux liquides (phases smectiques, hexatiques...voir l'annexe B page 117).

Nous avons déjà constaté que l'allure même des $V(I)$ montre que des ingrédients essentiels ne sont pas inclus dans les approches théoriques traitant uniquement les interactions volumiques, en particulier l'importance des distributions de courant près des bords d'échantillon. Malgré de nombreuses expériences de DNPA sur des échantillons variés ($Pb-In$, $Nb-Ta$, $NbSe_2$), nous n'avons pas observé de structures de réseaux de vortex exotiques ($B \approx 0.1-1T$, $T \approx 1.8-2K$ en He^4 superfluide). Dans nos échantillons, le courant modifie la distribution du champ magnétique en courbant les lignes de flux, mais une fois que cet effet est pris en compte, il n'y a pas de modification de la structure du réseau à la résolution des expériences de diffraction neutronique. Ceci nous conforte dans l'idée que le désordre volumique joue peu de rôle dans la dynamique des vortex dans les BT_c .

Nous avons cependant observé un cas particulier : dans un échantillon polycristallin de $Pb-In$, où l'on observe un anneau de diffraction à vitesse nulle³⁴. Ceci nous a permis d'étudier un cas où la mise en mouvement du réseau par application d'un courant surcritique entraîne une mise en ordre orientationnelle (fig.60).

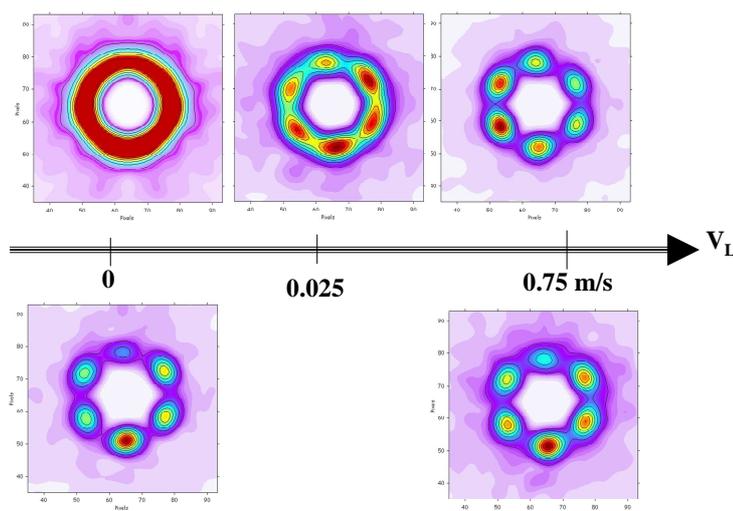


Figure 60 : Clichés de diffraction mettant en évidence la mise en ordre orientationnelle d'un polycristal de vortex dans $Pb-In$, en fonction de sa vitesse moyenne. Les clichés du bas représentent un état hors équilibre gelé en partant des hautes vitesses (en pratique, on coupe brutalement le courant).

³⁴ Un réseau de vortex peut être aligné par les faces latérales des échantillons ou par les axes cristallins dans le cas d'anisotropie électronique (même très faible). Le caractère polycristallin du matériau se reflète alors directement dans le caractère polycristallin du réseau de vortex.

A forte vitesse, on observe un réseau quasi parfait que l'on peut geler en coupant brutalement le courant. Cette mise en ordre orientationnelle fait penser à la transition de « cristallisation dynamique », avec une expulsion des dislocations, prévue théoriquement [KOS94]. L'état ordonné est cependant fortement métastable, on peut le geler mais un anneau de diffusion se reforme si le courant est redescendu par palier (fig.61). La structure stable est donc le polycristal de vortex dans cet échantillon.



Figure 61 : Image 3D de la figure de diffraction du réseau de vortex dans Pb-In polycristallin. A gauche, l'état stable désordonné, et à droite l'état gelé ordonné après avoir imposé un courant de transport important. Ces deux réseaux ont exactement le même courant critique et sont responsables d'une même $V(I)$.

De plus, quelque soit le réseau de départ, avec une orientation unique ou dégénérée, on mesure une même et unique caractéristique courant tension réversible et un même courant critique, ce qui signifie que ce désordre orientationnel et la présence de dislocation est négligeable en tant qu'ancrage au sens propre, et ce même dans les détails de la $V(I)$ (fig.62). La transition de cristallisation dynamique est hystérétique de part son caractère du premier ordre [KOS94], et n'est donc pas la transition observée dans cet échantillon.

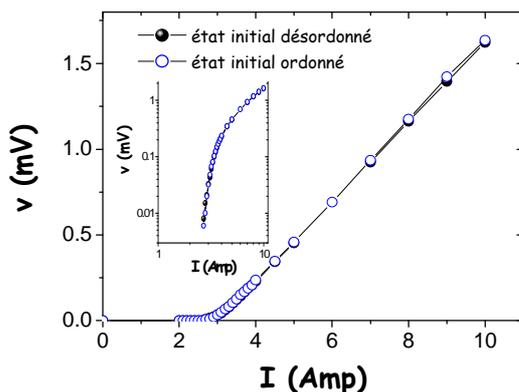


Figure 62 : Caractéristique courant tension dans Pb-In en partant d'un état à courant nul où le réseau est soit orienté, soit sans ordre orientationnel. L'insert montre la même courbe en log-log pour bien montrer la parfaite superposition des courbes.

Cette expérience montre donc que les effets d'orientation ont donc peu à voir avec les valeurs de courants critique et les vitesses effectives des réseaux de vortex, ce qui explique qu'un monocristal et un polycristal de Pb-In ont des courants critiques et des caractéristiques courant-tension tout à fait similaires.

I-8 Une très rapide conclusion sur les réseaux de vortex supraconducteurs

*The temptation to form premature theories upon insufficient data is the bane of our profession
Sir Arthur Conan Doyle, Valley of Fear*

Nos études sur l'ancrage et la dynamique des réseaux de vortex ont été réalisées en utilisant différentes techniques expérimentales, que ce soit des techniques de laboratoire ou des expériences sur des grands instruments, d'abord sur des supraconducteurs BT_c . D'une manière générale, nos résultats indiquent que le comportement du réseau de vortex est fortement contraint par les surfaces des échantillons. Il est alors possible de contrôler quantitativement le courant critique, et de traiter les problèmes de dynamique de vortex au sein d'un cadre relativement cohérent. Il ne faut pas oublier que, souvent, nous avons réexploré des concepts et des approches qui avaient été mis en évidence avant nous par d'autres auteurs, quelquefois avant la vague des HT_c , et dont l'importance avait peut être été négligée.

On peut se demander si ces mêmes concepts sont directement transposables pour les HT_c . Nos travaux sur ces derniers composés montrent que la réponse linéaire des réseaux de vortex et les $V(I)$ restent finalement très similaires à ce que l'on mesure dans les BT_c , et la diffraction neutronique suggère que le réseau de vortex est beaucoup plus robuste au désordre qu'il est souvent suggéré. Les valeurs même des courants critiques sont en accord avec un ancrage de surface. Quelques auteurs ont également remarqué la grande sensibilité du courant critique à l'état de surface dans $YBaCuO$ [FLI95], ou même l'indépendance du courant critique à l'épaisseur dans des échantillons pourtant irradiés aux ions lourds [IND00]. Même si les particularités des cuprates impriment leur marque à la physique des vortex dans les HT_c (fluctuations thermiques plus importantes, caractère 2D marqué), le rôle prépondérant des surfaces semble à nouveau essentiel pour comprendre la physique des vortex.

II- Transport et Bruit mésoscopique dans les oxydes

Il est des entreprises pour lesquelles la vraie méthode est un désordre intentionnel
Herman Melville

II-1 Problématique du bruit dans les oxydes

Les mesures de bruit que j'ai utilisées pour étudier la dynamique et l'ancrage des réseaux de vortex sont des outils d'étude qui peuvent s'adapter à des systèmes plus proches des thématiques historiques du laboratoire CRISMAT, que l'on peut résumer sous l'appellation d'« oxydes à propriétés remarquables » où d'« oxydes à fortes corrélations électroniques » selon son école. Souvent, faire du bruit permet de se faire remarquer, ce qui est, somme toute, une motivation comme une autre. Un autre raison est un peu plus scientifique. Dans des systèmes complexes et souvent hétérogènes³⁵, les propriétés physiques des matériaux sont difficilement interprétables sans prendre en compte les effets de désordre. Il devient alors intéressant de regarder des grandeurs autres que les moyennes, qui, par construction, lissent les détails : Ce qui est généralement une quantité sans intérêt devient alors une source d'information³⁶. Ces mesures des fluctuations sont appelées, peut être un peu restrictivement, des mesures de bruit.

Pour valider une mesure, c'est-à-dire savoir si elle est représentative du système étudié, un expérimentateur teste sa reproductibilité en la répétant, afin d'en déduire une moyenne et un écart type. Pour que la mesure soit pertinente, cette moyenne doit être invariante dans le temps et l'écart type, le bruit de mesure, doit être (beaucoup) plus petit que la moyenne. Dans le cas classique, on arrive à diminuer le bruit de mesure (hors résolution instrumentale) en effectuant beaucoup de moyennes. L'idée sous jacente est que les statistiques suivent des lois normales qui s'appliquent de manière très générale à des variables aléatoires indépendantes. Le théorème de limite centrale (*TLC* ou loi des grands nombres) nous apprend que très rapidement (quelques dizaines de moyennes), on observe une convergence vers une loi normale qui gomme alors tous les détails (voir l'annexe B). Certains cas mettent cependant en défaut le *TLC*. Il existe deux possibilités bien définies : travailler des variables non indépendantes et/ou effectuer un petit nombre de moyennes. Le premier point suggère que la notion de corrélation sera essentielle : est ce que les fluctuateurs sont indépendants ? Le deuxième point mets l'accent sur la taille de ces fluctuateurs. Prenons un matériau subdivisé en domaines (magnétiques, électroniques, ferroélectriques...), plus ceux-ci seront grands, plus leur nombre sera réduit dans un volume fixé, diminuant d'autant le nombre de moyennes par intervalle de temps. Une question importante est donc celle de l'existence de

³⁵ Hétérogènes est à prendre au sens large et ne signifie pas nécessairement chimiquement ou structurellement inhomogène. Une séparation de phase magnétique comme dans les manganites ou une mise en ordre de type stripes comme dans les Nickelates rendent le système macroscopiquement hétérogène. Pour des transitions de phase où le volume est contraint, par effet du substrat dans le cas des films minces, on a généralement une coexistence de phase étendue, et le système devient alors hétérogène au point de vue de ces propriétés physiques même si la structure reste ordonnée.

³⁶ Ce que résume "The noise is the signal", le fameux titre d'un article de Landauer (*Nature* **392**, 658 (1998))

domaines et de leur taille. De manière très générale, lorsqu'il y existe des interactions en compétition et éventuellement du désordre, le système peut choisir de se subdiviser en domaines pour relâcher les contraintes. C'est l'idée des longueurs de *Larkin* pour les vortex [LAR73], de *Fukuyama-Lee* pour les Ondes de densité de charges [FUK78], de *Imri-Ma* pour le modèle d'Ising en magnétisme [IMR75], c'est-à-dire une notion très générale. Il existe bien d'autres exemples où le système se subdivise en petites régions, allant de domaines très pratiques comme les amas de spins superparamagnétiques [BEA59] ou les ferromagnétiques [KIT46], les ferroélectriques [MER54, PAR05] ou plus fondamentaux comme les phases de *Griffiths* [GRI69, BRA87]. Si l'on ajoute les problématiques de séparations de phases dans les manganites [MOR99], les stripes dans les Nickelates et Cuprates [EME99], on se rend compte que quasiment tous les oxydes « à propriété remarquable » ont des raisons d'avoir des propriétés inhomogènes à une échelle que nous appellerons mésoscopique³⁷. De nombreux auteurs mettent en avant ce côté hétérogène comme fondamental à toute la physique des oxydes à propriétés remarquables³⁸.

En résumé, de nombreux systèmes se prêtent naturellement aux mesures de bruit et de fluctuations. L'idée est de révéler des mécanismes invisibles par les mesures des grandeurs moyennes. Les études seront de plus en plus pertinentes en diminuant la taille des systèmes étudiés. Pour des tous petits systèmes, l'accès à la cinétique d'un fluctuateur individuel peut être possible. En variant les variables d'état pilotables en laboratoire (T, H, P), il est alors possible de faire sonder des propriétés magnétiques et électroniques de domaines mésoscopiques. L'article « *Sorting out landscape by mesoscopic noise* » de *M.B. Weissman* [WEI97] résume bien la potentialité et l'esprit de ce genre de mesure.

Je vais présenter quelques exemples d'études réalisées ces 3 dernières années. A cause des sensibles différences entre les sujets, je dirai peu de choses sur le contexte scientifique associé à chaque matériau, on pourra pour cela se référer aux publications associées. L'idée est ici de montrer en quoi mesurer des grandeurs autres que les moyennes permettent de révéler des propriétés invisibles par des mesures classiques, en quoi elles sont (relativement) adaptables d'un système à un autre, et souvent pertinentes pour étudier les matériaux avec de multiples interactions en compétition. Les outils statistiques utilisés sont présentés dans l'annexe B.

³⁷ Il faut prendre ici le terme mésoscopique avec son sens premier, à savoir une échelle intermédiaire entre le macroscopique et le microscopique, pour nous entre la taille de l'échantillon et les distances interatomiques. Il n'est ici pas question de transport électronique quantique qui demande des outils expérimentaux, théoriques et des échantillons bien différents.

³⁸ On peut se référer aux articles de synthèse d'Elbio Dagotto (*Complexity in Strongly Correlated Electronic Systems*, [Science](#) **309**, 257 (2005), *Open Questions in CMR Manganites, Relevance of Clustered States, and Analogies with other Compounds Including the Cuprates*, *New J. Phys.* **7**, 67 (2005)). La conclusion essentielle est que, quelles que soient les raisons (phase de Griffith, séparation de phase, stripes...), il semble difficile de s'affranchir des inhomogénéités à l'échelle typique 10 nm-1000 nm pour comprendre les propriétés spectaculaires de ces systèmes. Ce point de vue est cependant encore discuté dans la communauté scientifique, en particulier pour le cas des Cuprates.

II-2 Le bruit du bruit des oxydes misfits de Cobalt

Les structures d'oxydes misfits sont constituées de deux sous-réseaux monocliniques possédant un rapport d'incommensurabilité b_1/b_2 [BOU96]. En dehors de cet aspect cristallographique intéressant, les oxydes misfits sont beaucoup étudiés pour leurs propriétés thermoélectriques [HEB01], car ils présentent un bon coefficient Seebeck tout en gardant le caractère d'un (mauvais) métal. Le cas d'école est celui de $Ca_3Co_4O_9$ ($[Ca_2CoO_3][CoO_2]_{b_1/b_2=1.62}$), qui affiche à température ambiante les valeurs $S \sim 120 \mu V/K$ et $\rho \sim 10-30 m\Omega.cm$ [MAS00]. Parmi les problèmes non résolus dans ce système se posaient la nature exacte de la phase basse température de type semiconductrice et l'existence ou non d'un ordre magnétique. Une onde de densité de spin était suspectée suite à des mesures de précession de muons [SUG03], celle-ci devrait rendre les propriétés électroniques très caractéristiques [GRU98]. J'ai donc mesuré sur les propriétés de transport d'un film mince de $Ca_3Co_4O_9$ mis en forme de micropont de taille $200 * 50 \mu m^2$.

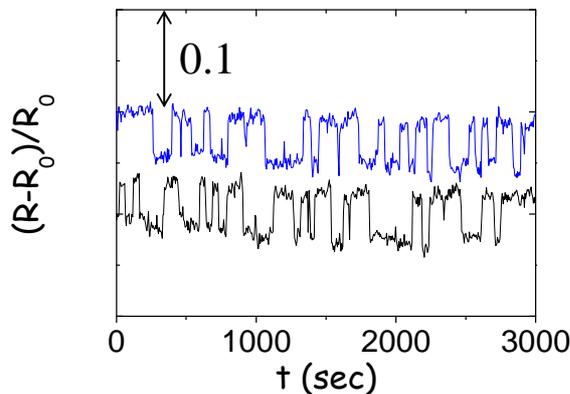


Figure 63 : Bruit télégraphique observé à 20 K, pour $B=14T$ (haut) et en champ nul (bas) dans un micropont de $Ca_3Co_4O_9$

L'étude des fluctuations de résistance est particulièrement instructive dans ce système. A basse température, on observe du bruit télégraphique important (fig.63). Ce bruit montre un changement de statistique avec un second spectre blanc, typique de fluctuations temporellement non corrélées pour $T > 20 K$, et des fluctuations très corrélées à plus basse température (fig.64).

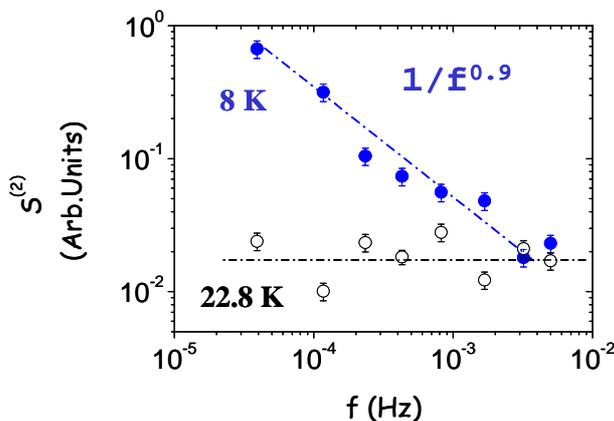


Figure 64 : Second spectre de bruit pour deux températures et en champ nul, montrant l'apparition de corrélations entre les fluctuations à basse température.

Ces effets peuvent être attribués à un état de verre de Coulomb, c'est-à-dire l'existence de charges localisées en présence de désordre et de fortes interactions électrons-électrons. Ceci est renforcé par l'étude des propriétés de magnéto-transport qui suivent les lois typiques d'un système à gap de Coulomb³⁹. Aucune signature typique d'une onde de densité de spin [GRU98] (transport non linéaire, fréquence washboard, résistivité activée) n'est observée. L'insensibilité des fluctuations au champ magnétique montre que les fluctuations ne sont pas associées à des domaines magnétiques. On apporte ainsi une réponse expérimentale négative à la question de la présence d'un éventuel ordre magnétique dans ce système.

