



**HAL**  
open science

**Étude des transitions de phases quantiques  
supraconducteur – isolant, métal – isolant dans des  
matériaux amorphes désordonnés proches de la  
dimension 2**

Olivier Crauste

► **To cite this version:**

Olivier Crauste. Étude des transitions de phases quantiques supraconducteur – isolant, métal – isolant dans des matériaux amorphes désordonnés proches de la dimension 2. Supraconductivité [cond-mat.supr-con]. Université Paris Sud - Paris XI, 2010. Français. NNT : . tel-00579256v1

**HAL Id: tel-00579256**

**<https://theses.hal.science/tel-00579256v1>**

Submitted on 23 Mar 2011 (v1), last revised 23 Mar 2011 (v2)

**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.

UNIVERSITÉ PARIS – SUD XI

# THÈSE

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR de l'Université Paris – Sud XI**

Spécialité : **Physique des Solides et des milieux denses**

préparée au laboratoire **Centre de Spectroscopie Nucléaire et Spectroscopie de Masse**

dans le cadre de l'École Doctorale **Physique de la Région Parisienne (ED107)**

présentée et soutenue publiquement  
par

**Olivier Crauste**

le 6 décembre 2010

Titre:

**Étude des transitions de phases quantiques supraconducteur – isolant, métal – isolant dans des matériaux amorphes désordonnés proches de la dimension 2**

Directeur de thèse: **Louis DUMOULIN**

Jury

M. Michel HÉRITIER,	Président du Jury
M. Vincent BOUCHIAT,	Rapporteur
M. Claude CHAPELIER,	Rapporteur
M. Jérôme LESUEUR,	Examineur
Mme. Claire MARRACHE,	
M. Louis DUMOULIN,	Directeur de thèse



# Résumé

La compréhension du rôle du désordre sur la supraconductivité reste un problème fondamental de la physique du solide. Ce sujet illustre la compétition entre les phénomènes de localisation par le désordre qui conduisent à des isolants et la formation de paires de Cooper qui conduit à une conductivité infinie. Ces effets prennent un caractère spectaculaire en dimension 2, dimension limite pour l'existence de l'état métallique ou de l'état supraconducteur. Généralement le système décrit une Transition directe Supraconducteur – Isolant (TSI) qui a les caractéristiques d'une Transition de Phase Quantique, transitions définies à  $T = 0$  et provoquées par le franchissement d'une valeur critique par le paramètre moteur de la transition. Parmi ces paramètres (intrinsèques au système), on peut citer la densité d'états électroniques, le désordre microscopiques et l'épaisseur.

L'alliage  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est un matériau particulièrement intéressant pour l'étude de cette TSI. Le matériau est amorphe et homogène jusqu'à des épaisseurs de 2,5 nm et des températures de recuit de 250 °C et nous observons une TSI induite par la composition, le recuit et l'épaisseur, que nous avons étudié par rapport aux théories fermionique (FINKEL'STEIN), d'affaiblissement de la supraconductivité par le désordre et bosonique (*Dirty Boson Model* de FISHER), s'interprétant par la localisation des paires de Cooper. Ces expériences remettent en cause la possibilité de réduire la mesure du « désordre » par un unique paramètre tel que la résistance carrée ou le produit  $k_F l$  du vecteur d'onde de Fermi par le libre parcours moyen électronique. En particulier, elles soulignent l'effet spécifique de l'épaisseur. Par ailleurs, pour certaines valeurs des paramètres, nous observons une phase « métallique » qui apparaît à très basse température entre les phases supraconductrices et isolantes, contredisant les théories de la non-existence d'un métal à 2D. Nous avons montré que le diagramme de phase associé à ces échantillons pouvait s'interpréter en introduisant le concept de « métal de Bose », prédit par DAS & DONIACH.

Le  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est donc un système prometteur pour l'étude plus approfondie de ce nouvel état métallique.



# Abstract

The understanding of the disorder effect on the superconductivity remains a major issue in the solid state physics. This field is driven by the competition between the disordered-induced localization that leads to insulator and the formation of the Cooper pairs that leads to an infinite conductivity. These effects are dramatic in dimension 2, lower dimension for the existence of either a metal and a superconductor. The system is often described by a Superconductor – Insulator Transition (SIT) and is interpreted as a Quantum Phase Transition, transitions that occurs at  $T = 0$  and induced by a parameter crossing a critical value. Among these parameters, for example of system intrinsic ones, we can name the electronic density of state, the microscopical disorder and the thickness.

The  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  alloy is of great interest for the study of the SIT. The material is homogeneous and amorphous down to 2,5 nm thick and up to 250 °C of annealing and we observe a SIT induced by the composition, the annealing and the thickness, that we compared to the fermionic theories (Finkel'stein) relying on the weakening of the superconductivity by disorder, and the bosonic theories (Dirty Boson Model, Fisher), relying on the Cooper pairs localization. These experiments throw doubt a unique « disorder » parameter, such as the sheet resistance or the  $k_F l$  product of the Fermi wave vector and the electron mean free path. They especially outline the specific effect of the thickness. More over, we study the « metallic » state that appears at the lowest temperature between the superconductiv and the insulating states, despite the assumption that no metal can exists at 2D. The phase diagramm we obtain with these samples can be interpreted with the « Bose Metal » concept of Das & Doniach.

The  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  is thus a promising system for an advance study of this new metallic state.

# Table des matières

Résumé . . . . .	iii
Abstract . . . . .	iv
Table des matières . . . . .	v
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Concepts Théoriques</b>	<b>3</b>
1.1 Localisation par le désordre . . . . .	3
1.1.1 Approche classique, modèle de Drude . . . . .	3
1.1.2 Localisation d'Anderson . . . . .	4
1.1.3 <i>Variable Range Hopping</i> . . . . .	5
1.1.3.1 Loi de Mott . . . . .	5
1.1.3.2 Loi d'Efros-Shklovskii . . . . .	6
1.1.4 Régime de faible désordre : localisation faible . . . . .	7
1.1.4.1 Théorie de renormalisation . . . . .	8
1.1.4.2 Effet de la dimensionnalité . . . . .	9
1.1.4.3 Cross-over dimensionnel . . . . .	11
1.2 Interactions Électrons–Électrons . . . . .	12
1.2.1 Modèle du liquide de Fermi désordonné . . . . .	12
1.2.2 Effet de la dimensionnalité . . . . .	13
1.2.3 Distinction entre IQ et IEE . . . . .	14
1.3 Théories des Transitions Supraconducteur – Isolant . . . . .	14
1.3.1 Modèle bosonique . . . . .	15
1.3.1.1 Supraconducteurs et Vortex . . . . .	15
1.3.1.2 Transition de Berezinskii – Kosterlitz – Thouless . . . . .	16
1.3.1.3 Transition Supraconducteur – Isolant . . . . .	16
1.3.1.4 Transitions de Phases Quantiques . . . . .	17
1.3.1.5 Dualité paires de Cooper – Vortex . . . . .	19

1.3.1.6	Résumé . . . . .	20
1.3.1.7	« Métal » de Bose . . . . .	20
1.3.2	Modèles fermioniques . . . . .	22
1.3.2.1	Théorème d'Anderson . . . . .	22
1.3.2.2	Supraconducteurs et localisation . . . . .	23
1.3.2.3	Abaissement de la température de transition . . . . .	24
1.3.2.4	Supraconductivité et écrantage dynamique . . . . .	24
1.3.3	Modèle pseudo-spin . . . . .	27
1.3.3.1	Limites entre description pseudo-spin et fermionique . . . . .	28
1.3.3.2	Fonctions d'ondes fractales . . . . .	29
1.3.3.3	Diagramme de phase . . . . .	30
1.3.3.4	Résumé . . . . .	31
1.4	Fluctuations et paraconductivité . . . . .	32
1.4.1	Aslamazov – Larkin . . . . .	32
1.4.2	Maki – Thompson . . . . .	33
1.4.3	Contribution à la Densité d'état . . . . .	34
<b>2</b>	<b>Contexte expérimental</b>	<b>35</b>
2.1	Brève histoire de la supraconductivité dans les films minces . . . . .	35
2.1.1	Les films minces métalliques pour la recherche de $T_c$ élevées . . . . .	35
2.1.2	Les films métalliques ultra-minces . . . . .	36
2.1.3	Les films homogènes continus . . . . .	37
2.1.4	Transition de Kosterlitz-Thouless . . . . .	39
2.1.5	Au-delà de l'interaction supraconductivité/localisation : le « <i>Dirty Boson Model</i> » . . . . .	39
2.1.6	Les limites du « <i>Dirty Boson Model</i> » . . . . .	41
2.2	Revue des systèmes expérimentaux étudiés dans la littérature . . . . .	42
2.2.1	Les matériaux granulaires . . . . .	43
2.2.2	Les matériaux homogènes . . . . .	44
2.2.3	Les matériaux homogènes micro-cristallins . . . . .	45
2.3	Situation de notre travail . . . . .	45

---

---

<b>3</b>	<b>Partie Expérimentale</b>	<b>51</b>
3.1	Synthèse des échantillons . . . . .	51
3.1.1	Évaporation . . . . .	51
3.1.2	Géométrie des échantillons . . . . .	53
3.1.3	Gravure des bords . . . . .	54
3.1.4	Qualité des échantillons . . . . .	55
3.1.4.1	Caractérisation par RBS . . . . .	56
3.1.4.2	Caractérisation par AFM . . . . .	59
3.1.4.3	Caractérisation par TEM . . . . .	60
3.1.4.4	Caractérisation par EFTEM . . . . .	61
3.2	Recuits des échantillons . . . . .	61
3.2.1	Protocole . . . . .	61
3.2.2	Évolution de la morphologie du NbSi avec le recuit . . . . .	62
3.3	Cryogénie . . . . .	63
3.3.1	Principe de fonctionnement . . . . .	63
3.3.2	Puissances parasites . . . . .	65
3.4	Mesures expérimentales . . . . .	67
3.4.1	Pont de mesure de résistance TRMC2 . . . . .	67
3.4.2	Détecteurs synchrones . . . . .	67
<b>4</b>	<b>Présentation des résultats</b>	<b>69</b>
4.1	Présentation générale du $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . . . . .	69
4.1.1	Transition avec la composition $x$ . . . . .	70
4.1.2	Transition avec l'épaisseur $d_\perp$ . . . . .	71
4.1.3	Transition avec le recuit $\theta_{\text{rec}}$ . . . . .	71
4.2	Comportement général des courbes $R(T)$ . . . . .	72
4.2.1	Échantillons supraconducteurs . . . . .	73
4.2.2	Échantillons isolants . . . . .	74
4.2.3	Échantillons « métalliques » . . . . .	75
4.2.3.1	Régime haute température . . . . .	75
4.2.3.2	Régime basse température . . . . .	75
4.3	Inventaire des échantillons . . . . .	75
4.4	Cohérence des échantillons . . . . .	77
4.4.1	Comparaison des résistivités . . . . .	77
4.4.2	Détermination de $T_c$ . . . . .	79

---

4.4.3	Effets parasites sur la transition supraconducteur – normal . . . . .	81
4.4.3.1	Électrodes de mesures . . . . .	81
4.4.3.2	Transitions multiples . . . . .	82
4.5	Détermination des constantes fermiologiques du système $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . . . . .	83
4.5.1	Densité d'états à partir des propriétés de <i>Variable Range Hopping</i> .	83
4.5.2	Densité d'états à partir des mesures de chaleur spécifique . . . . .	84
4.5.3	Densité d'états à partir des mesures de Hall . . . . .	84
4.5.4	Mesures de champ critique dans l'état supraconducteur . . . . .	84
4.5.5	Discussion . . . . .	84
4.5.6	Comparaison du libre parcours moyen aux paramètres de structure	85
4.5.7	Effet de la composition $x$ de $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . . . . .	86
4.6	Évolution suivant l'épaisseur $d_\perp$ . . . . .	86
4.6.1	Détermination des épaisseurs critiques . . . . .	88
4.6.1.1	Définition de l'épaisseur critique . . . . .	88
4.6.2	Encadrement de l'épaisseur critique . . . . .	88
4.6.2.1	Lien avec le diagramme de phase 3D . . . . .	91
4.6.3	Analyse des résistivités . . . . .	91
4.6.4	Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de l'épaisseur	92
4.7	Évolution avec la composition $x$ . . . . .	94
4.7.1	Analyse des conductivités à l'état normal . . . . .	94
4.7.2	Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de la composition à épaisseur fixée . . . . .	95
4.8	Évolution avec la température de recuit $\theta_{\text{rec}}$ . . . . .	95
4.8.1	Analyses des conductivités . . . . .	96
4.8.2	Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de la température de recuit . . . . .	97
4.8.3	Transition Supraconducteur – « Métal » . . . . .	97
4.8.4	Irrégularités dans l'effet du recuit sur la supraconductivité . . . . .	100
4.9	Interprétation des effets du recuit . . . . .	101
4.10	Équivalence entre la composition, l'épaisseur et le recuit . . . . .	101
4.10.1	Recuit équivalent à la composition . . . . .	101
4.10.2	Recuit équivalent à l'abaissement d'épaisseur ? . . . . .	102
4.11	Saturations à très basse température . . . . .	103
4.11.1	Couplage électron-phonon . . . . .	103
4.11.2	La puissance de mesure . . . . .	104
4.11.3	Puissances parasites . . . . .	105

---

<b>5</b>	<b>Modèle fermionique</b>	<b>107</b>
5.1	Présentation générale des modèles fermioniques . . . . .	107
5.1.1	Approche perturbative – faible désordre . . . . .	107
5.1.2	Théorie de Finkel’stein – fort désordre . . . . .	108
5.2	Étude des abaissements de $T_c$ par la réduction d’épaisseur . . . . .	111
5.3	Étude des abaissements de $T_c$ par l’effet du recuit . . . . .	113
5.3.1	Effet d’abaissement de $T_c$ par la diminution de l’épaisseur aux dif- férentes étapes des recuits . . . . .	113
5.3.1.1	Comparaison des $T_{c0}$ . . . . .	113
5.3.1.2	Évolution de $\tau$ . . . . .	115
5.3.2	Autre présentation des abaissements de $T_c$ par le recuit . . . . .	116
5.3.2.1	Résultats . . . . .	117
5.4	Discussion . . . . .	118
5.4.1	La coupure « haute-fréquence » . . . . .	118
5.4.2	Autre approche de la situation « quasi 2D » . . . . .	120
5.4.2.1	Dimensionnalité du système . . . . .	120
5.4.2.2	Modification des équations des Finkel’stein . . . . .	121
<b>6</b>	<b>Modèle bosonique</b>	<b>125</b>
6.1	Quelques critères préalables à la renormalisation . . . . .	126
6.1.1	Détermination du point critique . . . . .	126
6.1.2	Échantillons considérés . . . . .	126
6.2	TSI induite par l’épaisseur . . . . .	127
6.2.1	Détermination de l’épaisseur critique . . . . .	127
6.2.2	Grandeur renormalisée . . . . .	128
6.2.3	Résultats de la renormalisation pour $x = 18\%$ . . . . .	129
6.2.3.1	Cas du recuit $\theta_{\text{rec}} = 70^\circ\text{C}$ . . . . .	129
6.2.3.2	Évolution de la TSI induite par l’épaisseur en fonction du recuit . . . . .	130
6.2.4	Résultats de la renormalisation pour $x = 13,5\%$ . . . . .	132
6.2.4.1	Élimination des effets de bords . . . . .	132
6.2.4.2	Scaling . . . . .	132
6.2.5	Discussion de la renormalisation de la TSI induite par l’épaisseur . . . . .	134
6.3	TSI paramétrée par $R_n$ . . . . .	134
6.4	Renormalisation pour la transition induite par le recuit . . . . .	136

---

6.4.1	Renormalisation des échantillons $x = 18\%$ . . . . .	136
6.4.1.1	Détermination de la température critique de recuit . . . . .	136
6.4.1.2	Analyse en renormalisation . . . . .	137
6.4.2	Renormalisation des échantillons $x = 13,5\%$ . . . . .	138
6.4.3	Discussion de la valeur obtenue pour le produit $\nu z$ . . . . .	139
<b>7</b>	<b>Métal de Bose</b> . . . . .	<b>143</b>
7.1	Analyse par série d'épaisseur . . . . .	144
7.1.1	Détermination de $R_c$ . . . . .	144
7.1.2	Analyse suivant le modèle de Das & Doniach . . . . .	144
7.1.3	Évolution avec le recuit . . . . .	146
7.1.4	Comparaison avec les résultats obtenus précédemment . . . . .	146
7.2	Analyse par série de recuit . . . . .	147
<b>8</b>	<b>Diagramme de Phase</b> . . . . .	<b>151</b>
8.1	Diagramme de phase dans le plan $(x, d_\perp)$ . . . . .	151
8.1.1	Relation entre les deux théories bosoniques étudiées . . . . .	151
8.1.1.1	TSI – Transition directe . . . . .	151
8.1.1.2	TSMI – Existence d'une phase intermédiaire métallique . . . . .	151
8.1.1.3	Lien avec les expériences . . . . .	153
8.1.2	Diagramme de phase $(x, d_\perp)$ . . . . .	153
8.2	Plan Recuit – Épaisseur . . . . .	155
8.3	Discussion du diagramme de phase . . . . .	156
	<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>159</b>
	<b>Bibliographie</b> . . . . .	<b>161</b>
	<b>A Fluctuations et Paraconductivité</b> . . . . .	<b>173</b>
	<b>B Abaissement de <math>T_c</math> par l'épaisseur</b> . . . . .	<b>175</b>
B.1	Fluctuations de phase dans des films supraconducteurs d'épaisseurs finies . . . . .	175
B.2	Modification des équations de Ginzburg – Landau en présence de conditions limites . . . . .	176
	<b>C Notations</b> . . . . .	<b>179</b>

# Introduction

L'effet du désordre sur les propriétés de transport des systèmes électroniques a une longue histoire et reste un sujet majeur de la physique et de la matière condensée. En effet, le problème se pose pour toute nouvelle classe de matériaux conducteurs et nous ne disposons pas d'une théorie complète pour décrire l'ensemble des phénomènes observés. L'effet du désordre sur la supraconductivité est une part importante du sujet. Son étude enrichit en permanence la compréhension générale et fournit un champ très riche pour l'expérimentation. La recherche de ces dernières décennies est dominée par l'étude de la compétition entre les phénomènes de localisation par le désordre qui conduisent à des isolants et la formation de paires de Cooper ayant la possibilité de se corrélérer à longue portée et qui conduisent à une conductivité infinie.

Cette compétition prend des formes spectaculaires à l'approche de la dimension 2, dimension « limite » pour l'existence d'un métal ou d'un supraconducteur. La conception basique selon laquelle ni l'un ni l'autre ne sont possibles à 2D a été battue en brèche. D'une part, il peut exister à 2D des transitions supraconductrices de type Kosterlitz–Thouless–Berezinskii et d'autre part des systèmes d'électrons bidimensionnels ont été trouvés métalliques dans des hétérostructures particulières.

Néanmoins, il est couramment admis qu'en dehors de ces systèmes très particuliers, les seuls états possibles à  $T = 0$  à 2D en présence de désordre sont l'état isolant ( $R$  infinie) ou l'état supraconducteur ( $R = 0$ ).

De plus, le passage d'un état à l'autre (la Transition Supraconducteur – Isolant, TSI) relève de la théorie des Transitions de Phases Quantiques dont il fournit un exemple extrêmement intéressant. Différents paramètres peuvent être les « moteurs » de cette transition à  $T = 0$  : la densité d'états, le désordre, l'épaisseur, les champs magnétique ou électrique, ... La transition sous champ magnétique a été la plus étudiée et a permis d'illustrer des modèles tels que le « *Dirty Boson Model* » qui ont montré leur pertinence et leurs limites. Ce type d'étude ne donne cependant pas un éclairage direct sur le rôle du « désordre » qui est le cœur du sujet.

L'étude des abaissements de  $T_c$  avec l'épaisseur de films minces a aussi <sup>2</sup>une très longue histoire mais s'est enrichie récemment du concept de transition de phase quantique et quelques rares mais spectaculaires expériences l'ont illustré. Cette étude est aussi motivée par la compréhension des supraconducteurs à haute- $T_c$ .

Des questions fondamentales demeurent :

1. Les effets d'épaisseur sont-ils assimilables à un « désordre » moteur, lui, *in fine*, de la TSI ?



2. Par quels mécanismes le désordre et la réduction d'épaisseur abaissent-ils  $T_c$  ? Peut-on atteindre une certaine universalité des phénomènes observés ?
3. Quelle est la nature fermionique ou bosonique des phases près de la TSI ?
4. De nombreuses expériences observent des comportements de type métallique à 2D au sens où l'extrapolation à  $T = 0$  de  $R(T)$  semble devoir conduire à une résistance finie. Comment peut-on rendre compte de ces observations ?

Le présent travail a pour objectif d'apporter une contribution à ces différentes questions. Il est centré sur l'exploitation des propriétés intéressantes du système amorphe, homogène  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Il montre une TSI en fonction de la composition  $x$  et de l'épaisseur  $d_\perp$  des films. De plus, des recuits (entre 70 et 250°C) permettent de modifier très finement le niveau de désordre microscopique sans altérer la structure amorphe homogène. Enfin, nous avons voulu étudier de près la phase « métallique » qui apparaît à très basse température sur les échantillons proches de la TSI.

Après le rappel des concepts de base du sujet (chapitre 1) et des faits marquants dans le domaine (chapitre 2), nous présentons les techniques expérimentales (chapitre 3) : élaboration des couches par co-évaporation sous ultra-vide et étude des propriétés de transport jusqu'à 7 mK.

Nous présentons ensuite (chapitre 4) une analyse croisée des effets des trois paramètres : composition, épaisseur et recuit sur les  $T_c$  (toutes les expériences ont été faites à champ magnétique nul).

Les chapitres 5 à 7 sont consacrés à une analyse plus approfondie des résultats à la lumière des différentes théories.

Enfin, en conclusion, nous essaierons de dégager les apports de ce travail aux questions initiales posées.

# Chapitre 1

## Concepts Théoriques

Nous commençons par exposer, dans ce chapitre, les concepts théoriques dont nous nous servirons pour interpréter nos résultats expérimentaux. Nous nous attacherons tout d'abord à un bref exposé sur la localisation en lien avec la Transition Métal – Isolant (TMI). Nous exposerons ensuite les principales théories expliquant les Transitions Supraconducteur – Isolant dans des films minces désordonnés. Enfin, nous terminerons par un rappel sur les fluctuations du paramètre d'ordre supraconducteur et la paraconductivité.

### 1.1 Localisation par le désordre

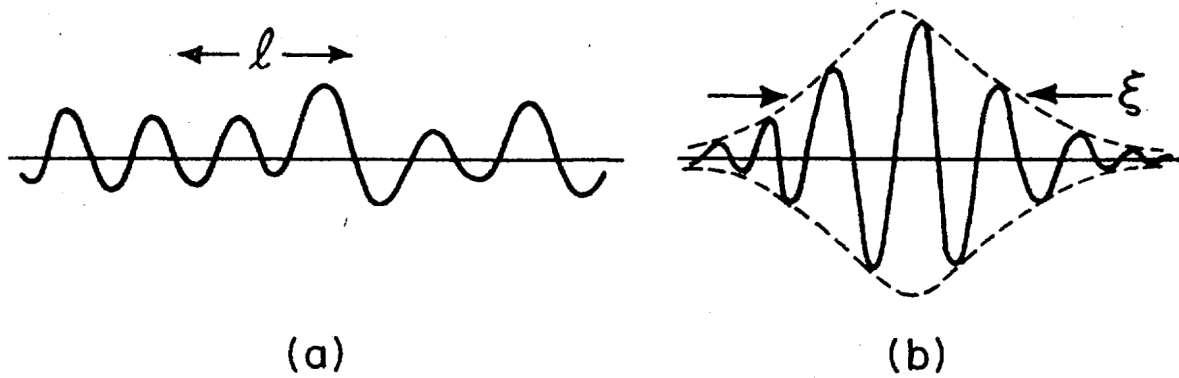
#### 1.1.1 Approche classique, modèle de Drude

Dans une approche classique, le modèle de Drude décrit le transport des électrons dans un bon conducteur [Ashcroft et Mermin, 1976]. Le mouvement des électrons est décrit comme le mouvement d'un gaz de particules classiques de masse  $m$  de charge  $-e$  dans un milieu diffusant fixe. Entre les chocs, les électrons sont librement accélérés par le champ électrique  $\vec{E}$  extérieur, sans interaction avec les autres électrons. Pendant un intervalle de temps  $dt$ , l'électron a une probabilité  $dt/\tau$  de subir un choc,  $\tau$  est le temps de libre parcours moyen.

Nous pouvons établir que la densité de courant  $\vec{j} = -ne\vec{v}$ , où  $n$  est la densité d'électrons, et  $\vec{v}$ , la vitesse moyenne des électrons  $\vec{v} = -\frac{e\vec{E}\tau}{m}$ . Avec la loi d'Ohm  $\vec{j} = \sigma\vec{E}$ , la conductivité des électrons est donnée par :

$$\sigma = \frac{e^2 n \tau}{m} \tag{1.1}$$

Dans un bon conducteur, la longueur d'onde de l'électron est faible devant le libre parcours moyen  $l$ , distance moyenne entre deux diffuseurs, donnée par  $l = v_F \tau : \lambda \ll l$  ou  $1 \ll l/\lambda = k_F l$ . Dans cette limite, l'approximation des électrons comme des particules classiques est justifiée.



**FIGURE 1.1** – À faible désordre, la fonction d’onde électronique est étendue (a). Quand le désordre augmente, le potentiel aléatoire localise l’onde électronique (b). L’enveloppe de la fonction d’onde décroît en  $\langle \Psi(\vec{r})\Psi(\vec{0}) \rangle \propto \exp(-r/\xi_{loc})$ . D’après [Lee et Ramakrishnan, 1985].

### 1.1.2 Localisation d’Anderson

Cependant, dans le cas d’un très fort désordre, les conclusions de ce modèle ne sont plus valides. Anderson [1958] a étudié le transport dans des systèmes très désordonnés. Il considère un réseau périodique où les sites ont des niveaux d’énergie aléatoirement répartis dans une bande  $[E - W/2, E + W/2]$  où  $E$  est l’énergie moyenne des sites et  $W$  la largeur de la distribution en énergie considérée. Le rapport  $W/E$  est le paramètre qui permet de quantifier le désordre.

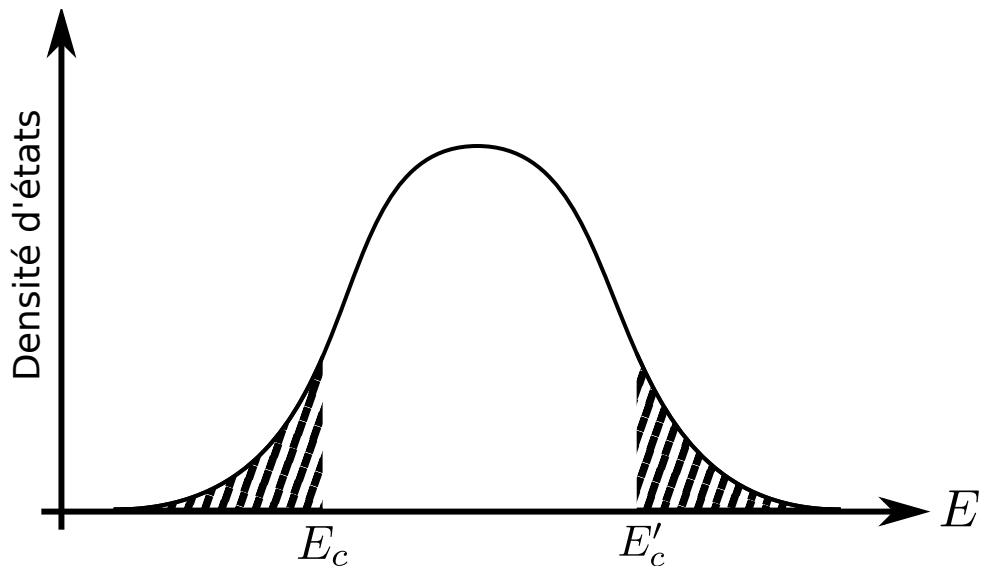
Anderson montre que la description en onde de Bloch (onde plane) des fonctions d’onde électroniques est fortement altérée par le désordre. Dans le cas d’un très fort désordre, la fonction d’onde associée à un électron devient localisée : son enveloppe décroît exponentiellement (voir Figure 1.1).

$$|\psi(\vec{r})| \propto \exp(-|\vec{r} - \vec{r}_0|/\xi_{loc}) \quad (1.2)$$

À température nulle, là où les processus de transport activés (par les phonons par exemple) disparaissent, le transport des électrons devient alors impossible : nous avons un isolant d’Anderson. Cet isolant est totalement différent d’un isolant de bande (sans électrons dans la bande de conduction) : dans un isolant d’Anderson, il y a des électrons au niveau de Fermi comme dans un métal. C’est le désordre qui le rend isolant.

Cet article fondateur a ainsi défini une nouvelle transition métal–isolant induite par le désordre. La transition d’Anderson est la transition entre une phase où les fonctions d’ondes sont étendues et une phase où elles sont toutes localisées par le désordre.