La magnétorésistance (MR) est assez compliquée, avec hystérésis en champ lors du premier cycle. L'étude des relaxations de la résistance permet de montrer que cette MR est composée de deux composantes, l'une relaxant fortement et l'autre étant stable avec le temps. La relaxation observée est non exponentielle, caractéristique d'un système avec plusieurs temps de relaxation. Elle ne montre cependant aucun effet de vieillissement, c'est-à-dire que les caractéristiques de la relaxation ne dépendent pas de l'âge du système⁴⁰ (fig. 65). La relaxation n'est donc pas de nature vitreuse. On pense plutôt à des clusters superparamagnétiques, de magnétorésistance intrinsèque négative par diminution du désordre de spin avec la polarisation magnétique. Comme le bruit montre un caractère fortement non Gaussien et ne dépend pas du champ magnétique, on le considère d'origine purement électronique et découplé du désordre magnétique [PAUB05].

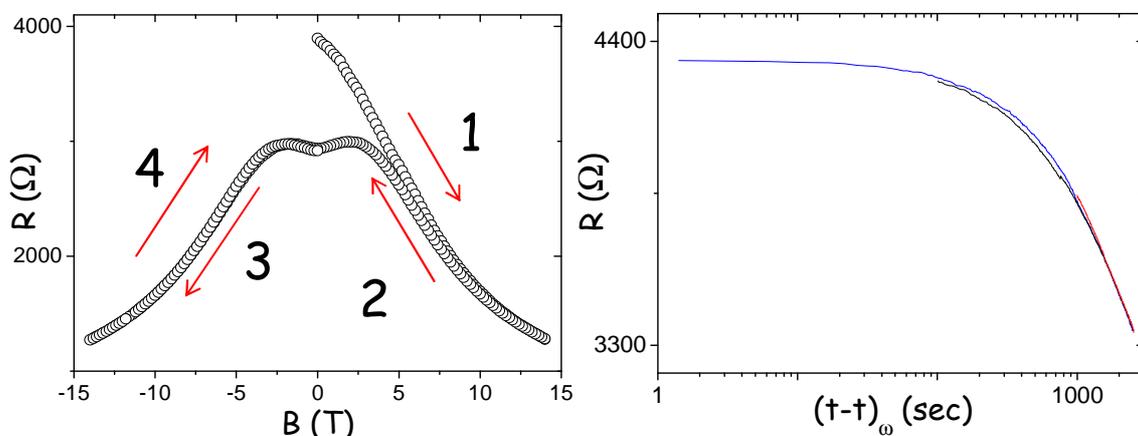


Figure 65 : A gauche, un cycle de magnétorésistance après thermalisation à $T=10K$. A droite, la relaxation de la magnétorésistance (thermo-rémanente après $2T$) en fonction de $t-t_w$ (t_w est le temps d'attente avant la coupure du champ de $1T$, $t_w=1, 100$ et 1000 sec) pour différents temps d'attente. La bonne superposition des courbes montre qu'il n'y a pas de vieillissement.

³⁹ L'idée du *gap de Coulomb* est due à *Efros et Schlovskii* [EFR75] qui ont montré que des états localisés avec interaction coulombiennes n'ont pas de densité d'état fini au niveau de Fermi. Une conséquence expérimentale est une loi de Mott modifiée $\rho \sim \exp(T)^{-1/2}$. Dans la limite d'un désordre fort, on parle de *verre de Coulomb*, généralement observé dans les semiconducteurs dopés à basse température [MAS95].

⁴⁰ Une manière de montrer des propriétés vitreuses est de regarder si le système vieillit, donc est bien continuellement hors équilibre, ce que l'on ne retrouve pas dans une relaxation simple où le système tend vers l'équilibre [VIN07].

II-3 Le bruit de stripes : avalanche et anticorrélation

Le mot stripes est apparu récemment dans le domaine de la physique de la matière condensée. Les stripes, ou phases zébrées, découlent d'interactions en compétition ce qui, de manière très générale, conduit à des phénomènes de séparation de phases. Dans la problématique des isolants de Mott dopés, les interactions antiferromagnétiques entre ions magnétiques et l'énergie Coulombienne entre charges tendent à localiser les électrons. L'énergie cinétique des trous (dopés) est, quant à elle, une énergie qui tend à délocaliser les charges. La conséquence est une ségrégation spatiale entre des bandes des charges dopées et des bandes antiferromagnétiques isolantes [KIV98]. Par rapport à un liquide électronique (un liquide de Fermi) par définition isotrope, l'existence de stripes brise la symétrie d'orientation. L'existence de cette brisure de symétrie a permis une classification en analogie avec les cristaux liquides avec une appellation de nématique électronique [CAR06]. Des évidences d'une telle symétrie ont été observées dans les cuprates via une distribution anisotrope des excitations magnétiques dans l'espace réciproque [HIN08], même si le rôle de cette anisotropie électronique pour le mécanisme de la supraconductivité reste largement débattu (les avancées récentes montrent un paramètre d'ordre caché de nature magnétique, formé de des moments orbitaux induits par des nano-boucles de courants dans les plans Cu-O [FAU06]). La diffraction est la sonde idéale pour mettre en évidence une symétrie particulière, les neutrons étant privilégiés pour les mises en ordre de spins et la diffraction des rayons X pour leur pendant électronique. Comme il est question d'un d'état électronique très particulier, on peut s'attendre à des conséquences importantes sur le transport électronique. L'apparition de propriétés de transport non-linéaire pourrait en être une. Même si les origines sont sensiblement différentes, les modulations de stripes peuvent faire penser à une onde de densité de charges (ODC). Comme pour les ODC (et les vortex), un ancrage/désancrage de stripes, ainsi que les propriétés associées de non linéarité ont été prédites [SMI98]. Une seule expérience avait montré des $V(I)$ non linéaires interprétées comme une preuve d'une telle dynamique collective [YAM99], mais, vue les puissances Joule extrêmement importantes impliquées dans les mesures, le caractère intrinsèque de l'effet a été fortement mis en doute [LAV03]. J'ai donc entrepris une étude du transport électronique dans un monocristal d'oxyde de Nickel $La_2NiO_{4.14}$ fourni par F. Giovanelli et N. Poirot du laboratoire LEMA de Tours. $La_2NiO_{4.14}$ a été étudié en détail par le groupe de Tranquada qui a montré une mise en ordre des charges et des spins de type stripes, à des températures respectives voisines de 200K et de 110 K [WOC98].

Le désordre cationique est responsable d'une mauvaise conductivité thermique dans les oxydes de Nickel, c'est d'ailleurs un problème très général dans les oxydes non stœchiométriques. Typiquement, l'ordre de grandeur est de quelques $W/m/K$. La conséquence est une très mauvaise diffusion de la chaleur, rédhibitoire pour passer un courant important dans l'échantillon en restant à l'équilibre thermique. Ce chauffage local, ajouté à une forte dépendance thermique de la résistivité (un grand $d\rho/dT$), peut faire fortement changer la résistivité apparente quand le courant augmente. En utilisant les modèles proposés [MER05], on peut calculer les ordres de grandeur des courants

maximums permettant une mesure fiable. Pour notre échantillon, le calcul donne $I_{max} \sim 1$ mA à 160 K⁴¹ et on observe effectivement que la résistivité diminue, due au $d\rho/dT < 0$, pour $I \sim 0.6 I_{max}$. Le calcul de I_{max} étant réalisé dans un milieu homogène, la légère surestimation de la valeur n'a rien d'étonnant. En comparant nos valeurs et celles de *Yamaguchi et al [YAM99]*, on conclut que les effets qu'ils ont observés sont certainement dus au chauffage de l'échantillon, et non à une dynamique collective de charges. Par contre, notre échantillon présente des non linéarités et des hystérésis sous un faible courant, montrant l'existence d'états métastables pour $T < 200\text{K} \sim T_{co}$, soit sous la température de mise en ordre des charges [PAUB07].

Les effets les plus spectaculaires sont les conséquences que peuvent avoir les vitesses de refroidissement sur les propriétés de transport en limite ohmique. Sur la figure 66, on remarque que lorsque l'on mesure la résistance en refroidissant très lentement ($dT/dt < 0.1$ K/min), des paliers de résistivité apparaissent comme si le système se figeait sur un certain intervalle de température. Ces effets disparaissent pour des vitesses de rampe dT/dt plus élevés, et sont bien sûr absents pour un semi-conducteur classique dans les mêmes conditions expérimentales.

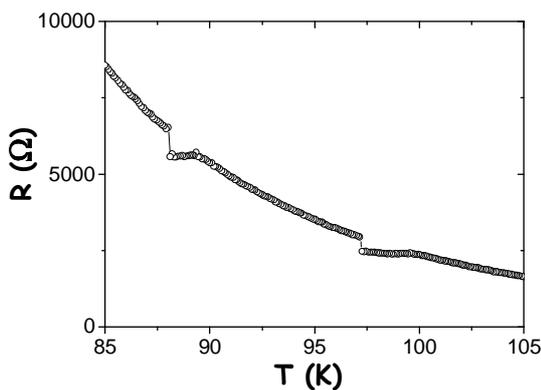


Figure 66 : Résistance en fonction de la température mesurée en refroidissant très lentement l'échantillon (< 0.1 K/min) en appliquant un courant de 50 nA.

Pour une résistivité activée thermiquement comme pour $La_2NiO_{4.14}$ (strictement, c'est une loi de MOTT de la forme *Variable Range Hopping*), cela signifie que l'énergie de piège augmente brutalement et que les charges se trouvent piégées macroscopiquement pour des valeurs discrètes de température, puis se libèrent soudainement. Ces températures correspondent raisonnablement bien aux températures où l'ordre de charge se couple au réseau cristallin, comme il est reporté par diffraction neutronique [WOC98].

A plus haute température ($T > 100\text{K}$), on ne voit plus de plateau sur la $R(T)$ quelque soit la vitesse de mesure. Par contre, si l'on mesure des séries temporelles de résistance, de fortes fluctuations sont apparentes. Elles sont très lentes (les temps caractéristiques sont de plusieurs dizaines de secondes) et non ergodiques car la moyenne dérive avec le temps vers un état de plus haute résistance. Elles disparaissent au dessus de 200 K (fig.67).

⁴¹ Cette valeur n'a rien de très importante pour mesurer un échantillon massif. C'est typiquement ce qui est utilisé avec un PPMS pour mesurer la résistivité. Les tests de linéarité sont donc particulièrement nécessaires dans ces oxydes pour être sûr de bien mesurer une résistivité ohmique.

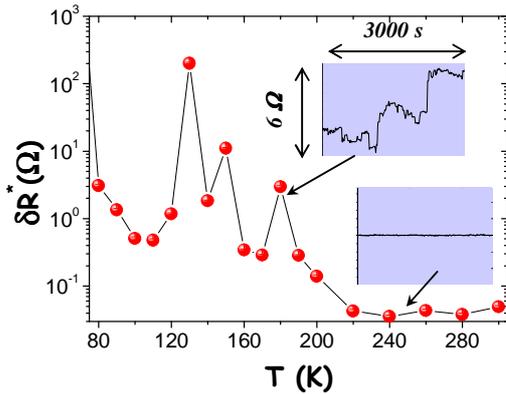


Figure 67 : Bruit de résistance ($f \sim 1$ mHz-10 Hz) en fonction de la température (mesurée en température décroissante), $I=100$ nA. Les inserts montrent des séries temporelles de résistance.

Arrêtons-nous sur la nature très particulière du bruit. Celui-ci est fortement non Gaussien, avec des fluctuations de taille très différentes sur une échelle de temps assez longue. Si l'on représente l'amplitude de chaque fluctuation en fonction du temps (fig.68), ainsi que l'histogramme associé (fig.69), on voit apparaître des caractéristiques faisant fortement penser à un bruit de *Barkhausen*, typique d'un phénomène de réorganisation de domaines.

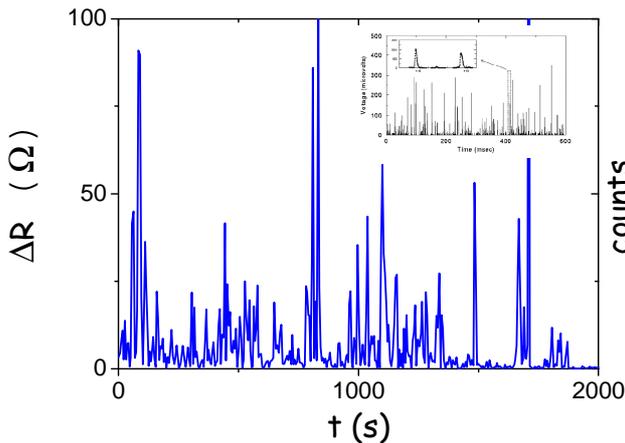


Figure 68 : Série temporelle montrant l'amplitude des fluctuations en fonction du temps de mesure ($T=180$ K, $I=100$ nA). En insert un bruit *Barkhausen* magnétique [DUR06] qui est très similaire.

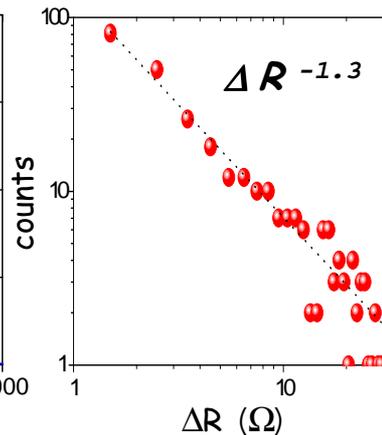


Figure 69 : L'histogramme correspondant montre un caractère non Gaussien et une loi « critique » comme pour les distributions d'avalanche, avec un exposant proche des 1.3 prédit pour les systèmes 2D [VIV95].

Un système électronique 1D avec un ordre de type nématique doit présenter une forte anisotropie de conduction dans le plan. Une faible anisotropie a été reportée par *Ando et collaborateurs* dans YBCO démaclé [AND02]. L'explication généralement avancée pour expliquer ce faible caractère 1D est celle de fortes fluctuations qui tendent à moyenniser les effets d'orientation préférentielle à l'échelle macroscopique. Le courant n'est pas non plus un allié très sympathique car les injections de courant transverse sont difficiles à réaliser de manière homogène, ce qui rend les études de tenseur 2D de résistivité assez difficile [AYA02]. On peut contourner le problème en mesurant la corrélation du bruit

entre deux paires de contact orthogonales [CAR06]. Dans le cas d'une symétrie locale nématique, on doit mesurer des fluctuations anticorrélées, ce qui est une signature très particulière. C'est que nous avons pu observer comme le montre la figure 70.

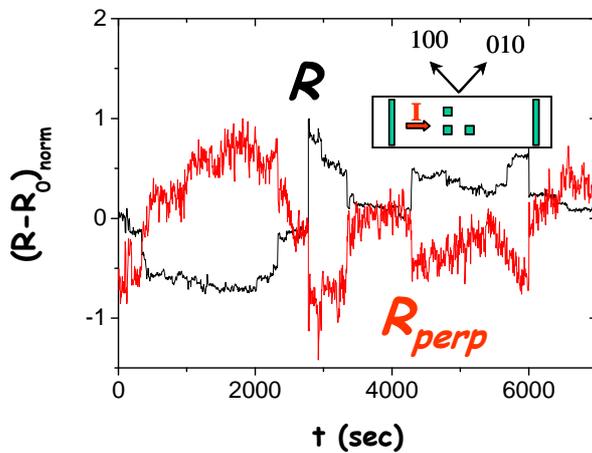


Figure 70 : Anticorrélation du bruit de résistance croisé à $T=60$ K, $I=1$ μ A. L'insert montre de manière schématique la géométrie des contacts et de l'échantillon (vue de dessus).

On conclut de cette étude que les propriétés de bruit et de transport sont cohérentes avec l'existence de domaines électroniques de symétrie 1D, qui fluctuent lentement dans le temps avec de grandes longueurs de corrélation (l'amplitude du bruit est très importante, ce qui va aussi dans le sens de fluctuations de basse dimensionnalité). Quand la température n'est pas suffisamment basse, ces domaines se réorganisent avec une dynamique typique d'un effet d'avalanche, cet effet pouvant être assisté si l'on augmente le courant de transport. On ajoute que notre expérience ne permet pas de savoir si le système mesuré possède toutes les caractéristiques de stripes, mais les propriétés de transport sont trop spectaculairement inhabituelles pour un être celles d'un simple liquide de Fermi.

Les températures de changement de régime sont bien cohérentes avec les températures de mise en ordre observées par diffraction neutronique. Par contre, l'analogie avec un système type ODC ou vortex qui montre un effet d'ancrage/désancrage ne semble pas justifiée [PAUB07]. Une conclusion similaire a été proposée suite à des mesures de transport couplée à de la diffraction X [HUC07]. Récemment, une modélisation théorique basée sur une approche hydrodynamique du transport inhomogène a proposé que les sauts de résistivité que nous observons sous $T < 100$ K correspondent à l'établissement de la brisure de symétrie électronique à grande échelle [FER08]. Comme notre expérience indique que les propriétés d'anticorrélation disparaissent au delà de $T=100$ K (très approximativement), nous sommes qualitativement en accord avec cette analyse, qui a l'avantage de rendre explicite le lien entre le paramètre d'ordre microscopique et les quantités macroscopiques mesurées par transport électronique.

II-3 La transition isolant métal de film mince de V_2O_3 et de la fausse thermodynamique.

Le sesquioxyde de Vanadium a été très étudié en tant que prototype d'isolant de Mott à forte corrélation électronique [WHA69]. Les études ont été réalisées sur des cristaux de grande qualité, et un diagramme de phase (P, T) a été tracé et confirmé en détail au fil des années. La transition isolant métal à $T=160K$ est très spectaculaire, associée à une mise en ordre antiferromagnétique des ions V^{3+} et à une transition structurale rhomboédrique vers monoclinique. Cette transition est une transition de phase du premier ordre. L'application de pression hydrostatique diminue la température de transition jusqu'à sa disparition pour $P > 40$ KBars (Fig.71).