Le cas à une dimension est plus facilement concevable et il a été montré rigoureusement que tous les états sont localisés, même à faible désordre [Mott et Twose, 1961; Lee et Ramakrishnan, 1985; Kramer et MacKinnon, 1993]. Pour un système à trois dimensions, il existe une valeur de  $W/E$  non nulle au dessus de laquelle les états sont localisés. À deux dimensions, le problème devient plus difficile : il s’agit de la dimension critique inférieure de la transition d’Anderson.



**FIGURE 1.2** – Représentation de la densité d'états correspondant au modèle d'Anderson. Les états d'énergie comprise entre  $E_c$  et  $E'_c$  sont des états étendus. Quand le désordre augmente, le nombre d'états localisés ( $E < E_c, E > E'_c$ ) augmente et quand il n'existe plus un seul état étendu, le système devient isolant d'Anderson.

Mott [1967] a étudié le transport dans les isolants d'Anderson à température finie. Il définit le concept de front de mobilité  $E_c$  qui est l'énergie des derniers états délocalisés. Cette énergie  $E_c$  dépend du désordre et quand le niveau de Fermi  $E_F$  est inférieur à ce front de mobilité, les électrons sont localisés, le système est isolant (voir Figure 1.2).

### 1.1.3 Variable Range Hopping

#### 1.1.3.1 Loi de Mott

En 1968, Mott établit le mécanisme de *Variable Range Hopping* qui décrit le transport dans un isolant d'Anderson à température finie [Mott, 1968].

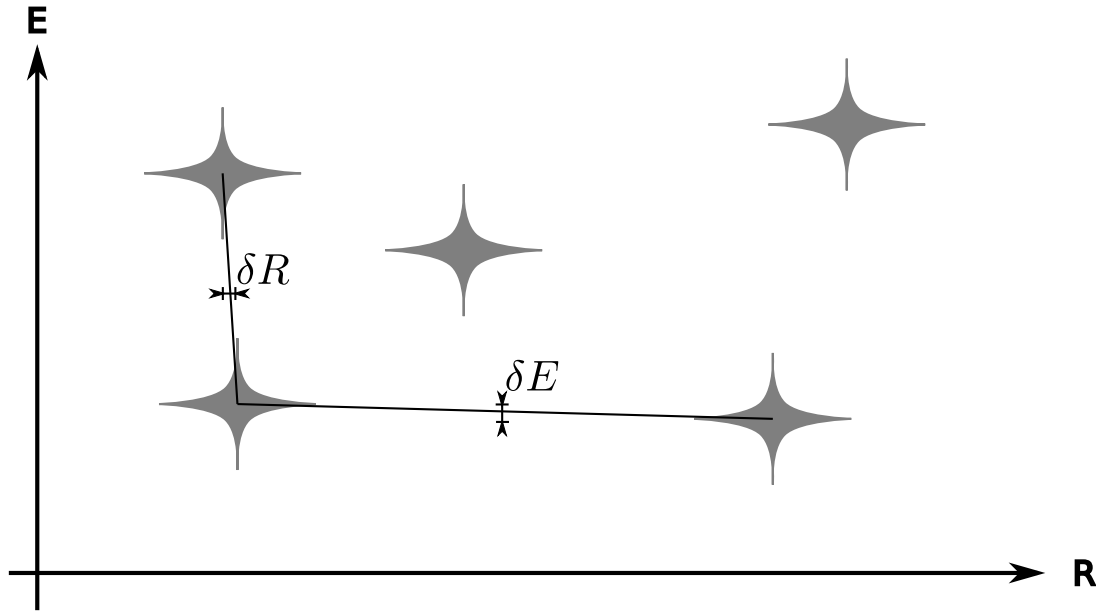
Mott considère un système désordonné où les niveaux d'énergie des états sont aléatoires, avec une densité  $\nu_0$  d'états constante :

$$\nu_0 \Delta R^3 \Delta E \approx 1 \quad (1.3)$$

La probabilité  $p$  de saut d'un état localisé à un autre se fait par effet tunnel et décroît exponentiellement à la fois avec la distance  $\delta R$  entre ces états et la différence d'énergie  $\delta E$  (voir Figure 1.3).

$$p \propto e^{-\alpha \delta R - \beta \delta E} \quad (1.4)$$

$\alpha$  correspond au facteur de recouvrement entre deux orbitales et est proportionnel à l'inverse de la longueur de localisation  $\xi_{\text{loc}}$ .  $\beta$  correspond au facteur de Boltzman  $\beta = 1/k_B T$ . On peut relier cette probabilité de passage d'un point à un autre à la conductivité : plus la probabilité de passage d'un électron d'un bord d'un échantillon à l'autre bord est grande, plus le matériau est conducteur. Alors :



**FIGURE 1.3** – Schéma décrivant le principe du *Variable Range Hopping*. Pour une échelle d'énergie donnée, deux mécanismes peuvent déplacer un électron : (i) soit par saut au plus proche voisin ( $\delta R$ ) avec un coût énergétique  $\Delta E$ , ou (ii) par effet tunnel vers un site distant de  $\Delta R$ , mais séparé d'une énergie  $\delta E$  plus faible. Le VRH découle du compromis entre ces deux mécanismes.

$$\sigma \propto e^{-2\Delta R/\xi_{loc} - \delta E/k_B T} \quad (1.5)$$

Ainsi, si on se limite à de faibles distances  $\delta R$  pour maximiser le recouvrement, la probabilité de trouver un état d'énergie accessible sera faible. Et inversement, deux états d'énergies proches seront en moyenne à une grande distance l'un de l'autre. Le transport à basse température entre états localisés résulte d'un compromis entre proximité spatiale ou en énergie des états (Figure 1.3). Dans la limite où  $\xi_{loc} \ll l$ , nous retrouvons l'expression d'un transport entre plus proches voisins thermiquement activé.

Mott montre que pour une densité d'états constante  $\nu_0$  à proximité du niveau de Fermi,  $\delta E \propto 1/(\Delta R^d \nu_0)$ . La conductivité s'exprime alors selon :

$$\sigma \propto e^{-(T_0/T)^{1/(d+1)}} \quad (1.6)$$

où  $d$  est la dimension du système.

### 1.1.3.2 Loi d'Efros-Shklovskii

Efros & Shklovskii ont cependant montré plus tard que la densité d'état au niveau de Fermi n'est pas constante et qu'il faut en tenir compte à très basse température. À cause des interactions coulombiennes, il se forme un gap de Coulomb et il n'y a plus équirépartition des niveaux d'énergies pour une distance moyenne  $\Delta R$  :

$$\Delta R \cdot \Delta E \approx \frac{e^2}{k_F} \quad (1.7)$$

La conductivité s'exprime selon :

$$\sigma \propto e^{-(T_0/T)^{1/2}} \quad (1.8)$$

quelque soit la dimension du système.

Comme le gap de Coulomb est issu des interactions longue portée, le comportement est universel vis-à-vis du modèle considéré. Ce comportement n'est observable qu'à très basse température, lorsque  $k_B T < \delta E$ . À plus haute température, l'approximation de Mott d'une densité constante avec l'énergie retrouve sa validité.

### 1.1.4 Régime de faible désordre : localisation faible

Cependant, même dans la limite de faible désordre, c'est-à-dire du côté métallique de la Transition Métal-Isolant d'Anderson, il est intéressant de considérer les corrections quantiques au modèle classique de transport de Drude. En effet, considérons un système faiblement désordonné et étudions la probabilité de passage d'un point A à un point B  $P_{A \rightarrow B}$ . Celle-ci correspond au carré du module de la somme des amplitudes sur tous les chemins possibles  $C_i$  entre A et B.

$$P_{A \rightarrow B} = \left| \sum_i C_i \right|^2 = \sum_i |C_i|^2 + \sum_{i \neq j} C_i C_j^* \quad (1.9)$$

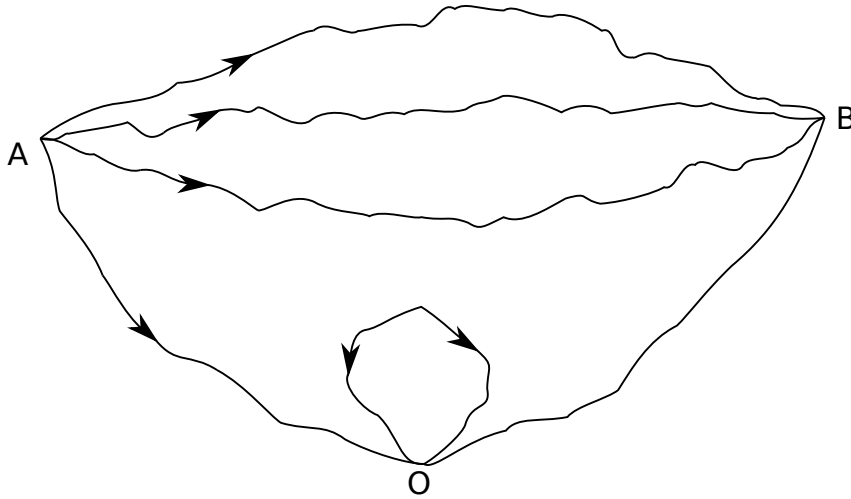
En sommant toutes les contributions, les différences de phases acquises seront généralement trop importantes et le terme d'interférence s'annulera. Ces chemins peuvent cependant faire apparaître des boucles (voir Figure 1.4). Ces boucles peuvent être parcourues dans les deux sens, ces chemins sont cohérents et une interférence constructive apparaît en O. Cela augmente la probabilité de présence de l'électron en O et diminue la probabilité de le trouver en B et donc la conductivité entre A et B. Sans ces interférences quantiques, nous retrouvons la conductivité de Drude.

La valeur des corrections à la conductivité est liée à la probabilité de formation de ces boucles entre A et B. L'électron suit une marche aléatoire. Soit  $\lambda$  l'extension spatiale de la fonction d'onde de l'électron, la section du tube correspondant au parcours de l'électron est  $\lambda^2$ . Donc pendant un temps  $dt$ , le volume occupé par l'électron est  $v dt \lambda^2$ . La probabilité de croisement de trajectoire de l'électron est donnée par le rapport entre ce volume et le volume de diffusion  $(Dt)^{3/2}$ . La correction à la conductivité de Drude  $\sigma_0$  est donc :

$$\frac{\delta\sigma}{\sigma_0} \propto - \int_{\tau}^{\tau_\phi} \frac{v \lambda^2 dt}{(Dt)^{3/2}} \quad (1.10)$$

L'intégration est limitée par  $\tau$ , temps de libre parcours moyen et  $\tau_\phi$ , temps de cohérence. Ce dernier est relié aux processus inélastiques (processus avec échange d'énergie) qui détruisent la cohérence de phase nécessaire au processus d'interférence.

Cette correction est appelée localisation faible car l'ordre de grandeur de ces amplitudes varie en  $\delta\sigma = o((k_F l)^{-1})$ .



**FIGURE 1.4** – Plusieurs chemins permettent à une particule initialement en A d’arriver en B. Le modèle de Drude correspond à la limite classique où les amplitudes se somment. Si on ajoute le comportement quantique de l’électron, la somme de ces amplitudes (complexes) fait apparaître des interférences qui modifient la probabilité de passage de A à B. O est un point de croisement des trajectoires.

#### 1.1.4.1 Théorie de renormalisation

Thouless [1974] pendant la deuxième moitié des années 70 a développé une description en renormalisation de la localisation. Elle repose sur l’hypothèse qu’à proximité de la transition, une seule variable, la conductance locale  $g$ , permet de d’écrire le comportement critique à la fois de la conductivité et de la longueur de localisation.

Thouless propose de décrire un hypercube de taille  $(2L)^d$  comme un assemblage de cubes de taille  $L^d$ . Les caractéristiques des cubes de taille  $L$  se retrouvent dans celles du cubes de taille  $2L$  moyennant une renormalisation.

Abrahams *et al.* [1979] et Gorkov *et al.* [1979] ont établi que la dérivée logarithmique  $\beta(g) = d \ln g / d \ln L = (L/g)(dg/dL)$  n’est pas constante et dépend uniquement de  $g$  (Figure 1.5). Ces travaux donnaient pour la première fois un lien entre la conductance et la taille du système ainsi que l’influence de la dimensionnalité du système sur son évolution.

Cette théorie a permis de mettre en évidence que la transition Métal–Isolant est une transition du deuxième ordre, continue et qu’il n’existe pas de minimum de conductivité.

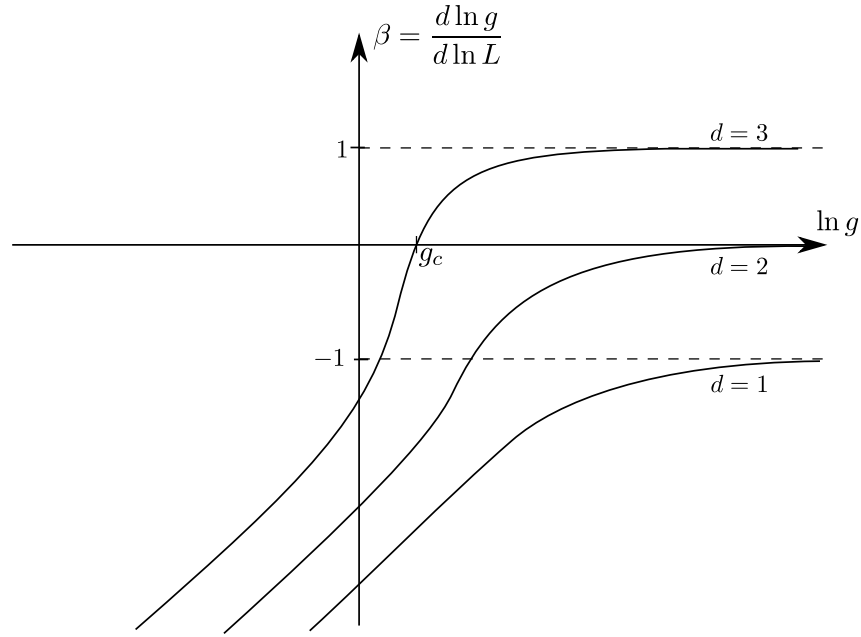
Si nous nous intéressons aux limites asymptotiques de la conductance, la limite à très faible désordre  $g \gg 1$  correspond à la description classique du modèle de Drude. Avec  $g = \sigma L^{d-2}$  (loi d’Ohm), on retrouve  $\beta(g \gg 1) = d - 2$ .

La limite de très fort désordre,  $g \ll 1$ , le transport se fait par sauts entre états localisés et pour  $L \gg \xi$  :

$$g(L) \propto \exp(-L/\xi) \tag{1.11}$$

ou encore,

$$\beta(L) \propto \frac{d \ln g(L)}{d \ln L} = \ln g(L) \tag{1.12}$$



**FIGURE 1.5** – Renormalisation appliquée à la localisation [Abrahams et al., 1979]. Ceci permet de déterminer le comportement métallique ou isolant du système à  $T = 0$ . À  $d > 2$ , il existe une conductance locale  $g_c$  où  $\beta(g_c) = 0$ ; pour  $g > g_c$  (faible désordre), le système est métallique, pour  $g < g_c$ , (fort désordre), le système est isolant. À  $d < 2$ ,  $\beta(g) < 0$  : le système est isolant quelque soit le désordre.  $d = 2$  est la dimension critique inférieure pour la transition d’Anderson :  $\beta(g) = 0$  asymptotiquement.

Entre ces deux situations limites, il ne peut y avoir de TMI que s’il existe  $g_c$  telle que  $\beta(g_c) = 0$ . Ainsi, dans ce modèle, seul un système 3D peut subir une TMI. Pour  $d = 1$  ou  $2$ , on a toujours  $\beta < 0$ , et donc une augmentation de  $L$  correspond à une diminution de  $g(L)$  : le système est isolant, quelque soit le niveau de désordre.

#### 1.1.4.2 Effet de la dimensionnalité

Il existe plusieurs manières de représenter la localisation faible par les interférences quantiques. La représentation à l’aide de boucles d’interférences qui augmentent localement la probabilité de présence d’un électron utilisée ci-dessus (Figure 1.4) est une manière plus graphique de présenter la localisation faible.

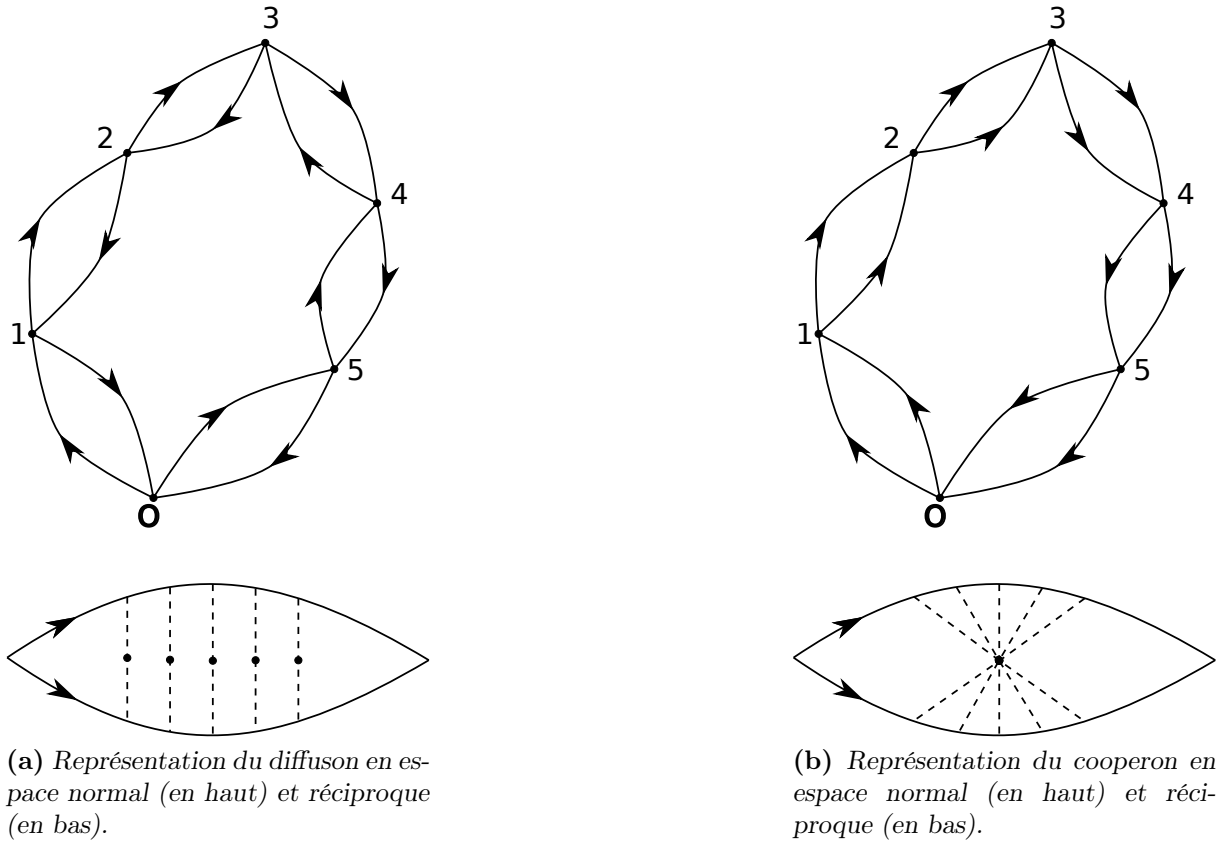
Pour une boucle d’interférence, nous pouvons définir le *diffuson* (Figure 1.6a) et le *cooperon* (Figure 1.6b) correspondant respectivement à la diffusion d’un électron et d’un trou dans le même sens ou en sens opposé.

En sommant toutes les longueurs possibles de boucles d’interférences, la correction à la conductivité de Drude s’établit selon :

$$\delta\sigma = -\frac{2e^2}{\hbar\pi} \frac{1}{L^d} \sum_{\vec{q}} \left( \frac{1}{q^2} \right) \quad (1.13)$$

où  $\vec{q} = \vec{k} + \vec{k}'$ , avec  $\vec{k}$  et  $\vec{k}'$  les vecteurs d’ondes des électrons parcourant les deux branches de la boucle.





**FIGURE 1.6** – La représentation des boucles d’interférences quantiques en espace réel (en haut) et réciproque (en bas) sont analogues. Elles correspondent à une diffusion particule–trou (diffusion) ou particule–particule (cooperon). D’après [Kramer et MacKinnon, 1993].

Cette intégrale est cependant limitée. D’une part, une boucle d’interférence ne peut être de longueur inférieure à  $l_e$ , libre parcours moyen élastique (résumé très schématiquement, il faut au moins une diffusion pour former une boucle) :  $q < 1/l_e$ . D’autre part, si la cohérence de phase est maintenue quelque soit la longueur de la boucle, cette dernière est tout de même limitée par la taille de l’échantillon  $L$  :  $q > 1/L$ .

Suivant la dimension du système, l’intégration de l’Équation 1.13 donne :

$$\text{à 1D : } \delta\sigma = -\frac{e^2}{\hbar\pi}(L - l_e) \quad (1.14a)$$

$$\text{à 2D : } \delta\sigma = -\frac{e^2}{\hbar\pi^2} \ln\left(\frac{L}{l_e}\right) \quad (1.14b)$$

$$\text{à 3D : } \delta\sigma = -\frac{e^2}{\hbar\pi^3} \left(\frac{1}{l_e} - \frac{1}{L}\right) \quad (1.14c)$$

Pour les systèmes à 1D ou 2D, les corrections des interférences quantiques à la conductivité classique (Drude) divergent pour  $L \gg l_e$ , et correspond à l’absence d’état métallique pour les systèmes macroscopiques de dimension  $d \leq 2$  (Figure 1.5). Ce développement

considère que la longueur des boucles d'interférence est limitée par la taille de l'échantillon et néglige les conditions aux limites aux bords de celui-ci.

Cependant, à température finie, les phénomènes inélastiques qui déterminent  $\tau_\varphi$  limitent les interférences quantiques. Les processus inélastiques rajoutent une phase aléatoire à chaque diffusion. Quand ce déphasage acquis entre les trajets aller et retour de la boucle est trop grand, les interférences quantiques ne peuvent plus se produire. Nous pouvons alors définir une longueur de cohérence de phase  $L_\varphi = \sqrt{D\tau_\varphi}$ , aussi appelée longueur de Thouless [Thouless, 1977], qui correspond à la longueur maximale de la boucle où une interférence quantique peut encore avoir lieu.

À température finie, la coupure basse en  $q$  est alors limitée par  $1/L_\varphi$  (si  $L_\varphi < L$ ).

Les processus inélastiques dépendent de la température et  $\tau_{in}$ , le temps caractéristique de ces processus, varie en  $\tau_{in} \propto T^{-p}$ , où  $p$  est l'exposant correspondant au mécanisme inélastique considéré. Ainsi, les équations 1.14 deviennent :

$$\text{à 1D : } \delta\sigma_{IQ} = -\frac{ae^2}{\hbar\pi} T^{-p/2} \quad (1.15a)$$

$$\text{à 2D : } \delta\sigma_{IQ} = -\frac{p}{2} \frac{e^2}{\hbar\pi^2} \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \quad (1.15b)$$

$$\text{à 3D : } \delta\sigma_{IQ} = -\frac{e^2}{\hbar\pi^3} \frac{1}{a} T^{p/2} \quad (1.15c)$$

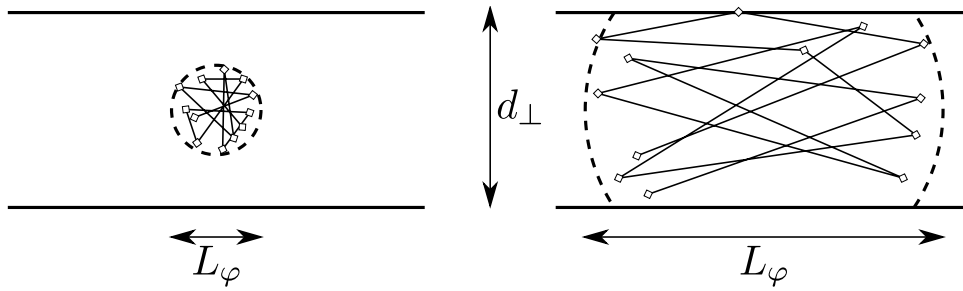
Parmi les mécanismes de diffusions inélastiques nous dénombrons [Akkermans et Montambaux, 2004] :

- les interactions électrons–phonons,  $p = 3$
- les diffusions électrons–électrons inélastiques,  $p = 3/2, 1, 2/3$  en dimensions resp. 3, 2, et 1.

### 1.1.4.3 Cross-over dimensionnel

Cette longueur de cohérence de phase décroît quand la température augmente. Il est alors possible d'observer un cross-over dimensionnel en diminuant la température de l'échantillon (voir Figure 1.7). Par exemple, pour un film mince :

- à haute température,  $L_\varphi < d_\perp$ , l'expansion des boucles d'interférences n'est pas limitée par les bords de l'échantillon, et le système est décrit comme 3D.
- à basse température, la longueur caractéristique des processus inélastiques  $L_\varphi$  augmente quand la température décroît et en dessous d'une température de cross-over,  $L_\varphi > d_\perp$ . Le mouvement selon la direction de l'épaisseur de l'échantillon n'est plus limité par les diffusions inélastiques, les électrons sont alors sensibles à la présence des bords de l'échantillon et le système est vu comme 2D.



**FIGURE 1.7** – La longueur de cohérence de phase  $L_\varphi$  dépend des mécanismes inélastiques et donc de la température. À haute température,  $L_\varphi < d_\perp$  et l'échantillon a les caractéristiques d'un système 3D. À basse température,  $L_\varphi > d_\perp$ , les diffusions selon l'axe perpendiculaire sont désormais élastiques, le système est perçu comme 2D.

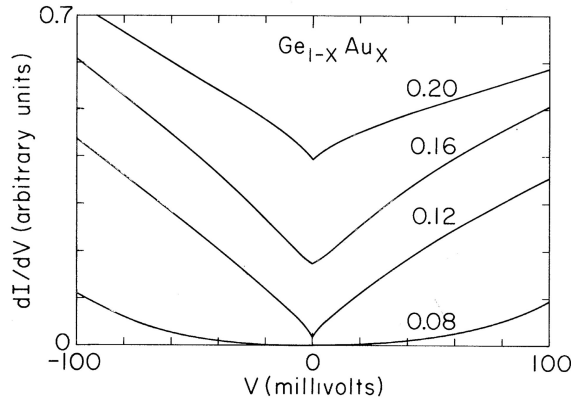
## 1.2 Interactions Électrons–Électrons

### 1.2.1 Modèle du liquide de Fermi désordonné

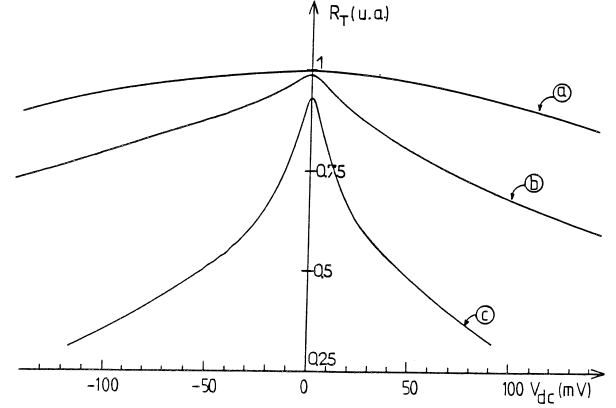
En parallèle de l'approche d'Anderson sur la localisation des fonctions d'onde des électrons par les interférences quantiques, mais sans interactions, une autre approche théorique, résultant du modèle de liquide de Fermi s'est développée. L'apport fondamental de Altshuler et Aronov [1979] a été d'étudier l'effet du désordre sur les interactions électrons–électrons en partant d'un modèle de liquide de Fermi. Ils ont en particulier montré que ces effets d'interactions coulombiennes pouvaient provoquer une singularité à proximité du niveau de Fermi. Ceci a permis d'expliquer les observations expérimentales d'anomalies dans la conductivité tunnel à polarisation nulle (voir par exemple McMillan et Mochel [1981] pour AuGe, Figure 1.8, ou Lesueur [1983] pour  $\text{Al}_x\text{Ge}_{1-x}$ , Figure 1.9).

Il n'y a pas de représentation graphique des effets des interactions électrons – électrons (IEE) aussi simple que pour les interférences quantiques. Nous pouvons cependant résumer le rôle des IEE par leur caractère dynamique. L'augmentation du désordre renforce le caractère diffusif du mouvement des électrons. Ceci implique une augmentation du temps où l'électron occupe un volume donné par rapport à un électron décrit par une onde plane : l'effet des interactions coulombiennes s'en trouve augmenté.

Altshuler & Aronov se sont intéressés au cas de faible désordre ( $k_F l \gg 1$ ) et traitent les corrections au paramètre d'interaction au premier ordre en  $(k_F l)^{-1}$ . Cette approche se distingue donc de la localisation faible par interférences quantiques expliquée précédemment car elle considère comme négligeables les effets de croisements des trajectoires et donc exclut de fait les effets de ces interférences. Il faut dès lors séparer l'effet des interactions coulombiennes en deux parties. Nous avons d'une part la contribution statique, dont le potentiel est en  $e^2/r$  (quelque soit la dimension du système). Cette contribution, longue portée, n'est pas prise en compte dans les calculs perturbatifs jusqu'au plus bas ordre en  $(k_F l)^{-1}$  d'Altshuler et Aronov [1983]. D'autre part, et c'est la grande avancée d'Altshuler & Aronov, l'écrantage effectif des interactions coulombiennes est à courte portée. Altshuler et Aronov ont ainsi montré les premiers que ces corrections induisaient des singularités dans la densité d'état *dynamique*, *i.e.* la densité d'état disponible instantanément, et non thermodynamique qui implique une moyenne dans le temps.



**FIGURE 1.8** – Conductivité tunnel  $dI/dV$  d’une jonction tunnel avec une électrode  $Au_x Ge_{1-x}$  par rapport à la polarisation en tension pour différentes compositions  $x$ , d’après McMillan [1981]. À  $x = 8\%$ , l’alliage  $AuGe$  est isolant, l’échantillon à  $x = 12\%$  est très proche de la Transition Métal – Isolant. McMillan & Mochel observent une anomalie dans la conductivité tunnel, à polarisation nulle, d’autant plus prononcée que l’échantillon est proche de la TMI. Altshuler et Aronov [1979], avec leur développement du liquide de Fermi désordonné avec interactions coulombiennes, ont réussi à expliquer cette anomalie ainsi que la dépendance en  $\sqrt{|V|}$  de la conductivité tunnel.



**FIGURE 1.9** – Résistance tunnel d’une barrière  $Al / Al_2O_3 / Al_x Ge_{1-x}$ . La courbe a est obtenue avec un métal normal à la place d’ $Al_x Ge_{1-x}$ . L’anomalie à polarisation nulle observée est d’autant plus prononcée que  $x$  est petit, c’est-à-dire, qu’on se rapproche de la TMI. D’après Lesueur [1983].

En particulier, avec une approche perturbative en  $(k_F l)^{-1}$  jusqu’au plus bas ordre, Altshuler et Aronov [1979] ont ainsi montré une dépendance en  $\sqrt{E}$  de la densité d’état (pour un système 3D), [Altshuler et Aronov, 1979; Bergmann, 1984].

### 1.2.2 Effet de la dimensionnalité

À partir des corrections à la densité d’état, suivant les dimensions du système, nous pouvons en déduire la correction à la conductivité de Drude [Lee et Ramakrishnan, 1985] :

$$\text{à 1D : } \delta\sigma_{IEE} = -\frac{1}{A} \frac{e^2}{2\pi\hbar} (4 - 3/2\tilde{F}_\sigma) (D/2T)^{1/2} \quad (1.16a)$$

$$\text{à 2D : } \delta\sigma_{IEE} = \frac{e^2}{4\pi^2\hbar} (2 - 3/2\tilde{F}_\sigma) \ln(T\tau) \quad (1.16b)$$

$$\text{à 3D : } \delta\sigma_{IEE} = \frac{e^2}{4\pi^2\hbar} \frac{1,3}{\sqrt{2}} (4/3 - 3/2\tilde{F}_\sigma) \sqrt{T/D} \quad (1.16c)$$

$$\tilde{F}_\sigma = -(32/d(d-2)) (1 + dF/4 - (1 + F/2)^{d/2}) \quad \text{à } d \neq 2 \quad (1.17a)$$

$$\tilde{F}_\sigma = 8(1 + F/2) \ln(1 + F/2)/F - 4 \quad \text{à 2D} \quad (1.17b)$$

où  $F$  est le facteur de réduction du terme de Hartree par rapport au terme statique et correspond au paramètre d'interactions du liquide de Fermi.

### 1.2.3 Distinction entre IQ et IEE

Le rôle respectif des Interférences Quantiques et Interactions Électrons – Électrons a fait l'objet de débats et de travaux considérables qui n'ont toujours pas trouvé leur conclusion au niveau de la transition Métal – Isolant de Mott – Anderson.

En ce qui concerne la localisation faible, il est frappant que deux approches aussi différentes conduisent quasiment aux mêmes prédictions expérimentales, sur  $\sigma(T)$  par exemple (cf. équations 1.15 et 1.16). Beaucoup étudiées à 2D, les expériences montrent que nous devons inclure les deux mécanismes pour rendre compte en particulier du transport sous champ magnétique.

Nous retrouverons cette dualité d'approche dans la problématique des supraconducteurs très désordonnés. La question est alors de savoir à quelles conditions un isolant d'Anderson peut être supraconducteur.

## 1.3 Théories des Transitions Supraconducteur – Isolant

Nous avons présenté les théories de Transitions Métal – Isolant. Cette problématique a reçu une impulsion nouvelle avec l'ajout d'un nouvel ingrédient qu'est la supraconductivité. Nous présentons ici trois classes de théories développées pour répondre à la problématique de la Transition Supraconducteur–Isolant.

La première classe de théorie présentée correspond à un modèle *bosonique* de la TSI. Dans ce modèle, initialement développé par Fisher *et al.* [1990], l'augmentation du désordre induit une modification de l'état quantique fondamental (à  $T = 0$ ) et le système passe d'un état supraconducteur pour un faible désordre à un état isolant. Ce modèle est classé comme *bosonique* car il correspond à l'évolution du comportement des paires de Cooper (des bosons) par le désordre.

Parallèlement, une autre classe de théories a permis d'expliquer l'abaissement de la température de transition normal–supraconducteur par l'augmentation du désordre. Les premiers travaux sont ceux de Maekawa et Fukuyama [1981a] qui expliquent un abaissement de  $T_c$  pour des faibles désordres puis Finkel'stein [1994] a permis d'étendre la théorie jusqu'au plus fort désordre où  $T_c = 0$ . Ce modèle utilise les mêmes mécanismes d'Interactions Électrons – Électrons développés pour expliquer la TMI (section 1.2) à ceci près que l'augmentation du désordre augmente l'interaction coulombienne et s'oppose à la formation des paires de Cooper. Cette classe de théories correspond à un modèle *fermionique*.

Beaucoup plus récemment, Feigel'man *et al.* [2009] a proposé une description de la Transition Supraconducteur–Isolant avec un modèle de *pseudo-spin* et s'appuie sur les développements des fonctions d'onde fractales. Ces travaux trouvent une parenté avec les

travaux sur la localisation faible. Les travaux précurseurs de Ma et Lee [1985] ont en effet permis de répondre à l'existence de la supraconductivité malgré la présence d'électrons localisés (c'est-à-dire où l'enveloppe électronique décroît exponentiellement). Le modèle de Feigel'man *et al.* développe cette approche : la distribution du désordre induit des propriétés fractales de la fonction d'onde électronique et donne une autre interprétation à la TSI.

### 1.3.1 Modèle bosonique

La première des trois approches que nous présentons ici s'appuie sur un scénario de Transition de Phase Quantique pour expliquer la Transition Supraconducteur–Isolant : les paires de Cooper sont soit condensées (état supraconducteur) soit localisées (état isolant). Elle a été avancée par Fisher [Fisher, 1990; Fisher *et al.*, 1989] et s'appuie d'une part sur la fluctuation de la phase du paramètre d'ordre de la transition et d'autre part sur la dualité paire de Cooper – vortex pour expliquer la suppression de la supraconductivité par le désordre ou le champ magnétique.

#### 1.3.1.1 Supraconducteurs et Vortex

Un supraconducteur de type II est caractérisé par deux champs magnétiques critiques.

- Pour  $H < H_{c1}$ , le supraconducteur expulse complètement le champ magnétique. Il est diamagnétique parfait, c'est-à-dire qu'il se crée un super-courant induit qui s'oppose exactement au champ magnétique externe, c'est l'effet Meissner.
- Pour  $H_{c1} < H < H_{c2}$ , le supraconducteur entre dans l'état « mixte » : le champ magnétique pénètre partiellement dans le volume du matériau selon une structure de vortex. Le vortex est un « filament » où le matériau est à l'état normal, de diamètre  $\xi$  portant un quantum de flux  $\Phi_0$ . Le champ correspondant est écranté par des super-courants annulaires répartis sur un diamètre  $\lambda$  ( $> \xi$  par définition d'un supraconducteur de type II).
- Lorsque que le champ augmente, la densité de vortex augmente jusqu'à  $H_{c2}$  au-delà duquel le matériau devient complètement normal.

Les vortex sont caractérisés par une interaction répulsive en  $\ln(r)$ . Ainsi, si nous considérons tout d'abord un matériau totalement exempt d'impuretés, les vortex s'ordonnent en un réseau périodique d'Abrikosov [Huse *et al.*, 1992]. Mais cet état supraconducteur n'a pas une résistivité nulle. Si nous appliquons un courant électrique au supraconducteur, il se crée un régime de flux-flow, c'est-à-dire un régime où les vortex peuvent se déplacer et créer un état dissipatif (résistivité non nulle), alors que les paires de Cooper existent [Tinkham, 1975]. Sous l'action du courant électrique, les vortex seront soumis à la force de Lorentz  $\vec{F}$  reliée à la densité de courant  $\vec{J}$ , le champ magnétique  $\vec{B}$  et  $c$ , la vitesse de la lumière :

$$\vec{F} = \vec{J} \wedge \frac{\vec{B}}{c} \quad (1.18)$$

Si ces vortex sont libres de se déplacer, ils obtiendront une vitesse  $\vec{v}$  et créeront un champ électrique :

$$\vec{E} = -\vec{B} \wedge \frac{\vec{v}}{c} \quad (1.19)$$

parallèle au courant, ce qui crée une résistivité :

$$\rho = \frac{E}{J} = B \frac{\Phi_0}{\eta c^2} \quad (1.20)$$

$\eta$  est la viscosité des vortex [Bardeen *et al.*, 1957] et  $\Phi_0$  le quantum de flux.

Dans le cas de matériaux réels, les vortex sont piégés par les défauts, et comme les mouvements du réseau de vortex sont bloqués, il n'y a plus d'état dissipatif dans le matériau pour des courants suffisamment faibles. À désordre non nul, il y a alors compétition entre les interactions répulsives entre vortex qui favoriseront une structure périodique et le désordre aléatoire qui s'opposera à cet ordre à grande distance pour former un état de verre de vortex.

Fisher propose un scénario de transition de phase supraconducteur–isolant pour des matériaux 2D qui se base sur un modèle de fusion de ce verre de vortex par le désordre ou par le champ magnétique (Figure 1.10). Ce scénario décrit plusieurs approches. Dans un premier temps, à champ magnétique nul, on observe une transition de Berezinskii–Kosterlitz–Thouless que nous allons développer ici.

### 1.3.1.2 Transition de Berezinskii – Kosterlitz – Thouless

Kosterlitz et Thouless [Kosterlitz et Thouless, 1973] ont proposé une transition de phase d'un modèle de gaz de Coulomb à 2D de particules de charges  $\pm q$  dont l'interaction correspond à un potentiel logarithmique. Il s'agit d'un modèle de gaz dilué où les configurations de moindre énergie sont des dipôles de charges égales mais opposées. À basse température, les fluctuations peuvent créer des charges, mais celles-ci resteront en paires, plus stables énergétiquement.

Kosterlitz et Thouless montrent que la taille de ces paires augmente avec la température, et qu'au-delà de la température de transition  $T_c^{BKT}$ , les charges auront assez d'énergie pour se dissocier.  $T_c^{BKT}$  correspond à la température critique où la première paire se dissocie, et alors la constante diélectrique du système diverge. Dans le cas qui nous intéresse, ces particules sont les vortex de vorticités<sup>i</sup>  $\pm 1$  et la transition décrit le passage d'un état de paires vortex – anti-vortex liées à un état de vortex (et anti-vortex) libres. Dans la phase haute température, la présence de vortex libres induit aussi un état dissipatif, et, même si les paires de Cooper existent encore ( $T < T_c^{BCS}$ ), le système présente une résistivité finie.

Quand le désordre  $\Delta$  augmente,  $T_c^{BKT}$  et  $T_c^{BCS}$  diminuent, et nous pouvons définir un désordre critique  $\Delta_c$  où  $T_c^{BKT} = 0$ , *i.e.* il n'y a plus d'état supraconducteur (Plan  $(0, \Delta, T)$  de la Figure 1.10).

### 1.3.1.3 Transition Supraconducteur – Isolant

Fisher propose un deuxième mécanisme pour la transition supraconducteur–isolant à champ magnétique non nul. Dans un échantillon sans désordre, en augmentant le champ

---

i. Phase acquise en parcourant un contour fermé entourant le vortex divisée par  $2\pi$ .

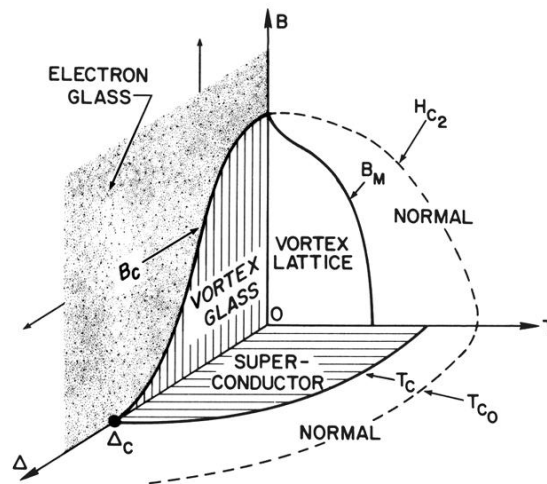


FIG. 1. Schematic phase diagram for disordered superconducting films. *Distinct  $T=0$  superconductor-insulator transitions occur at both critical disorder  $\Delta_c$  and critical magnetic field  $B_c$ .*

**FIGURE 1.10** – Diagramme de phase des transitions supraconducteur–isolant proposé par Fisher, fonction du champ magnétique  $B$ , la température  $T$  et le désordre  $\Delta$  (diagramme de phase tiré de [Fisher et al., 1990]).

magnétique, la densité de vortex augmente jusqu'à  $H < H_{c2}$  où le matériau devient normal. À désordre non nul, le système présente une transition de verre de vortex — qu'il faut comprendre comme un solide de vortex sans ordre cristallin — à fluide de vortex. Ce fluide de vortex est un condensat de bosons qui se forme au champ critique  $B_c$ .

Fisher décrit deux transitions de phases, la première autour de  $\Delta_c$  le désordre critique, la deuxième à l'approche de  $B_c$  champ magnétique critique. Ces deux transitions se déroulent à  $T = 0$  et correspondent à des transitions de phases quantiques.

#### 1.3.1.4 Transitions de Phases Quantiques

Dans l'approche de Fisher, cette TSI est une transition de phase quantique : la transition entre état supraconducteur et isolant correspond au changement de l'état fondamental du système par le désordre ou le champ magnétique et donc a lieu à température nulle. Expérimentalement, nous observons les implications de ce changement de l'état fondamental à température finie.

**a) Transitions de Phases Classiques** Selon la description des transitions de phase par Landau, on utilise une quantité thermodynamique qui vaut 0 dans la phase désordonnée et une valeur non nulle et non unique dans la phase ordonnée, cette quantité est le paramètre d'ordre ( $\phi$ ) de la transition. Au niveau microscopique, le paramètre d'ordre n'est pas homogène dans le volume et dans le temps et nous définissons les corrélations du paramètre d'ordre :

$$\langle \phi(\vec{r})\phi(0) \rangle = f(\vec{r}/\xi) \quad (1.21)$$



où  $\xi$  est la longueur de corrélation.

À l'approche du point critique, ces fluctuations se font plus grandes et plus lentes. Si nous définissons  $\delta = |T - T_c|/T_c$  comme la distance du système par rapport à la température au point critique,  $\xi$  diverge selon une loi de puissance :

$$\xi \propto |\delta|^{-\nu} \quad (1.22)$$

Nous pouvons aussi définir une « longueur » de corrélation temporelle du paramètre d'ordre,  $\tau_c$ , qui correspond à la dynamique de la transition.  $\tau_c$  diverge aussi à l'approche du point critique et selon une loi de puissance :

$$\tau_c \propto \xi^z \propto |\delta|^{-\nu z} \quad (1.23)$$

Des transitions de phases pourront être décrites par les mêmes valeurs d'exposants critiques et définissent alors une classe d'universalité. Ainsi des systèmes dont les hamiltoniens décrivent des comportements microscopiques différents, pourront appartenir à la même classe d'universalité. En effet, à l'approche du point critique, les longueurs de corrélation  $\xi$  et  $\tau_c$  divergeant, la valeur du paramètre d'ordre est moyennée sur un volume de plus en plus grand et est donc moins sensible aux détails microscopiques du système.

**b) Transitions de Phases Quantiques** Les transitions de phases classiques sont définies par une discontinuité d'une quantité thermodynamique et c'est la température qui est le paramètre de la transition. Il existe cependant des transitions où le changement d'état se produit à  $T = 0$  et où ce n'est pas la température mais un autre paramètre  $K$  qui modifie l'état du système. Ce sont les transitions de phases quantiques. Dans les équations 1.22 et 1.23, on a  $\delta = \frac{K - K_c}{K_c}$ .

Cette théorie a initié beaucoup d'avancées dans la compréhension des propriétés électroniques de nombreux systèmes où le passage d'un état à un autre n'est pas accompagné d'une discontinuité d'une grandeur thermodynamique. Par exemple, dans la transition métal-isolant, seule la résistivité à  $T = 0$  change entre l'état métallique et l'état isolant. Le changement d'état du système quantique est décrit par un paramètre de l'hamiltonien — le désordre dans le cas de la transition métal-isolant d'Anderson — et non la température.

Expérimentalement, comme nous ne pouvons accéder qu'à des températures  $T \neq 0$ , nous n'observons que les implications de ce changement d'état fondamental. La transition est alors classique car les fluctuations thermiques du paramètre d'ordre régissent le comportement à longue distance et donc le comportement critique. Les fluctuations quantiques sont néanmoins nécessaires car ce sont elles qui fixent l'existence d'un état ordonné, même si les fluctuations quantiques du paramètre d'ordre ne s'expriment qu'à courte portée.

De plus, la théorie des transitions de phases quantiques s'est appuyée sur le développement des transitions de phases classiques avec en particulier les règles d'universalité. Il est en effet possible de relier ces deux types de transitions de phases. Dans le cas d'un hamiltonien quantique, nous pouvons utiliser la représentation d'Heisenberg pour

les opérateurs introduisant un espace de temps imaginaire. Dans ce formalisme, la représentation imaginaire du temps par la technique de Matsubara permet d'introduire l'effet de la température dans l'hamiltonien.

Une transition de phase quantique à  $d$  dimensions correspond à une transition de phase classique à  $d + z$  dimensions. Dans le cas d'un système très désordonné,  $z = 1$  [Avishai, *communication personnelle*]. Il est alors possible de relier les classes d'universalité de ces deux types de transitions de phase et de pouvoir employer les prédictions élaborées pour les transitions de phases classiques.

Fisher établit des relations de renormalisation pour les deux transitions supraconducteur–isolant considérées : celle due au désordre  $\Delta$  et celle due au champ magnétique  $B$ . Dans le cas de répulsions coulombiennes longue-portée entre paires de Cooper et à deux dimensions, nous nous attendons à  $z = 1$  [Yazdani et Kapitulnik, 1995]. Par ailleurs, Harris a montré que pour n'importe quel système de désordre gelé  $\nu > \frac{2}{d}$  ( $\nu$  exposant critique de la longueur de corrélation) [Harris, 1974]. Ce critère peut être violé à fort désordre [Avishai, *communication personnelle*]. Les deux transitions, en désordre et en champ magnétique, sont de différentes classes d'universalité et Fisher prédit deux couples  $\nu$  et  $z$ , *a priori* différents.

### 1.3.1.5 Dualité paires de Cooper – Vortex

La description de Fisher s'appuie sur le principe de dualité entre paires de Cooper et vortex. Nous pouvons faire une analogie entre le comportement des paires de Cooper dans l'état supraconducteur et les vortex libres dans la phase isolante. Nous avons d'une part une transition entre un état de condensation de Bose des paires de Cooper (état supraconducteur) vers un état de paires de Cooper localisées, soumises au désordre et donc sans ordre à grande distance, formant un verre d'électrons (état isolant). Et d'autre part, une transition entre un état de condensat de vortex libres (état isolant) et un verre de vortex, localisés sur les défauts (état supraconducteur). Au niveau formel, Fisher se base sur un hamiltonien de type Bose–Hubbard avec un potentiel de site aléatoire pour expliquer le système régissant les paires de Cooper (Équation 1.24) et établit un hamiltonien dual pour les vortex–anti-vortex lui aussi de type Bose–Hubbard.

$$H = H_0 + H_1 \tag{1.24a}$$

$$H_0 = \frac{1}{2} \sum_{ij} V_{ij} (\hat{n}_i - n_0)(\hat{n}_j - n_0) + \sum_i U_i \hat{n}_i \tag{1.24b}$$

$$H_1 = -t \sum_{\langle ij \rangle} \cos(\hat{\theta}_i - \hat{\theta}_j) + A_{ij}^{\text{ext}} \tag{1.24c}$$

où  $V_{ij}$  correspond à l'interaction coulombienne entre site,  $U_i$  le potentiel sur-site aléatoire,  $n_0$  le nombre moyen de densité de particule et  $\hat{n}_i$  et  $\hat{\theta}_i$  correspondent au nombre de particules (bosons) et leur phase sur site.

Cette dualité permet d'établir aussi une égalité entre la conductivité des paires de Cooper et la résistivité des vortex.

Si nous admettons que les paires de Cooper ont une interaction répulsive en  $\ln(r)$ <sup>ii</sup>, la dualité est alors exacte et la résistance critique — qui correspond à la résistance qui sépare les échantillons supraconducteurs des isolants — vaut un quantum de résistance  $R_c = h/(2e)^2$  pour une charge  $2e$ . Si l’analogie entre le système des paires de Cooper et celui des vortex est exacte, cela signifie aussi que pour chaque paire de Cooper qui traverse l’échantillon, un (et un seul) vortex traverse perpendiculairement cet échantillon.

Mais cette dualité stricte n’est pas vérifiée et la résistance critique obtenue par simulation Monte-Carlo [Cha *et al.*, 1991] ou expérimentalement [Yazdani et Kapitulnik, 1995; Steiner *et al.*, 2008; Marrache-Kikuchi *et al.*, 2008] ne correspond pas à cette résistance théorique.

### 1.3.1.6 Résumé

Ce modèle, développé par M. P. A. Fisher, prévoit ainsi l’existence de deux transitions de phases quantiques continues et donc susceptibles de pouvoir être renormalisées par des lois d’échelles. Les deux transitions, par le désordre ou par le champ magnétique, n’appartiennent pas à la même classe d’universalité et nous ne nous attendons donc pas à ce que les couples d’exposants critiques  $\nu$  et  $z$  soient égaux pour ces deux transitions. Néanmoins, une renormalisation est possible à proximité de ces transitions, ce qui a initié beaucoup d’études expérimentales. Ce modèle prévoit une résistance critique universelle à  $T \rightarrow 0$  égale à un quantum de résistance (pour un boson de charge  $2e$ )  $R_{c,T \rightarrow 0} = R_Q = \frac{h}{(2e)^2}$  si le système de bosons désordonnés que sont les paires de Cooper dans l’état supra et les vortex libres dans l’état isolant constituent une dualité exacte, sinon,  $R_c \approx R_Q$ . Les transitions de phases établies par Fisher s’appuient sur des fluctuations de **phase** du paramètre d’ordre — par l’existence des vortex — alors que le paramètre d’ordre ne fluctue pas en **amplitude** — les paires de Cooper existent même dans l’état isolant.

### 1.3.1.7 « Métal » de Bose

L’existence d’un métal à 2D n’est pas permise par les théories simples de localisation. Les seuls états possibles à  $T = 0$  d’un système 2D, avec un désordre même faible, sont l’état isolant ( $R \rightarrow \infty$ ) ou l’état supraconducteur. Ce dernier suppose l’existence de paires de Cooper et l’établissement d’une corrélation de phase à l’échelle macroscopique qui conduit à une résistance nulle.

De nombreuses expériences sur des systèmes 2D semblent cependant montrer l’existence de systèmes présentant une résistance finie à  $T \rightarrow 0$  [Marković *et al.*, 1999; Yazdani et Kapitulnik, 1995; Marrache-Kikuchi *et al.*, 2008]. Pour rendre compte de ces résultats expérimentaux, certains auteurs ont introduit le concept de « métal de Bose », où ce sont les paires de Cooper (bosons) qui possèdent des propriétés métalliques.

Nous les présentons brièvement ici. Les prédictions qualitatives de ces modèles seront données en chapitre 7.

---

ii. Les vortex ont aussi une interaction répulsive en  $\ln(r)$

**a) Das & Doniach** Das et Doniach [1999] ont proposé un modèle où il existe un état métallique intermédiaire constitué de paires de Cooper préformées, non condensées et dissipatives. L'hamiltonien (Équation 1.25) permet d'aboutir au diagramme de phase présenté en Figure 1.11.

$$\begin{aligned}
 H = & -J \sum_{\langle i\alpha \rangle} \cos(\phi_i - \phi_{i+\alpha}) + V_0 \sum_i (\hat{n}_i - n_0)^2 \\
 & + V_1 \sum_{\langle i\alpha \rangle} (\hat{n}_i + \hat{n}_{i+\alpha} - 2n_0)^2 - \bar{\mu} \sum_i (\hat{n}_i - n_0) - \mu N n_0
 \end{aligned}
 \tag{1.25}$$

où le premier terme correspond à l'énergie cinétique des bosons,  $V_0$  est le facteur de répulsion sur site,  $V_1$  le terme de répulsion entre plus proches voisins qui permet d'établir un ordre de charge dans le système. Les deux derniers termes sont les termes du potentiel chimique.

Cette théorie introduit deux paramètres d'ordre, d'une part le paramètre d'ordre correspondant à l'établissement de l'ordre de phase du supraconducteur  $\theta$  et d'autre part le paramètre d'ordre qui décrit la densité de charge des paires de Cooper  $\phi$ .

L'idée principale est que la destruction d'un des paramètres d'ordre n'implique pas la destruction simultanée du second (voir Figure 1.11). Depuis l'état ordonné, supraconducteur, où les deux paramètres d'ordre  $\theta$  et  $\phi$  sont non nuls, sous l'effet de l'augmentation du désordre, nous observons tout d'abord la perte d'ordre de charge à grande distance, puis l'apparition de l'ordre pour les vortex. En s'appuyant sur le principe de dualité paires de Cooper/vortex libres, cette transition correspond au passage d'un état solide où les paires de vortex-anti-vortex sont piégées, à un liquide de vortex sans ordre à grande distance, puis à un superfluide de vortex. L'état intermédiaire est dissipatif ce qui explique son comportement métallique.

Sur la Figure 1.11, si le système étudié est tel que le rapport  $(V_1/J)/(V_0/J)$ <sup>iii</sup> correspond à l'axe  $(OC)$ , nous observerons une transition directe entre l'état supraconducteur et isolant, comme décrit par Fisher. Si le système correspond à l'axe  $(OA)$ , nous observerons successivement en augmentant le désordre, un état supraconducteur, puis un « métal de Bose » et enfin un état isolant.

**b) Phillips & Dalidovich** ont proposé une autre théorie de métal de Bose. Celle-ci s'inscrit dans la continuité des travaux de Kravchenko [Kravchenko et Sarachik, 2004] qui a mis en évidence l'existence d'un état métallique à 2D pour des gaz d'électrons bidimensionnels. Ce gaz 2D est d'un désordre faible mais avec une densité de porteurs très faible aussi. Suivant la densité de porteurs et l'importance de l'interaction électrons-électrons, Kravchenko a montré un changement entre un régime isolant (la résistance augmente quand la température décroît) pour une *faible* interaction coulombienne à un régime métallique (la résistance diminue quand la température diminue) pour une *forte* interaction coulombienne qui délocalise les électrons.

Cette démarche est à rapprocher des travaux de Finkel'stein [Finkel'stein, 1984] et Castellani [Castellani *et al.*, 1984]. Ceux-ci ont étudié l'effet des interactions coulombiennes

iii.  $(V_1/J)/(V_0/J)$  est le rapport entre la répulsion entre voisins et la répulsion sur site



destruction de la supraconductivité avec le désordre. Celle-ci fait intervenir les interactions électron-électron.

Dans son théorème développé en 1959, Anderson [Anderson, 1959] montre que l'établissement des paires de Cooper (et donc de la supraconductivité) n'est pas affecté par le désordre si le système est invariant par renversement du temps. Cela correspond à un désordre statique et sans impureté magnétique. Dans ce cas, pour un électron décrit par sa fonction d'onde  $\psi_{n\sigma}$ ,  $n$  pour le niveau d'énergie,  $\sigma$  pour le spin, cette fonction d'onde après renversement du temps  $\psi_{n\sigma}^*$  est aussi solution de l'hamiltonien à un électron du système et possède la même énergie que  $\psi_{n\sigma}$ . Un appariement entre ces deux fonctions d'onde est possible, la paire de Cooper peut se former et la supraconductivité s'établir.