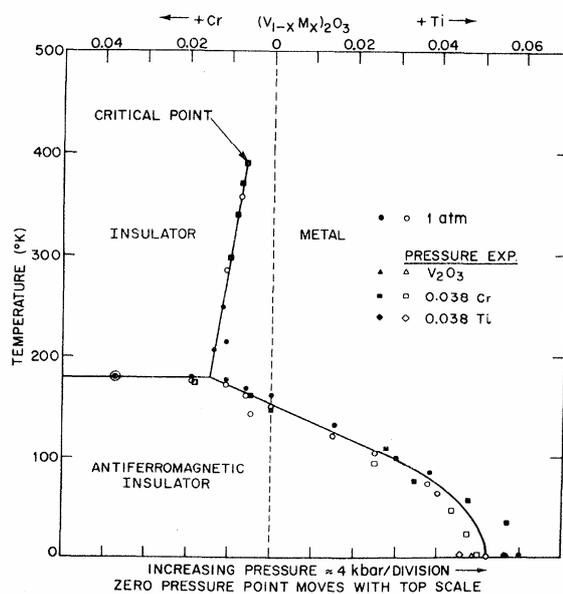


Figure 71. Diagramme de phase (P, T) de V_2O_3 en fonction du dopage chimique et de la pression appliquée, d'après [WHA73].

Des films minces ont été synthétisés au laboratoire et étudiés durant la thèse de Clara Grygiel. L'idée était de suivre l'évolution des propriétés en fonction de l'épaisseur des films (de 100 nm jusqu'à une maille atomique), et de mieux comprendre le rôle du substrat Al_2O_3 comme générateur de pression effective. On aurait pu s'attendre, comme il est habituel pour les films minces, à un fort effet de pression pour les petites épaisseurs, et donc à une suppression de la transition métal-insolant pour les films ultra-fins. En fait, le contraire est observé, une tendance à un comportement métallique pour les films épais et un comportement plus isolant pour les films les plus minces, de part une croissance particulière du film que nous ne détaillerons pas ici [GRYB08]. De plus, on n'observe toujours une variation non-monotone de dR/dT , avec une anomalie systématique à $T \approx 150$ K, et une hystérésis thermique dans les propriétés de transport. Tout ceci fait fortement penser à une problématique de séparation de phase électronique, comme dans les oxydes de manganèse à magnétorésistance géante. Le fait que 150K soit une température caractéristique quelle que soit l'épaisseur suggère également qu'une partie du film ressent toujours la transition métal-insolant.

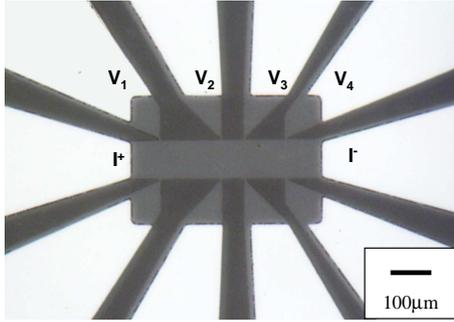


Figure 72 : Exemple d'un micropont utilisé pour les mesures de bruit et de transport dans V_2O_3 (mise en forme : L. Méchin)

Comme plusieurs caractéristiques suggèrent des propriétés hétérogènes, nous avons mesuré les propriétés à une plus petite échelle, en utilisant des microponts gravés sur un film d'épaisseur intermédiaire (fig. 72). Alors qu'un film mesuré à une échelle macroscopique montre une variation de complexe de la résistivité, on observe que deux microponts gravés sur le même film sont soit métalliques, soit présentent la transition isolant-métal (fig. 73). On aimerait savoir si cette transition est toujours localement du premier ordre, mais les sondes thermodynamiques (chaleur spécifique, aimantation) qui mesurent des quantités variant comme le volume sont inutilisables pour des films minces de quelques nanomètres d'épaisseur. La ruse est d'utiliser les mesures de bruit, comme cela avait été fait dans des films de manganites [MER00].

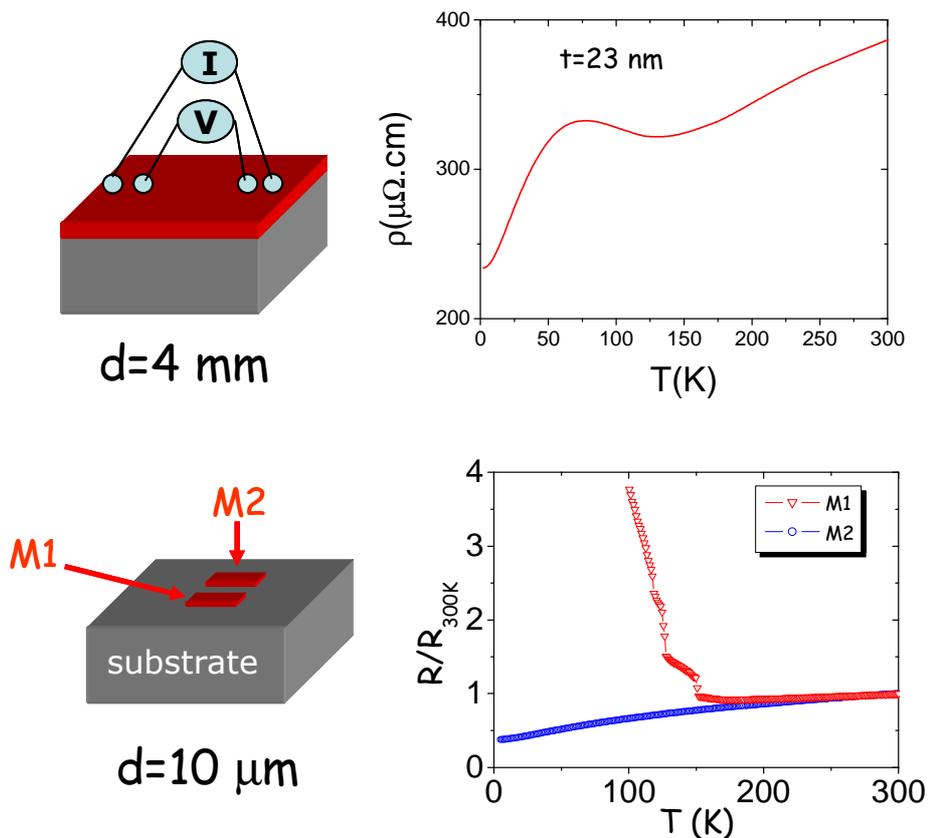


Figure 73 : En haut, la variation de la résistivité dans un film de V_2O_3 de 23 nm d'épaisseur. En bas, la variation de la résistance normalisée dans deux microponts gravés dans le même film.

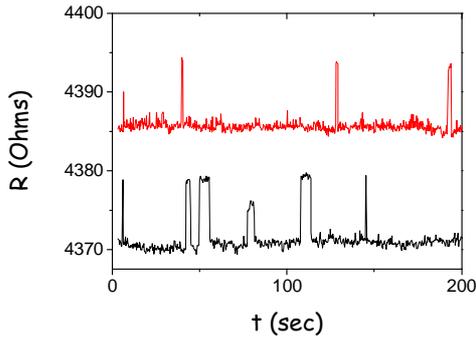


Figure 74 : Séries temporelles de resistance pour $T=160.4K$ et $T=160K$, $I=10$ nA. On voit l'apparition du bruit télégraphique et des deux états.

Près de la transition métal-isolant, du bruit télégraphique apparait, avec deux états de résistances peuplés par des temps d'occupation moyen τ ($i=1$ état haut et $i=2$ état bas) (fig. 74). En supposant une statistique de Boltzmann (pas d'interaction mutuelle), chaque temps d'occupation est donné par $\tau_i = \tau_0 \exp(-U_i/kT)$. Si U_i est l'énergie libre de l'état i et $r = \tau_1 / \tau_2$ le facteur de Boltzmann, on déduit qu'une barrière d'entropie existe si elle vérifie $\Delta S = k \frac{d \ln r}{d \ln T}$ (dans la limite $\frac{d \ln r}{d \ln T}$ grand devant $\ln r$), c'est-à-dire une relation linéaire entre $\ln r$ et $\ln T$. On vérifie cette relation sur la figure 75.

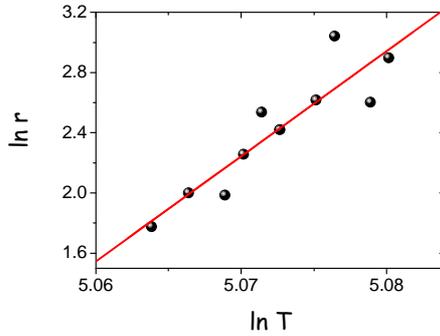


Figure 75 : Facteur de Boltzmann en fonction de la température en échelle logarithmique. Une relation linéaire indique une différence d'entropie donnée par la pente. On trouve ici $\Delta S \approx 70 K_B$.

Nos mesures montrent donc qu'il existe une séparation de phase électronique avec des zones mésoscopiques qui transitent via une transition du premier ordre vers un état isolant sous les 150K ou bien restent totalement métalliques. L'interprétation est celle d'une transition de phase du premier ordre à volume bloqué par l'effet du substrat, induisant une pression effective importante⁴² et fortement inhomogène sur la surface du film. De cette coexistence de phase étendue, nous avons reconstruit les propriétés de transport macroscopique avec un modèle très simple et phénoménologique de résistances en parallèle [GRYB08]. Une autre conséquence de cette coexistence de phases est l'hystérésis thermique observé à basse température (fig. 76). Nous avons pu montrer, en utilisant des cycles thermiques partiels et en étudiant leur asymétrie (fig. 76), que les zones de coexistence de phase sont bien cohérentes avec le diagramme (P, T) construit pour les monocristaux, en considérant que le film subit une large distribution de pression effective [GRY08].

⁴² On calcule par un modèle simple une pression voisine des 40 KBars, similaire à la pression critique mesurée dans des monocristaux [GRYB08]

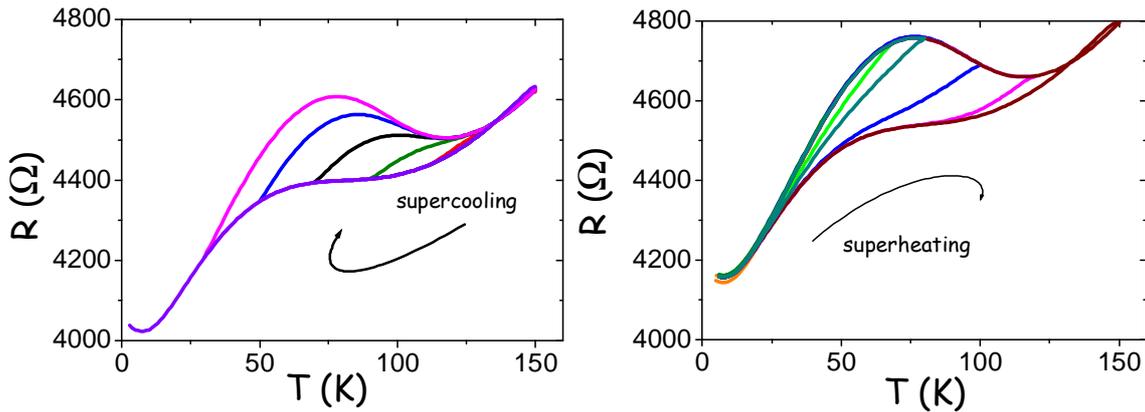


Figure 76 : Résistance d'un film de V_2O_3 mesuré en effectuant des cycles thermiques partiels, afin de reconstituer les zones de coexistence de phase.

Une autre partie du travail s'est focalisée sur l'étude d'un micropont parfaitement métallique, dont nous avons étudié les propriétés galvanomagnétiques.

Nos observations expérimentales sont:

- Une variation de la résistivité typique de ce qu'on appelle un mauvais métal, brisant le critère de *Ioffe-Reggel* à haute température.
- Une variation en T^2 à basse température, typique d'un liquide de Fermi.
- Une correction logarithmique à la résistivité à très basse température pouvant être attribuée soit à de la localisation faible soit à de l'effet Kondo.
- Une faible magnétorésistance négative essentiellement quadratique avec le champ magnétique, également explicable par de la localisation faible ou de l'effet Kondo.
- Un effet Hall anormal avec un maximum de la résistance de Hall à basse température.

Tout ceci est très similaire aux propriétés de V_2O_3 mis sous une pression sur-critique. Un des phénomènes difficile à interpréter dans ce système est la présence du pic d'effet Hall vers les 10K, observé en l'absence apparente d'autres anomalies claires dans les propriétés de transport. Celui-ci avait d'abord été observé dans les échantillons déficitaires en V^{3+} , qui présentent eux une transition vers une onde de densité de spin, visible par l'augmentation de la résistivité longitudinale. L'effet de la pression empêche un état magnétique ordonné, mais on peut penser que les fluctuations de spins peuvent jouer un rôle important. V_2O_3 est également un prototype de fermion à fortes corrélations électroniques qui peuvent conduire à des propriétés de transport avec des signatures extrêmement proches des fluctuations de spin, et aucune de nos mesures de transport classique ne permet de trancher clairement entre les deux approches.

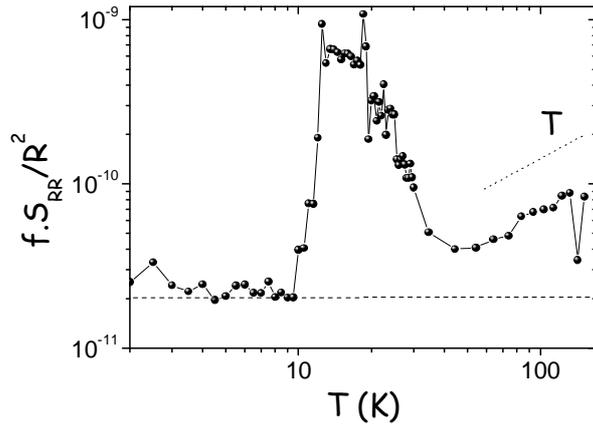


Figure 77 : Bruit de résistance normalisé en fonction de la température dans un micropont métallique de V_2O_3 . La partie haute température ($\propto T$) est typique du bruit d'un métal. Le maximum est inattendu dans les modèles classiques de bruits dans les métaux, et est ici attribué à des fluctuations de configurations de spins qui gèlent à basse température.

En plus de l'étude du magnétotransport, les mesures de bruit se sont avérées être un complément déterminant. Nous avons montré que le pic d'effet Hall coïncide avec un pic de bruit de résistance (fig. 77). Ce dernier ne peut pas être expliqué par les modèles caractéristiques utilisés dans métaux, ni par des effets plus compliqués de fluctuations universelles de conductance. Ce bruit est sensible au champ, et ce fort couplage galvanomagnétique montre que les fluctuations de conductance peuvent être associées à des fluctuations de configuration de spins, qui gèlent à sous $T=10K$. On conclue que ce sont plus les fluctuations de spins que les corrélations électroniques qui dominent les propriétés de transport de V_2O_3 « tout juste » métallique [GRY09]. L'étude des fluctuations électroniques par mesures de bruit s'avère une sonde à la fois très sensible et discriminante que l'on pourrait réutiliser dans d'autres systèmes à proximité d'un ordre magnétique.

III Perspectives de recherche

It's new, it's improved, it's old fashioned

Tom Waits

III-1 Piloter le courant critique

Je me suis pour le moment intéressé à des aspects assez fondamentaux de la physique des réseaux de vortex, tels que leur ancrage et leur dynamique et la manière de les appréhender expérimentalement. Les données expérimentales accumulées montrent le rôle largement prédominant des surfaces pour le courant critique et les propriétés dynamiques. L'effet de pic reste un phénomène à part, pour le moment toujours mystérieux, même si la diffraction de neutron montre là où il ne faut pas chercher, c'est-à-dire une transition de phase volumique du réseau de vortex. Quelques résultats obtenus sur des échantillons de composition et de formes différentes nous donnent des pistes d'études : l'effet de pic pourrait venir d'une compétition entre deux courants de surface d'origine et de forces différentes, l'un étant le courant critique à la MS que nous avons longuement étudié, l'autre pouvant venir d'un régime anormal de supraconductivité de surface. La clé viendra sûrement d'une étude systématique de traitements de surface variés sur des échantillons de tailles différentes, couplés à une étude du transport angulaire. Au préalable, il faut comprendre dans les détails l'effet d'un traitement de surface pour l'ancrage. La rugosité de surface est un phénomène qui peut être complexe, mettant en jeu plusieurs échelles de rugosité, plus ou moins corrélées spatialement. Je travaille actuellement sur les effets de divers traitements de surface en couplant les mesures de courant critique aux analyses de topographie via des mesures au MEB et à l'AFM, afin d'extraire le paramètre le plus pertinent pour contrôler le courant critique. Nous avons également le projet à plus long terme de faire des systèmes à multicouches afin de piloter le courant critique par effet d'interface, exploitant ainsi les résultats sur l'ancrage de surface dans la problématique d'« *interface engineering* » propre aux films minces.

III-2 La physique des vortex dans les HT_c

Nos premières expériences dans les HT_c montrent des résultats assez proches de ce que l'on observe dans les BT_c , si l'on excepte des particularités telles que la transition du premier ordre dans $YBaCuO$. Dans ce dernier composé, nous avons montré que la réponse alternative est gouvernée par la réponse bimodale du réseau de vortex. La réponse à 2 modes implique de bien différencier la profondeur de peau résistive (r_{ff}) et celle régie par l'ancrage des vortex (i_c). En ce sens, elle est fondamentalement différente d'une réponse à un mode où l'on traite le problème avec une profondeur de peau effective qui ne peut différencier les deux. La conséquence est importante sur les effets de tailles, et sur l'interprétation des mesures. Il est bien connu que le pic de dissipation ac observé dans les HT_c est lié à l'effet de taille finie. Par contre, des auteurs ont reporté : " *a clear contradiction is found between the observed screening response and the response time*

implied by thermal activation models on the basis of the measured resistance " [STE92]. En d'autres termes, le pic de dissipation est bien un pic lié à la pénétration du mode résistif, mais les fréquences correspondantes sont incompatibles, car beaucoup trop hautes, avec les modèles d'activation thermique. Cette contradiction semble se lever dans une réponse à deux modes (en accord avec quelques résultats préliminaires) mais les effets de taille étant alors assez peu intuitifs, une étude détaillée est nécessaire pour conclure. Vu l'importance des mesures *ac* dans l'étude des vortex dans les *HT_c*, cette étude me semble vraiment nécessaire et pourrait apporter un résultat important à la physique des vortex dans les *HT_c*, en établissant une passerelle entre deux approches très différentes.