Le théorème d'Anderson avait ouvert la voie à l'étude des supraconducteurs « sales » ( $l \ll \xi_0$ , mais  $k_F l \gg 1$ ). L'étude des systèmes très désordonnés ( $k_F l \rightarrow 1$ ) demande de nouvelles approches théoriques. En effet, le théorème d'Anderson est valable lorsque  $k_F l$  est suffisamment supérieur à 1. Lorsque  $k_F l \rightarrow 1$ , apparaît le phénomène de localisation des électrons qui oblige à reconsidérer la possibilité de la supraconductivité dans ce cas. Par ailleurs, le théorème d'Anderson ne considère pas non plus le renforcement de la répulsion coulombienne par le désordre du fait de la diminution de l'écrantage dynamique entre électrons. Ces deux cas sont exposés ci-dessous.

### 1.3.2.2 Supraconducteurs et localisation

Ma et Lee [Ma et Lee, 1985] ont étendu l'approche d'Anderson à la problématique de la possibilité d'un état supraconducteur dans le cas d'électrons localisés. La limite de très fort désordre ( $k_F l \approx 1$ ) se conçoit bien : la localisation contraint les électrons à ne pouvoir s'étendre au-delà d'une distance caractéristique  $\xi$  et si le recouvrement entre deux fonctions d'onde électroniques, de vecteurs d'onde opposés et de même énergie n'est plus possible, l'appariement des paires de Cooper ne peut plus avoir lieu.

Ma et Lee montrent que même si les électrons sont localisés, la supraconductivité persiste au-delà du front de mobilité (voir Figure 1.2), tant que :

$$\nu \Delta \xi^d \geq 1 \tag{1.26}$$

où  $\nu$  est la densité d'états moyenne au niveau de Fermi,  $\Delta$  est le gap supraconducteur,  $\xi$  la longueur de localisation et  $d$  la dimension effective du système. La localisation va diminuer le volume accessible aux électrons, et la densité d'état locale va passer d'un continuum à une discrétisation des niveaux d'énergie. L'Équation 1.26 s'interprète aussi de la manière suivante : tant qu'il y a suffisamment d'états dans le volume de localisation d'énergie inférieure à  $\Delta$ , la supraconductivité peut apparaître ( $(\rho \xi^d)^{-1} < \Delta$ ).

Ainsi, tant que l'Équation 1.26 est vérifiée, nous pouvons observer un état supraconducteur alors que l'état normal est un isolant du fait de la localisation.

Ma & Lee ont ouvert la voie à l'étude de la supraconductivité des systèmes fortement désordonnés et introduisent la possibilité théorique d'observer un passage direct de l'état isolant à l'état supraconducteur. Après le cas du faible désordre avec le théorème d'Anderson, et celui du fort désordre avec Ma & Lee, nous nous intéresserons à l'évolution de la supraconductivité dans un régime intermédiaire de désordre.

### 1.3.2.3 Abaissement de la température de transition

Ovchinnikov [Ovchinnikov, 1973] a proposé un modèle d'abaissement de  $T_c$  en s'appuyant sur les fluctuations du paramètre d'ordre et du champ électromagnétique ainsi que la quantification des niveaux du fait du confinement en épaisseur pour les films minces supraconducteurs. Il se préoccupe du cas de fort désordre où le libre parcours moyen  $l$  est inférieur à l'épaisseur de l'échantillon  $d_\perp$  elle-même très petite devant la longueur de cohérence  $\xi$ .

$$l \ll d_\perp \text{ et } d_\perp \ll \xi \quad \text{où } \xi = \sqrt{\hbar v_F l / T_c k_B} \quad (1.27)$$

$v_F$  est la vitesse de Fermi,  $\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{k_B T_c}$  et  $\xi = \sqrt{\xi_0 l}$ . Il s'agit du cas d'un échantillon qui est 2D du point de vue de la supraconductivité, mais 3D par rapport au désordre.

Il obtient la relation :

$$\frac{T_{c0} - T_c}{T_c} = (-) \frac{1}{4p^2 l d_\perp} \left( \ln \left( \frac{v_F l}{d_\perp^2 T_c} \right) \right)^3 \quad (1.28)$$

où  $T_{c0}$  est la température de transition de l'échantillon épais,  $T_c$  celle de l'échantillon 2D. <sup>iv</sup>

### 1.3.2.4 Supraconductivité et écrantage dynamique

a) **Fukuyama & Maekawa** [Maekawa et Fukuyama, 1981a] d'une part et Takagi et Kuroda [Takagi et Kuroda, 1982] d'autre part considèrent l'influence du désordre sur les interactions coulombiennes.

Selon l'approche BCS,  $T_c$  s'établit par :

$$T_c = 1,13\omega_D \exp \left( - \frac{1}{N(0)(\lambda - \mu^*)} \right) \quad (1.29)$$

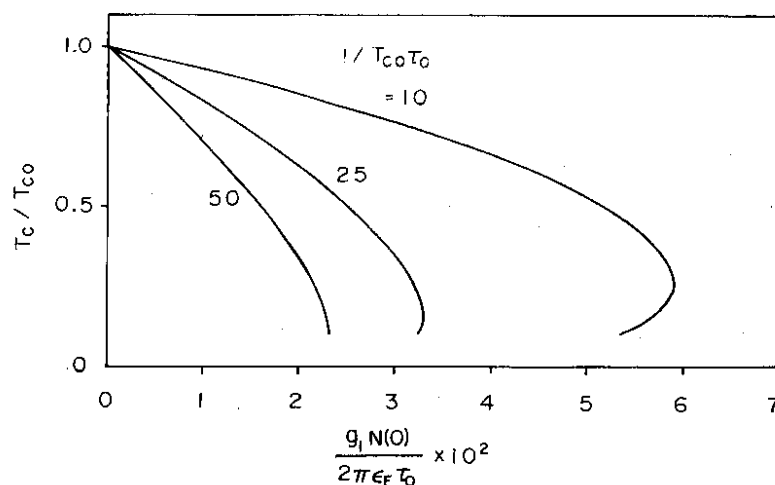
où  $\omega_D$  est la fréquence de Debye,  $N(0)$  densité d'état au niveau de Fermi,  $\lambda$ , le terme d'interaction attractive, médiée par les phonons, et  $\mu^*$ , le terme de répulsion coulombienne.

Avec l'augmentation du désordre, le mouvement diffusif des électrons est plus difficile. Selon une approche classique de la diffusion des électrons, en présence de désordre, la mobilité des électrons est réduite par les diffusions sur les défauts. L'écrantage dynamique des charges est alors diminué : si une charge est injectée dans le système, le mouvement des autres électrons est perturbé par le désordre et l'écrantage de cette charge devient moins efficace. L'interaction coulombienne, décrit par  $\mu^*$ , est alors plus forte. L'augmentation du terme de répulsion s'oppose au terme d'attraction entre électrons, et diminue ainsi la température de transition du supraconducteur. Cet effet d'écrantage dynamique diminue aussi la densité d'état au niveau de Fermi  $N(0)$  qui contribue aussi à abaisser la supraconductivité [Altshuler *et al.*, 1980a,b].

Pour estimer la « quantité » de désordre, Maekawa & Fukuyama utilisent la comparaison entre le vecteur d'onde de Fermi  $k_F$  et le libre parcours moyen  $l$ . Le terme  $(k_F l)^{-1}$

---

<sup>iv</sup>. Il a été montré plus tard [Finkel'stein, 1994] que le calcul original d'Ovchinnikov était erroné ce qui se traduisait par un signe  $(-)$  et donc une augmentation de  $T_c$ .



**FIGURE 1.13** – Résultats numérique de l'évolution de  $T_c$  en fonction de  $g_1N(0)/2\pi\epsilon_F\tau_0$  [Maekawa et Fukuyama, 1981a]. La théorie prédit une réentrance de la  $T_c$  qui n'est pas confirmée expérimentalement.

permet de quantifier un échantillon faiblement désordonné  $(k_F l)^{-1} \ll 1$  à un fortement désordonné  $(k_F l)^{-1} \approx 1$ .

Maekawa & Fukuyama considèrent un système qui est 2D par rapport à la supraconductivité :  $\xi_0 \gg d_\perp$ . Dans la limite 2D, la définition de la résistivité  $\rho = R \times \frac{l \times d_\perp}{L}$  où intervient l'épaisseur  $d_\perp$  de l'échantillon perd de son sens. Ici,  $l$  et  $L$  sont la largeur et la longueur de l'échantillon. Nous utilisons alors  $R_\square$  définie par  $R_\square = R \times \frac{l}{L}$ .  $R_\square$  est relié  $k_F l$  par  $R_\square = \frac{4}{k_F l} \frac{\hbar}{4e^2}$  [Smith *et al.*, 1995]. Nous verrons ultérieurement si expérimentalement, la mesure de  $R_\square$  à l'état normal est une bonne mesure du désordre.

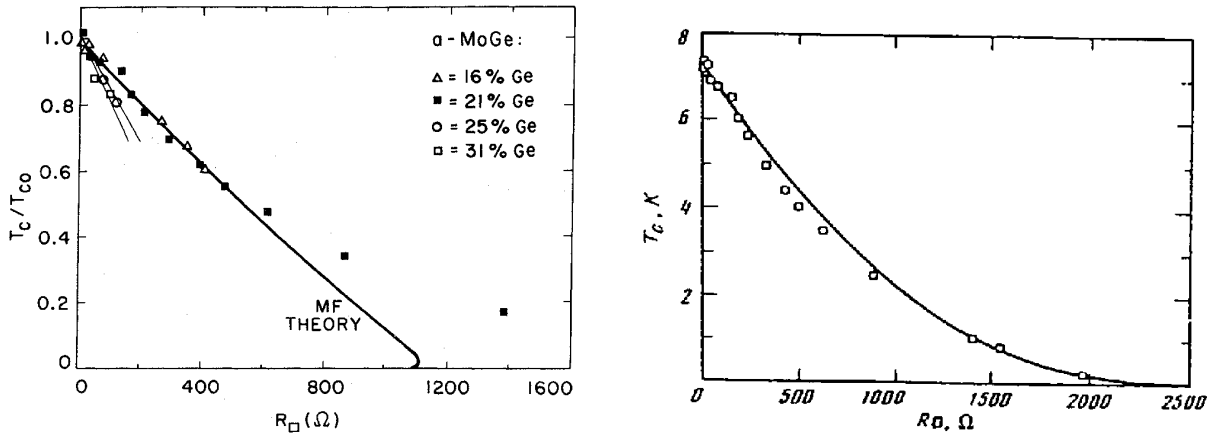
Il s'agit d'un calcul perturbatif aux premiers ordres en  $T_{c0}\tau$  qui s'applique à des échantillons faiblement désordonnés où  $d_\perp \lesssim l$  et n'explique donc que les cas de faibles abaisssements de la température critique par rapport celle de l'échantillon épais.

$$\ln \frac{T_c}{T_{c0}} = - \frac{(g_1 - 3g')N(0)}{4\pi\epsilon_F\tau} \left( \ln \frac{1}{T_c\tau} \right)^2 - \frac{(g_1 + g')N(0)}{6\pi\epsilon_F\tau} \left( \ln \frac{1}{T_c\tau} \right)^3 \quad (1.30)$$

où  $g_1$  correspond à l'interaction coulombienne et  $g'$  le terme d'attraction supraconducteur [Maekawa et Fukuyama, 1981a] (Figure 1.13). Dans les matériaux supraconducteurs usuels, l'effet du désordre est plus important sur la correction de l'interaction coulombienne ( $g_1$ ) que sur le terme d'attraction ( $g'$ ).  $g'$  est alors négligeable par rapport à  $g_1$ . Le premier terme de l'Équation 1.30 correspond alors à la correction de la densité d'état, et le second, à la correction des interactions coulombiennes.

La Figure 1.13 montre le résultat de l'Équation 1.30 pour un désordre  $\frac{g_1N(0)}{2\pi\epsilon_F\tau}$  croissant, pour différents systèmes (*i.e.* différentes valeurs de  $1/T_{c0}\tau$ ). Cette équation prédit





(a) Données  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$  expliquées par la théorie de Maekawa & Fukuyama [Graybeal et Beasley, 1984].

(b) Mêmes données de  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$  interprétées par la théorie de Finkel'stein [Finkel'stein, 1994].

**FIGURE 1.14** – Comparaison entre les théories de Maekawa & Fukuyama et de Finkel'stein sur les données du  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$ .

une réentrance de la  $T_c$  qui n'est pas observée expérimentalement.

**b) Finkel'stein** Le précédent calcul de l'abaissement de la supraconductivité de Maekawa & Fukuyama est obtenu par un calcul perturbatif au premier ordre en  $(k_F l)^{-1}$ . À ce titre, même s'il décrit correctement les faibles réductions de  $T_c$ , et donc à petites  $R_{\square}$ , il n'explique pas l'abaissement de  $T_c$  des échantillons plus fortement désordonnés (Figure 1.14a).

Finkel'stein a montré [Finkel'stein, 1987, 1994] que pour décrire correctement l'abaissement de  $T_c$  pour les plus forts désordres, il est nécessaire d'utiliser le groupe de renormalisation.

Il établit la relation suivante, qui s'applique au cas d'un plus fort désordre, mais néanmoins homogène, et ne décrit donc pas les systèmes granulaires ou percolants :

$$\frac{T_c}{T_{c0}} = \exp\left(-\frac{1}{\gamma}\right) \left(\frac{1 + \frac{\sqrt{ur}}{\gamma - ur/2}}{1 - \frac{\sqrt{ur}}{\gamma - ur/2}}\right)^{1/\sqrt{4ur}} \quad (1.31)$$

où  $T_{c0}$  est la température de transition de l'échantillon épais, sans désordre,  $\gamma = \ln(1/T_{c0}\tau)$  avec  $\tau$  est le temps de libre parcours moyen élastique,  $u$  est l'amplitude des interactions coulombiennes écrantées, avec  $u \approx 1/2$  et  $r = R_{\square} \times 2\pi^2\hbar/e^2$  est la mesure de résistance à l'état normal (à deux dimensions) rapportée au quantum de résistance.  $r$  correspond donc à la mesure du désordre de l'échantillon. Cette relation est particulièrement intéressante car une mesure de  $T_c$  en fonction de  $R_{\square}$  permet de déterminer les effets des interactions électrons-électrons et des diffusions des électrons par les défauts. Cette approche a permis de décrire les résultats d'expériences sur le système  $\text{MoGe}$  (voir Figure 1.14b) [Graybeal et Beasley, 1984].

Elle n'est cependant valide que si les paramètres caractéristiques du système électroniques à 3D (densité d'état, couplage électrons – phonons, ...) sont conservés à 2D.

Finkel'stein propose de considérer une série d'échantillons obtenus par le même procédé à différentes épaisseurs.

Pour les faibles abaissements de  $T_c$  ( $\delta T_c \ll T_{c0}$ , ou  $R_{\square}$  petit), nous retrouvons le comportement linéaire de  $T_c$  en fonction de  $R_{\square}$ , ce qui correspond à la limite au premier ordre en  $(k_F l)^{-1}$  de Maekawa & Fukuyama.

Cette théorie, qui décrit l'abaissement de  $T_c$  en fonction du désordre, établit aussi l'absence de résistance critique universelle pour la suppression de la supraconductivité contrairement au modèle de Fisher pour la transition Supraconducteur–Isolant.

### 1.3.3 Modèle pseudo-spin

Récemment, Feigel'man a proposé une théorie pour expliquer la transition supraconducteur–isolant. Les deux modèles précédemment décrits étudiaient la transition supraconducteur–isolant en regardant le rôle des fluctuations de la phase du paramètre d'ordre sur la supraconductivité — modèles bosoniques — ou par l'altération des interactions coulombiennes par le désordre qui contrecarre l'attraction médiée par les phonons formant les paires de Cooper — modèles fermioniques. Feigel'man *et al.* reviennent quant à eux au rôle croisé de la supraconductivité et de la localisation des électrons, initialement étudié par Ma & Lee [Ma et Lee, 1985].

Cette nouvelle classe de théorie est principalement développée pour expliquer les phénomènes observés sur les systèmes TiN, InO<sub>x</sub>, et Be ultra-fin. Expérimentalement, ces matériaux montrent des discordances en certains points par rapport aux théories bosoniques et fermioniques précédemment présentées. Les mesures récentes par effet tunnel local (STM) montrent que même si la température de transition diminue quand le désordre augmente, le gap supraconducteur reste constant [Sacépé *et al.*, 2008]. Par contre, ces mesures montrent aussi une perte des pics de cohérence lors du passage d'état supraconducteur à isolant ainsi qu'une très forte dispersion de la hauteur des pics sur la surface des échantillons. De plus, on observe un état supraconducteur même lorsque la résistance à l'état normal est supérieure au quantum de résistance. Enfin, ils observent un état isolant défini par un comportement thermiquement activé :

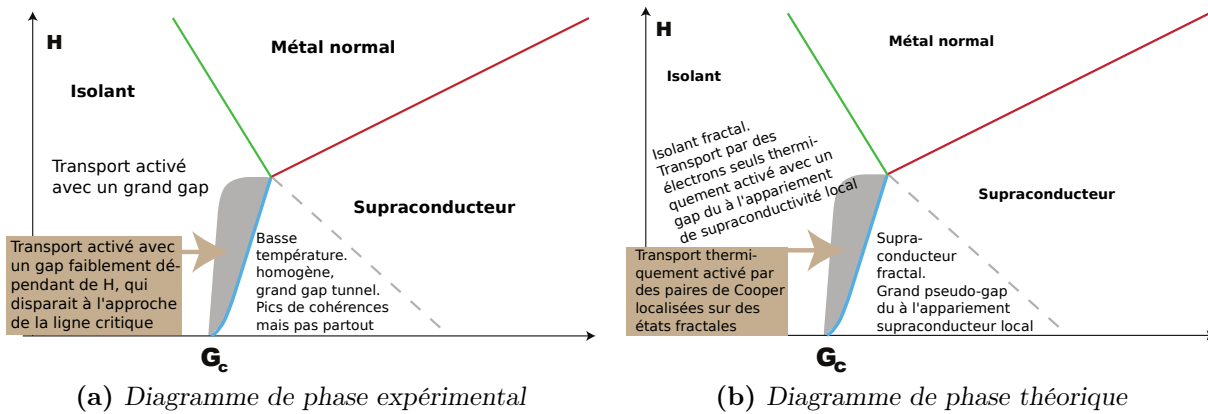
$$R \propto e^{-T/\Delta} \quad (1.32)$$

Ces résultats contredisent à la fois le modèle fermionique de Finkel'stein où nous nous attendons à une diminution globale du paramètre d'ordre supraconducteur ainsi que le modèle bosonique de Fisher car il n'explique par la disparition des pics de cohérence.

Dans ces systèmes, Feigel'man *et al.* distinguent trois phases :

- la phase supraconductrice,
- une phase supraconductrice pseudo-gap où les pics de cohérence disparaissent, mais pas partout,
- une phase isolante où les mesures de transport sont caractéristiques d'un comportement thermiquement activé, avec un gap qui peut être mesuré par STM.

Ce modèle considère un système uniformément désordonné. Cependant, des fluctuations quantiques peuvent créer une hétérogénéité de régions supraconductrices parmi des



**FIGURE 1.15** – Diagramme de phase en fonction de la conductance à l'état normal (indication du niveau de désordre) et du champ magnétique. Même si Feigel'man *et al.* décrivent une transition directe supraconducteur–isolant, le modèle décrit trois phases : (i) une première phase d'état supraconducteur conventionnel, compatible avec BCS, (ii) une deuxième phase supraconductrice où les électrons sont localisés, mais où les propriétés fractales de la fonction d'onde permettent la formation des paires de Cooper ainsi qu'une corrélation de phase, (iii) une phase isolante, à gap dur dont les mesures de transport correspondent à un comportement thermiquement activé.

régions non-supraconductrices, malgré un système structurellement homogène [Kowal et Ovadyahu, 1994; Sacépé *et al.*, 2008] : l'augmentation du désordre provoque un état supraconducteur très inhomogène à l'approche de la TSI. Ces grains d'origine purement fluctuative, sont dépourvus de barrière isolante. Dans une représentation de réseau de jonctions Josephson, cela correspond à une énergie de charge  $E_c$  négligeable devant l'énergie de couplage Josephson  $E_J$ . Des simulations par Monte Carlo Quantique ont mis en évidence ces états inhomogènes supraconducteurs et isolants, couplés par effet Josephson [Ghosal *et al.*, 2001].

Dans l'étude de la supraconductivité reliée à la localisation, il était établi que le théorème d'Anderson est valide pour  $T_c \gg \delta_L$  ([Ma et Lee, 1985], sous-sous-section 1.3.2.2). Feigel'man *et al.* développe cette compétition entre supraconductivité et localisation en ajoutant les propriétés fractales des fonctions d'ondes électroniques. Le critère principal de la transition devient alors la position de l'énergie de Fermi  $E_F$  par rapport au front de mobilité  $E_c$ .

Cette théorie propose une description phénoménologique et microscopique de la transition directe supraconducteur–isolant.

En partant d'un système très peu désordonné, le formalisme BCS classique en champ moyen décrit correctement l'état supraconducteur. Au fur et à mesure que le désordre augmente, le système passe par un état supraconducteur « fractal », un état supraconducteur pseudo-gap puis un état isolant.

### 1.3.3.1 Limites entre description pseudo-spin et fermionique

De manière contre-intuitive, les effets des répulsions coulombiennes, renforcées par l'augmentation du désordre, sont complètement négligées dans ce modèle.

Nous pouvons différencier deux effets de ces répulsions. D'une part, les répulsions coulombiennes s'opposent à l'attraction des électrons médiée par les phonons. Cet effet à courte portée est le mécanisme clé de la description fermionique de la transition. D'autre part, les répulsions coulombiennes, à longue distance, cassent l'ordre à grande distance dans l'état isolant, et expliquent la formation d'un verre de paires de Cooper.

Feigel'man *et al.* proposent une théorie pour expliquer les observations expérimentales de matériaux qui ont une constante diélectrique élevée, comme pour  $\text{InO}_x$  par exemple qui a une densité de porteurs faible [Shahar et Ovadyahu, 1992]. Par contre, l'approche fermionique sera plus appropriée pour d'autres systèmes caractérisés par une constante diélectrique plus faible.

### 1.3.3.2 Fonctions d'ondes fractales

Ma & Lee, ainsi que Kotliar & Kapitulnik expérimentalement, ont établi qu'il existait une longueur de localisation minimale en-deçà de laquelle la supraconductivité ne pouvait pas se développer (sous-section 1.3.2.2). Cette approche considérait des fonctions d'ondes d'électrons localisés dont la corrélation dépendait exponentiellement de la distance :  $\langle \Psi(\vec{0})\Psi(\vec{r}) \rangle \propto \exp\left(-\frac{r}{\xi_{loc}}\right)$ .

Cependant, les fonctions d'ondes à proximité du front de mobilité, dans des systèmes désordonnés, ont une structure *multifractale* [Mirlin et Fyodorov, 1997; Kravtsov et Muttalib, 1997]. Cette propriété multifractale des fonctions d'onde se traduit par l'étude de la fonction de distribution de l'amplitude de la fonction d'onde  $\Psi(\vec{r})$  : les moments d'ordre  $q$  ( $I_q$ ) dépendent de la taille de l'échantillon  $L$ , mais avec un exposant non-entier qui ne correspond plus avec la dimension du système.

$$I_q = \sum_{\vec{r}} \langle |\Psi(\vec{r})|^{2q} \rangle \propto L^{-D_q(q-1)} \quad (1.33)$$

où l'ensemble des exposants  $D_q$  correspondent à la dimension fractale et  $d > D_2 > D_3 > \dots$ .

Il est alors possible de déterminer la fonction de corrélation entre deux fonctions d'ondes fractales  $\Psi(\vec{r})$  et  $\Psi'(\vec{r})$ , d'énergies respectives  $E$  et  $E'$  [Chalker, 1990] :

$$\langle |\Psi(\vec{r})|^2 |\Psi'(\vec{r})|^2 \rangle \propto |E - E'|^{-(1-D_2/d)}$$

Cette fonction de corrélation décroît très lentement avec  $|E - E'|$  et dans ce cas, l'appariement d'électrons en paire de Cooper est alors possible même si le niveau de Fermi est en-deçà du front de mobilité.

Avec cette notion de fractalité des fonctions d'onde des électrons seuls, vient aussi celle de la connectivité. Il est alors plus approprié de décrire le réseau par un arbre — arbre de Cayley ou réseau de Bethe — où un site  $i$  est connecté à  $Z$  feuilles. Dans la limite où  $Z = 1$ , l'arbre est juste un réseau 1D. Dans la méthode classique de champ moyen, chaque site se voit soumis à un même potentiel moyen. La méthode de Bethe [Bethe, 1935] permet de résoudre le système en prenant en compte les interactions locales des

plus proches voisins du site  $i$  et d'appliquer par récurrence ce raisonnement aux voisins. Avec la description en arbre, ce qui s'applique au site  $i$ , s'applique de manière identique aux  $Z$  sites « fils ».

Dans la limite  $Z \gg 1$ , un site est soumis à l'influence de tous les autres site : le calcul correspond alors à la méthode de champ moyen.

### 1.3.3.3 Diagramme de phase

Intéressons nous maintenant à la description des états du modèle de Feigel'man *et al.* depuis un système dans la limite de faible désordre supraconducteur jusqu'à l'état très désordonné, isolant. Nous suivons la transition par l'augmentation du désordre dans le système.

**a) Supraconducteur « fractal »** Dans la limite sans désordre, la description BCS est une bonne description de l'état supraconducteur. Avec la description en réseau de Bethe, le nombre de coordination dans cet état est encore suffisamment élevé pour que les résultats correspondent aux calculs de champ moyen ( $Z \gg 1$ ).

Avec l'augmentation du désordre, les électrons commenceront à se localiser quand l'énergie de Fermi sera au niveau du front de mobilité (localisation critique) ou juste en-dessous (faiblement localisés),  $E_F \approx E_c$ . Le volume de localisation diminue ainsi que le recouvrement entre deux orbitales fractales, nous quittons la limite champ moyen pour une description plus fine du réseau de Bethe.

Pour l'instant, le nombre de paires de Cooper dans le volume de localisation est encore élevé. Cet état est caractérisé par une forte fluctuation spatiale de la densité d'état locale, mais à l'échelle macroscopique, l'échantillon montre une température de transition unique et bien définie.

**b) Supraconducteur pseudo-gap** Avec un désordre encore plus important, le niveau de Fermi se trouve plus profondément dans la bande de localisation,  $E_F < E_c$ . Cet état est supraconducteur même si le critère de Ma & Lee n'est pas vérifié. Il est défini par deux échelles d'énergies. D'une part le gap supraconducteur  $\Delta$ , et d'autre part, le pseudo-gap  $\Delta_p$ .  $\Delta_p$  est défini de manière analogue au gap de parité de Matveev & Larkin [Matveev et Larkin, 1997] : il y a abaissement de niveau d'énergie d'un grain supraconducteur pour un nombre pair d'électrons par rapport à un remplissage impair d'électron. Matveev *et al.* avaient établi ce résultat pour des grains ultra-fins supraconducteurs. Ici, ce ne sont pas des grains inhérents à la structure du matériau, mais causé par le recouvrement des fonctions d'ondes fractales qui crée des régions supraconductrices [Ghosal *et al.*, 2001]. Cet état correspond à un régime de cross-over entre une supraconductivité décrite par BCS et un appariement d'électrons similaire au gap de parité.

**c) Isolant** Enfin, quand le niveau de Fermi est très profond dans la bande de localisation, le système est isolant. La longueur de localisation est encore plus faible et

l'espacement des niveaux dû au rétrécissement du volume accessible aux électrons est désormais supérieur au gap  $\delta_L \gg \Delta_{crit}$ . Mais tant que  $\delta_L$  reste inférieur à la fréquence de Debye  $\omega_D$ , un appariement local d'électrons occupant le même état localisé est possible, mais la cohérence de phase supraconductrice ne se développe pas.

Le grain supraconducteur correspond ici au volume de localisation accessible aux électrons, indépendant des autres régions localisées. Il y a formation d'un gap dans la densité d'états des électrons, mais sans pic de cohérence. En tenant compte des propriétés fractales des fonctions d'ondes, nous pouvons déterminer le gap de parité :

$$\Delta_P \propto (E_m - E_F)^{\nu D_2} \quad (1.34)$$

où  $D_2$  est la dimension fractale.

Sur les mesures de transport, cela se traduit par un comportement thermiquement activé de la résistance qui, dans un premier temps, suit une loi d'Arrhénius  $R(T) \propto e^{-\Delta_P/T}$ . Au fur et à mesure que le désordre augmente et que  $L_{loc}$  diminue, la probabilité d'appariement des électrons diminuera et donc la densité d'électrons seuls augmentera. Un mécanisme de transport par *Variable Range Hopping* est alors possible, et la dépendance de la résistance avec la température suivra une loi de Mott ( $R(T) \propto e^{-(T_0/T)^{1/4}}$ ), puis d'Efros-Shlovskii ( $R(T) \propto e^{-(T_0/T)^{1/2}}$ ).

### 1.3.3.4 Résumé

Ce modèle propose quatre états qui décrivent les observations expérimentales :

- un état supraconducteur où la description BCS est valide,
- un état supraconducteur « fractal ». Proche du front de mobilité, la description champ-moyen ne suffit plus, il faut tenir compte des propriétés fractales.
- un état supraconducteur « pseudo-gap ». Dans cet état, les électrons sont localisés au sens de Ma & Lee, mais avec les propriétés fractales des fonctions d'onde électroniques, l'appariement des paires de Cooper est cependant possible ainsi que la cohérence entre phase. L'état supraconducteur peut s'étendre sur tout l'échantillon. C'est un régime de cross-over entre le gap supra et le pseudo-gap analogue au gap de parité.
- un état isolant, où persiste un gap dur dans la densité d'état. Il en résulte un comportement simplement thermiquement activé  $\rho \propto e^{-T/\Delta}$  à un régime de Mott  $\rho \propto e^{-(T/\Delta)^{1/4}}$  puis Efros & Schlovskii  $\rho \propto e^{-(T/\Delta)^{1/2}}$ .

Feigel'man et al. proposent une théorie 3D étendue à 2D qui décrit une transition *directe* supraconducteur–isolant. Elle ne décrit donc pas d'état métallique intermédiaire. Il s'agit d'une description pour des matériaux relativement mauvais conducteurs et ceci explique pourquoi la description fermionique ne correspond pas à ces systèmes.

## 1.4 Fluctuations de la supraconductivité et paraconductivité

L'apparition de la supraconductivité peut être aussi visible dans l'état normal du matériau, pour  $T \gtrsim T_c$ . Contrairement à la théorie BCS qui ne considère que des paires de Cooper formant un condensat de Bose, la théorie de fluctuation étudie les effets de ces paires de Cooper non condensées.

Pour des températures supérieures à  $T_c$ , des paires de Cooper se forment mais sont caractérisées par un temps de vie fini  $\tau_{GL}$ , qui correspond à la durée avant que les deux électrons se redissocient. Ce temps de vie diverge à l'approche de la température de transition  $T_c$  (où les paires de Cooper deviennent stables) et il évolue selon :

$$\tau_{GL} = \frac{\pi\hbar}{8k_B(T - T_c)} \quad (1.35)$$

L'existence de ces paires de Cooper dans l'état normal autorise un nouveau mode de transport des électrons en plus du transport des électrons seuls. Nous dénombrons trois mécanismes où l'existence des paires de Cooper à durée de vie limitée modifie la conductivité classique du matériau.

### 1.4.1 Aslamazov – Larkin

La première contribution de ces fluctuations de paires de Cooper au transport de charge nous est donnée par Aslamazov & Larkin [Aslamazov et Larkin, 1968] en 1968. Cette correction, aussi appelée *paraconductivité*, correspond à l'apport *direct* de l'existence de ces paires de Cooper à la conductivité de Drude.

Par analogie avec la conductivité de Drude, nous pouvons établir que la conductivité supplémentaire apportée par ces paires de Cooper fluctuantes est :

$$\delta\sigma_{AL} = \frac{n_s(e_s)^2\tau_s}{m_s} \quad (1.36)$$

où  $n_s$  et  $\tau_s$  sont respectivement la densité et le temps de vie des paires de Cooper, et dépendent de la température.  $e_s = 2e$ , la charge et  $m_s$  la masse effective de ces paires de Cooper. À l'approche de  $T_c$ , définie par la distance à la transition  $\varepsilon = \frac{T-T_c}{T_c} \approx \ln \frac{T}{T_c}$ , la densité de paires de Cooper augmente ainsi que leur temps de vie, et suivant la dimension du système, nous obtenons [Skocpol et Tinkham, 1975]<sup>v</sup> :

$$\text{à 3D : } \delta\sigma_{AL} = \frac{1}{32} \frac{e^2}{\hbar\xi(0)} \varepsilon^{-1/2} \quad (1.37a)$$

$$\text{à 2D : } \delta\sigma_{AL} = \frac{1}{16} \frac{e^2}{\hbar d_\perp} \varepsilon^{-1} \quad d_\perp \ll \xi \quad (1.37b)$$

v. Ces corrections à la conductivité sont exprimées en  $S \cdot m^{-1}$ .

$$\text{à 1D : } \delta\sigma_{\text{AL}} = \frac{\pi}{16} \frac{e^2 \xi(0)}{\hbar S} \varepsilon^{-3/2} \quad S \ll \xi^2 \quad (1.37c)$$

où  $d_{\perp}$  est l'épaisseur de l'échantillon et  $S$  la section du fil.

À 2D, cette correction d'Aslamazov–Larkin correspond directement à  $1/R_{\square}$  (avec  $\delta\sigma_{\text{AL},2\text{D}}d_{\perp} = 1/R_{\square}$ ) et a montré un excellent accord avec les données expérimentales obtenues sur des films minces très sales [Raffy *et al.*, 1983; Raffy et Laibowitz, 1984].

Cette description des paires de Cooper en tant que quasiparticules permet d'aborder simplement la paraconductivité. Cette approximation est justifiée à proximité de la transition ( $\varepsilon \ll 1$ ) où l'énergie de liaison des paires de Cooper devient très grande par rapport à l'inverse du temps de vie, se rapprochant de la définition des quasiparticules.

Cependant, pour décrire correctement la paraconductivité loin de la température de transition, cette représentation de paires de Cooper non condensées en tant que quasiparticules n'est plus valable et seule la théorie microscopique développée par Aslamazov et Larkin [1968] permet d'expliquer la paraconductivité loin de la transition ( $T \gg T_c$ ). Cette théorie microscopique est aussi nécessaire pour expliquer les deux mécanismes *indirects* présentés ci-après.

## 1.4.2 Maki – Thompson

En plus de l'effet direct des fluctuations des paires de Cooper sur la conductivité, il existe un effet indirect trouvé par Maki [Maki, 1968] et Thompson [Thompson, 1970]. À la différence du terme d'Aslamazov–Larkin qui peut s'expliquer avec une approche classique, cette correction est purement quantique. D'un point de vue qualitatif, cette contribution correspond à la diffusion cohérente des électrons formant une paire de Cooper virtuelle sur la même impureté élastique.

Initialement Maki avait développé sa théorie à trois dimensions et c'est avec Thompson et l'introduction d'un temps de brisure de paires phénoménologique que ce mécanisme a pu être appliqué avec succès à 2D et 1D.

Ce temps de brisure de paires a été associé plus tard au temps caractéristique des interactions électrons–électrons inélastiques : électrons–phonons, diffusion sur une impureté paramagnétique, ou plus généralement tout mécanisme qui provoque une brisure des paires de Cooper. Avec  $\delta = (T_{c0} - T_c)/T_c$ , l'abaissement (réduit) de  $T_c$  par rapport à  $T_{c0}$  dû aux interactions de brisures de paires, la correction de Maki–Thompson, en dimension 2, s'établit [Skocpol et Tinkham, 1975] :

$$\delta\sigma_{\text{MT}} \approx \frac{e^2}{8\hbar d} \frac{1}{\varepsilon - \delta} \ln\left(\frac{\varepsilon}{\delta}\right) \quad (1.38)$$

$$\frac{\delta\sigma_{\text{MT},2\text{D}}}{\delta\sigma_{\text{AL},2\text{D}}} = \frac{2\varepsilon}{\varepsilon - \delta} \ln\left(\frac{\varepsilon}{\delta}\right) \quad (1.39)$$

Le rapport entre la correction de Maki–Thompson et celle d'Aslamazov–Larkin (Équation 1.39) montre que la correction de MT devient négligeable par rapport à AL à l'approche de la transition  $T \rightarrow T_c$  ( $\varepsilon = 0$ ) et  $\delta\sigma_{\text{MT},2\text{D}} = 2\delta\sigma_{\text{AL},2\text{D}}$  quand  $T = T_{c0}$  ( $\varepsilon = \delta$ ).



### 1.4.3 Contribution à la Densité d'état

Enfin, la dernière correction à la conductivité de Drude par les fluctuations est la correction de densité d'état.

Quand les électrons sont impliqués dans la formation des paires de Cooper (fluctuantes ici), ceux-ci ne sont plus disponibles pour participer au transport de charge. Le nombre total d'états électroniques n'est pas affecté par les interactions de Cooper et conduit à la diminution de la densité d'états d'électrons libres au niveau de Fermi et donc à une diminution de la conductivité de Drude. Cette correction est une conséquence de la paraconductivité d'Aslamazov–Larkin et est de signe opposé.

$$\delta\sigma_{\text{DoS}} = -\frac{\Delta N_e e^2 \tau}{m} = -\frac{2N_s e^2 \tau}{m} \quad (1.40)$$

avec  $\Delta N_e = -2N_s$ , où  $\Delta N_e$  est la densité d'électrons qui ne peuvent plus contribuer au transport (fermionique) car étant impliqués dans la formation des paires de Cooper par les fluctuations Aslamazov – Larkin :  $N_s$ .

Et à 2D, elle vaut [Larkin et Varlamov, 2005] :

$$\delta\sigma_{\text{DoS}} \approx -0,1 \frac{e^2}{s} \ln \frac{1}{\varepsilon} \quad (1.41)$$

avec  $s$  la section du conducteur.

À l'approche de  $T_c$ , cet effet montre un comportement moins marqué que les contributions de type Aslamazov – Larkin et Maki – Thompson et est donc souvent ignoré à proximité de  $T_c$ .

## Conclusion

Nous avons présenté ici les trois grandes classes de modèles qui permettent d'expliquer les comportements différents observés lors de l'étude de Transition Supraconducteur – Isolant.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons les faits expérimentaux marquants du domaine.

# Chapitre 2

## Contexte expérimental

L'étude expérimentale de la destruction de la supraconductivité dans les films minces représente une littérature abondante et importante depuis plus de 40 ans. Dans ce chapitre, nous allons retracer, à grands traits, l'historique de cette recherche, avant de recenser les systèmes expérimentaux étudiés. Nous finirons par situer notre travail dans ce panorama.

### 2.1 Brève histoire de la supraconductivité dans les films minces

#### 2.1.1 Les films minces métalliques pour la recherche de $T_c$ élevées

L'étude des films minces supraconducteurs a été initiée dans les années 50 [Buckel et Hilsch, 1952, 1954], dans la perspective de rechercher des composés présentant des  $T_c$  élevées. En effet, Buckel et Hilsch, puis, à leur suite, Strongin et Kammerer [1968], ont montré que des couches minces ou des multi-couches de métaux simples présentaient des températures critiques supraconductrices plus élevées que les échantillons du même matériau bulk (Figure 2.1).

Il s'agissait alors de films évaporés sous vide, sur des substrats maintenus à des températures cryogéniques (typiquement 4 K). Les films « quenchés » ainsi synthétisés sont alors des agrégats de cristallites. L'augmentation de  $T_c$  observée dans ces films de, typiquement, quelques dizaines d'angströms, a été interprétée comme étant un effet des surfaces. En effet, plus le nombre d'atomes en surface — ou en regard d'un autre métal — est important, plus les fréquences caractéristiques du spectre de phonons sont basses [Montroll, 1950]. Alors, la formule de McMillan [1968] reliant la  $T_c$  au couplage électron-phonon :

$$T_c = \frac{\Theta_D}{1,45} \exp \left( - \frac{1,04(1 + \lambda)}{\lambda - \mu^*(1 + 0,62\lambda)} \right) \quad (2.1)$$

avec  $\Theta_D$  la température de Debye,  $\mu^*$  le pseudo-potentiel de Coulomb,  $\lambda = \frac{N(0)\langle g^2 \rangle}{M\langle \omega^2 \rangle}$ ,  $N(0)$  la densité d'états au niveau de Fermi,  $M$  la masse des noyaux,  $g$  le moment et  $\omega$  la fréquence des phonons, permet d'expliquer l'augmentation des  $T_c$  des films minces granulaires lorsque l'on en diminue l'épaisseur [Belitz, 1987].

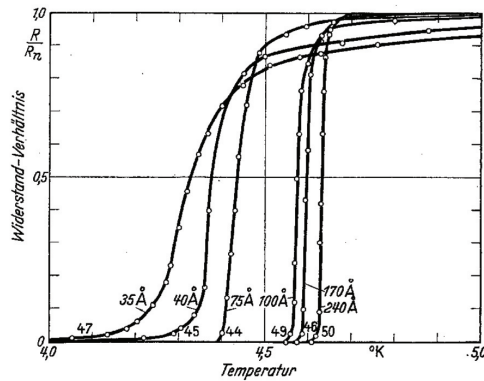


Fig. 6. Übergangskurven zur Supraleitung von Sn-Schichten verschiedener Dicke. Kondensationstemperatur  $T_0 = 4.3^\circ \text{K}$ ; Unterlage:  $\text{Cu}_2\text{O}$  auf Cu aufgewachsen; Abmessungen: Länge 10 mm, Breite 1 mm, Sn-Kahlbaum.

**FIGURE 2.1** – Transitions supraconductrices pour des films d'étain de différentes épaisseurs [tiré de Buckel et Hilsch, 1952].

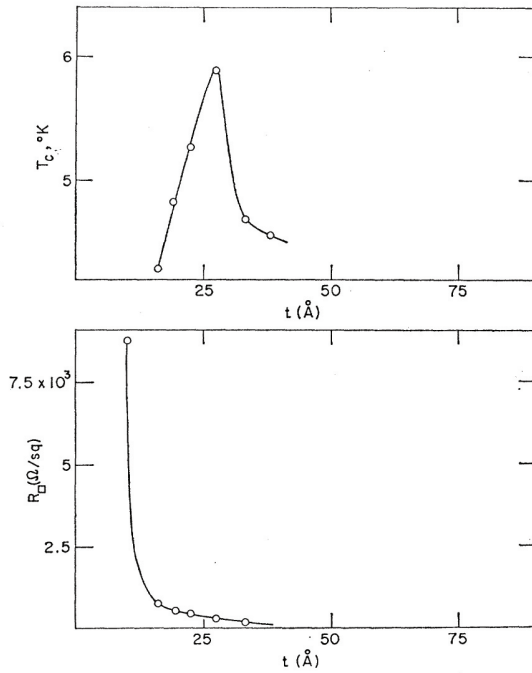
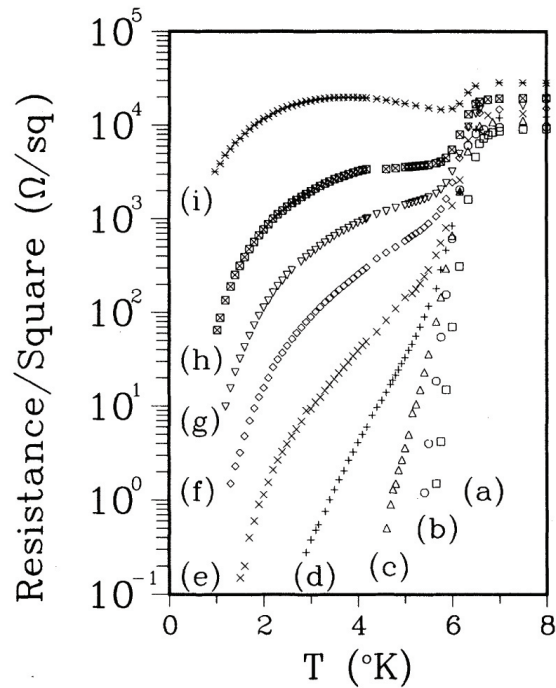


FIG. 2.  $T_c$  versus thickness for Sn film deposited on previously deposited  $\text{SiO}_2$ . Lower graph shows sharply increased resistance at small thicknesses.

**FIGURE 2.2** – Évolution de la  $T_c$  et de la résistance normale pour des films d'étain de différentes épaisseurs [tiré de Strongin et al., 1970].



**FIGURE 2.3** – Évolution des  $R(T)$  pour des films de plomb (granulaire) de différentes épaisseurs [tiré de Hebard et Vandenberg, 1980].

### 2.1.2 Les films métalliques ultra-minces

Une fois comprise l'origine de l'augmentation des températures critiques supraconductrices pour les films minces métalliques, la communauté s'est interrogée sur l'origine des abaissements de  $T_c$  lorsque l'on diminuait encore l'épaisseur des films métalliques (Figure 2.2). Ces films de métaux purs, d'épaisseurs entre  $\sim 20 \text{ \AA}$  pour les plus minces (Sn

[Strongin *et al.*, 1970], ou Au [Dynes *et al.*, 1978] par exemple) et  $\sim 10 \mu\text{m}$  pour les plus épais (Al [Deutscher *et al.*, 1980] par exemple), sont le plus souvent granulaires. Il s'en est donc suivi une large littérature sur la destruction de la supraconductivité dans les films minces granulaires [Strongin *et al.*, 1970; Deutscher *et al.*, 1980; Hebard et Vandenberg, 1980; Abeles et Hanak, 1971, entre autres]. Ces films sont caractérisés par une disparition de la supraconductivité avec le désordre du type de celle montrée Figure 2.3 : la température correspondant au début de la transition supraconductrice  $T_{c,\text{onset}}$  est constante et il y a élargissement de la transition au fur et à mesure que l'épaisseur des films diminue. Les films les plus minces ont un comportement isolant, compatible tout d'abord avec un phénomène de localisation faible, puis, aux plus faibles épaisseurs, présentent une résistance exponentiellement croissante lorsque  $T$  décroît, associée à de la localisation forte.

Les abaissements de la température critique ont alors été interprétés [Efetov, 1980; Imry et Strongin, 1981] comme étant le fruit d'une compétition entre l'énergie de couplage Josephson entre grains, l'énergie de charge et l'énergie thermique. Ces effets dominent à l'approche de la transition supraconducteur-isolant, même lorsque les films sont percolants.

### 2.1.3 Les films homogènes continus

La destruction de la supraconductivité dans les films minces continus a été abordée par le biais des travaux entrepris sur les supraconducteurs granulaires. En effet, dans la limite où la taille des grains devient de l'ordre de la longueur inter-atomique, un matériau granulaire peut être considéré comme amorphe [Imry et Strongin, 1981].

Du point de vue théorique, le développement de la théorie d'échelle de la localisation [Abrahams *et al.*, 1979] et la modélisation des interactions coulombiennes [Altshuler *et al.*, 1980a] a permis la prise en compte des interférences quantiques et des interactions électron – électron pour des systèmes supraconducteurs désordonnés. Anderson *et al.* [1983] ont montré comment les interactions coulombiennes, renforcées par le désordre, permettaient d'expliquer l'affaiblissement de la supraconductivité, notamment dans les composés de type A15<sup>i</sup>. Cet article est à l'origine des développements de Maekawa *et al.* [Fukuyama *et al.*, 1984b,a; Maekawa et Fukuyama, 1981b], prenant de plus en compte la dépression de la densité d'états du fait des interactions coulombiennes, de Ma et Lee [1985], puis de Finkel'stein [1994] qui prédisent la destruction de la supraconductivité dans les films homogènes en présence de désordre.

Ces prédictions ont alors entraîné des expériences sur des films minces proches de la transition métal-isolant. Les films considérés n'étaient alors plus explicitement granulaires, mais très désordonnés, continus et homogènes. Les premières études sur un matériau de ce type, à 2D, ont été données par les expériences de Fiory et Hebard sur l'InOx [Fiory et Hebard, 1984] et de Graybeal et Beasley sur des couches de MoGe amorphes [Graybeal et Beasley, 1984], puis sur des couches métalliques continues (Pb, Bi) [Haviland *et al.*,

---

i. Les composés A15 sont des matériaux cristallins de type  $A_3B$  où les atomes B occupent un réseau cubique centré et les atomes A se trouvent aux centres des faces du cube correspondant. Parmi les A15, on peut citer :  $Nb_3Sn$ ,  $Nb_3Ge$ ,  $V_3Ga$  ou encore  $V_3Si$ .

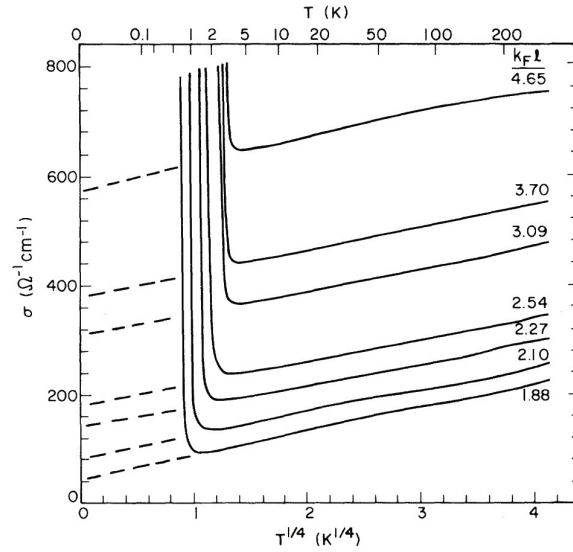


FIG. 2. Temperature dependence of the electrical conductivity of sample B at various stages of anneal with  $k_F l$  values given. Extrapolated dashed lines give  $\sigma(0)$ .

FIGURE 2.4 – Évolution de la conductivité avec la température pour des films d' $\text{InO}_x$  de différentes épaisseurs [tiré de Fiory et Hebard, 1984].

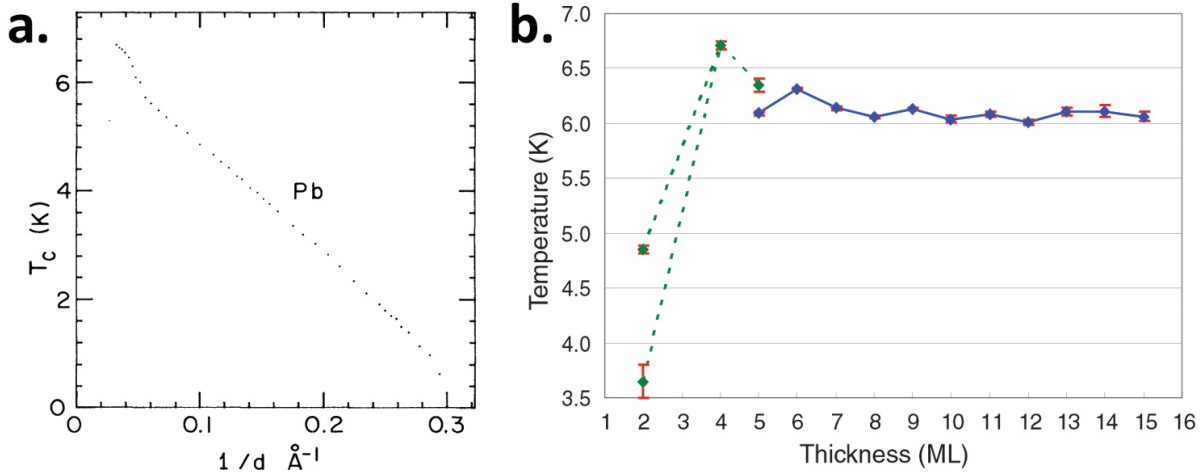
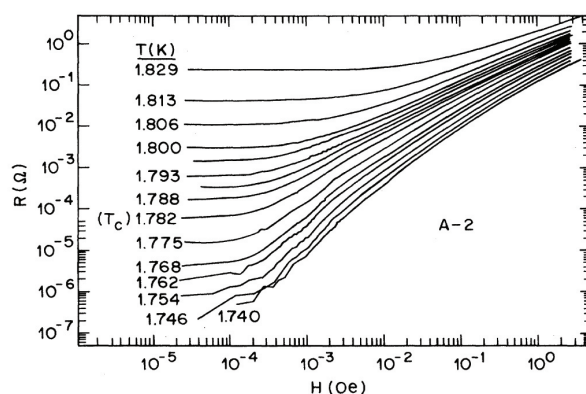


FIGURE 2.5 – a. Évolution de la  $T_c$  avec l'épaisseur pour des films de Pb désordonnés sur sous-couche de Ge [tiré de Haviland et al., 1989]. b. Évolution de la  $T_c$  avec l'épaisseur (mesurée en mono-couches) pour des films de Pb cristallins sur Si [tiré de Qin et al., 2009].

1989]. Les films non-granulaires sont caractérisés par des transitions supraconductrices raides dont la température critique diminue avec l'épaisseur des films (voir Figure 2.4).

En ce qui concerne les films minces de métaux purs, on notera l'importance du substrat et de la technique de dépôt pour le comportement de ces couches ultra-minces. En effet, si les films « quench-condensed » - et donc désordonnés - de Pb sur substrat de Ge présentent un abaissement de  $T_c$  substantiel [Haviland *et al.*, 1989], les couches épitaxiées - et donc cristallines - de Pb sur substrat de Si cristallin sont supraconductrices jusqu'à 2 couches atomiques [Qin *et al.*, 2009] (Figure 2.5).



**FIGURE 2.6** – Évolution de la résistance avec le champ magnétique pour différentes températures pour des films d' $\text{InO}_x$  [tiré de Fiory et al., 1983].

### 2.1.4 Transition de Kosterlitz-Thouless

Parallèlement, la possibilité de fabriquer des films minces de matériaux continus a permis l'étude de la transition de Kosterlitz – Thouless dans l'état solide. Celle-ci avait déjà été observée dans les films superfluides 2D d'hélium, mais l'application de cette théorie aux films minces supraconducteurs a été montrée par Hebard et Fiory [Hebard et Fiory, 1983; Fiory *et al.*, 1983].

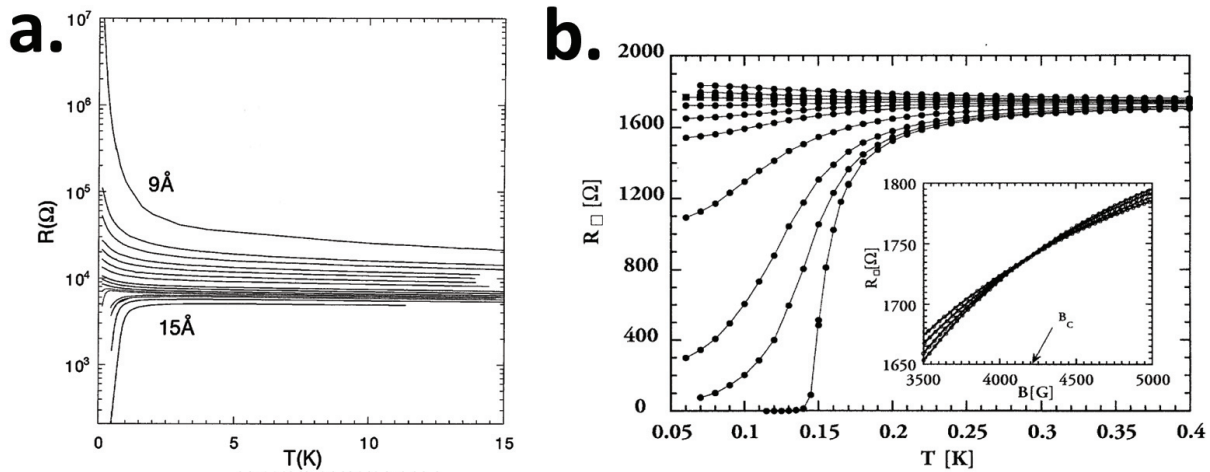
La transition de Kosterlitz – Thouless est l'un des mécanismes permettant d'expliquer l'abaissement de la température critique supraconductrice par rapport à ce qui est prévu par la théorie BCS :

$$R = 10,8 b R_n \exp \left( -2 \left( b \frac{T_{c0} - T_c}{T_c} \right)^{1/2} \right) \quad (2.2)$$

où  $R$  est la résistance dans la transition,  $R_n$  la résistance à l'état normal,  $T_{c0}$  la température de transition de champ moyen BCS,  $T_c$  la température critique de la transition de Kosterlitz – Thouless, et  $b$  une constante non-universelle. Cependant, on notera que, pour que l'abaissement de  $T_c$  soit significatif, il faut avoir un dispositif expérimental adéquatement blindé des champs magnétiques environnants, puisque quelques mG détruisent l'effet [Minnhagen, 1981; Fiory *et al.*, 1983]. En pratique, sans précaution particulière, il est très difficile d'observer et d'analyser des températures critiques relevant de ce mécanisme (Figure 2.6), même si les transitions supraconductrices des films minces peuvent en être affectées, notamment dans les « pieds » de transition.

### 2.1.5 Au-delà de l'interaction supraconductivité/localisation : le « *Dirty Boson Model* »

L'étude de la destruction de la supraconductivité dans les films continus a ensuite rapidement montré des résultats qui ne pouvaient pas s'expliquer par les théories de type Maekawa : Dynes *et al.* [1986] ont montré que les abaissements de  $T_c$  ne pouvaient pas être interprétés à la lumière des équations d'Eliashberg ; Haviland *et al.* [1989] ont montré



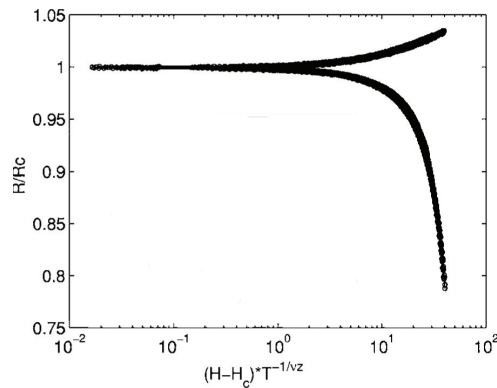
**FIGURE 2.7** – Comparaison a. d’une TSI induite par l’épaisseur pour des films de Bi [tiré de Marković et al., 1998] et b. d’une TSI induite par le champ magnétique pour des films de MoGe [tiré de Yazdani et Kapitulnik, 1995].

que la transition de l’état supraconducteur à l’état isolant semblait être *directe*<sup>ii</sup> et avait lieu à une résistance « universelle »  $R_c = \frac{h}{4e^2}$  pour des films de Bi et de Pb a priori très différents en nature.