Nous avons vu que le bruit de vortex est une sonde importante et très sensible de la dynamique des vortex. S'il existe différentes phases de vortex (solide, liquide, vitreuse) les signatures bruyantes devraient être très différentes (on peut s'attendre par exemple à un ralentissement brutal des fluctuations dans une phase vitreuse et des fortes non stationnarités). A ma connaissance, même si des pics de bruit ont été mesurés lors des transitions, aucune étude systématique ne permettant d'apporter des informations sur l'existence de ces différentes phases de vortex n'a été réalisée. Celle-ci serait très intéressante, tant d'un point de vue fondamental que technologique.

Dans les deux cas, nous avons déjà les matériaux et le montage expérimental pour mener ces études.

III-3 La DNPA et les vortex

J'ai essayé de montrer dans ce manuscrit le grand intérêt de la diffusion neutronique pour l'étude des réseaux de vortex. Une des limites de la technique est la faible résolution en vecteur de diffusion $I(Q)$, ce qui rend presque impossible l'analyse fine des formes de pics qui permettrait de confronter les mesures avec les modèles structuraux de réseaux de vortex. Il est possible d'améliorer la résolution et la dynamique du signal avec la technique du temps de vol. Nous avons réalisé un premier essai sur *PAXY* au LLB cette année, et avec un certain optimisme suite aux premiers essais de dépouillement, il devrait être possible d'extraire des informations nouvelles sur ce qui détermine l'ordre des réseaux de vortex.

Les spectromètres aux très petits angles, tel que celui développé récemment au LLB avec une technique de multifaisceaux, devraient permettre de travailler sur des réseaux de vortex avec des petits vecteurs de diffusion ($Q \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}^{-1}$), ce qui correspond à l'espacement de vortex créés par des champs magnétiques de quelques Gauss. Le pas obtenu par gravure et lithographie, est alors accessible. Les configurations expérimentales typiques de *dots* (réseaux de plots ferromagnétiques) ou *antidots* (réseaux de trous) pourraient être alors sondées par diffusion neutronique, afin de savoir si les effets *d'ancrage périodique* sont volumiques ou non. La compétition entre le pas des vortex et le pas des gravures doit conduire à des structures de vortex plus ou moins commensurables, composites et/ou à multiquanta, qui ont été utilisées pour analyser le courant critique dans ces structures artificielles mais dont l'étude en diffraction n'a jamais été faite et serait très intéressante. Il semble possible de réaliser des gravures homogènes sur des grandes surfaces et donc sur des échantillons de taille

« neutronique ». L'intensité du flux de neutron est plus faible sur les spectromètres aux très petits angles, mais l'expérience devrait être réalisable dans du Niobium en gagnant sur le fort contraste du réseau à petit champ magnétique.

III-4 La DNPA et le magnétisme désordonné

La DNPA est aussi un outil de choix pour étudier le magnétisme désordonné, et les progrès de la technique (au niveau des détecteurs, de la dynamique de mesure, du flux, de la polarisation...) et le développement de nouveaux instruments permettent d'envisager des études poussées. Nous disposons d'échantillons synthétisés au laboratoire potentiellement intéressants. Parmi ceux que j'ai étudiés en susceptibilité magnétique, certains ont des propriétés assez typiques de verres de spin, d'autres où les signatures sont bien moins tranchées, avec des transitions critiques ferromagnétiques mais des susceptibilités qui dispersent comme des systèmes vitreux pour des petites valeurs de champ magnétique. En plus de l'analyse des mesures de susceptibilité magnétique, il serait très intéressant de regarder dans ces systèmes l'évolution des signaux de diffusion magnétique par DNPA en fonction du champ magnétique pour mieux comprendre les relations entre l'ordre, le désordre magnétique et les propriétés macroscopiques. J'espère également effectuer des mesures résolues en temps, afin de corréler aux propriétés de relaxation. Dans l'idéal, on pourrait espérer suivre l'évolution des longueurs de corrélation d'ordre magnétique lors des expériences de vieillissement et des histoires thermo-magnétiques.

III-5 Transport et bruit dans (presque uniquement) des oxydes à dimensionnalité réduite

J'ai le projet de travailler très prochainement sur des composés à dimensionnalité réduite (les oxydes avec des propriétés électroniques quasi-1D comme KRu_4O_8 et $Ba_{1.2}Rh_8O_{16}$, en collaboration avec Wataru Kobayashi de Waseda au Japon, le non oxyde $Lu_5Ir_4Si_{10}$ en collaboration avec Pierre Rodière de l'institut Néel à Grenoble). De l'allure de la variation thermique de la résistivité, on suspecte des phénomènes de mises en ordre de charge (type onde de densité de charges). Je vais étudier si le transport non linéaire et le bruit associé sont bien présents et leurs caractéristiques. $Lu_5Ir_4Si_{10}$ est un supraconducteur à onde de densité de charge, comme $NbSe_2$. La problématique sera celle de la coexistence de ces deux mécanismes qui donnent des propriétés non linéaires (dus à l'ancrage de l'onde de densité de charge et à l'ancrage des vortex) et de deux signatures bruyantes bien séparées en fréquence. J'ai également le projet de prendre en charge la partie « propriétés physiques » d'une étude des bronzes phosphates de tungstène à onde de densité de charge au laboratoire CRISMAT. Celle-ci, initiée par Olivier Pérez (cristallographie), se fera en collaboration étroite avec l'équipe film mince (Wilfrid Prellier) et la microscopie électronique (Philippe Boullay). L'idée est de faire croître des bronzes phosphates de tungstène sous forme de cristaux et de films minces, et de se servir des effets de pression effective du substrat pour jouer sur les températures de

transition et sur l'ancrage de l'onde de densité de charge, et aussi d'étudier les effets de taille finie sur les propriétés des ondes de densité de charge et de supraconductivité sur des films très fins. On n'oubliera pas que les propriétés diélectriques des ondes de densité de charge/ondes de densité de spins sont très intéressantes, et à l'époque où les couplages magnétodiélectriques sont très étudiés, on peut espérer mettre en évidence des effets importants. L'apport de la salle blanche prévue prochainement au laboratoire ainsi que le FIB déjà présent sera certainement un plus pour mener ces études en structurant les matériaux à petite échelle.

Bibliographie des travaux de recherche

- [ABR57] A. A. Abrikosov, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **32**, 1442 (1957)
- [ABR64] A. A. Abrikosov, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **47**, 720 (1964)
- [ALA67] P. Alais and Y. Simon, Phys. Rev. **158**, 426 (1967)
- [AND62] P. W. Anderson, Phys. Rev. Lett. **9**, 309 (1962)
- [AND64] P. W. Anderson and Y. B. Kim, Rev. Mod. Phys. **36**, 39 (1964)
- [AND02] Y. Ando, K. Segawa, S. Komiya, and A. N. Lavrov, Phys. Rev. Lett. **88**, 137005 (2002)
- [AYA02] A. Ayari and P. Monceau, Phys. Rev. B **66**, 235119 (2002)
- [BEA59] C. P. Bean and J. D. Livingston, J. Appl. Phys. **30**, S120 (1959)
- [BEA64] C. P. Bean and J. D. Livingston, Phys. Rev. Lett. **12**, 14 (1964).
- [BER61] T. G. Berlincourt, R. R. Hake, and D. H. Leslie, Phys. Rev. Lett. **6**, 671 (1961).
- [BLA91] G. Blatter, J. Rhyner, and V. M. Vinokur, Phys. Rev. B **43**, 7826 (1991)
- [BLA94] G. Blatter, M. V. Feigelman, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, and V. M. Vinokur, *Vortices in high-temperature superconductors*, Rev. Mod. Phys. **66**, 1125 (1994)
- [BLA02] S. Blanchard, T. Klein, J. Marcus, I. Joumard, A. Sulpice, P. Szabo, P. Samuely, G. M. Jansen, and C. Marcenat, Phys. Rev. Lett. **88**, 177201 (2002)
- [BOU96] P. Boullay, B. Domenges, M. Hervieu, D. Groult and B. Raveau, *Chem. Mater.* **8** 1482 (1996)
- [BOU01] F. Bouquet, C. Marcenat, E. Steep, R. Calemczuk, W. K. Kwok, U. Welp, G. W. Crabtree, R. A. Fisher, N. E. Phillips, and A. Schilling, Nature (London) **411**, 448 (2001)
- [BRA87] A. J. Bray, Phys. Rev. Lett. **59**, 586 (1987)
- [BRA91] E. H. Brandt, Phys. Rev. Lett. **67**, 2219 (1991)
- [BRA97] E. H. Brandt, Phys. Rev. Lett. **78**, 2208 (1997)
- [CAM68] A. M. Campbell, J. E. Evetts, and D. Dew-Hughes, Phil. Mag. **18**, 313 (1968)
- [CAM69] A. M. Campbell, J. Phys. C **2**, 1492 (1969)
- [CAMA72] A. M. Campbell and J. E. Evetts, *Critical Currents in Superconductors* (Taylor and Francis, London, 1972).
- [CAMB72] A. M. Campbell and J. E. Evetts, *flux vortices and transport currents in type II superconductors*, Advances in physics **21**, 199 (1972)
- [CAR63] C. Caroli, P. G. De Gennes and J. Matricon, Phys. Condens. Mater. **1**, 176 (1963)
- [CAR06] E. W. Carlson, K. A. Dahmen, E. Fradkin, S. A. Kivelson, Phys. Rev. Lett. **96**, 097003 (2006)
- [CLEM80] J. R. Clem, *Flux-flow noise in superconductors*, Phys. Rep. **75**, 1 (1981)
- [COF91] M. W. Coffey and J. R. Clem, Phys. Rev. Lett. **67**, 386 (1991)
- [CRI64] D. Cribier, B. Jacrot, L. M. Rao, and B. Farnoux, Phys. Lett. **9**, 106 (1964)
- [CRI66] D. Cribier, B. Jacrot, B. Farnoux, and L. Madhav Rao, J. Appl. Phys. **37**, 952 (1966)
- [CUB93] R. Cubitt, E. M. Forgan, G. Yang, S. L. Lee, D. McK. Paul, N. A. Mook, M. Yethiraj, P. H. Kes, T. W. Li, Z. Tarnawski, and K. Mortensen, Nature (London) **365**, 407 (1993)
- [DAN95] G. D'Anna, P. L. Gammel, H. Safar, G. B. Alers, D. J. Bishop, J. Giapintzakis, and D. M. Ginsberg, Phys. Rev. Lett. **75**, 3521 (1995).
- [DEG64] P. G. De Gennes and J. Matricon, Rev. Mod. Phys. **36**, 45 (1964)
- [DEW71] D. Dew-Hughes, *The metallurgical enhancement of type II superconductors*, Rep. Prog. Phys. **34**, 821 (1974)

- [DOG05] O. Dogru, E. Y. Andrei, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya, Phys. Rev. Lett. **95**, 057004 (2005).
- [DUR06] Gianfranco Durin and Stefano Zapperi, “ *The Barkhausen effect*”, “The Science of Hysteresis”, vol. II, G. Bertotti and I. Mayergoyz eds, Elsevier, Amsterdam, 181 (2006)
- [EFR75] A. L. Efros and B. I. Shklovskii, *J. Physica C* **8**, L49 (1975)
- [EME99] V.J. Emery, S. A. Kivelson, and J. M. Tranquada, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **96**, 8814 (1999)
- [ESS67] U. Essmann and H. Trauble, Physics Letters **24A**, 526 (1967)
- [FAU06] B. Fauqué, Y. Sidis, V. Hinkov, S. Pailhès, C.T. Lin, X. Chaud and P. Bourges, Phys. Rev. Lett. **96**, 197001 (2006)
- [FER08] R.M. Fernandes, J. Schmalian and H. Westfahl Jr., Phys. Rev. B **78**, 184201 (2008)
- [FIS83] D.S. Fisher, Phys. Rev. Lett. **50**, 1486 (1983)
- [FIS85] D.S. Fisher, Phys. Rev. B **31**, 1396 (1985).
- [FIS91] K. H. Fischer and T. Nattermann, Phys. Rev. B **43**, 10 372 (1991).
- [FLI95] R.B. Flippen, T.R. Askew, J.A. Fendrich, and C.J. Van der beek, Phys. Rev. B **52**, 59882 (1995)
- [FOR00] E. M. Forgan, P. G. Kealey, S. T. Johnson, A. Pautrat, Ch. Simon, S. L. Lee, C. M. Aegerter, R. Cubitt, B. Farago, and P. Schleger, Phys. Rev. Lett. **85**, 3488 (2000)
- [FUK78] H. Fukuyama and P.A. Lee, Phys. Rev. B **17**, 535 (1978)
- [GIAM95] T. Giamarchi and P. Le Doussal, Phys. Rev. B **52**, 1242 (1995)
- [GIAM96] T. Giamarchi and P. Le Doussal, Phys. Rev. Lett. **76**, 3408 (1996)
- [GIAM02] T. Giamarchi and S. Bhattacharya, “*Vortex phases*” in *High Magnetic Fields: Applications to Condensed Matter Physics and Spectroscopy*, edited by C. Berthier, L. P. Levy, and G. Martinez (Springer-Verlag, 2002)
- [GIT66] J I. Gittleman and B. Rosenblum, Phys. Rev. Lett. **16**, 734 (1966)
- [GON05] H. Gonzalez-Jorge, J. Peleteiro, J. Troncoso, E. Carballo, G. Domarco, Cryogenics **45**, 135 (2005)
- [GOO61] B.B. Goodman, Phys. Rev. Lett. **6**, 597 (1961)
- [GOS70] J. Gosselin, J. Silcox, and J. U. Trefny, Phys. Rev. B **2**, 4508 (1970)
- [GOU00] C. Goupil, A. Pautrat, Ch. Simon, P. G. Kealey, E. M. Forgan, S. L. Lee, S. T. Johnson, G. Lazard, B. Plaçais, Y. Simon, P. Mathieu, R. Cubitt, Ch. Dewhurst, Physica C 341-348,999 (2000)
- [GRI69] R. B. Griffiths, Phys. Rev. Lett. **23**, 17 (1969)
- [GRU94] G. Grüner, Rev. Mod. Phys. **66**, 1 (1994)
- [GRY08] C. Grygiel, A. Pautrat, W. Prellier and B. Mercey, Europhysics Letters **84**, 47003 (2008)
- [GRY08] C. Grygiel, A. Pautrat, W.C. Sheets, W. Prellier, J. Phys.: Condens. Matter **20**, 472205 (2008) *Fast Tracking*
- [GRY09] Clara Grygiel, Alain Pautrat and Pierre Rodière, Phys. Rev. B **79**, 235111 (2009)
- [GUP72] A. D. Gupta and E. J. Kramer, Philos. Mag. **26**, 779 (1972)
- [GUR07] A. V. Gurevich and R. G. Mints, Rev. Mod. Phys. **59**, 941 (1987)
- [HAR67] H. R. Hart, Jr. and P. S. Swartz, Phys. Rev. **156**, 403 (1967)
- [HAR04] D. R. Harshman, W. J. Kossler, X. Wan, A. T. Fiory, A. J. Greer, D. R. Noakes, C. E. Stronach, E. Koster, and J. D. Dow, Phys. Rev. B **69**, 174505 (2004)
- [HEB01] S. Hébert, S. Lambert, D. Pelloquin, and A. Maignan, Phys. Rev. B **64**, 172101 (2001)

- [HEI77] C. Heiden, D. Kohake, W. Krings, and L. Ratke, *J. Low Temp. Phys.* **27**, 1 (1977)
- [HIN08] V. Hinkov, D. Haug, B. Fauque, P. Bourges, Y. Sidis, A. Ivanov, C. Bernhard, C. T. Lin, and B. Keimer, *Science* **319**, 597 (2008)
- [HUC07] M. Hücker, M.V. Zimmermann and G.D. Du, *Phys. Rev. B* **75**, 041103 (2007)
- [IMR75] Y. Imri and S. K. Ma, *Phys. Rev. Lett.* **35**, 1399 (1975)
- [IND00] M.V. Indenbom, C.J. Van der Beek, M. Konczykowski and F. Holtzberg, *Phys. Rev. Lett.* **84**, 1792 (2000)
- [IRI66] F. Irie, K. Yamafuji, *J. Phys. Soc. Jpn.* **23**, 255 (1967)
- [JOI67] W. C. H. Joiner and G. E. Kuhl, *Phys. Rev.* **163**, 362 (1967)
- [JON67] R. G. Jones, E. H. Rhoderick and A. C. Rose-Innes, *Phys. Lett.* **24A**, 318 (1967)
- [JOS65] B. D. Josephson, *Phys. Lett.* **16**, 242 (1965)
- [JOU99] I. Joumard, J. Marcus, T. Klein, and R. Cubitt, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 4930 (1999)
- [KEI93] B. Keimer, F. Dogan, I. A. Aksay, R. W. Erwin, J. W. Lynn, and M. Sarikaya, *Science* **62**, 83 (1993)
- [KIT46] C. Kittel, *Phys. Rev.* **70**, 965 (1946)
- [KIV98] S. A. Kivelson, E. Fradkin, and V. J. Emery, *Nature (London)* **393**, 550 (1998).
- [KLE01] T. Klein, I. Joumard, S. Blanchard, J. Marcus, R. Cubitt, T. Giamarchi, P. Le Doussal, *Nature* **413**, 6854 (2001)
- [KLE04] T. Klein, C. Marcenat, S. Blanchard, J. Marcus, C. Bourbonnais, R. Brusetti, C. J. van der Beek, and M. Konczykowski, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 037005 (2004)
- [KOL99] A. B. Kolton, D. Domínguez, and N. Grønbech-Jensen, *Phys. Rev. Lett.* **83**, 3061 (1999)
- [KOL06] Alejandro B. Kolton, Alberto Rosso, Thierry Giamarchi, and Werner Krauth, *Phys. Rev. Lett.* **97**, 057001 (2006)
- [KOS91] A. E. Koshelev and V. M. Vinokur, *Physica C* **173**, 465 (1991)
- [KOS94] A.E. Koshelev and V.M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett.* **73**, 3580 (1994)
- [KRAM72] E. J. Kramer and A. Das Gupta, *Philos. Mag.* **26**, 769 (1972)
- [KUL69] I. O. Kulik, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **47**, 889 (1969) [*Sov. Phys. JETP* **28**, 461 (1969)]
- [LAB69] R. Labusch. *Crystal Lattice Defects* **1**, 1 (1969)
- [LAR70] A.I. Larkin, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **58**, 1466 (1970)
- [LAR73] A. I. Larkin and Yu. N. Ovchinnikov, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* **65**, 1704 (1973) [*Sov. Phys. JETP* **38**, 854 (1974)]
- [LAR79] A. I. Larkin and Yu. N. Ovchinnikov, *J. Low Temp. Phys.* **34**, 409 (1979)
- [LAU06] M. Laulajainen, F. D. Callaghan, C. V. Kaiser, and J. E. Sonier, *Phys. Rev. B* **74**, 054511 (2006)
- [LAV03] A. N. Lavrov, I. Tsukada, and Y. Ando, *Phys. Rev. B* **68**, 094506 (2003)
- [LAZ02] G. Lazard, P. Mathieu, B. Plaçais, J. Mosqueira, Y. Simon, C. Guilpin, and G. Vacquier, *Phys. Rev. B* **65**, 064518 (2002)
- [LEB61] M.A.R. Le Blanc and W.A. Little, *Proc. 7th Int. Conf. Low Temp. Phys.*, edited by G. M. Graham and A. C. Hollis Hallett (Toronto: Toronto University Press), 362 (1961)
- [LED98] P. Le Doussal and T. Giamarchi, *Phys. Rev. B* **57**, 11356 (1998)
- [LOW69] J. Lowell, *Phys. Lett.* **26A**, 111 (1969)
- [LUT97] N.Lütke-Entrup, B.Plaçais, P.Mathieu, Y.Simon, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 2538 (1997)
- [LUT98] N. Lütke-Entrup, B. Plaçais, P. Mathieu and Y. Simon, *Physica B* **255**, 75 (1998)