À la suite de ces expériences se sont développées des théories, telles que le « *Dirty Boson Model* » [Fisher et al., 1990] prenant en compte les effets à N corps au voisinage de la transition. En effet, ces effets étant dominants dans l’état supraconducteur, on peut s’attendre à ce qu’ils interviennent pour déterminer le comportement du système à la transition et même dans l’état isolant à proximité de celle-ci. Ces approches tirent parti des développements autour des transitions de phase quantiques pour expliquer la destruction de la supraconductivité et donc la transition d’un état fondamental supraconducteur vers un état isolant.

Fisher a développé son modèle pour expliquer la TSI dans des films minces d’ $\text{InO}_x$  sous champ magnétique [Hebard et Paalanen, 1990] et l’a étendu pour une transition induite par le désordre. Si les deux catégories de transitions — en épaisseur et en champ magnétique — sont formellement de nature différente, les états fondamentaux les sous-tendant sont essentiellement les mêmes : une phase supraconductrice avec des vortex localisés et une phase isolante où les paires de Cooper sont localisées. Les expériences ultérieures se sont alors principalement concentrées sur la TSI induite par le champ magnétique, plus facile à mettre en œuvre [Hebard et Paalanen, 1990; Marković et al., 1998; Aubin et al., 2006; Sambandamurthy et al., 2004, entre autres]. Par ailleurs, il est remarquable que les expériences portant sur la TSI en désordre ont généralement considéré l’épaisseur comme paramètre du désordre [Haviland et al., 1989; Bielejec et Wu, 2002; Graybeal, 1985; Marrache-Kikuchi et al., 2008]. Une exception notable est l’étude des films d’ $\text{InO}_x$ , tri-dimensionnels cependant, suivant la valeur de  $k_F l$  qui a été modifiée par recuit [Shahar et Ovadyahu, 1992].

ii. *i.e.* sans état métallique intermédiaire, conformément à la prédiction de la théorie de la localisation à 2D pour laquelle il ne peut exister d’état métallique pour un système désordonné de fermions sans interaction.



**FIGURE 2.8** – Renormalisation de la résistance au voisinage de la TSI induite par l’application d’un champ magnétique pour un film de  $a\text{-NbSi}$  125 Å [tiré de Aubin et al., 2006].

Notons que les TSI induites par le champ magnétique ou par l’épaisseur sont cependant phénoménologiquement différentes. Pour la TSI induite par l’épaisseur, la transition se fait généralement brutalement (voir Figure 2.7.a.), suite à une faible variation de l’épaisseur — parfois quelques 0,1 Å — et la résistance du côté isolant est de type activé, de telle sorte que la résistance gagne plusieurs ordres de grandeur sur une gamme de température restreinte. *A contrario*, la TSI induite par le champ magnétique est plus progressive (voir Figure 2.7.b.) et la phase « isolante » a un comportement s’apparentant plus à celui d’un mauvais métal qu’à celui d’un isolant.

Une autre différence entre les deux transitions réside dans l’épaisseur des films considérés. En effet, dans la TSI induite par le champ magnétique, les films étudiés sont souvent de plusieurs dizaines, voire centaines d’angströms (cf Tableau 2.2), alors que pour la TSI induite par l’épaisseur les films sont, pour la plupart, épais de quelques couches atomiques (cf Tableau 2.1). On peut supposer que les effets dûs à la dimensionnalité seront alors plus prononcés dans ces derniers.

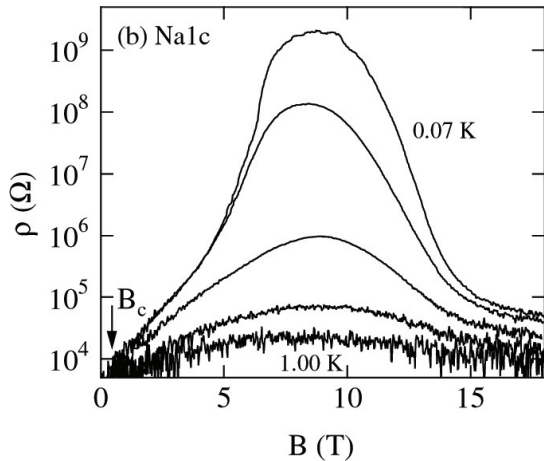
Le « *Dirty Boson Model* » a permis de rendre compte des observations expérimentales pour nombre de systèmes homogènes subissant une TSI sous champ [Hebard et Paalanen, 1990; Marković et al., 1998; Aubin et al., 2006] (Figure 2.8), ainsi que pour des réseaux de jonctions Josephson [Chen et al., 1995] sous champ magnétique.

### 2.1.6 Les limites du « *Dirty Boson Model* »

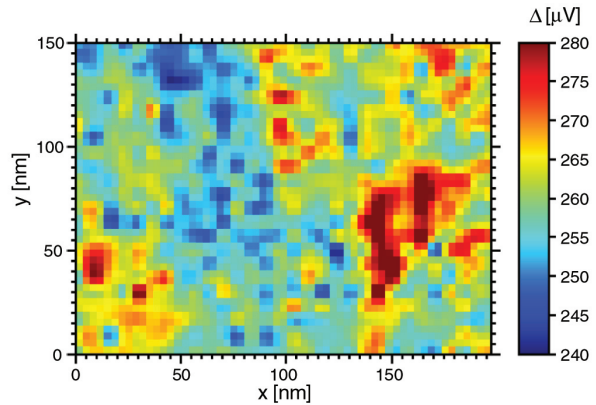
Progressivement, cependant, les limites du scénario bosonique développé par Fisher sont devenues apparentes :

1. Tout d’abord, la constance de la résistance critique  $R_c$  séparant les phases supraconductrices et isolantes n’a pas été expérimentalement vérifiée [Bielejec et Wu, 2002; Marrache-Kikuchi et al., 2008].
2. Ensuite, les exposants critiques, prévus comme étant universels, sont expérimentalement très dépendants des systèmes [Marrache-Kikuchi, 2006].
3. Par ailleurs, comme nous le verrons, nombre d’expériences montrent une résistance saturant à basse température, accréditant l’idée qu’il pourrait exister une phase





**FIGURE 2.9** – Résistance en fonction du champ magnétique pour des films d' $\text{InO}_x$  [tiré de Sambandamurthy et al., 2004].



**FIGURE 2.10** – Fluctuations spatiales du gap supraconducteur dans des films minces de TiN [tiré de Sacépé et al., 2008].

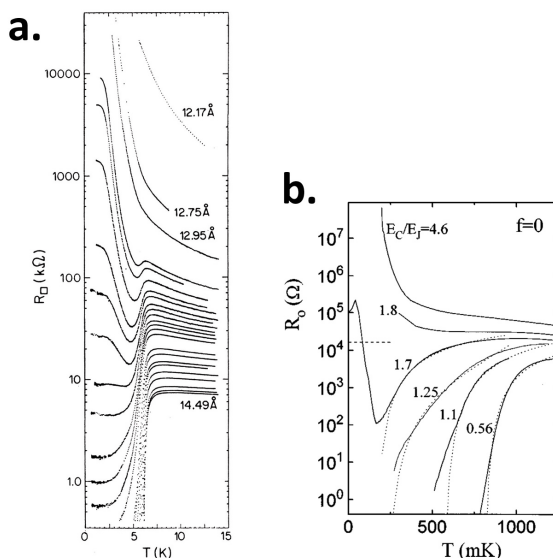
métallique intermédiaire, non prévue par la théorie [Yazdani et Kapitulnik, 1995; Marrache-Kikuchi, 2006].

4. Si les précédents points pouvaient éventuellement être expliqués par un aménagement de la théorie de Fisher, celle-ci ne pouvait pas rendre compte de la magnéto-résistance négative importante et de la saturation observée à haut champ - à une résistance supérieure à la résistance normale - mesurées dans des films d' $\text{InO}_x$  (Figure 2.9) [Sambandamurthy et al., 2004] et de TiN [Baturina et al., 2007b].
5. De la même manière, les inhomogénéités du paramètre d'ordre de la phase supraconductrice observées dans des films d' $\text{InO}_x$  et de TiN (Figure 2.10) ne peuvent être expliquées par le « *Dirty Boson Model* » [Sacépé et al., 2008; Sacépé, 2007].

Ainsi, ces dernières années, les expériences, notamment sur les films de TiN et d' $\text{InO}_x$  [Sambandamurthy et al., 2004; Baturina et al., 2007b; Sacépé et al., 2008; Gantmakher et al., 2000] ont notablement modifié les enjeux de l'étude des TSI. Elles ont favorisé l'émergence de nouvelles théories Feigel'man et al. [2010]; Dubi et al. [2007] proposant un scénario pour expliquer l'inhomogénéité de la supraconductivité et la magnéto-résistance dans ces systèmes. La majorité de ces traitements, cependant, s'accorde à faire une distinction entre les différents systèmes présentant une TSI, fondée sur la morphologie des films.

## 2.2 Revue des systèmes expérimentaux étudiés dans la littérature

Comme nous l'avons vu dans la section précédente, et comme on peut l'observer dans le Tableau 2.1, les caractéristiques de la transition supraconducteur-isolant, pour chaque composé, dépendent crucialement de la nature des échantillons, et, en particulier, de leur morphologie. On distingue *a priori* deux principales classes de matériaux — les films granulaires et les films homogènes — qui présentent des comportements notablement



**FIGURE 2.11** – a. Évolution de la résistance avec la température pour des films de a-Ga de différentes épaisseurs [tiré de Jaeger et al., 1986]. b. Évolution de la résistance avec la température pour des réseaux de jonctions Josephson de différents rapports énergie de charge/énergie Josephson [tiré de van der Zant et al., 1996].

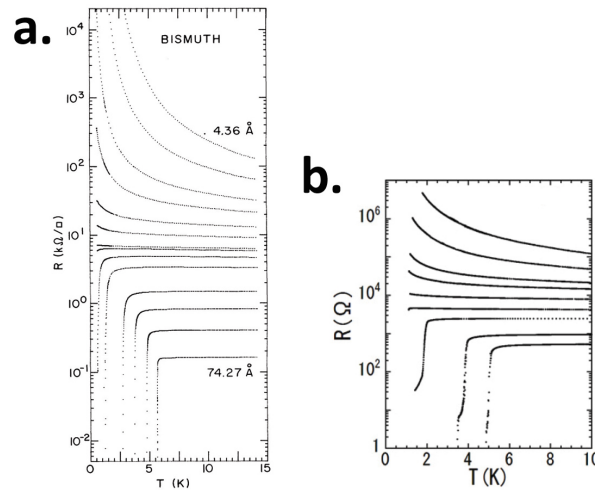
dissemblables et dont on pense qu'ils relèvent de théories distinctes. En pratique, certains systèmes peuvent être classés sans hésitation dans une de ces deux catégories, mais il est souvent difficile d'évaluer le degré d'« homogénéité » d'un échantillon réel. Dans ce paragraphe, nous allons toutefois tenter de recenser les systèmes les plus significatifs de chaque nature ainsi que leurs traits distinctifs.

### 2.2.1 Les matériaux granulaires

Les matériaux granulaires sont composés de « grains » supraconducteurs, couplés entre eux par effet tunnel. À l'intérieur des grains, le matériau peut être relativement propre, voire cristallin. Les propriétés du film sont alors essentiellement déterminées par la compétition entre l'énergie Josephson et l'énergie coulombienne relative aux paires de Cooper.

Dans ces systèmes, l'apparition de la supraconductivité a lieu à une température  $T_{c,onset}$  constante, correspondant à la température critique des grains, et la transition supraconductrice s'élargit au fur et à mesure que l'on diminue l'épaisseur des films (Figure 2.11.a.) du fait des fluctuations de plus en plus importantes de la phase du paramètre d'ordre. Ces fluctuations de phase sont favorisées par la structure en grains. Le phénomène de ré-entrance de la résistance en fonction de la température est également caractéristique de ces matériaux.

On a vu que les métaux évaporés à froid, sans précaution particulière apportée au mouillage sur le substrat, sont granulaires. Les réseaux de jonctions Josephson [van der Zant *et al.*, 1996] peuvent également être vus comme un cas limite de matériaux granulaires (Figure 2.11.b.).



**FIGURE 2.12** – a. Évolution de la résistance avec la température pour des films de a-Bi (sur sous-couche de Ge) de différentes épaisseurs [tiré de Haviland et al., 1989]. L'épaisseur critique est de 6,73 Å. b. Évolution de la résistance avec la température pour des films de MoRu d'épaisseurs entre 16,9 et 69,4 Å. L'épaisseur critique est d'environ 25 Å [tiré de Hirakawa et al., 2008].

## 2.2.2 Les matériaux homogènes

Les matériaux homogènes, en revanche, sont désordonnés à l'échelle atomique. Ils ont une transition supraconductrice raide, et, lorsque l'on diminue l'épaisseur des films, la transition est translatée dans son ensemble, sans élargissement (Figure 2.12.a.). Entrent dans cette catégorie les solutions solides amorphes (a-MoGe, a-MoSi, a-NbSi, ...), les métaux déposés à froid sur une sous-couche de germanium amorphe<sup>iii</sup>, et l' $\text{InO}_x$ . Ils regroupent donc la majorité des films, très divers, étudiés actuellement. Nous pouvons cependant faire quelques remarques :

1. Il existe une différence importante entre ces trois types de systèmes homogènes vis-à-vis de la TSI induite par le désordre. Les paramètres pouvant induire une TSI en désordre ne sont en effet pas identiques :
  - Dans les films métalliques ultra-minces, lorsque l'on diminue l'épaisseur des films, on peut supposer que la densité d'états du matériau reste essentiellement inchangée.
  - Les solutions solides amorphes présentent, elles, plusieurs moyens de varier le désordre : via l'épaisseur des films ou leur composition par exemple. La composition permet alors de modifier la température supraconductrice « bulk »  $T_{c0}$ . Cependant, il devient alors plus difficile de démêler les effets du désordre de ceux d'un changement de la densité d'états.
  - L' $\text{InO}_x$  a été étudié avec un désordre variable induit par le recuit des échantillons. Le recuit a en fait le double effet d'appauvrir le composé en oxygène [Gantmakher, 1998] et de le contracter spatialement Ovadyahu [1993]. Là encore, les paramètres fondamentaux affectés par ces changements sont difficiles à identifier clairement.

iii. Il est admis que la sous-couche de a-Ge augmente le mouillage des films évaporés, de telle sorte que les échantillons ainsi fabriqués forment des films continus, mais désordonnés à petite échelle du fait de la température basse à laquelle est maintenu le substrat pendant l'évaporation.

2. Dans les cas des métaux ultra-minces, supposés homogènes, on notera tout de même que la transition de l'état fondamental supraconducteur vers l'état isolant se fait très rapidement, typiquement pour une variation d'épaisseur de l'ordre d'un dixième d'angström, voire moins. Par ailleurs, on notera les épaisseurs extrêmement faibles de ces films (typiquement quelques couches atomiques). *A contrario*, les films de solutions solides ont des épaisseurs critiques plus conséquentes de l'ordre de la dizaine d'angströms (Figure 2.12.b.).
3. Les films « homogènes » de métaux ultra-minces ont tous été évaporés sur un substrat de germanium, dont l'influence sur le transport, même à basse température, n'a pas, à notre connaissance, été clairement établie.
4. Les films d' $\text{InO}_x$  se distinguent des films métalliques ou de solution solide dans la mesure où ils s'agit de films relativement épais ( $d_{\perp} > 200 \text{ \AA}$ ) et sont donc à la limite de la tri-dimensionnalité [Feigel'man *et al.*, 2010]. Ils présentent par ailleurs des caractéristiques - telles que la magnétorésistance négative géante et l'inhomogénéité spatiale du paramètre d'ordre supraconducteur - qui n'ont jusqu'à présent été observées par ailleurs que dans les films de TiN.

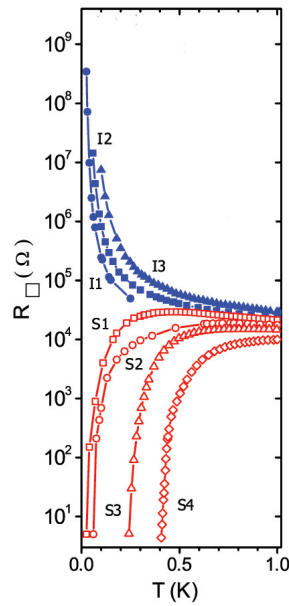
La catégorie des systèmes dits « homogènes » recouvre donc des matériaux très divers. Dans la mesure où certains films morphologiquement « homogènes » présentent des inhomogénéités liées aux fonctions d'onde électroniques, on peut s'interroger sur la validité d'une distinction fondée sur la caractérisation de l'homogénéité spatiale des matériaux. Il faudra sans doute comprendre ce qui lie et ce qui différencie ces films, qui présentent tous une Transition Supraconducteur – Isolant, avant de pouvoir établir une classification plus pertinente.

### 2.2.3 Les matériaux homogènes micro-cristallins

Les matériaux micro-cristallins étudiés jusqu'à présent dans le cadre des TSI sont des films de nitrure de métaux de transition (TiN et NbN) qui forment des cristallites d'environ 300 Å de diamètre [Baturina *et al.*, 2007b]. Du point de vue du transport, ces films se comportent comme des systèmes homogènes (Figure 2.13) dans la mesure où ils ne présentent pas de ré-entrance ou d'élargissement de la transition supraconductrice lorsque l'on augmente le désordre Baturina *et al.* [2007a]; Feigel'man *et al.* [2010]. Comme les films d' $\text{InO}_x$ , les couches de TiN présentent une magnétorésistance négative géante et une inhomogénéité spatiale du paramètre d'ordre qui ont particulièrement intéressé la communauté ces dernières années.

## 2.3 Situation de notre travail

Au cours de cette thèse, nous avons choisi de nous concentrer sur l'étude de films de  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Nous avons vu (sous-sous-section 3.1.4.3) que ce système pouvait être morphologiquement qualifié d'homogène, tant par les mesures de microscopie que nous avons entreprises que par les caractéristiques de transport qui ne présentaient pas de ré-entrance des courbes  $R(T)$ .

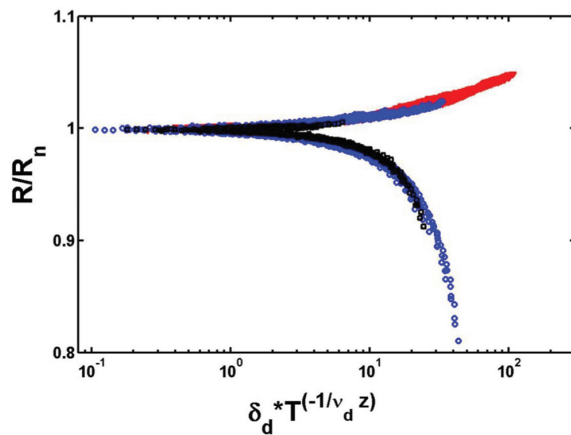


**FIGURE 2.13** – Évolution de la résistance avec la température pour des films proches de la TSI induite par le désordre [tiré de Baturina et al., 2007a].

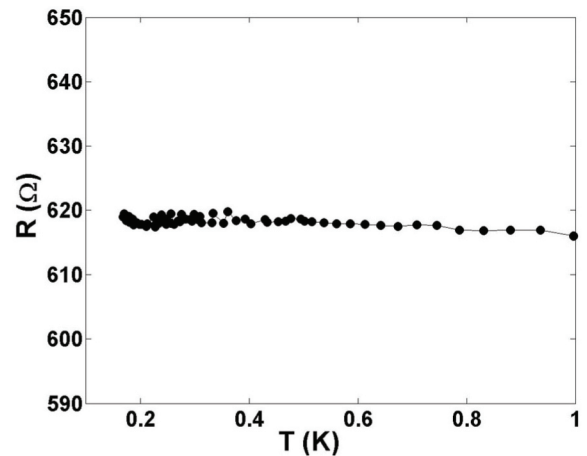
Le NbSi nous semblait particulièrement adapté à l'étude que nous voulions mener sur les effets du/des désordre(s) dans ces films minces supraconducteurs. En effet, la possibilité de faire varier la concentration  $x$  de niobium dans le silicium nous a permis de varier la température critique  $T_{c0}$  du matériau bulk, c'est-à-dire de modifier la « force » de la supraconductivité. Nous avons par ailleurs pu augmenter le désordre par un abaissement de l'épaisseur des films, comme cela a été fait dans d'autres systèmes, mais avec l'avantage, comme nous le verrons, de pouvoir travailler avec des épaisseurs de quelques dizaines d'angströms. Nous n'avons ainsi pas dû nous confronter à l'éventuel problème de continuité des couches à très faibles épaisseurs. Nous savions, par des études antérieures [Dressaire, 2003], que le recuit permettait de changer la résistivité des films de NbSi. Cette technique avait par ailleurs permis l'étude de la transition métal – isolant, à 3D, dans des films d'AlGe [Lesueur *et al.*, 1985]. Ce paramètre nous paraissait donc être d'intérêt pour modifier le désordre au voisinage de la TSI.

Au moment où débutait cette thèse, la situation expérimentale concernant l'étude des TSI dans le NbSi était la suivante :

1. Une étude précédente sur le  $a\text{-Nb}_{15}\text{Si}_{85}$  avait montré que la destruction de la supraconductivité par un champ magnétique modéré pouvait être qualitativement interprétée par le modèle bosonique de Fisher [Aubin *et al.*, 2006] (voir Figure 2.8).
2. L'étude de la TSI en épaisseur dans le même système avait également montré un bon accord qualitatif avec la théorie de Fisher (voir Figure 2.14), mais uniquement pour des températures intermédiaires ( $50 \text{ mK} < T < 1 \text{ K}$ ).
3. En effet, à très basses températures, des saturations de la résistance, dont il avait lieu de penser qu'il ne s'agissait pas d'artefacts, avaient été observées (Figure 2.15) et avaient été interprétées comme étant la possible manifestation d'un métal de Bose [Marrache-Kikuchi, 2006].



**FIGURE 2.14** – Renormalisation de la résistance au voisinage de la TSI induite par la diminution de l'épaisseur dans des films de  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  en présence de champ magnétique [tiré de Marrache-Kikuchi et al., 2008].



**FIGURE 2.15** – Résistance d'un échantillon de  $a\text{-Nb}_{15}\text{Si}_{85}$  500 Å sous 7,9 kOe [tiré de Marrache-Kikuchi et al., 2008].

Le travail que nous voulions entreprendre était donc un approfondissement de ce qui avait été ébauché sur la transition supraconducteur-isolant dans ce système. Nous voulions :

- voir comment la variation de la composition affectait la TSI,
- voir si le recuit permettait, comme dans le cas de AlGe, de passer la TSI,
- qualifier la nature fermionique ou bosonique des phases au voisinage de la transition,
- vérifier l'hypothèse d'une phase métallique intermédiaire entre les états supraconducteur et isolant,

afin d'affiner notre connaissance du diagramme de phase de ce système, et, surtout, de progresser dans la compréhension des différents effets regroupés, dans la littérature, sous le terme de « désordre ».

Matériau	Structure	Technique de dépôt	$d_c$	$R_c$	$T_{c,bulk}$	Substrat	Référence
<i>Métaux ultra-minces</i>							
Al	Granulaire	évaporation	1 $\mu\text{m}$	$\sim 30\text{k}\Omega$	1,2K	Verre	Deutscher <i>et al.</i> [1980]
Al	Granulaire	quench-condensed	$\sim 52\text{Å}$	$\sim 12\text{k}\Omega$	1,2K	Alumine	Jaeger <i>et al.</i> [1989]
Be	Amorphe	quench-condensed	$\sim 12\text{Å}$	$\sim 10\text{k}\Omega$	N.D.	Verre	Bielejec et Wu [2002]
Bi	Amorphe	quench-condensed	6,7 $\text{Å}$	$\sim 6,5\text{k}\Omega$	$\sim 6\text{K}$	Ge	Haviland <i>et al.</i> [1989]
Bi	Amorphe	quench-condensed	$\sim 10\text{Å}$	$\sim 7,9\text{k}\Omega$	N.D.	Ge	Marković <i>et al.</i> [1998]
Ga	Granulaire	quench-condensed	$\sim 13\text{Å}$	$\sim 10\text{k}\Omega$	1,1K	Alumine	Jaeger <i>et al.</i> [1989]
In	Granulaire	quench-condensed	$\sim 41\text{Å}$	$\sim 12\text{k}\Omega$	3,4K	Alumine	Jaeger <i>et al.</i> [1989]
Mo	Homogène	quench-condensed	8,5 $\text{Å}$	12,8 $\text{k}\Omega$	9,8K	SiO	Hirakawa <i>et al.</i> [2008]
Nb	Homogène	quench-condensed	6,5 $\text{Å}$	6,5 $\text{k}\Omega$	3,4K	Alumine	Asanitsu <i>et al.</i> [1994]
Pb	Granulaire	quench-condensed	$\sim 37\text{Å}$	$\sim 10\text{k}\Omega$	7,2K	Alumine	Jaeger <i>et al.</i> [1989]
Pb	Granulaire	quench-condensed	10 – 20 $\text{Å}$	$\sim 15\text{k}\Omega$	7,2K	Ge, SiO ou Alumine	Strongin <i>et al.</i> [1970]
Pb	Homogène	quench-condensed	3,3 $\text{Å}$	$\sim 9,5\text{k}\Omega$	7,2K	Ge	Haviland <i>et al.</i> [1989]
Sn	Granulaire	quench-condensed	20 – 30 $\text{Å}$	$\sim 40\text{k}\Omega$	3,7K	Alumine	Orr <i>et al.</i> [1985]
Ta	Amorphe	sputtering	$\sim 22\text{Å}$	$\sim 4,6\text{k}\Omega$	N.D.	Si	Li <i>et al.</i> [2010]
<i>Solutions solides</i>							
MoC	Homogène	sputtering	$\sim 12\text{Å}$	3 $\text{k}\Omega$	$\sim 8,4\text{K}$	saphire	Lee et Ketterson [1990]
MoGe	Amorphe	sputtering	$\sim 12\text{Å}$	$\sim 2\text{k}\Omega$	$\sim 7,2\text{K}$	Ge, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ou saphire	Graybeal [1985]
MoRu	Amorphe	quench-condensed	$\sim 25\text{Å}$	6,8 $\text{k}\Omega$	6,0 – 6,5 K	SiO	Hirakawa <i>et al.</i> [2008]
TiN	Micro-cristallin	sputtering	N.D.	$\sim 2\text{k}\Omega$	$\sim 4,7\text{K}$	SiO <sub>2</sub>	Hadacek <i>et al.</i> [2004]

Tableau 2.1 – Tableau synthétique (mais non-exhaustif) de matériaux présentant une Transition Supraconducteur – Isolant avec le désordre.

Matériau	Structure	Technique de dépôt	Épaisseur des films (Å)	Paramètre de transition	Valeur critique	$R_c$	Substrat	Référence
<i>Métaux ultra-minces</i>								
Be	Homogène	quench-condensed	$\sim 10$ Å	Champ magnétique	$B_c \sim 0,66$ T	$\sim 6$ kΩ	Verre	Bielejec et Wu [2002]
Bi	Amorphe	quench-condensed	$\sim 10$ Å	Champ magnétique	$B_c \sim 0,4$ T	$\sim 7,6$ kΩ	Ge	Marković et al. [1998]
<i>Solutions solides</i>								
InO <sub>x</sub>	Homogène	évaporation	200 – 300 Å	Champ magnétique	$B_c = 0,8$ T	6,5 kΩ	Verre ou saphire	Sambandamurthy et al. [2004]
InO <sub>x</sub>	Homogène	évaporation	200 Å	Champ magnétique	$B_c = 3$ T	7 kΩ	Verre	Gantmakher et al. [2000]
InO <sub>x</sub>	Homogène	évaporation	100 Å	Champ magnétique	$B_c = 0,5$ T	$\sim 4,5$ kΩ	N.D.	Hebard et Paalanen [1990]
MoGe	Amorphe	sputtering	70 Å	Champ magnétique	$B_c = 0,28$ T	2 kΩ	Ge	Yazdani et Kapitulnik [1995]
Mo <sub>x</sub> Si <sub>1-x</sub>	Amorphe	évaporation	40 Å	Composition	$x_c \sim 37\%$	$\sim 3$ kΩ	Verre	Okuma et al. [1998]
NbSi	Amorphe	évaporation	125 Å	Champ magnétique	$B_c = 0,55$ T	1,3 kΩ	SiO <sub>2</sub>	Aubin et al. [2006]
TiN	Micro-cristallin	sputtering	N.D.	Champ magnétique	$B_c = 1,64$ T	$\sim 8,8$ kΩ	SiO <sub>2</sub>	Hadacek et al. [2004]
TiN	Micro-cristallin	CVD	50 Å	Champ magnétique	$B_c = 2,91$ T	4,15 kΩ	SiO <sub>2</sub>	Baturina et al. [2005]
<i>Films épais (3D)</i>								
InO <sub>x</sub>	Homogène	évaporation	2000 Å	Recuit	$k_{Fl} \sim 0,25 - 0,3$	$\sim 35$ kΩ	SiO <sub>2</sub>	Shahar et Ovedyahu [1992]
<i>Supraconducteurs Haute-T<sub>c</sub></i>								
NdCeCuO	Cristallin	ablation laser	1000 Å	Champ magnétique	$B_c = 3,5$ T	9 Ω	N.D.	Gantmakher et al. [2003]

**Tableau 2.2** – Tableau synthétique (mais non-exhaustif) de matériaux présentant une transition supraconducteur–isolant induite par un autre paramètre que le désordre.





# Chapitre 3

## Partie Expérimentale

Nous présentons dans ce chapitre les techniques expérimentales mises en œuvre pour synthétiser les échantillons, les caractériser et les mesurer. Dans la mesure où nous cherchons à comprendre l'influence du désordre sur les Transitions de Phases Quantiques (TPQ) Supraconducteur–Isolant (SI) et Métal–Isolant (MI), il est important de pouvoir qualifier le désordre à l'échelle des longueurs caractéristiques mises en jeu.

Le système expérimental que nous avons considéré est le  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  amorphe qui présente un désordre à l'échelle atomique, et est, a priori, homogène, c'est-à-dire sans structuration à l'échelle mésoscopique comme le sont par exemple les systèmes granulaires ou les systèmes percolants.

Nous avons fourni un effort particulier pour contrôler la synthèse et caractériser les films minces étudiés toujours dans la perspective de mieux en comprendre les propriétés, notamment en transport.

### 3.1 Synthèse des échantillons

#### 3.1.1 Évaporation

Les échantillons de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  ont tous été réalisés au CSNSM par co-évaporation sous ultra-vide. Le vide typique obtenu avant l'évaporation est de quelques  $10^{-8}$  mbar et monte à quelques  $10^{-7}$  mbar pendant l'évaporation.

Les films de NbSi sont évaporés sur un substrat de saphir de  $20 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} \times 1,2 \text{ mm}$ , poli en qualité optique et préalablement nettoyé à l'acétone, éthanol, sous ultrasons et rincé à l'eau désionisée. Chaque plaquette de saphir comporte quatre motifs en forme de trapèze (voir Figure 3.1). Chaque motif est connecté par des électrodes permettant la mesure de deux échantillons « droit » et « gauche ».

La plaquette de saphir est placée dans un dispositif appelé « changeur de masque » afin de procéder aux évaporations successives des électrodes et du film de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Ce dispositif mécanique consiste en deux manèges superposés de 6 masques chacun qui permettent de sélectionner les motifs de dépôts « *in situ* ». Les masques métalliques sur lesquels les

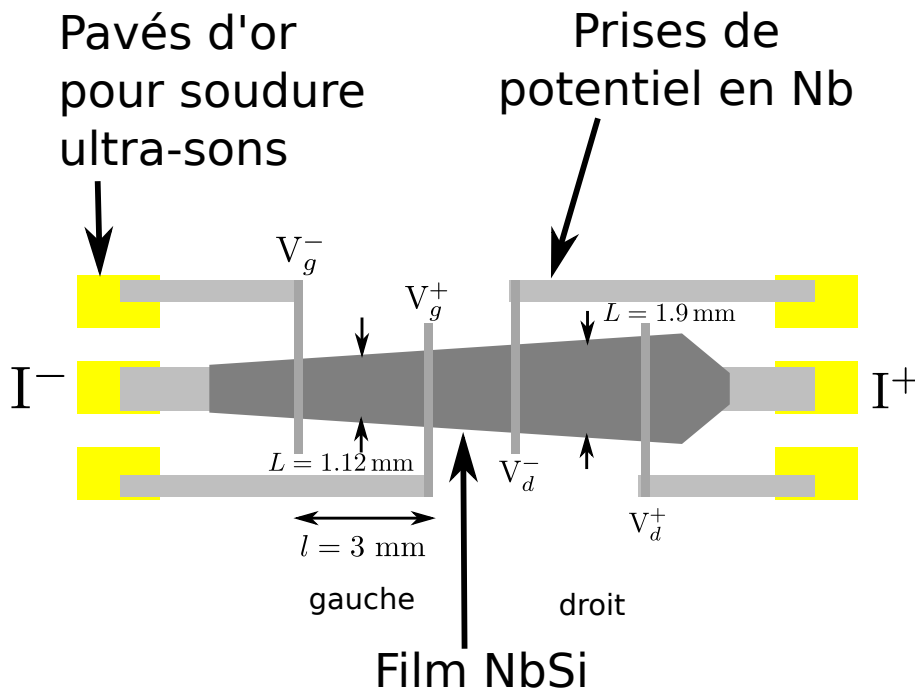


FIGURE 3.1 – Schéma d'un des quatre motifs « trapèze » évaporés sur la plaquette de saphir.

motifs sont gravés sont placés dans un support qui maintient une distance de 0,1 mm entre le masque et la plaquette de saphir.

Sur le manège le plus proche des échantillons, nous plaçons les 6 masques qui dessineront les structures des échantillons. Sur le deuxième manège, nous utilisons un jeu de masques de sélecteurs pour découvrir successivement chacun des quatre trapèzes (voir Figure 3.2) qui recevront ainsi des épaisseurs et/ou compositions différentes.

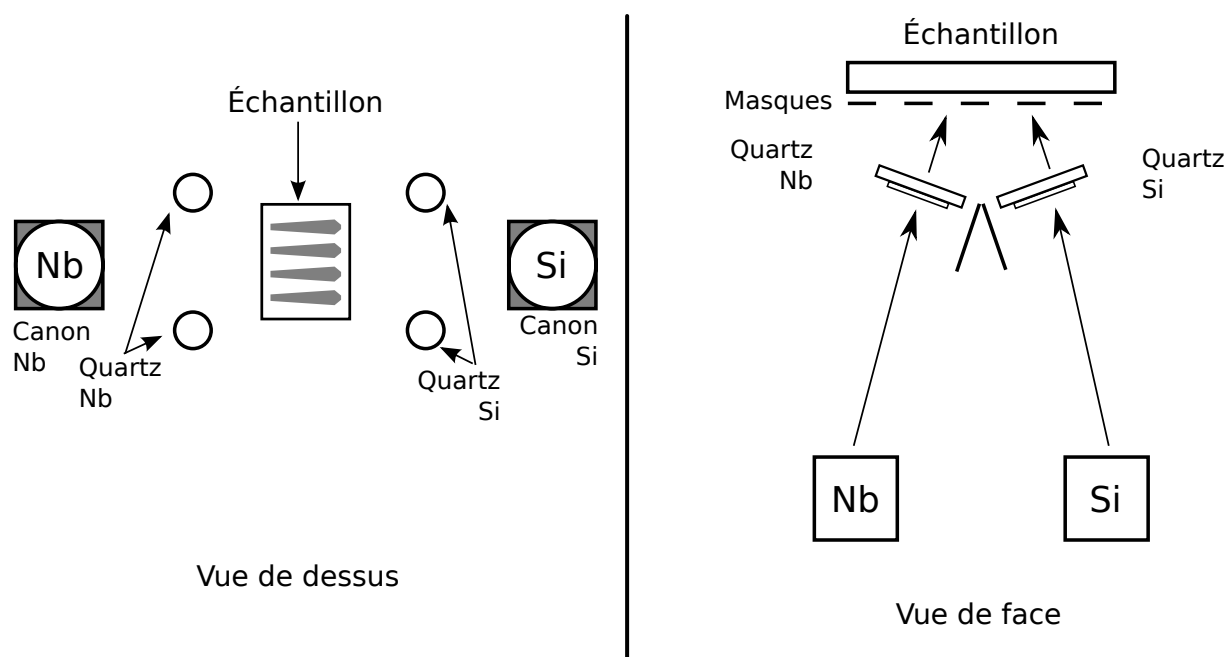
Dans un premier temps, nous évaporons dans un premier évaporateur :

- Une sous-couche de 400 à 500 Å de SiO afin de diminuer la rugosité résiduelle du substrat.
- Les pré-contacts de 1500 à 2000 Å d'or avec une sous-couche d'accroche de chrome de 10 à 20 Å sur lesquels nous réaliserons les soudures ultrasons permettant de connecter les échantillons au porte-échantillon.
- Les prises de potentiels en niobium de 500 Å protégées de l'oxydation par une couche d'iridium.

Ces trois évaporations se font par chauffage par effet Joule de creusets ou au moyen d'un canon à électrons.

Le changeur de masque est ensuite transféré sur l'évaporateur spécialement dédié à l'évaporation du NbSi où nous procédons à l'évaporation successive des quatre trapèzes grâce à deux canons à électrons bombardant des cibles de niobium ou de silicium.

- Pour chaque évaporation de NbSi sur un trapèze, à composition et épaisseur données, une plaquette témoin de LiF, placée à proximité immédiate de l'échantillon, recevra la même quantité de matière. Cette plaquette nous servira pour vérification *ex situ* de l'épaisseur et de la composition par RBS (voir sous-sous-section 3.1.4.1).
- Enfin, pour protéger les échantillons de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  de l'oxydation, une couche de 500 Å de SiO est déposée.



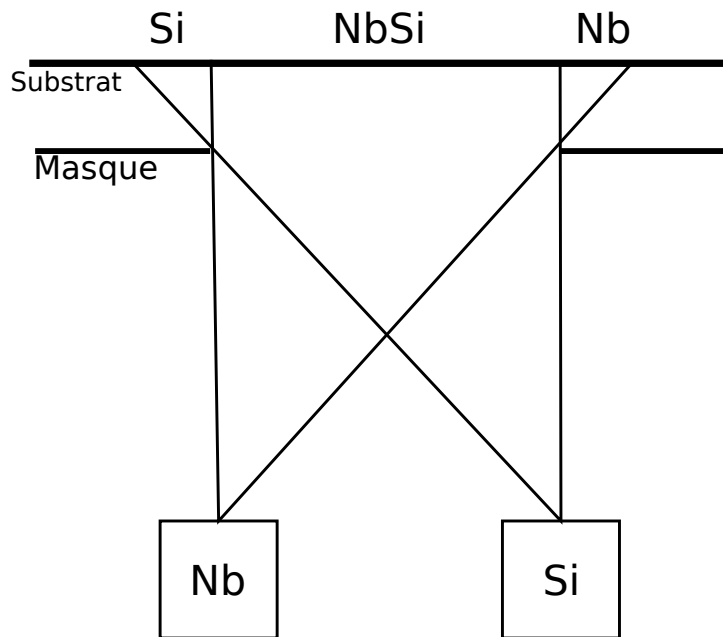
**FIGURE 3.2** – Projections en vues de dessus et de face de l'évaporateur dédié au niobium-silicium. Chaque paire de quartz ne reçoit que les évaporations issues d'un seul creuset. Le centre du substrat est dans le plan médiateur des paires de quartz.

En cours de thèse, une modification du dispositif mécanique des manèges de masques nous a permis d'évaporer séparément les moitiés « droite » et « gauche » des films de  $Nb_xSi_{1-x}$ . Cette modification nous a donc permis d'étudier jusqu'à huit échantillons différents, synthétisés au cours d'une unique série d'évaporations. Nous avons ainsi minimisé les effets de non-reproductibilité inhérents au fait de procéder à des évaporations distinctes (qualité du vide, vitesse d'évaporation, etc.). Les échantillons ainsi synthétisés sont alors très similaires et ne diffèrent que par le paramètre — épaisseur ou composition — que l'on a fait varier.

Les taux d'évaporation de niobium et de silicium sont asservis par deux paires de quartz. Chaque paire est spécifique à un canon et ne reçoit donc pas les évaporations de l'autre. Ces deux quartz sont placés de telle manière que le flux médian arrive au centre de la plaquette. Un dispositif électronique de haute performance (INFICON IC6) asservit la puissance du canon pour ajuster ce flux médian (moyenne des deux flux reçus par les quartz) à la valeur choisie. Les taux de dépôts fixés séparément pour le Nb et le Si fixent la composition de l'alliage obtenu en dépôt. L'échantillon est masqué par un volet durant l'établissement des taux choisis puis ouvert le temps nécessaire à l'obtention de l'épaisseur choisie. Cette technique permet d'avoir, tout au long du dépôt du film, un taux d'évaporation le plus constant possible.

### 3.1.2 Géométrie des échantillons

Les échantillons sont synthétisés en forme de trapèzes connectés à 2 arrivées de courants et 2 paires de prises de potentiels. Cette géométrie a été étudiée pour des mesures



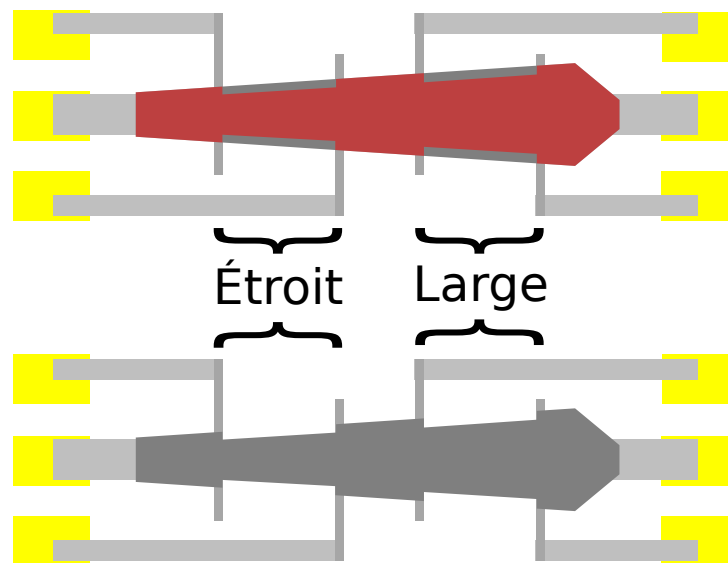
**FIGURE 3.3** – Schéma représentant les effet d'ombrages inhérent à une évaporation à deux sources et un masque mécanique.

de transport électrique à quatre points sur deux parties du film afin de pouvoir vérifier la cohérence des mesures entre échantillons étroits (« gauche ») et larges (« droit ») lorsque ceux-ci ont reçu la même évaporation et que les deux échantillons sont donc identiques nominalement. Cette forme en trapèze a été proposée pour limiter les effets d'irrégularités de concentration aux bords des échantillons inhérents au processus de co-évaporation à travers des masques mécaniques. En effet, la partie étroite du trapèze est située du côté du creuset niobium. Avec une telle géométrie, les effets d'ombrages ont tendance à augmenter la concentration en silicium sur les bords. Une sur-concentration en silicium rend l'échantillon plus isolant et évite ainsi un court-circuit de l'échantillon par des bords qui seraient plus riches en niobium que le corps du film (voir Figure 3.3).

### 3.1.3 Gravure des bords

Malgré les précautions prises pour éviter les inhomogénéités de concentration dans ces échantillons, nous avons constaté que les transitions supraconductrices étaient entachées de multiples sauts en résistance après une première série de mesures de transport électrique en fonction de la température. Nous avons attribué ces sauts à des inhomogénéités de composition aux bords des échantillons dus à la différence d'ombrage entre les évaporations de niobium et silicium (voir Figure 3.3). Les échantillons se comportaient alors comme une série de films de composition différentes, en parallèle les uns des autres sur une fraction de la longueur mesurée. La température critique supraconductrice dépendant de la concentration en niobium des films, nous observions donc les transitions successives de ces différents films.

Pour s'affranchir des effets de bords, nous avons mis en place un procédé lithographique avec Dana Stanescu à l'IEF pour graver les bords des échantillons.



**FIGURE 3.4** – Schéma de gravure des bords par RIE. La résine en rouge ne protège pas les flancs des échantillons sur 0,1 mm de largeur et entre les deux paires de prises de potentiels. Ce procédé lithographique est une amélioration de la structure en trapèze pour éliminer l'influence des bords à la concentration mal définie sur la mesure de nos échantillons.

Une résine — ne nécessitant qu'une température de recuit de 70°C — est tout d'abord déposée sur les échantillons. Puis les bords sont insolés pour laisser une ouverture sur les flancs des échantillons étroits et larges de 0,1 mm. L'ensemble est ensuite gravé par RIE (*Reactive Ion Etching*) et les parties non protégées par la résine (représentée en rouge sur Figure 3.4) sont ainsi éliminées.

Cette technique a beaucoup amélioré le problème des effets de bord. Nous reviendrons ultérieurement sur la qualité des échantillons ainsi synthétisés (voir chapitre 4).

### 3.1.4 Qualité des échantillons

Une fois les films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  synthétisés, il est crucial pour l'interprétation physique des résultats de pouvoir en qualifier le désordre morphologique. Nous avons donc entrepris une série de caractérisation structurales de ces échantillons.

Dans un premier temps, nous avons, de façon systématique, effectué une vérification à l'échelle macroscopique de la composition et de l'épaisseur des échantillons par RBS. Nous avons ensuite utilisé des techniques de microscopie pour caractériser leur homogénéité à la fois en épaisseur et en composition.

En effet, puisque nous avons travaillé avec des films ultra-minces, il est important de :

- Vérifier leur continuité
- Vérifier leur homogénéité en épaisseur
- Vérifier leur homogénéité en composition

Ce dernier point est particulièrement crucial. On peut en effet envisager des cas de ségrégation dans ces alliages, de telle sorte que les films soient formés d'agrégats de niobium au sein d'une matrice de silicium. Nous montrerons que ce n'est pas le cas ici.

**a) Impuretés** Au cours de la co-évaporation du NbSi, le vide de l'enceinte augmente de quelques  $10^{-8}$  mbar à quelques  $10^{-7}$  mbar. Cette pression correspond à l'arrivée sur le substrat d'une à deux mono-couches atomiques de gaz résiduel par minute. Comparé à un taux d'évaporation de 12 Å/min de niobium au cours de l'évaporation, nous obtiendrions une proportion d'impuretés de 5 à 10% si le piégeage était total.

Outre le problème de pollution des films NbSi, ce dépôt de gaz résiduel affecte aussi la mesure des quartz sensibles à la masse de matière déposée. Si ce gaz résiduel était principalement composé d'oxygène, des oxydes de niobium et de silicium se déposeraient sur les quartz et provoqueraient une sous-estimation importante de la quantité de matériau réellement déposée. Or, la mesure des quartz (composition et épaisseur) est confirmée par l'analyse R.B.S. (voir sous-sous-section 3.1.4.1). Nous en déduisons que ce gaz résiduel est soit un gaz léger (hydrogène, ...), soit en quantité suffisamment faible dans les dépôts pour ne pas perturber notre système. Dans la gamme des pressions utilisées (de quelques  $10^{-8}$  mbar à quelques  $10^{-7}$  mbar), nous n'avons jamais constaté de corrélation entre les caractéristiques des films et la pression effective durant leur élaboration. Nous ne pouvons bien évidemment pas exclure ce type de pollution, mais nous montrerons qu'elle est négligeable (voir sous-sous-section 3.1.4.3).

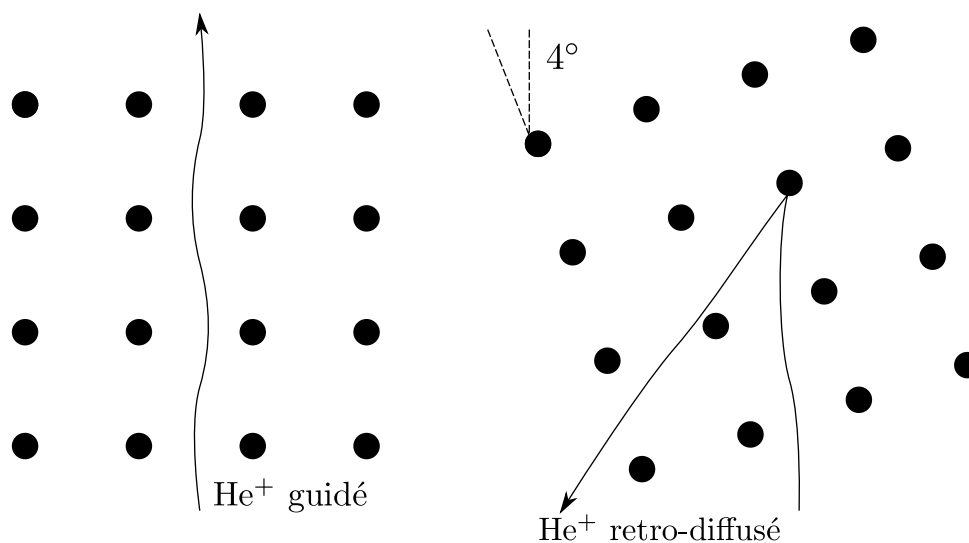
**b) Gradient de concentration** Une autre source d'inhomogénéité provient du gradient de concentration sur la longueur du film inhérent au processus de co-évaporation du NbSi à partir de deux cibles distinctes. La régulation des canons à électrons respecte la consigne de composition pour le centre de l'échantillon aligné sur les médiatrices des paires de quartz. Par contre en s'éloignant vers les extrémités des trapèzes, la concentration reçue n'est plus celle souhaitée. Pour estimer ce gradient en composition, nous devons estimer la différence de déposition d'une source par rapport à l'autre suivant la longueur de l'échantillon. Pour simplifier le calcul, comme la longueur totale de l'échantillon<sup>i</sup> est très inférieure aux autres longueurs typiques de l'évaporateur, nous considérons que le profil de déposition est constant quelque soit l'angle avec la normale. La quantité de matière reçue sur le substrat ne dépend alors que de sa distance à la source. Au vu de la distance entre les deux canons (16 cm) et la distance entre le substrat et les creusets (76 cm), nous obtenons un gradient de concentration  $\frac{\delta x/x}{\delta l} = 0,02\%$ /mm par rapport au centre de l'échantillon. Ce gradient est a priori minime au regard de l'évolution des propriétés physiques du  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  avec la composition. Nous pouvons donc a priori considérer ces films comme étant de composition homogène. Nous verrons cependant que de légères différences mesurées entre les films droit et gauche sont conformes à ce gradient.

### 3.1.4.1 Caractérisation par RBS

Les quartz qui asservissent les taux d'évaporation du Nb et du Si donnent une lecture *in situ* de la concentration et de l'épaisseur des films minces de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Nous avons réalisé des mesures *ex situ* de ces films par RBS (*Rutherford Backscattering Spectroscopy*) au CSNSM.

---

i. 8 mm entre les deux prises de potentielles les plus éloignées, voir Figure 3.4.



**FIGURE 3.5** – Dans le cas d'un système cristallin, les atomes vont jouer le rôle de guide pour les particules  $\text{He}^+$ . Cela provoque une diminution de la probabilité de retro-diffusion. La rotation de cet échantillon autour d'un cône rend le système isotrope.

**a) Principe** Selon la méthode développée par Rutherford, nous envoyons des ions légers sur l'échantillon. Dans notre cas, il s'agit d'un faisceau d'ions  $\text{He}^+$  de 1,2 MeV produit par l'accélérateur ARAMIS du CSNSM et concentré sur une section de 1 mm de diamètre. Certains de ces ions sont rétro-diffusés par les atomes de l'échantillon. L'énergie des ions rétro-diffusés dépend du numéro atomique  $Z$  de l'atome cible selon les lois de la cinématique. Plus l'élément diffusant est lourd, plus l'énergie de l'ion rétro-diffusé est élevée.

Cependant, plusieurs facteurs limitent l'analyse des spectres des ions rétro-diffusés.

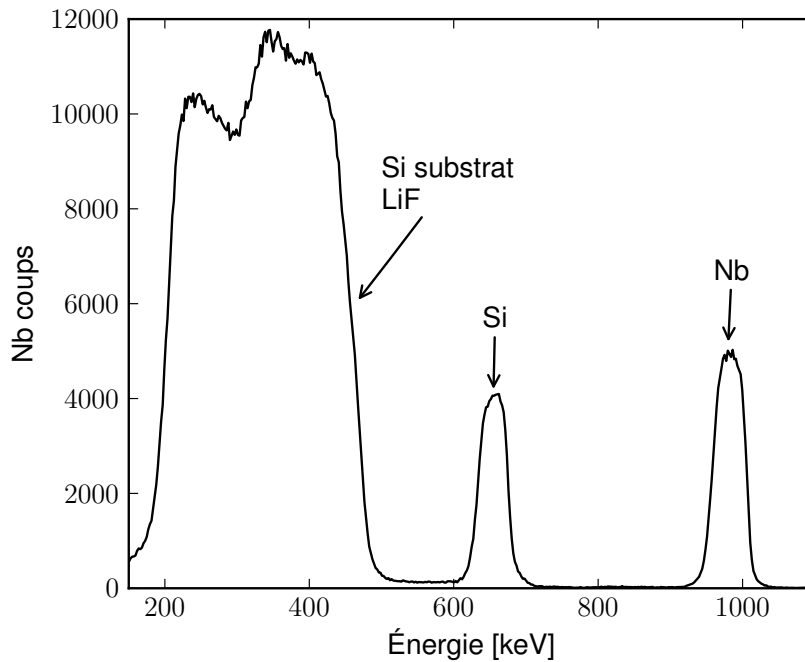
D'une part, les ions perdent de l'énergie en traversant l'échantillon, aller et retour s'ils sont rétro-diffusés. Ainsi, l'ion rétro-diffusé par un atome de même  $Z$ , mais plus profond qu'un atome en surface aura une énergie inférieure. Ceci élargit les raies et donne une indication sur l'épaisseur de matière traversée.

D'autre part, pour des systèmes cristallins, les ions peuvent être canalisés par les potentiels périodiques des atomes du réseau. Ils traversent l'échantillon sans interaction et ceci diminue la probabilité de rétro-diffusion (schéma Figure 3.5). Pour annuler cet effet, l'échantillon est placé sur un support dont la normale tourne sur un cône d'ouverture  $4^\circ$  autour de l'axe du faisceau de particules incident. Cet effet est sans conséquence pour un échantillon amorphe comme nos films de NbSi, mais nous en tenons compte pour exploiter le signal dû au substrat silicium comme nous le verrons par la suite.

La méthode d'analyse est alors très directe. Si les raies des éléments analysés sont suffisamment séparées :

- l'aire des pics est alors proportionnelle au nombre d'atomes, à la section efficace de rétro-diffusion qui suit la loi de Rutherford ( $\propto Z^4$ ) et à la dose d'ions incidents
- la largeur de ces pics permet de remonter à l'épaisseur de matière sondée.





**FIGURE 3.6** – Spectre RBS d’une des 4 plaquettes témoins du OC5. Ce spectre est représentatif des autres spectres mesurés.

b) **Analyse des films de NbSi** Comme les  $^{41}\text{Nb}$  et  $^{14}\text{Si}$  ont des numéros atomiques suffisamment différents pour permettre une bonne résolution des pics des ions rétro-diffusés, une analyse par RBS est possible. Cependant, les échantillons synthétisés pour les mesures de transport ne sont pas utilisables pour une mesure RBS. D’une part, le film de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est pris entre deux couches de  $\text{SiO}$ . Il n’est alors plus possible de distinguer les pics de Si dus à la rétro-diffusion sur un atome Si des couches protectrices de  $\text{SiO}$  ou par un atome Si du film NbSi. Et d’autre part, l’ $^{13}\text{Al}$  (du substrat saphir  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et le  $^{14}\text{Si}$  ont des numéros atomiques trop proches pour pouvoir les distinguer.

Pour caractériser les films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , nous avons déposé le film de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  sur un échantillon témoin sur une plaquette « LiF ». Il y a autant de plaquettes LiF que de trapèzes et celles-ci, placées à proximité des masques dessinant les trapèzes, reçoivent dans les mêmes conditions les mêmes dépôts Nb et Si que les échantillons destinés aux mesures de transport, *i.e.*, même épaisseur, même composition. Ces plaquettes LiF sont constituées d’une couche de LiF de 2000 Å déposée sur un substrat de silicium (cristallin). Les deux atomes  $^3\text{Li}$  et  $^9\text{F}$  sont des éléments légers par rapport aux  $^{14}\text{Si}$  et  $^{41}\text{Nb}$  et leur pic ne limite donc pas la résolution des pics de Nb et Si (voir Figure 3.6). De plus, la couche de LiF est suffisamment épaisse pour que le pic de Si correspondant aux atomes du substrat soit à une énergie suffisamment atténuée pour ne pas se mélanger au pic Si du film.