- [LUT00] N. Lütke-Entrup, B. Plaçais, P. Mathieu and Y. Simon, Ann. Phys. Fr. **25**, N°4 (2000)
- [MAR01] M. Marchevsky, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya, Nature (London) **409**, 591 (2001)
- [MAR02] M. Marchevsky, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya, Phys. Rev. Lett. **88**, 087002 (2002)
- [MAS95] J. G. Massey and Mark Lee, Phys. Rev. Lett. **75**, 4266 (1995)
- [MAS00] A. C. Masset, C. Michel, A. Maignan, M. Hervieu, O. Toulemonde, F. Studer, B. Raveau, and J. Hejtmanek, Phys. Rev. B **62**, 166 (2000)
- [MAT79] T. Matsushita, E. Kusayanagi and K. Yamafuji, J. Phys. Soc. Jpn. **46**, 1101 (1979)
- [MAT88] P. Mathieu and Y. Simon, Europhys. Lett. **5**, 67 (1988)
- [MAT93] P. Mathieu, B. Plaçais, and Y. Simon, Phys. Rev. B **48**, 7376 (1993)
- [MAT03] P. Matl and N. P. Ong, Phys. Rev. B **67** 146502 (2003)
- [MEN06] G.I. Menon, A.J. Drew, A. U.K. Divakar, S.L. Lee, R. Gilardi, J. Mesot, F.Y. Ogrin, D. Charalambous, E.M. Forgan, N. Momono, M. Oda, C. Dewhurst and C. Baines, Phys. Rev. Lett. **97**, 177004 (2006)
- [MER54] W. J. Merz, Phys. Rev. **95**, 690 (1954)
- [MER00] R. D. Merithew, M. B. Weissman, F. M. Hess, P. Spradling, E. R. Nowak, J. O'Donnell, J. N. Eckstein, Y. Tokura, and Y. Tomioka, Phys. Rev. Lett. **84**, 3442 (2000)
- [MER05] S. Mercone, R. Frésard, V. Caignaert, C. Martin, D. Saurel, C. Simona, G. André, P. Monod, and F. Fauth, J. Appl. Phys. **98**, 023911 (2005)
- [MON75] P. Monceau, D. Saint-James, and G. Waysand, Phys. Rev. B **12**, 3673 (1975)
- [MON80] P. Monceau, J. Richard, and M. Renard, Phys. Rev. Lett. **45**, 43 (1980)
- [MOR99] A. Moreo, S. Yunoki, and E. Dagotto, Science **283**, 2034 (1999)
- [MUL87] K. A. Müller, M. Takashige, and J. G. Bednorz, Phys. Rev. Lett. **58**, 1143 (1987)
- [MUL02] K.A. Müller, Philosophical Magazine Letters **82**, 279 (2002)
- [MUR92] M. Murakami in *Melt Processed High-temperature Superconductors* publié par World Scientific (1992)
- [NAD95] F. Nad and P. Monceau, Phys. Rev. B **51**, 2052 (1995)
- [NAT00] T. Nattermann and S. Scheidl, *Vortex glass phases in type II superconductors*, Advances in Physics **49**, 607 (2000)
- [OLS98] C.J. Olson, C. Reichhardt, and F. Nori, Phys. Rev. Lett. **81**, 3757 (1998)
- [PAL02] Y. Paltiel, Y. Myasoedov, E. Zeldov, G. Jung, M. L. Rappaport, D. E. Feldman, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya, Physical Review B **66** 060503 (2002)
- [PAN99] V.M. Pan in *Vortex pinning and J_c in high T_c superconductors: Advance from understanding toward some practical issue*, Physics and Material Sciences of Vortex States, Flux Pinning and Dynamics, 1-55, R. Kossowsky et al (des.), Kluwer Academic Publishers (1999).
- [PAR66] J. G. Park, Phys. Rev. Lett. **16**, 1196 (1966)
- [PAR05] P. Paruch, T. Giamarchi, and J.-M. Triscone, Phys. Rev. Lett. **94**, 197601 (2005)
- [PAU00] Alain Pautrat, *ancrage et dynamique d'un réseau de vortex dans le cadre d'un ancrage de surface*, thèse de l'Université de Caen (1999)
- [PAU03] A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, D. Charalambous, E. M. Forgan, G. Lazard, P. Mathieu, and A. Brûlet, Phys. Rev. Lett. **90**, 087002 (2003)

- [PAUB03] A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, B. Plaçais, and P. Mathieu, Phys. Rev. B **67**, 146501 (2003)
- [PAUC03] A. Pautrat, A. Daignere, C. Goupil, Ch. Simon, B. Andrzejewski, A.I. Rykov, S. Tajima, European Physical Journal B **33**, 279 (2003)
- [PAU04] A. Pautrat, J. Scola, C. Goupil, Ch. Simon, C. Villard, B. Domengès, Y. Simon, C. Guilpin, and L. Méchin, Phys. Rev. B **69**, 224504 (2004)
- [PAU05] A. Pautrat, J. Scola, Ch. Simon, P. Mathieu, A. Brûlet, C. Goupil, M. J. Higgins, and S. Bhattacharya, Phys. Rev. B **71**, 064517 (2005)
- [PAUB05] A. Pautrat, H.W. Eng and W. Prellier, Phys. Rev. B **72**, 233405 (2005)
- [PAU07] A. Pautrat, Ch. Simon, C. Goupil, P. Mathieu, A. Brulet, C. D. Dewhurst, and A. I. Rykov, Phys. Rev. B **75**, 224512 (2007)
- [PAUB07] A. Pautrat, F. Giovannelli, and N. Poirot, Phys. Rev. B **75**, 125106 (2007)
- [PAU09] A. Pautrat and J. Scola, Phys. Rev. B **79**, 024507 (2009)
- [PAUB09] A. Pautrat, M. Aburas, Ch. Simon, P. Mathieu, A. Brûlet, C. D. Dewhurst, S. Bhattacharya, and M. J. Higgins, Phys. Rev. B **79**, 184511 (2009)
- [PIP69] A.B. Pippard, Philos. Mag. **19**, 217 (1969)
- [PLA90] B. Plaçais, *Le bruit de flux-flow dans les supraconducteurs de type II*, thèse de doctorat d'état de l'Université Pierre et Marie Curie (1990).
- [PLA93] B. Plaçais, P. Mathieu and Y. Simon, Phys. Rev. Lett. **70**, 1521 (1993)
- [PLA94] B. Plaçais, P. Mathieu, Y. Simon, Phys. Rev. B. **49**, 15813 (1994)
- [PLA96] B. Plaçais, P. Mathieu, Y. Simon, E.B. Sonin, K. Traito, Phys. Rev. B. **54**, 13083 (1996)
- [RAF91] H. Raffy, S. Labdi, O. Laborde, and P. Monceau, Phys. Rev. Lett. **66**, 2515 (1991)
- [ROS64] B. Rosenblum and M. Cardona, Phys. Rev. Letters **12**, 657 (1964)
- [SAI63] D. Saint-James and P. G. de Gennes, Phys. Letters **7**, 306 (1963)
- [SAS00] B. Sas, F. Portier, K. Vad, B. Keszei, L. F. Kiss, N. Hegman, I. Puha, S. Meszaros, and F. I. B. Williams, Phys. Rev. B **61**, 9118 (2000)
- [SCH66] P. S. Schwartz and H. R. Hart, Phys. Rev. **156**, 403 (1966)
- [SCH75] J. Schelten, H. Ullmaier, and G. Lippmann, Phys. Rev. B **12**, 1772 (1975)
- [SCH95] M. Schlesinger, G.M. Zaslavsky, U. Frisch (Eds.), *Lévy Flights and Related Topics in Physics*, New York: Springer-Verlag (1995)
- [SCO05] J. Scola, A. Pautrat, C. Goupil, and Ch. Simon, Phys. Rev. B **71**, 104507 (2005)
- [SCO06] J. Scola, A. Pautrat, C. Goupil, and Ch. Simon, Phys. Rev. B **73**, 024508 (2006)
- [SCOB06] J.Scola, A. Pautrat, C. Goupil, Ch. Simon, B. Domengès et C. Villard, Fluctuation and Noise Letters **6**, 287 (2006)
- [SIM04] Ch. Simon, A. Pautrat, G. Poullain, C. Goupil, C. Leblond-Harnois, X. Chaud, and A. Brûlet, Phys. Rev. B **70**, 024502 (2004)
- [SMI98] C. M. Smith, Yu. A. Dimashko, N. Hasselmann, and A. O. Caldeira, Phys. Rev. B **58**, 453 (1998).
- [SON92] E. B. Sonin, A. K. Tagantsev, and K. B. Traito, Phys. Rev. B **46**, 5830 (1992)
- [SON93] E. B. Sonin, Phys. Rev. B **48**, 10 487 (1993)
- [SON05] J. E. Sonier, D. A. Bonn, J. H. Brewer, W. N Hardy, R. F. Kiefl, and R. Liang, Phys. Rev. B **72**, 146501 (2005).
- [SPE97] S. Spencer and H. J. Jensen, Phys. Rev. B **55**, 8473 (1997)
- [STE92] D. G. Steel and J. M. Graybeal, Phys. Rev. B **45**, 12 643 (1992)

- [SUG03] J. Sugiyama, J. H. Brewer, E. J. Ansaldo, H. Itahara, K. Dohmae, Y. Seno, C. Xia, and T. Tani, *Phys. Rev. B* **68**, 134423 (2003)
- [THO72] P. Thorel, R. Kahn, Y. Simon, D. Cribier, *J. Phys. (Paris)*, **34**, 447 (1972)
- [THO73] P. Thorel, Y. Simon, and A. Guetta, *J. Low Temp. Phys.* **11**, 333 (1973)
- [TOG00] Y. Togawa, R. Abiru, K. Iwaya, H. Kitano, and A. Maeda, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 3716 (2000)
- [VAN65] D. J. Van Ooijen and G. J. Van Gorp, *Phys. Lett.* **17**, 230 (1965)
- [VAN68] G. J. van Gorp, *Phys. Rev.* **166**, 436 (1968)
- [VDB93] C. J. van der Beek, V. B. Geshkenbein, and V. M. Vinokur, *Physical Review B* **48** 3393 (1993)
- [VIN07] E. Vincent, *Ageing, rejuvenation and memory: the example of spin glasses*, Springer Lect. Notes Phys., **716**, 7 (2007)
- [VIV95] E. Vives, J. Goicoechea, J. Ortin and A. Planes, *Phys. Rev. E* **52**, 5 (1995)
- [WAR98] F. Warmont, V. Hardy, J. Provost, D. Grebille, and Ch. Simon, *Physical Review B* **57** 7485 (1998)
- [WEI88] M. B. Weissman, *Reviews of Modern Physics* **60**, 537 (1988)
- [WEI97] M. B. Weissman, *Physica (Amsterdam)* **107D**, 421 (1997)
- [WHA69] D. B. McWhan, T. M. Rice, and J. P. Remeika, *Phys. Rev. Lett.* **23**, 1384 (1969)
- [WHA73] D. B. McWhan, A. Menth, J. P. Remeika, W. F. Brinkman, and T. M. Rice, *Phys. Rev. B* **7**, 1920 (1973)
- [WOC98] P. Wochner, J. M. Tranquada, D. J. Buttrey, and V. Sachan, *Phys. Rev. B* **57**, 1066 (1998)
- [YAM67] K. Yamafuji and F. Irie, *Phys. Lett.* **25A**, 387 (1967)
- [YAM99] S. Yamanouchi, Y. Taguchi, and Y. Tokura, *Phys. Rev. Lett.* **83**, 5555 (1999)
- [YAR94] U. Yaron, P. L. Gammel, D. A. Huse, R. N. Kleiman, C. S. Oglesby, E. Bucher, B. Batlogg, D. J. Bishop, K. Mortensen, K. Clausen, C. A. Bolle, and F. De La Cruz, *Phys. Rev. Lett.* **73**, 2748 (1994).
- [YAR95] U. Yaron *et al.*, *Nature (London)* **376**, 753 (1995)
- [YET93] M. Yethiraj, H. A. Mook, G. D. Wignall, R. Cubitt, E. M. Forgan, D. M. Paul, and T. Armstrong, *Phys. Rev. Lett.* **70**, 857 (1993).
- [ZEL94] E. Zeldov, A. I. Larkin, V. B. Geshkenbein, M. Konczykowski, D. Majer, B. Khaykovich, V. M. Vinokur, and H. Shtrikman, *Phys. Rev. Lett.* **73**, 1428 (1994)

Annexes

Annexe A

La diffraction de neutrons aux petits angles appliquée aux réseaux de vortex

A-1 Généralités⁴³

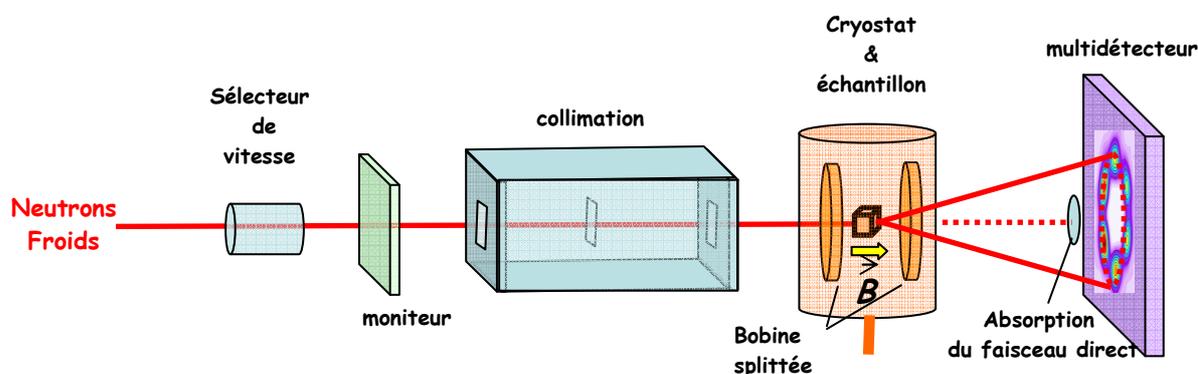


Figure A1 : Schéma d'un spectromètre aux petits angles utilisé pour les mesures de diffraction sur les réseaux de vortex. En France, on utilise PAXY au LLB et D11 et D22 à l'ILL. Ce schéma est hors échelle, le multidétecteur pouvant être repoussé très loin de l'échantillon pour être illuminé même dans le cas de petits vecteurs de diffusion (7m sur PAXY et jusqu'à plus de 17m sur D22).

La grande particularité de l'étude des réseaux de vortex, par rapport aux études plus conventionnelles de diffraction neutronique aux petits angles (DNPA ou *Small Angle Neutron Scattering SANS* pour les anglophiles), vient de l'existence d'une structure périodique. Alors que la technique est généralement dévolue à l'étude de structures désordonnées, qui produisent essentiellement de la diffusion dont on étudie le spectre⁴⁴, le réseau de vortex s'étudie par de la diffraction. Pour se mettre en condition de Bragg pour chaque pic du réseau de vortex, le cryostat (échantillon+champ magnétique) est posé sur un berceau goniométrique et possède deux degrés de liberté pour les rotations : ω et φ (fig. A1). Classiquement, pour observer un réseau de vortex, on effectue une somme discrète des intensités récoltées par le multidétecteur pour des couples (ω, φ) , ce qui permet de reconstituer au mieux le réseau réciproque en intégrant le signal (fig. A2). Une rotation en ω avec φ fixé (et réciproquement), autour d'un centrage en condition de Bragg, est appelée une *rocking curve* (RC). Il est généralement nécessaire de soustraire un bruit de fond dû à la diffusion nucléaire (quelquefois magnétique) centrale par les inhomogénéités de l'échantillon, bruit de fond que l'on collecte dans l'état normal $T > T_c$.

⁴³ La mise en ligne et la consultation gratuite des cours des écoles thématiques de la Société Française de Neutronique permettent d'avoir accès à de nombreux articles de revue et cours sur les techniques neutroniques (<http://www.sfn.asso.fr/JDN/>). Un des cours est spécifiquement dédié à la technique des petits angles.

⁴⁴ La DNPA est par exemple un outil très adapté pour étudier la séparation de phase magnétique.

ou $B > B_{c2}$. Cette partie anodine se révèle critique dans le cas de mauvais rapport statistique signal/bruit... comme c'est souvent le cas avec les vortex.

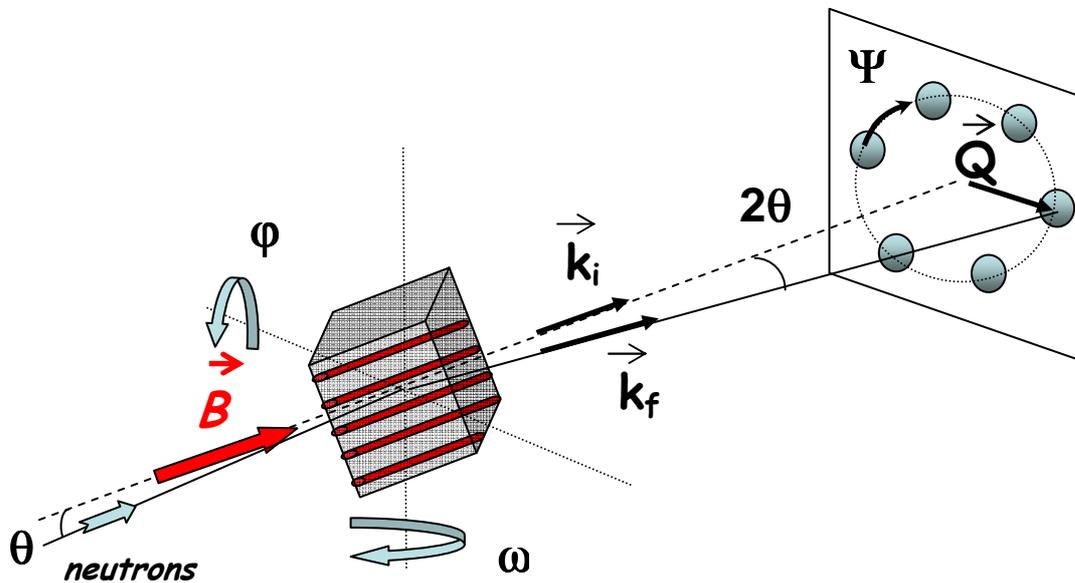


Figure A2 : Angles de rotation utilisés pour mettre le réseau de vortex en condition de Bragg. Ψ est l'azimut dans le plan de diffraction, et décrit l'ordre orientational du système. Q donne la direction radiale. Les rotations ω et ϕ correspondent aux angles de rotations associés aux rocking-curves.

A-2 La résolution d'un spectromètre aux petits angles

En première approximation, on peut traiter les résolutions dans l'approximation Gaussienne et les incertitudes sont ajoutées en quadrature. Le facteur $2\sqrt{2\ln 2}$ qui apparaîtra dans les équations vient du passage entre l'écart type de la Gaussienne et la FWHM qui est généralement le paramètre mesuré. La résolution est essentiellement définie par le sélecteur de vitesse qui permet de choisir la longueur d'onde⁴⁵, la collimation qui fixe la divergence du faisceau et la taille des pixels du détecteur. En pratique, la taille d'un pixel ($\leq 10 \times 10 \text{ mm}^2$) reste plus petite que la taille d'une tâche de Bragg donnée par la divergence du faisceau dans le plan du détecteur. On peut alors négliger la résolution de ce dernier et se limiter à l'effet du sélecteur de vitesse et des collimations.

Le sélecteur de vitesses : Pour sélectionner les grandes longueurs d'onde nécessaires à la technique des petits angles, un sélecteur de vitesse mécanique est utilisé. Typiquement,

⁴⁵ L'utilisation d'une technique en temps de vol permet de s'affranchir de cet effet et donc de gagner sur la résolution en Q . Nous avons commencé à travailler avec cette technique et les résultats sont en cours d'analyse.

le sélecteur de vitesse permet de choisir une distribution Gaussienne de longueur d'onde λ avec $\Delta\lambda/\lambda \approx 10-20\%$ (plusieurs réglages sont possibles), fixé par la géométrie du sélecteur et donc indépendant de λ . Cela se reflète directement dans un $\Delta\theta/\theta$ d'après la loi de Bragg aux petits angles $\theta \approx Q \cdot \lambda / 4\pi$. On trouve finalement :

$$\Delta(2\theta)_{\text{distrib.}\lambda} \approx Q \cdot \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right) \frac{\lambda}{4\pi} \sqrt{\frac{4 \ln 2}{3}}$$

La collimation : La collimation va déterminer la divergence du faisceau. Généralement, le deuxième trou (ou fente) est un masque de Cadmium sur l'échantillon. Si les symétries sont radiales et que les trous ont pour diamètre d_1 et d_2 , avec des distances respectives L_1 (*collimation*) et L_2 (*échantillon-détecteur*), la divergence de faisceau s'approxime par :

$$\Delta(2\theta)_{\text{divergence}} \approx \frac{\sqrt{2 \ln 2}}{2} \sqrt{(d_1 / L_1)^2 + (d_2 / L'_2)^2} \quad \text{avec} \quad L'_2 = \frac{L_1 + L_2}{L_1 L_2}$$

Avec des réglages classiques, on obtient $\Delta(2\theta)_{\text{distrib.}\lambda} \approx 0.05^\circ$ et $\Delta(2\theta)_{\text{divergence}} \approx 0.15^\circ$

Finalement, les différentes résolutions sont (fig. A2):

- Dans la direction azimuthale (ici notée ψ)

$$\Delta Q_\psi \approx k \cdot \Delta(2\theta)_{\text{divergence}}$$

- Dans la direction radiale (ici notée r)

$$\Delta Q_r^2 \approx k^2 \cdot (\Delta(2\theta)_{\text{divergence}}^2 + \Delta(2\theta)_{\text{distrib}\lambda}^2)$$

- Dans la direction longitudinale (rocking-curve, ici notée l)

$$\Delta Q_l^2 \approx Q^2 \cdot (\Delta(2\theta)_{\text{divergence}}^2 + \Delta(2\theta)_{\text{distrib}\lambda}^2)$$

Il est important de noter que comme $k \gg Q$ aux petits angles, la résolution sera optimisée pour la direction longitudinale, c'est-à-dire quand on effectue des rocking-curves.

On pourra trouver une analyse plus rigoureuse et plus complète de la résolution d'un spectromètre aux petits angles dans les références suivantes [PED90, LAI99, BRU08].

A-3 Les particularités du réseau de vortex par rapport à un cristal atomique.

Par rapport à une expérience de diffraction sur un cristal atomique, on notera des différences importantes liées à la particularité du réseau de vortex.

D'abord les distances caractéristiques (*resp.* vecteurs de diffraction) sont grandes (*resp.* petits), d'où la nécessité de faire de la diffraction aux petits angles. On étudie également un système non ponctuel, les lignes de flux étant allongées dans une direction. Généralement, le champ magnétique appliqué fixe la direction des lignes de flux et donc le plan de diffraction lui est orthogonal : on peut se limiter à une approximation 2D. Cependant, il peut arriver que les lignes de flux s'écartent de cette direction du champ magnétique appliqué (voir l'exemple des plans de macles par exemple, page 74) et il peut y avoir de l'intensité diffractée dans un autre plan. Les lignes de flux peuvent aussi être (très) courbes (voir page 36), conduisant à un fort élargissement des rocking-curves même en absence de désordre.

Une autre particularité est plus liée aux approches théoriques. En plus des l'interaction désordre-vortex à courte portée, il existe l'interaction électromagnétique à longue portée vortex-vortex qui fixe la périodicité du système. Ces interactions en compétition conduisent à différentes échelles de longueur et à des phases non prédites dans les cristaux atomiques (d'où les notions de verre élastique de vortex ou de verre de Bragg, voir [KLE01]). Une grande partie des travaux sur les réseaux de vortex s'est d'ailleurs focalisée sur cet aspect de la physique des vortex et la diffraction de neutron est l'outil indispensable d'investigation.

Un petit mot de réserve sur ce que l'on appelle une étude de la structure des réseaux de vortex par diffraction. Pour des raisons que nous expliquerons dans le paragraphe suivant, seuls les pics du premier ordre sont généralement observés. C'est un frein pour réaliser une résolution structurale poussée qui nécessiterait beaucoup plus de réflexions de Bragg. Néanmoins, malgré ces restrictions, il est possible d'observer des transitions entre des symétries déjà complexes, même dans des supraconducteurs apparemment simples comme le Niobium [LAV09].

A-4 La diffraction du réseau de vortex, le cas idéal

La possibilité de mesurer la structure du réseau de vortex par diffraction neutronique a été proposée par *De Gennes et Matricon* en 1964, donnant les ordres de grandeur de faisabilité et insistant sur le fait que ce serait la meilleure technique pour sonder les vortex dans le volume de l'échantillon⁴⁶. Le premier pic de Bragg du réseau de vortex a été mesuré à Saclay en 1964 par *Cribier et al* [CRI64], prouvant l'existence d'une modulation périodique d'origine magnétique. Cette même équipe a peu après montré que le pas de ce réseau était celui d'un réseau hexagonal [CRI66]. Ces résultats sont antérieurs aux jolies expériences de décoration de *Trüuble et Essman* de 1967 [TRA67], et sont les premières preuves expérimentales de l'existence du réseau d'*Abrikosov*.

⁴⁶ La précession de muon est la seule autre sonde volumique qui permette de mesurer la distribution du champ interne et qui est utilisée dans l'étude des réseaux de vortex.

L'avantage de la décoration magnétique est qu'elle sonde l'espace direct et en ce sens est plus directement « lisible », mais c'est aussi une technique sensible uniquement à la surface qui présente de nombreuses limites expérimentales. Contrairement à la décoration magnétique, la diffraction neutronique ne présente pas de contrainte spécifique (ou incontournable) sur les valeurs de champ magnétique appliquées⁴⁷, sur les températures de mesures, et sur les contraintes appliquées à l'échantillon. Bien sûr, tout n'est pas possible, mais les cas où la mesure est réellement infaisable sont vraiment rares. La principale limitation vient de l'intensité diffractée par le réseau de vortex, et il convient de s'y attarder quelque peu. On pourra trouver le calcul complet de l'intensité diffractée par un réseau de vortex (...entre autres choses) dans la thèse de Pierre Thorel [THO72].

Pour un réseau parfait, l'intensité I_{hk} d'une réflexion (hk) est liée au coefficient de Fourier F_{hk} de la distribution du champ magnétique $b(x,y)$.

$$I_{hk} = 2\pi V \varphi_0 \frac{\gamma^2 \lambda_n^2}{16 \phi_0^2} \frac{|F_{hk}|^2}{Q_{hk}}$$

où φ_0 est le flux de neutrons incidents, V le volume diffractant, ϕ_0 le quantum de flux, γ le moment magnétique porté par le neutron, λ_n la longueur d'onde des neutrons et Q_{hk} l'amplitude du vecteur de diffusion.

La notion de contraste est ici essentielle et peut s'illustrer qualitativement en considérant deux régimes extrêmes.

(i) Pour les petites valeurs de champ magnétique, les vortex sont largement séparés, la modulation du champ est très peu sinusoïdale. Le contraste est fort et l'intensité grande. Une autre conséquence est que les harmoniques sont bien marquées. Il est alors souvent possible d'observer des pics de diffraction d'ordre supérieur. L'approximation utilisée, appelée la limite de London, consiste en une somme linéaire des contributions pour donner :

$$F_{hk} = \frac{B}{1 + \lambda_L^2 Q_{hk}^2}$$

On voit que, comme généralement $\lambda_L^2 Q_{hk}^2 \gg 1$, on obtient $I_{hk} \propto 1/\lambda_L^4$. Comme λ_L diverge près de $T(B_{c2})$, les mesures à haute température deviennent vite difficiles. Si cette remarque reste toujours qualitativement vraie, l'approximation de London est en fait très limitée en champ magnétique, car elle donne une divergence du champ magnétique $b(r)$ au cœur et doit être corrigée par la taille finie des vortex. On utilise en général une coupure Gaussienne, ce qui revient à multiplier la composante de Fourier par $\exp(-\alpha\pi b)$ avec $b=B/B_{c2}$ et $\alpha=1$ pour un réseau carré et 0.85 pour un réseau hexagonal [BRA72].

⁴⁷ La résolution en Q du spectromètre utilisé et le faible flux neutronique aux grandes valeurs de $\lambda_{\text{neutrons}}$ peut limiter l'accès aux petites valeurs de champ, mais les récents spectromètres aux très petits angles (par exemple TPA au LLB) devraient offrir de nouvelles possibilités.

(ii) Pour les fortes valeurs de champ magnétique, en régime d'*Abrikosov*, la modulation de champ est très réduite et quasi-sinusoidale. L'intensité diffractée est faible et les pics d'ordre supérieur très atténués.

$$F_{hk} = (-1)^{\nu} \exp\left(-\frac{\pi\nu}{\sqrt{3}}\right) \frac{B - B_{c2}}{1.16\mu_0(2\kappa^2 - 1)} \text{ avec } \nu = h^2 + k^2 \text{ en } 2D$$

Le champ $B^* = b^*.B_{c2}$ de cross-over entre les deux régimes est typiquement fixé par le rapport $b^*/\kappa^2 \sim 1$. Plus l'échantillon possède un petit paramètre de *Ginzburg* κ , plus le régime de *London* est étendu en champ magnétique. Le cas du Niobium est le plus spectaculaire ($\kappa \sim 1$ et donc $b^* \sim 1$), sa figure de diffraction montre de nombreux pics d'ordres supérieurs pour une gamme de champ magnétique étendue, ce qui est caractéristique du régime de *London*. On peut noter que la présence de nombreux pics de diffraction n'est pas à relier avec une meilleure qualité du réseau. Le corollaire est qu'à que l'absence de pics d'ordre supérieur démontre essentiellement le régime d'*Abrikosov* avec une modulation de champ harmonique, sans avoir besoin d'évoquer des atténuations des pics d'ordres supérieurs à cause du désordre (comme un effet *Debye-Waller*).

Pour un cuprate comme *Bi-2212*, $\kappa \sim 60$ et $b^* \sim 0.0003$. Pour des petits champs magnétiques, l'intensité sera déjà très atténuée, loin du régime de *London*, et on ne mesurera essentiellement que le premier pic de Bragg et une faible intensité (fig. A3).

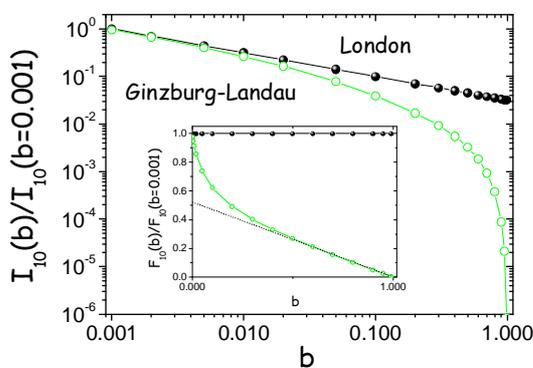


Figure A3 : Intensité diffractée théorique en fonction du champ réduit en limite *London* et calculée numériquement par résolution des équations de *Ginzburg-Landau* ($K=60$), normalisée à sa valeur à petit champ. Très rapidement, la limite *London* donne des résultats fortement erronés (les échelles sont logarithmiques). L'insert montre $F_{hk}(b)$ pour les deux calculs. Le pointillé est la ligne d'*Abrikosov*.

Il est également possible de calculer numériquement les composantes de Fourier pour toutes les valeurs de champ en utilisant une méthode de calcul itératif qui solutionne les équations de *Ginzburg-Landau* pour des valeurs arbitraires de champ magnétique et de paramètre de *Ginzburg-Landau* κ [BRA97]. Un programme s'inspirant de cette méthode a été écrit par Y. Simon (ENS) et Ch. Guilpin (INSP), pour un supraconducteur isotrope et anisotrope.

A-5 Quelles informations peut-on extraire d'une expérience de DNPA ?

Par définition, un pic de Bragg fin démontre l'existence d'un ordre à longue distance. Si l'on est capable de bien déconvoluer le signal des résolutions expérimentales, la nature exacte de cet ordre (la fonction de corrélation en position $C(r)$) peut s'étudier grâce à la forme du pic de Bragg (fig. A4).

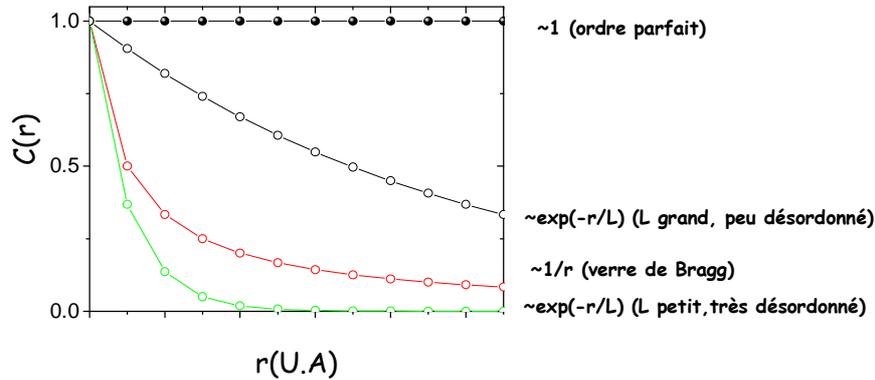


Figure A4 : Fonction de corrélation pour différents types d'ordre. La transformée de Fourier de la fonction de corrélation donne le facteur de forme $S(Q)$ du pic de Bragg.

On a respectivement $S(Q) \sim \delta(Q-Q_0)$ (une fonction de Dirac) pour un ordre parfait ;
 $S(Q) \sim (\pi L)^{-1} / (L^{-2} + (Q-Q_0)^2)$ pour un système désordonné avec une largeur à mi-hauteur $\propto L^{-1}$ qui donne une mesure du désordre et $S(Q) \sim (Q-Q_0)^{-2}$ pour le verre de Bragg.

En pratique, la fonction de résolution expérimentale (radiale) domine très largement $S(Q)$ et la déconvolution ne semble pas réalisable de manière suffisamment rigoureuse pour analyser les formes de pic. En l'absence de très fort désordre qui élargira le pic de manière significative, il n'y aura donc pas d'information sur la forme de $S(Q)$ ⁴⁸. La limitation en résolution du détecteur (X,Y) donnée par le nombre limité de pixel n'aide pas non plus à analyser finement les pics $S(Q)$. On peut espérer améliorer les choses (surtout le deuxième point) avec la technique du temps de vol. Nous analysons actuellement des premières mesures avec cette technique.

Le centre du pic donne lui une lecture assez précise du champ interne à l'échantillon, (fig. A5) ce qui permet par exemple de déduire l'aimantation [CHR80].

⁴⁸ On estime que l'on peut détecter des inhomogénéités dans la densité de flux magnétique de l'ordre de 15% à 20% [WEB74], ce que l'on peut observer uniquement à bas champ près de B_{c1} où la pénétration des vortex peut être très inhomogène.

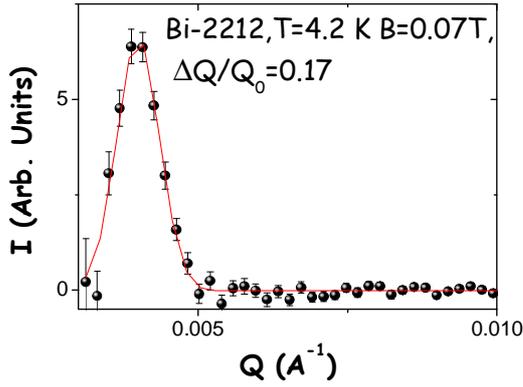


Figure A5 : $I(Q)$ dans Bi-2212. Le profil est typiquement Gaussien car dominé par la résolution expérimentale. Le centre de la Gaussienne $Q_0=2\pi/a_0=2\pi B_i^{1/2}/(1.075*\phi_0^{1/2})$ donne une mesure du champ interne B_i .

Une information assez directe est l'image 2D dans le plan du détecteur qui est caractéristique de l'ordre orientationnel. Un verre ou un liquide doit montrer un anneau de type Debye-Scherrer, un cristal montre lui des taches de Bragg résolues. De nombreuses analogies ont été proposées entre les réseaux de vortex et les phases observées dans les cristaux liquides, en particulier pour les régimes dynamiques. Les signatures sont essentiellement sur l'ordre en orientation⁴⁹.

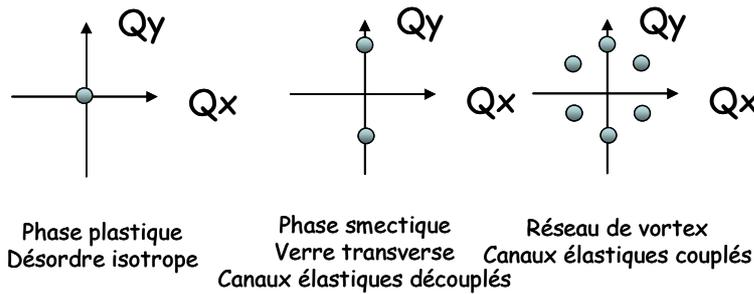


Figure A6: Figures de diffraction typiques de différentes phases dynamiques prédites pour les réseaux de vortex en mouvement en présence de désordre.

En présence de courant dans l'échantillon, il est nécessaire de bien sommer toutes les intensités en intégrant des rocking-curves qui changent de largeur en fonction du courant, sinon l'image obtenue donnera une fausse idée de la structure du réseau.

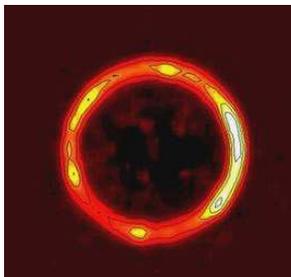


Figure A6 : Exemple d'un réseau de vortex avec un ordre orientationnel très dégradé dans un polycristal de Pb-In (2K, 0.1T).

⁴⁹ Pour une prolifération de dislocation conduisant à une fusion en 2D et pour les cristaux liquides, le paramètre d'ordre est $\sim \exp(i6\theta(r))$ où $\theta(r)$ est l'orientation (voir les articles de D.R. Nelson, par exemple [NEL79, NEL83]).

Il faut également être vigilant à la notion de désordre orientationnel dans les supraconducteurs. Le réseau de vortex a naturellement une orientation dégénérée. Cette dégénérescence se lève avec l'interaction avec les bords de l'échantillon, les axes cristallins (fig. A6) et aussi avec les effets de non localité dans les échantillons propres. Le réseau de vortex peut également révéler les paramètres d'ordre complexes (avec un gap non isotropes s) en montrant des déviations à la symétrie hexagonale et des orientations particulières. Sans des études systématiques et longues, il est très difficile de faire la part des choses entre tous ces effets, d'origine très diverses, et les conséquences d'un désordre volumique aléatoire qui pourraient désorienter le réseau en générant des cristallites de vortex.

Comme nous avons vu en discutant des résolutions instrumentales page 112, la résolution est optimisée pour les mesures de rocking-curve (fig. A7). Celles-ci apportent alors une mesure assez précise de la rigidité le long des vortex, que l'on peut formaliser par une longueur de corrélation $\ell \sim a_0 / \pi \Delta \omega$ où $\Delta \omega$ est la FWHM de la rocking-curve corrigée de la résolution. On peut montrer qu'un critère de Lindemann conduisant à une destruction d'un réseau est équivalent à $\ell \sim 20 \cdot a_0$. La largeur de la Rocking-Curve permet donc une mesure de la robustesse du réseau vis-à-vis d'une transition de fusion.

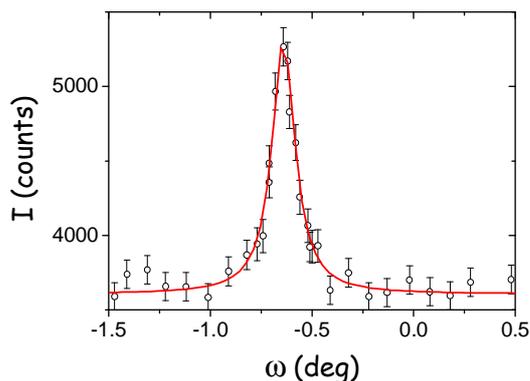


Figure A7: Rocking curve dans NbSe₂ (T=2K, B=1.25T). Le fit Lorentzien, corrigé de la résolution instrumentale, donne une longueur de corrélation $\ell \sim 200 \cdot a_0$, les vortex sont donc rigides et le réseau bien ordonné.

Si toutes les caractéristiques observables sont celles d'un réseau, si l'on peut donc négliger les effets de désordre, l'intensité mesurée permet de remonter à la composante de Fourier F_{hk} et donc à λ et ξ , les deux grandeurs fondamentales d'un supraconducteur.

A-6 Le réseau de vortex en mouvement étudié en diffraction inélastique

Nous ne parlerons pas ici de la composante inélastique due aux fluctuations du réseau de vortex autour de sa position d'équilibre, qui a été discutée par K. Maki [MAK72], mais qui, à notre connaissance, n'a jamais été mesurée, certainement à cause de la petitesse du signal attendu (la prédiction est celle d'un signal de l'ordre de grandeur de la composante élastique uniquement très proche de B_{c2}). Cette mesure serait

certainement intéressante (mais difficile) dans les HT_c où les fluctuations thermiques doivent être les plus fortes.

La problématique est ici celle du réseau de vortex cohérent en mouvement. Tant que les plans de Bragg restent bien définis, ils se comportent comme en miroir en déplacement, et une onde d'impulsion p diffractée subit un effet *Doppler* (fig.A8).

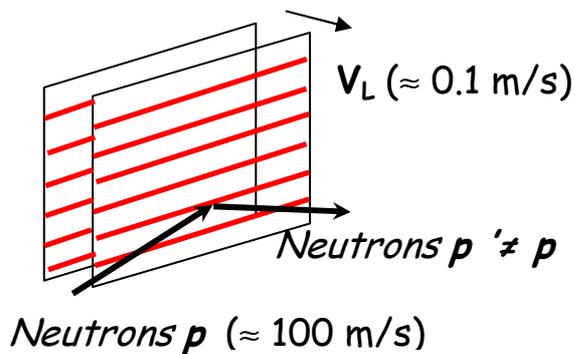


Figure A8 : Schéma des plans de Bragg du réseau de vortex en mouvement ainsi que la direction des faisceaux de neutrons incidents et diffractés.

Le changement d'impulsion de l'onde est proportionnel à la vitesse du miroir en mouvement, ici le réseau de vortex. Une des conséquences est une rotation de l'angle de Bragg apparent de la composante élastique. Cet effet a été mesuré par *Schelten* [SCH75] et nous l'avons également vérifié dans nos propres expériences. Il est néanmoins faible et la mesure est peu précise, car limitée par la résolution angulaire donnée par le codeur de la rotation des goniomètres (typiquement de 0.01° , à comparer avec une rotation $\Delta\omega \sim V_L/V_{n||} \sim (0.1/400) \text{ rad} \sim 0.015^\circ$ pour des vortex allant à 0.1 m/s et des neutrons allant à 400 m/s ($\lambda = 10 \text{ \AA}$). L'idéal est de pouvoir mesurer le changement d'impulsion des neutrons après interaction avec le réseau en mouvement. La grande difficulté, qui a rendait l'expérience infaisable quand elle a été discutée par *Thorel* [THO72], vient de la résolution nécessaire, car il faut mesurer au final un changement d'impulsion relatif des neutrons de l'ordre de 10^{-6} . Ramené en énergie absolue, il faut mesurer de l'ordre du neV , soit trois ordres de grandeur mieux que la résolution d'un spectromètre inélastique. La solution vient de la technique du spin-écho qui ne sera pas explicitée ici, on trouvera une explication complète de la technique dans [MEZ03], et édulcorée dans [PAU00]. En particulier, le spectromètre *In15* de l'ILL montre des performances assez remarquables, grâce à son fort flux même à grande longueur d'onde, et à son excellente résolution en énergie ($< 10 \text{ neV}$).

Très brièvement, la technique du spin écho est basée sur la précession de Larmor du neutron dans un champ magnétique. La précession effectuée à la sortie d'une première bobine avant l'échantillon est parfaitement composée, en absence d'interaction, par une précession inverse dans une deuxième bobine située après l'échantillon. Si le neutron change d'impulsion entre les deux bobines, il y aura un déphasage directement mesurable sur la polarisation. On peut montrer que le temps de Fourier est directement pilotable par le temps de précession des neutrons, c'est-à-dire en jouant sur le courant dans la première bobine. La référence [MEZ03] explique en détail cette technique et

pourquoi elle permet de mesurer $S(Q,t)$ avec une si grande résolution, et ce malgré une mauvaise résolution en longueur d'onde $\Delta\lambda/\lambda \sim 15\%$.

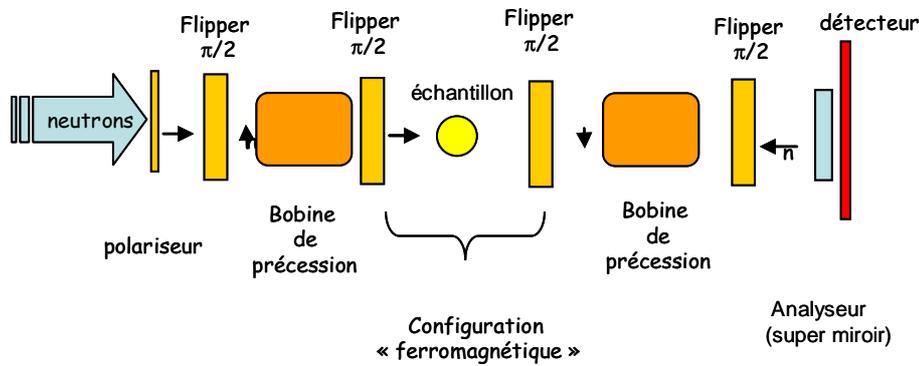


Figure A9 : Schéma d'un spectromètre à écho de spin en configuration ferromagnétique.

Dans le cas particulier du réseau de vortex en mouvement, la phase de l'écho qui est proportionnelle au changement d'impulsion des neutrons, donne la vitesse des vortex par effet Doppler. L'amplitude de l'écho, elle renseignera sur la distribution des vitesses. Une complication de l'expérience vient des forts champs magnétiques nécessaires pour créer le réseau de vortex, et qui peuvent dépolariiser les neutrons dans l'espace échantillon. Pour contourner ce problème, on remplace un flipper π par deux flippers $\pi/2$ pour tourner la polarisation avant et après l'échantillon (configuration dite « ferromagnétique », voir fig. A9).

ANNEXE B

Bruit et fluctuations

Il existe de nombreux articles de revues sur les mesures de bruit et des fluctuations dans le transport électronique [DUT81,HOO81]. L'article de revue « *1 / f noise and other slow, nonexponential kinetics in condensed matter* » de M.B. Weissman [WEI88] est à la fois très complet et brasse une palette impressionnante de concepts avec de nombreux commentaires de l'auteur. Ce que je présente ici est très succinct, et ne donne que quelques concepts que j'ai utilisés lors de mes études.

B-1 Statistiques du premier ordre

Le point de départ est l'acquisition d'une série temporelle $V(t)$ où V peut être n'importe quel signal mesuré. Dans mes expériences, V est généralement une tension, plus rarement un flux magnétique. Dans les cas où les fluctuations sont grandes, il est possible (et souvent plus confortable) de travailler directement sur ces séries temporelles. Dans les cas où le bruit que l'on souhaite analyser est très faible, on travaille systématiquement avec les spectres de bruit qui permettent de soustraire simplement les parasites (50 Hz et harmoniques) ainsi que le bruit de fond ambiant. Les quantités utiles sont le spectre de bruit ou densité spectrale de puissance, que l'on calcule d'après le théorème de Wiener-Khintchine :

$$S_{vv}(f) = 4 \int_0^{\infty} C_{vv}(\tau) \cos(2\pi f\tau) d\tau$$

Où $C_{vv}(\tau) = \langle V(t)V(t+\tau) \rangle$ est la fonction d'autocorrélation qui permet de donner une représentation dans l'espace des temps à un signal aléatoire. En intégrant la densité spectrale de puissance, on obtient la puissance du bruit δV qui est directement reliée à une quantité plus connue à savoir l'écart type σ .

$$\sigma^2 = \delta V^2 = C_{vv}(0) = \int_{-\infty}^{+\infty} S_{vv}(f) \cdot df$$

Cette quantité est définie si le processus est ergodique⁵⁰, ce qui est très souvent vérifié, mais nous verrons que cette propriété peut être mise en défaut dans de nombreux cas en physique de la matière condensée. On se trouve alors dans un cas assez troublant, en tout cas pour un expérimentateur qui apprend généralement à vérifier la reproductibilité d'une mesure, où les mesures sont non reproductibles à cause de véritables raisons physiques.

⁵⁰ Un processus est ergodique si toutes ces moyennes temporelles sont définies et invariantes dans le temps.

B-2 Fluctuations individuelles et Lorentziennes.

Le cas le plus simple est celui d'un système fluctuant avec un temps caractéristique τ_0 (c'est le temps de retour à la moyenne après la fluctuation). La fonction de corrélation est une exponentielle décroissante et la densité spectrale de puissance est une Lorentzienne $S_{VV}(f) = \frac{4\sigma\tau_0}{1 + (2\pi f\tau_0)^2}$, avec une fréquence de coin $f_0 = (2\pi\tau_0)^{-1}$. Pour $f < f_0$,

le bruit est blanc, on dit que le processus est non corrélé, ce qui signifie que les fluctuations ont le temps de relaxer entre chaque mesure. Pour $f > f_0$, le bruit est coloré et de type brownien (« *the random walk* » ou « *the drunkard's walk* »). Il peut arriver que l'on isole expérimentalement ce type de bruit, par exemple dans les petits systèmes ou dans des cas de séparation de phase où les fluctuateurs sont grands : c'est typiquement un bruit télégraphique. Mais, le plus généralement, le bruit présente un spectre proche de $1/f$.

B-3 Un des nombreux secrets du bruit en $1/f$

Dans le cas général, on considère beaucoup de fluctuateurs et de temps caractéristiques, ce que l'on formalise avec une distribution $P(\tau)$ telle que :

$$S_{VV}(f) = \int_0^{\infty} P(\tau) \frac{4\tau}{1 + (2\pi f\tau)^2} d\tau$$

Mathématiquement, on obtient $S_{VV}(f) \propto 1/f$ si $P(\tau) \propto 1/\tau$, et ce, quel que soit le détail des processus.

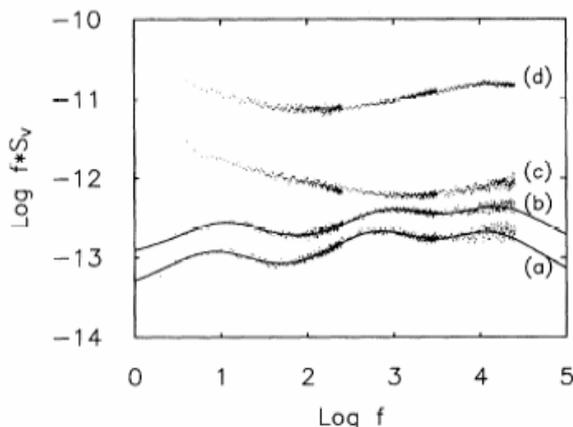


Figure B1 : Mise en évidence d'une superposition de Lorentziennes dans le bruit en $1/f$ dans des jonctions tunnel métal-isolant-métal, d'après [ROG84].

Un exemple est celui de fluctuateurs indépendants et activés thermiquement. Le temps caractéristique est $\tau = \tau_0 \exp(U/kT)$ ce qui donne $U = kT \ln \frac{\tau}{\tau_0}$ et $\frac{dU}{d\tau} = \frac{kT}{\tau}$.

Avec des énergies distribuées avec une même loi $P(U)$ quelque soit U , donc une distribution plate, alors $P(\tau) = P(U) \frac{kT}{\tau} \propto 1/\tau$ qui donne le bruit en $1/f$.

En conclusion, dans les systèmes désordonnés qui ont des distributions larges et relativement plates, une superposition de processus activés thermiquement donnent un bruit $1/f^\alpha$ avec $\alpha \approx 1$, ce qui explique pourquoi ce type de bruit est si souvent observé. Ce modèle a été validé par l'observation d'une superposition de Lorentziennes dans des petits échantillons [ROG84] (fig. B1). Une autre approche populaire est de considérer que le bruit en $1/f$ vient de la capacité des systèmes dynamiques avec des degrés de liberté à s'organiser de façon auto-critique : c'est le fameux modèle de *Self Organized Criticality* (SOC) de *Bak-Tang-Wiesenfeld* [BAK87]. On se contentera de dire que cette approche est loin de faire l'unanimité, et quelques résultats discutables ont visiblement été publiés sur ce sujet ([MIL03] pour une discussion critique des différentes approches). La SOC est fortement liée avec la notion d'invariance d'échelle, et un des contre-arguments simple souvent utilisé est que le bruit ne peut pas être en $1/f$ sur tous les temps: il doit nécessairement être borné à basse fréquence pour ne pas conduire à une puissance infinie qui serait non physique.

B-3 Le bruit des métaux et l'approche de Dutta, Dimon and Horn (DDH).

Quand on regarde en détail, le bruit $1/f^\alpha$ montre un exposant α proche de 1, mais rarement rigoureusement égal à 1. Dans le modèle de DDH [DUT79], les fluctuations sont thermiquement activées avec des larges distributions d'énergie d'activation. L'exposant α peut alors être relié à la variation thermique de la puissance du bruit via l'expression $\alpha(T) = 1 - \frac{1}{\ln 2\pi f \tau_0} \left[\frac{\partial \ln S_{vv}(f, T)}{\partial \ln T} - 1 \right]$, ce qui est souvent vérifié.

On en déduit alors les distributions d'énergies d'activation $P(U) = 2\pi f \frac{S_{vv}(f, T)}{kT}$, typiquement associées à des énergies U de quelques 0.01 à quelques 0.1eV. La source du bruit serait les défauts structuraux qui, bougeant sous l'effet de la température, changent la section efficace de diffusion électronique et créent les fluctuations de résistance. Comme le mécanisme global est activé, après un maximum pour des températures proches de 300K, les fluctuations diminuent quand la température diminue de façon quasi-linéaire. Il existe cependant un cas où le bruit augmente quand la température diminue : les fluctuations universelles de conductance qui trouvent leur origine dans la cohérence de phase à basse température [LEE85], et que l'on peut observer dans les métaux de petites dimensions.

B-4 Le bruit magnétique

C'est un bruit que l'on peut trouver souvent dans les oxydes magnétiques ou proches d'une mise en ordre magnétique tels que ceux que nous avons mesurés. On pourra distinguer le cas des bruits fortement hors équilibres, comme le bruit Barkhausen, et le bruit quasi-stationnaire dans le cas des dynamiques très lentes comme les verres de

spins. La mesure historique du bruit magnétique a été réalisée dans un ferromagnétique où la dynamique des parois entre les domaines de Weiss crée le bruit de *Barkhausen* [BAR09, DUR06]. L'observation première de Barkhausen était que « pendant que la force magnétomotrice est continuellement variée, les aimants moléculaires se retournent en sautant dans leur nouvelle position. Pour cette raison, ils produisent des impulsions irrégulières d'induction dans un enroulement enroulé autour de l'échantillon, qui peut alors être entendu comme bruit dans un téléphone » [BAR09]. Le bruit Barkhausen est utilisé comme technique de caractérisation (c'est une technique non destructive de caractérisation structurale des ferromagnétiques en électrotechnique). C'est aussi un processus très étudié fondamentalement, car c'est un cas d'école pour l'étude des effets d'avalanche, qui peuvent être observés dans des nombreux systèmes [SET01]. La manière la plus directe pour mesurer un bruit magnétique est d'utiliser une sonde sensible à B (bobine, sonde de Hall...). Grâce du couplage galvanomagnétique, toute fluctuation magnétique peut se refléter dans une fluctuation de charge et il est possible de mesurer une fluctuation magnétique via le bruit électronique. Ce couplage est faible dans les métaux non magnétiques [HON95]. Dans les oxydes où les mises en ordre de charge et de spins sont souvent directement corrélées, il peut devenir très important. C'est le cas des manganites à magnétorésistance géante. Le bruit est donc un moyen intéressant pour tester les couplages spins-charge dans un matériau, en étudiant les corrélations entre le bruit de résistance et le bruit de flux magnétique par exemple, où, ce qui est plus simple, en étudiant le comportement du premier sous champ magnétique.

Dans les cas des verres de spin, c'est directement le bruit d'aimantation qui a été d'abord mesuré en utilisant la grande sensibilité des SQUID [OCI86, REF88]. Il semble moins évident que les verres de spin puissent produire un bruit électronique mesurable. Il est cependant bien observable, très particulier, et a été analysé en détail par des statistiques d'ordre supérieur [WEI93].

B-5 Le trop de bruit et l'effet collègue électoral

La valeur du bruit d'un conducteur est généralement quantifiée par la loi empirique de *Hooge* [HOO81]. Les hypothèses de la loi de *Hooge* sont nombreuses, il faut que l'échantillon et que le courant soient homogènes, que tous les porteurs de charge participent à la conduction et que leurs fluctuations soient non corrélées, ce qui réduit fortement son domaine d'applicabilité. Une critique assez radicale est que la loi de *Hooge* découle d'un moyennage statistique qui n'a de sens que pour des fluctuations liées à des charges mobiles indépendantes, or il est impossible que celles-ci persistent à des temps suffisamment long pour donner un bruit basse fréquence [WEI88]. Ceci étant, on peut l'utiliser (ou sa version sous forme de volume effectif) comme un critère pour savoir si le bruit est typique d'un bon métal ou alors s'il est anormalement élevé. Dans ce dernier cas, pour des conducteurs inhomogènes, on pourra invoquer l'effet « collègue électoral »⁵¹.

⁵¹ L'analogie avec l'effet d'un collègue électoral vient de [PAL05]...après l'élection d'un certain président Américain. L'idée plus « scientifique » est que la résistance peut être plus influencée par des changements de la phase minoritaire si le courant est inhomogène. En gros, une minorité peut imposer son point de vue dans un environnement très perturbé. Cela se vérifie plutôt bien dans la vraie vie...

C'est un effet fortement non Gaussien qui peut être confirmé en travaillant sur les statistiques d'ordre supérieur (le second spectre défini page 126) [SEI96].

B-6 Le théorème de limite centrale (TLC)

Le TLC nous apprend que les effets de moyenne lissent tous les détails des processus individuels. Plus techniquement, la moyenne d'un nombre infini de variables aléatoires indépendantes converge vers une loi normale (Gaussienne), et ce indépendamment des distributions de probabilité des variables individuelles. Pour un expérimentateur, l'infini est beaucoup trop long et commence avant la dizaine. L'infini arrive finalement assez vite.

Ce théorème extrêmement puissant présente à la fois un grand avantage et un grand inconvénient. Le grand avantage est qu'il est à la base de la physique statistique en donnant la possibilité de définir des valeurs moyennes malgré un nombre « infini » de variables. D'un autre côté, cet effet de lissage masque toutes les informations locales. C'est pour cela qu'il peut être intéressant de diminuer le nombre de fluctuateurs (par exemple en diminuant la taille des systèmes) pour espérer mettre en évidence des lois statistiques non Gaussiennes correspondant aux événements individuels, et ainsi apporter des informations nouvelles sur la physique sous-jacente.

Il existe des cas particulièrement intéressants où le TCL ne s'applique pas sous sa forme standard, par exemple quand les distributions statistiques sont larges. Les événements rares ont alors un poids statistique suffisant pour pouvoir empêcher la convergence vers une moyenne, c'est les cas des statistiques de Lévy qui conduisent aux vols de Lévy. Elles donnent un résultat surprenant : Les fluctuations ne diminuent pas en augmentant le nombre de termes de la moyenne, c'est-à-dire qu'un comportement d'ensemble pourra fluctuer presque autant qu'un comportement individuel. Loin d'être un effet « gadget », on arrive à des résultats souvent contre-intuitifs mais (malgré tout) prédictibles et bien vérifiés par l'expérience, comme cela a été joliment montré dans les jonctions tunnels [COS03]. Une des conséquences importantes des statistiques de Lévy est que, comme les processus sont dominés par quelques, voire une, fluctuations⁵², la mesure « macroscopique » est sensible à un événement « microscopique ». C'est l'effet « microscope de Lévy ».

Très certainement, ces statistiques particulières avec des distributions larges ont un rôle important à jouer dans les nanosciences. Elles gouvernent certains phénomènes de notre société. Le dérèglement des marchés financiers est un cas spectaculaire qui a récemment été à la une des informations, et un concept de marché fondamentalement instable, qui s'oppose à une auto-régulation des marchés basée sur des modèles Gaussiens, a été largement discuté par des physiciens statisticiens coutumiers de ces distributions larges et de la physique des systèmes désordonnés [BOU09].

⁵² On parle alors de valeur la plus probable ou valeur typique, la notion de valeur moyenne n'ayant plus de sens strict.

B-7 Les statistiques d'ordres supérieurs, le bruit du bruit

Il y aussi d'autres cas, hors statistiques de Lévy, où le TLC classique peut être mis en défaut. D'abord si les variables ne sont pas indépendantes mais corrélées. Ensuite si leur nombre reste suffisamment petit pour que le moyennage ne soit pas efficace.

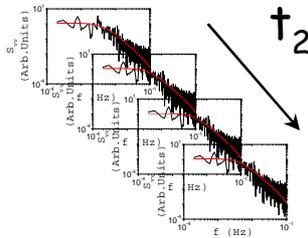


Figure B2 : Schéma représentant l'acquisition d'une série temporelle de spectres. Ceci permet de travailler sur les statistiques du second ordre en introduisant une autre échelle de temps de mesure t_2 , en plus des temps t_1 des spectres mesurés.

En pratique, pour les études de statistique d'ordres supérieurs, il convient de faire un grand nombre N d'acquisitions de spectre $S_{vv}(f_1)$ séparées d'un intervalle de temps Δt_2 (fig. B2). En général, nous avons travaillé avec $N \approx 10\,000$ et $\Delta t_2 = 300\text{ ms}$. Les intervalles de temps allant de 10^{-4} sec à $10^3\text{-}10^4\text{ sec}$ et les signaux étant très faibles, il faut toujours faire très attention à la stabilité de tous les paramètres pouvant influencer sur le signal mesuré, surtout sur des temps longs (T , B , I , circuit d'alimentation électrique,...). En pratique, il convient de faire un bruit de fond ambiant afin d'isoler les perturbations. La manière la plus directe pour tester l'éventuel caractère non Gaussien reste la construction d'un histogramme, afin de représenter la densité de probabilité des événements. C'est quelquefois d'une précision insuffisante pour déceler des légers écarts à une loi normale et on utilise alors une mesure du second spectre. Chaque fluctuation peut être traitée comme une variable est possède donc elle-même ses statistiques propres que l'on peut caractériser par le second spectre, définit comme :

$$S_2(f_1, f_2) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{vv}(f_1, t) \cdot e^{-2i\pi f_2 t} dt$$

Pour une statistique Gaussienne de variables aléatoires indépendantes de même loi, $S_2(f_1, f_2)$ est un bruit blanc⁵³. L'inverse n'est pas nécessairement vrai, un second spectre blanc ne prouve pas une statistique Gaussienne, il démontre uniquement que les fluctuations ne sont pas corrélées à la fréquence f_1 . Ce second spectre est également appelé *le bruit du bruit*.

Une autre propriété importante à étudier est la stationnarité du processus (de la moyenne et des fluctuations). Expérimentalement, on observe des nombreux matériaux présentant des propriétés non stationnaires, dont l'analyse est essentielle pour interpréter correctement les valeurs mesurées et la physique en œuvre.

⁵³ Sauf si le courant de transport est fortement inhomogène et impose des fluctuations très intenses. (« Dynamical Current Redistribution »)

Bibliographie des annexes

Annexe A

- [BRU08] A. Brûlet, V. Thévenot, D. Lairez, S. Lecommandoux, W. Agut, S. P. Armes, J. Du and S. Désert, *J. Appl. Cryst.* **41**, 161 (2008)
- [BRA72] E. H. Brandt, *Phys. Status Solidi (b)* **51**, 345 (1972)
- [BRA97] E.H. Brandt, *Phys. Rev. Lett.* **78**, 2208 (1997)
- [CHR80] D. K. Christen, H. R. Kerchner, S. T. Sekula, and P. Thorel, *Phys. Rev. B* **21**, 102 (1980)
- [CRI64] D. Cribier, B. Jacrot, L. Madhav Rao, and B. Farnoux, *Physics Letters* **9**, 106 (1964)
- [CRI66] D. Cribier, B. Jacrot, B. Farnoux, and L. Madhav Rao, *J. Appl. Phys.* **37**, 952 (1966)
- [DEG64] P.G. De Gennes and J. Matricon, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 45 (1964)
- [KLE01] T. Klein, I. Joumard, S. Blanchard, J. Marcus, R. Cubitt, T. Giamarchi, and P. Le Doussal, *Nature (London)* **413**, 406 (2001)
- [LAI99] D. Lairez, *Résolution d'un spectromètre de diffusion de neutrons aux petits angles*, *J. Physique IV France* **9**, 67 (1999)
- [LAV09] M. Laver, C. J. Bowell, E. M. Forgan, A. B. Abrahamsen, D. Fort, C. D. Dewhurst, S. Mühlbauer, D. K. Christen, J. Kohlbrecher, R. Cubitt, and S. Ramos, *Phys. Rev. B* **79**, 014518 (2009)
- [MAK72] K. Maki, *Journal of Low Temperature Physics* **7**, (1972)
- [MEZ03] *Neutron spin echo spectroscopy. Basics, trends and applications*, in: F. Mezei, C. Pappas, T. Gutberlet (Eds.), *Lecture Notes in Physics* **601**, Springer, Berlin (2003).
- [NEL79] D. R. Nelson and B. I. Halperin, *Phys. Rev. B* **19**, 2457 (1979)
- [NEL83] D.R. Nelson, *Defect-mediated phase transition*, in C. Domb and J.L. Lebowitz, eds., Vol. 7 Academic Press, London, 1-99 (1983)
- [PAU00] A. Pautrat, *ancrage et dynamique d'un réseau de vortex dans le cadre d'un ancrage de surface*, Thèse de l'Université de Caen (2000)
- [PED90] J. Skov Pedersen, D. Posselt and K. Mortensen, *J. Appl. Cryst.* **23**, 231 (1990)
- [SCH75] J. Schelten, H. Ullmaier, and G. Lippmann, *Phys. Rev. B* **12**, 1772 (1975)
- [THO72] P. Thorel, *Contribution à l'étude des phénomènes de transport dans les supraconducteurs de deuxième espèce*, Thèse de l'université Paris VI/ENS (1972)
- [TRA67] H. Träuble, U. Essmann, *Physics Letters* **24A**, 526 (1967)
- [WEB74] H. W. Weber, J. Schelten and G. Lippmann, *Journal of Low Temp. Phys.* **3-4**, 16 (1974)

Annexe B

- [BAK87] P. Bak, C. Tang, and K. Wiesenfeld, *Phys. Rev. Lett.* **59**, 381 (1987)
- [BAR19] H. Barkhausen, Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen. *Physik Z.* **20**, 401-403 (1919), heureusement, une version traduite se trouve chez [DUR06]
- [BOU09] Jean-Philippe Bouchaud, *The (unfortunate) complexity of the economy*, Physics World, p 28, April 2009.
- [COS03] V. Da Costa, M. Romeo and F. Bardou, *Statistical properties of tunnel currents in metal-insulator-metal junctions*, *J. Magn. Magn. Mat.* **258-259**, 90 (2003)
- [DUR06] G. Durin and S. Zapperi, *The Barkhausen effect*, "The Science of Hysteresis", vol. II, G. Bertotti and I. Mayergoyz eds, Elsevier, Amsterdam, 181 (2006)
- [DUT79] P. Dutta, P. Dimon, and P. M. Horn, *Phys. Rev. Lett.* **43**, 646 (1979)
- [DUT81] P. Dutta, and P. M. Horn, *Low-frequency fluctuations in solids: 1 / f noise*, *Rev. Mod. Phys.* **53**, 497 (1981)
- [HON95] K. Hong and N. Giordano, *Phys. Rev. B* **51**, 9855 (1995)
- [HOO81] F.N. Hooge, T.G.M. Kleinpenning, L.K.J. Vandamme, *Experimental studies on 1/f noise*, *Reports of Progress in Physics* **44**, 481 (1981)
- [KEE94] C. D. Keener and M. B. Weissman, *Physical Review B* **49**, 3944 (1994)
- [LEE85] P. A. Lee and A. D. Stone, *Phys. Rev. Lett.* **55**, 1622 (1985)
- [MIL03] E. Milotti, *1/f noise: a pedagogical review*, arXiv:physics/0204033v1 (2002)
- [OCI86] M. Ocio, H. Bouchiat, and P. Monod, *J. Magn. Magn. Mater.* **54**, 11 (1986)
- [PAL05] A. Palanisami, M. B. Weissman, and N. D. Mathur, *Phys. Rev. B* **71**, 014423 (2005)
- [REF88] Ph. Refregier, M. Ocio, J. Hammann, and E. Vincent, *J. Appl. Phys.* **63**, 4343 (1988)
- [ROG84] C. T. Rogers and R. A. Buhrman, *Phys. Rev. Lett.* **53**, 1272 (1984)
- [SEI96] G. T. Seidler, S. A. Solin, and A. C. Marley, *Phys. Rev. Lett.* **76**, 3049 (1996)
- [SET01] J. P. Sethna, K. A. Dahmen, and C. R. Myers, *Nature* **410**, 242 (2001)
- [WEIS88] M. B. Weissman, *1/f noise and other slow, nonexponential kinetics in condensed matter*, *Rev. Mod. Phys.* **60**, 537 (1988)
- [WEISS93] M. B. Weissman, *What is a spin glass? A glimpse via mesoscopic noise*, *Rev. Mod. Phys.* **65**, 829 (1993)

Je joins au manuscrit deux publications qui n'ont pas trouvé place dans cette habilitation et dont la thématique est plus liée aux propriétés magnétiques d'oxyde. Je travaille en parallèle sur cette thématique depuis quelques années.