Nous obtenons un spectre en énergie dont nous présentons un échantillon caractéristiques (OC5,  $x = 13,5\%$ ,  $d_{\perp} = 650 \text{ \AA}$ <sup>ii</sup>) en Figure 3.6. En lisant le spectre en énergie

ii. Cette plaquette a reçu le dépôt de l’ensemble du trapèze : 500 Å pour la partie gauche et 150 Å pour la partie droite.

décroissante, nous obtenons un pic de Nb, puis de Si dont les fronts de montée correspondent à des énergies d'ions rétro-diffusés par les atomes en surface des films. Et à plus basse énergie, les pics (non distinguables) des ions rétro-diffusés par la couche de LiF et le substrat Si cristallin. Ce spectre est obtenu avec la rotation du film autour d'un cône pour éliminer l'effet de canalisation. Avec des plaquettes LiF différentes, nous ne pouvons garantir l'orientation identique du réseau Si cristallin et donc un effet de canalisation reproductible. Cette rotation permet d'annuler cet effet de canalisation et de retrouver une reproductibilité des mesures quelque soit l'échantillon et nous utilisons le pic du silicium du substrat comme référence (à condition de faisceau identique, c'est-à-dire dose, section et énergie identiques) pour les différents spectres.

L'analyse des aires des pics Nb et Si nous permet de remonter à la concentration  $x$  de niobium de l'échantillon à  $\pm 0,1\%$ . Et en utilisant une cible de référence de Bi dont nous connaissons la quantité de Bi implanté dans du silicium, nous obtenons l'épaisseur des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . De plus, ces spectres sont en bon accord avec des spectres simulés par le logiciel XRump.

Ces mesures RBS confirment les valeurs obtenues par la mesure des quartz à  $\pm 0,1\%$  près pour la concentration et  $10 \text{ \AA}$  près pour l'épaisseur.

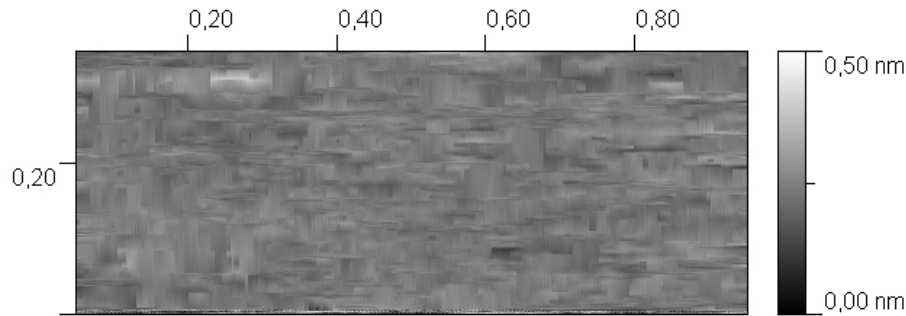
### 3.1.4.2 Caractérisation par AFM

Afin de nous assurer de l'homogénéité en épaisseur de nos échantillons, et, en particulier, de la continuité des films les plus minces, nous avons effectué des mesures AFM (*Atomic Force Microscopy*) de la surface des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ .

Ces mesures ont été réalisées au CTU (Centre Technique Universitaire) Minerve avec l'aide de Youri Dolgorouki. Un résultat typique est donnée Figure 3.7 pour un échantillon de  $25 \text{ \AA}$  de  $\text{Nb}_{18}\text{Si}_{82}$  déposé sur un substrat de Si. Cet échantillon a été synthétisé intentionnellement sans sous-couche de SiO, mais l'oxydation naturelle du wafer de Si nous permet de penser que le film de NbSi est, dans cet échantillon AFM, soumis à des contraintes comparables à nos échantillons dédiés aux mesures de transport. De plus, aucune sur-couche de SiO n'a été déposée sur les échantillons pour pouvoir mesurer avec plus de précision l'état de surface du film de NbSi. Les échantillons dédiés aux mesures de transport sont, eux, recouverts de SiO pour prévenir l'oxydation des films. On peut raisonnablement penser que cette couche additionnelle bloque la migration en surface des atomes et empêche les ségrégations éventuelles au cours du temps. Ainsi, les films de  $25 \text{ \AA}$  sans sur-couche ayant été mesurés continus, les échantillons de  $25 \text{ \AA}$  avec sur-couche le seront *a fortiori*.

Les mesures AFM ont montré :

- la continuité des films de NbSi jusqu'aux plus faibles épaisseurs utilisées dans ce travail,
- une grande homogénéité en épaisseur des échantillons puisque la rugosité moyenne, mesurée sur une portion de film de l'ordre du  $\mu\text{m}^2$  est inférieure à  $1 \text{ \AA}$ .



**FIGURE 3.7** – Mesures AFM sur échantillon de 25 Å de  $Nb_{18}Si_{82}$  sur substrat Si, sans sur-couche  $SiO$ . La zone sondée est de  $0,5 \times 1 \mu m^2$ .

### 3.1.4.3 Caractérisation par TEM

Afin de confirmer les mesures AFM, mais à un niveau microscopique, nous avons effectué des mesures par TEM (*Transmission Electronic Microscopy* – Microscopie Électronique en Transmission).

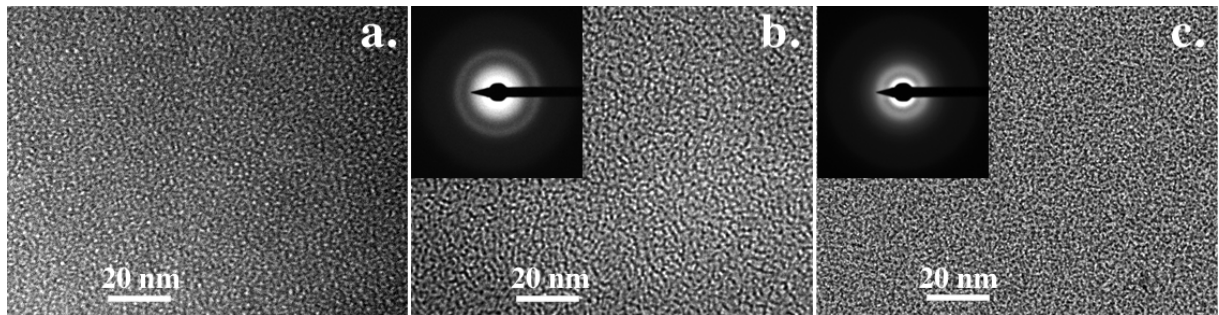
Le TEM permet de sonder un échantillon mince grâce à un faisceau d'électrons accélérés, ici à 200 keV. Suivant l'épaisseur et la densité électronique des éléments composant l'échantillon, le faisceau d'électrons sera plus ou moins bien transmis. La mesure est donc sensible aux variations à la fois en épaisseur et en composition du film à analyser.

Nous avons synthétisé des échantillons spécialement dédiés aux mesures TEM en évaporant des films de NbSi sur une membrane de  $SiO_2$  de 25 nm. Ces films n'ont pas été recouverts d'une sur-couche de  $SiO$ , pour faciliter la mesure en transmission. Ils ont ensuite été analysés au CSNSM par un TEM TECNAI 20 avec l'aide d'Aurélié Gentils.

**a) Images TEM** Les résultats pour des échantillons de 25 Å et de 100 Å sont donnés respectivement Figure 3.8 b), et c), ainsi qu'une image de la membrane de  $SiO_2$  nue (Figure 3.8 a) qui sert de substrat. L'analyse de ces images nous a permis de conclure que :

- Sachant, d'après les mesures AFM, que les films sont très homogènes en épaisseur, les films de NbSi ne présentent pas d'inhomogénéité grossière en composition. En particulier, ils ne sont pas granulaires.
- Les structures que l'on peut distinguer sur l'ensemble des clichés sont dues à la membranes de  $SiO_2$ . On peut les attribuer à une rugosité de la membrane, ou, plus probablement, aux contraintes mécaniques inhérentes à ces dispositifs membranaires.
- Les films les plus minces (25 Å) ont un cliché TEM très comparable aux films les plus épais. Ceci nous a convaincu que ces échantillons ne différaient que par leur épaisseur et pas par leur structure locale.

**b) Diffraction** Les spectres de diffraction, obtenus sur les différents films (en insert sur la Figure 3.8), présentent des anneaux diffus, caractéristiques d'une absence d'ordre



**FIGURE 3.8** – Mesures TEM effectuée sur la fenêtre SiO nue (a), un échantillon de  $\text{Nb}_{18}\text{Si}_{82}$  de 25 Å, figure de diffraction en insert (b), un échantillon de  $\text{Nb}_{18}\text{Si}_{82}$  de 100 Å, figure de diffraction en insert (c).

local. Les films étudiés sont donc amorphes. Par ailleurs, l'absence de pics définis de diffraction dans ces anneaux confirment que les films ne sont pas poly-cristallins.

#### 3.1.4.4 Caractérisation par EFTEM

En TEM, lorsque les électrons traversent l'échantillon, certains vont interagir avec les atomes de l'échantillon et perdre de l'énergie. Cette perte d'énergie dépend du type de matériau rencontré et de l'épaisseur. En intercalant un prisme magnétique, puis un filtre, l'EFTEM (pour *Energy Filtered Transmission Electronic Microscopy*) permet de visualiser uniquement les électrons ayant interagi avec un type spécifique d'atome et d'obtenir sa cartographie dans l'échantillon. Nous avons utilisé cette technique afin de vérifier l'homogénéité locale en composition des films de  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ .

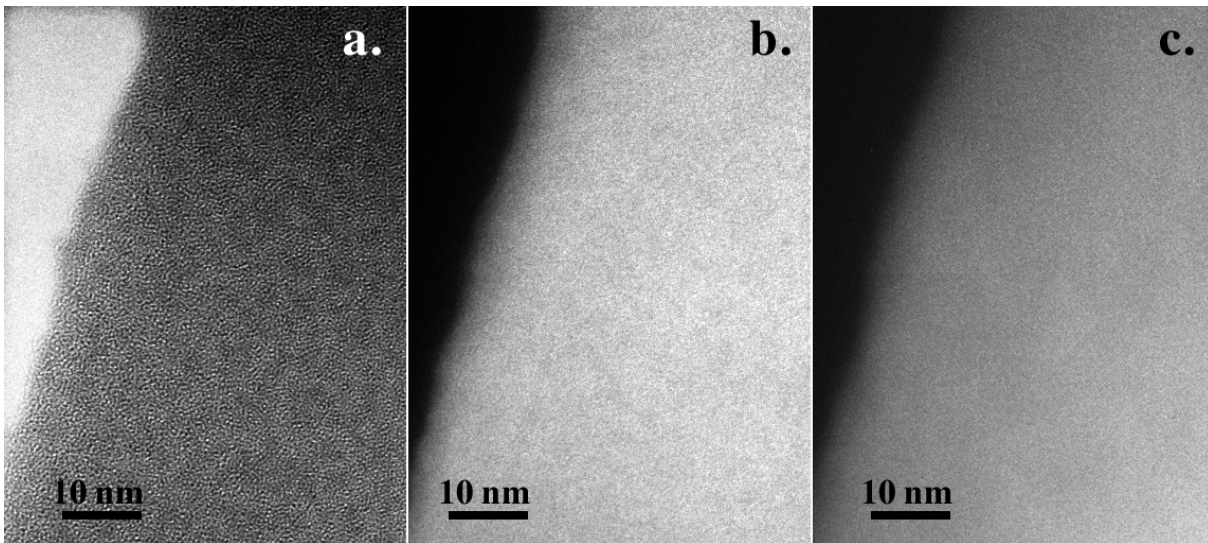
L'analyse des images obtenues pour la raie M du Nb (34 eV) et pour la raie L du Si (99 eV) Figure 3.9 montrent là encore une grande homogénéité du nombre d'atomes de chaque élément des films. Sachant, grâce aux analyses AFM, que les films sont très homogènes en épaisseur, nous en déduisons que la composition est homogène à  $\pm 0,1\%$  sur une zone de  $1\text{ nm} \times 1\text{ nm}$ . Différentes mesures à différents points de la membrane aboutissent au même résultat, traduisant une homogénéité en composition à grande échelle.

## 3.2 Recuits des échantillons

Afin de mieux comprendre l'impact du désordre sur nos échantillons de NbSi, nous avons recuit les échantillons OC5 ( $x = 13,5\%$ ) et OC6 ( $x = 18\%$ ) à différentes températures et mesuré à chaque étape leurs propriétés de transport à très basses températures.

### 3.2.1 Protocole

Les plaquettes de saphir sont placées dans une étuve hermétique où nous balayons l'atmosphère intérieure avec de l'azote prélevé sur la respiration d'un bidon d'azote liquide (1 heure). Les films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  sont certes protégés par une couche de SiO, mais comme



**FIGURE 3.9** – Mesures EFTEM réalisées sur un échantillon de  $Nb_{18}Si_{82}$  de  $25 \text{ \AA}$  déposé sur une membrane de  $250 \text{ \AA}$  de  $SiO$  sans sur-couche de  $SiO$ . L'image montre le bord de la membrane à gauche, nécessaire pour la mise au point. a : image TEM, b : image filtrée sur la raie M Nb ( $34 \text{ eV}$ ), c : image filtrée sur la raie L Si ( $99 \text{ eV}$ )

nous avons gravé les flancs de ces films par RIE et par mesure de précaution, nous avons préféré éliminer tout risque d'oxydation des films. L'étuve est alors stabilisée 1 heure à la température de consigne après 1/4 d'heure de montée puis nous la laissons refroidir jusqu'à  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  avant d'ouvrir l'enceinte.

Pour des alliages binaires désordonnés, Béal et Friedel [1964] ont montré que le premier effet du recuit était de relaxer les contraintes locales. Nous aborderons les effets de cette relaxation en section 4.8. La cinétique de ce phénomène est rapide. Jérôme Lesueur a montré dans sa thèse [Lesueur, 1983] que, à température fixée, la dépendance de la résistance, une fois cette température atteinte, dépend logarithmiquement du temps de recuit avec des temps caractéristiques de quelques minutes. Le temps de stabilisation d'une heure à une température de recuit donnée nous permet donc d'amener les films de NbSi dans un état de désordre qui restera stable dans le temps à plus basse température. Nous avons porté les films à des températures de recuit croissantes de  $85 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 3.2.2 Évolution de la morphologie du NbSi avec le recuit

Pour nous assurer que les changements provoqués par les recuits ne correspondaient pas à un changement de structure des films de NbSi, nous avons mesuré au TEM les échantillons sur membrane à différentes températures de recuit. L'échantillon considéré est un film de NbSi  $25 \text{ \AA}$  recouvert par environ  $100 \text{ \AA}$  de  $SiO$  pour se rapprocher au mieux de la configuration des échantillons trapèzes dédiés aux mesures de transport. Les membranes sont placées sur un porte échantillon chauffant. Avec ce dispositif, les échantillons sont recuits 15 min dans le vide du microscope, puis analysés à cette température. Ce protocole diffère de celui utilisé pour recuire les échantillons dédiés au transport (recuit stabilisé

1 H sous atmosphère  $N_2$ ). Cependant, nous n'attendons pas une évolution différente par le recuit entre les échantillons TEM et ceux dédiés au transport :

- Recuire les échantillons sous vide ou sous atmosphère  $N_2$  permet dans les deux cas d'éliminer les risques d'oxydation des échantillons.
- Les échantillons pour l'analyse TEM sont beaucoup moins massifs que les échantillons dédiés au transport. L'homogénéité de la température s'établit plus rapidement.
- Comme la dynamique du recuit dépend logarithmiquement du temps de recuit [Lesueur, 1983], la différence de relaxation des films entre ces deux échantillons devrait être négligeable.

De la Figure 3.10, aucun changement de structure n'est observé jusqu'à une température de recuit de 500 °C. À cette température, des zones plus sombres, plus denses pour les électrons, se forment, et les mesures de diffraction font apparaître des anneaux nettement définis, qui correspondent à une structure cubique face centrée de paramètre de réseau  $a = 4,31 \text{ \AA}$  attribuée à du  $Nb_3Si$ . Ces zones augmentent en taille et en nombre avec des recuits à température plus élevée.

En revanche, pour des températures de recuit inférieures, la résolution du microscope nous permet d'exclure toute formation de structure cristalline de taille supérieure à 2 nm. Ces résultats sont cohérents avec ceux établis pour le NbSi par Querlioz *et al.* [2005].

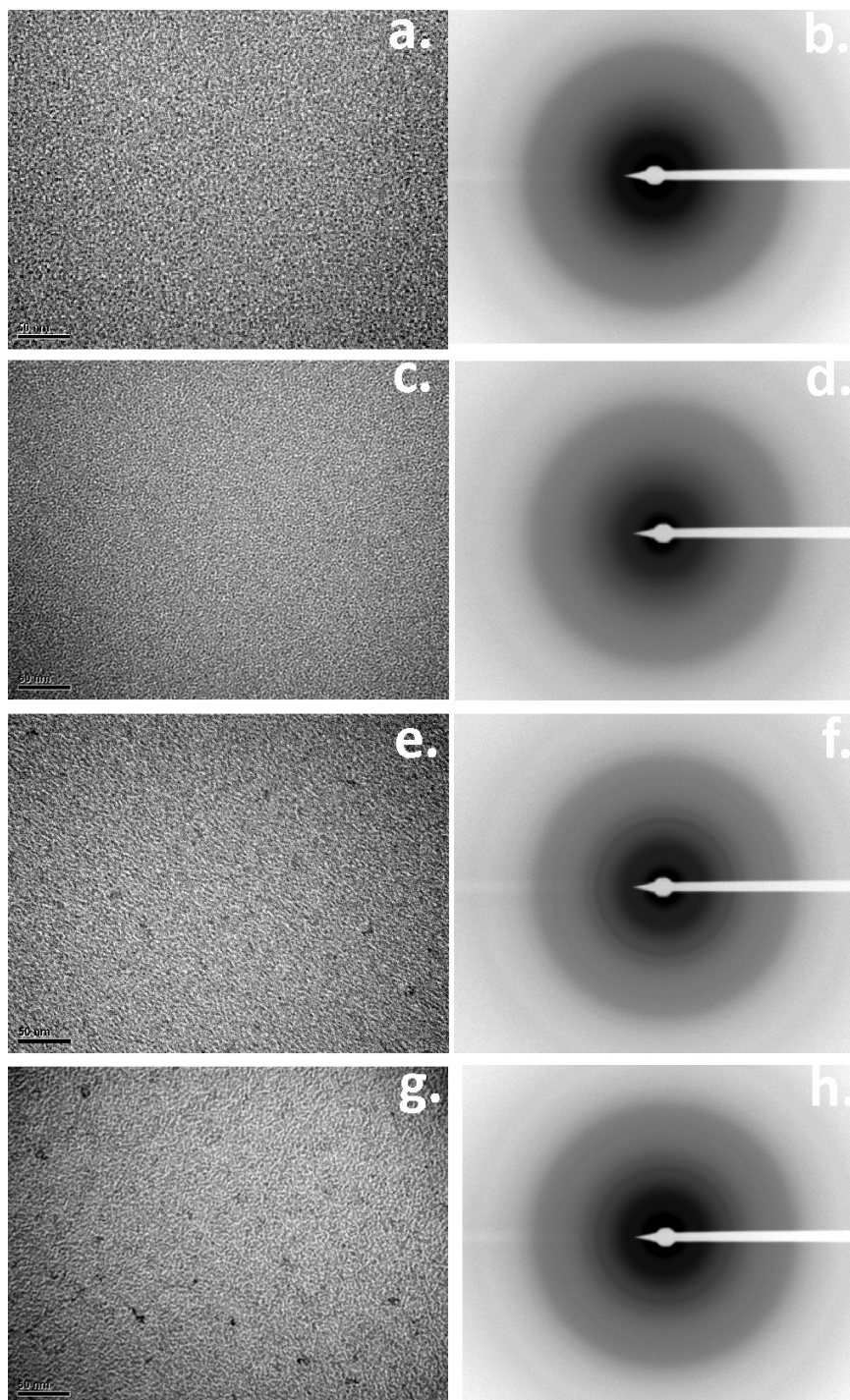
En revanche, Nava *et al.* [1986] ont effectué des mesures TEM sur des films épais de  $Nb_{26}Si_{74}$ . Ils ont, eux, observé une cristallisation du composé amorphe en NbSi<sub>2</sub> dès 270 °C. Cependant, ces films, contrairement à ceux étudiés ici, ne sont pas recouverts d'une sur-couche de SiO. Celle-ci défavorise sans doute la migration des atomes et l'apparition des cristaux. Ceci pourrait expliquer la différence entre nos résultats et les leurs. Rappelons que de toute manière, nous n'avons pas exploité d'échantillons recuits au dessus de 250 °C.

### 3.3 Cryogénie

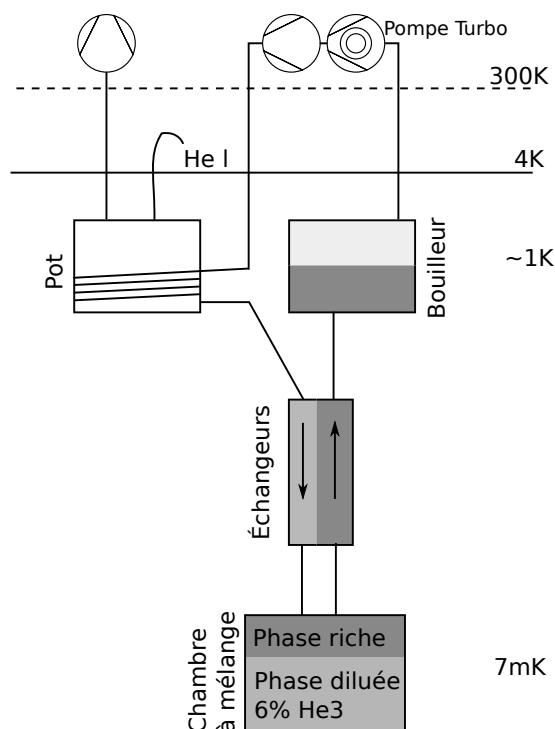
Tous les échantillons ont été mesurés dans un cryostat à dilution capable de descendre à 6,9 mK. Ce cryostat à dilution a été élaboré par Laurent Bouvot au laboratoire de Physique de Solides d'Orsay. Ce cryostat est particulièrement performant par la qualité des échangeurs discrets à frittés d'argent et le nombre important d'écrans entre le haut du cryostat à température ambiante et l'étage à 4 K. L'équipe de physique du solide a acquis ce cryostat en 2002, l'a équipé d'un banc de pompage, d'un tableau de gaz et s'est chargée de câbler le cryostat pour pouvoir mesurer 2 plaquettes de saphir de 24 contacts chacune.

#### 3.3.1 Principe de fonctionnement

Un cryostat à dilution repose sur le principe de dilution d' $^3\text{He}$  dans de l' $^4\text{He}$  (voir Figure 3.11). En régime normal de fonctionnement, le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$  se biphasse dans la chambre à mélange : la phase diluée, à 6% en  $^3\text{He}$ , et la phase riche en  $^3\text{He}$ . En pompant sur le bouilleur, nous appauvrissons la phase liquide diluée en  $^3\text{He}$ . Dans la chambre à



**FIGURE 3.10** – Mesures TEM fonction du recuit. Mesures effectuées sur un échantillon de  $Nb_{18}Si_{82}$  de 25 Å sur membrane recouvert d'environ 100 Å de SiO. a & b : images juste après le dépôt, sans recuit, c & d : recuit à 200 °C, e & f : recuit à 500 °C, g & h : recuit à 700 °C.



**FIGURE 3.11** – Schéma de fonctionnement d'un cryostat à dilution. L' ${}^3\text{He}$  qui arrive liquide dans la chambre à mélange après refroidissement au niveau du pot et par les échangeurs, se dilue dans le grand volume occupé par la phase diluée (6% en  ${}^3\text{He}$ ). Cette dilution absorbe de la chaleur et refroidit le porte-échantillon.

mélange, pour rétablir l'équilibre de 6% d' ${}^3\text{He}$  dans la phase diluée, de l' ${}^3\text{He}$  de la phase concentrée traverse l'interface, prélève de la chaleur et donc refroidit le porte-échantillon couplé thermiquement. L' ${}^3\text{He}$  pompé est tout d'abord comprimé à température ambiante puis condensé au niveau du pot (étage où l' ${}^4\text{He}$  du bain externe est pompé, fournissant un point à environ 1 K), refroidi dans les échangeurs au contact de la phase diluée qui remonte vers le bouilleur et réalimente la chambre à mélange en phase riche en  ${}^3\text{He}$ .

### 3.3.2 Puissances parasites

Les mesures à très basse température sont particulièrement sensibles à toute forme de puissance parasite. L'ordre de grandeur des puissances disponibles sur la chambre à mélange varie en  $T^2$  et vaut de l'ordre de  $1\ \mu\text{W}$  à 100 mK pour ce cryostat. De plus à très basse température, le couplage électron-phonon dans les métaux décroît comme  $T^5$  et toute puissance électromagnétique apportée aux électrons va les découpler des phonons qui sont les vecteurs de l'énergie vers la source froide : la chambre de dilution. Ce phénomène peut introduire de grosses erreurs sur les mesures  $R(T)$  des échantillons et sur la mesure de température des thermomètres. Le câblage est donc particulièrement important. Un soin tout particulier y a donc été apporté afin de s'assurer que nos mesures n'étaient pas entachées de puissances parasites<sup>iii</sup>. Les contraintes et les solutions adoptées sont les

iii. La thèse de Claire Marrache discute de ces effets [Marrache-Kikuchi, 2006].



suivantes :

**a) Thermalisation des câbles de mesures** Le câblage ne doit pas apporter de puissance parasite par conduction thermique. Nous avons utilisé des fils en inox et en cupro-nickel qui sont de mauvais conducteurs thermiques à basse température, soigneusement thermalisés à différents niveaux par des relais de type Kapton cuivré collés sur la masse de cuivre correspondante : 4,2 K, le bouilleur à 0,9 K, la sortie de l'échangeur continu (50 à 100 mK) et enfin deux relais sur la chambre elle-même. Ces différents points de thermalisation permettent aussi d'utiliser au mieux les puissances calorifiques accessibles à chaque étage du cryostat.

**b) Couper les guides d'ondes** Entre le connecteur à l'ambiante et l'étage à 4,2 K, les fils, le plus souvent des bifilaires blindés, comportant nécessairement une gaine isolante sont des guides de lumière. Sans précaution, ils transmettent le rayonnement électromagnétique ambiant directement sur l'échantillon. Ces guides sont interrompus aux points de thermalisation. La continuité électrique est maintenue par les pistes de cuivre sur le Kapton, mais ces changements de géométrie provoquent une désadaptation d'impédance pour les composantes hautes fréquences et celles-ci sont atténuées avant d'arriver sur l'échantillon. Ce câblage limite le chauffage des électrons par le rayonnement haute-fréquence ambiant. Le reste du câblage jusqu'aux porte-échantillons est réalisé avec des torons de câbles bifilaires torsadés.

**c) Rayonnement interne du cryostat** Il convient de stopper tout rayonnement « chaud » vers la chambre de mélange. Les métaux étant de très bons réflecteurs pour le rayonnement infrarouge, nous avons interposé des chicanes couvertes d'une couche de peinture absorbante spéciale pour permettre le passage des câbles en préservant des trajets de pompages des gaz.

**d) Rayonnement électromagnétique** Pour diminuer l'impact du rayonnement électromagnétique extérieur au cryostat, les entrées sont équipées de filtres passe-bas. Le câblage des masses est aussi un point important pour casser les boucles de faible impédance où de forts courants peuvent circuler. Enfin, les sources potentielles de rayonnement électromagnétique comme les pompes ou les transformateurs ont été éloignées au maximum.

**e) Microphonie** Les vibrations apportent aussi une énergie mécanique parasite. Pour limiter toutes ces sources de microphonie, le cryostat est supporté par des ressorts qui coupent les vibrations de haute fréquence. Pour ne pas transmettre les vibrations des pompes, les tuyaux de pompage sont munis de soufflets souples qui découplent les pompes du cryostat.

f) **Thermalisation des échantillons** Limiter les puissances parasites est évidemment nécessaire, et l'échantillon doit être couplé au maximum à la boîte à mélange. Le porte-échantillon est en cuivre doré et est solidement thermalisé à la boîte à mélange. Les connecteurs sont branchés au câblage du cryostat par une prise MMRC 25 broches. La plaque de saphir, déjà bon conducteur thermique, est collée au porte-échantillon avec de la graisse à vide pour augmenter la surface de contact tout en assurant une élasticité et limiter les contraintes mécaniques. Elle est maintenue au porte-échantillon grâce à des ressorts métalliques. Les films de NbSi sont eux-mêmes thermalisés par les fils en or de  $25\ \mu\text{m}$  qui relient les électrodes au porte-échantillon par des soudures ultra-sons.

## 3.4 Mesures expérimentales

### 3.4.1 Pont de mesure de résistance TRMC2

Les mesures de transport électrique ont été principalement réalisées avec le TRMC2, pont de mesure de résistance développé à l'institut Néel (ex CRTBT). Le TRMC2 est équipé de 5 cartes de haute sensibilité, chacune capable de mesurer séquentiellement 4 échantillons à 4 points avec une masse commune entre les échantillons. Le principe est la mesure par détection synchrone de la tension aux bornes d'un échantillon résistif parcouru par un courant alternatif en créneau, ici à 25 Hz. Le courant est constant en valeur absolue et l'échantillon ne subit pas de modulation de température. De plus, le pont de mesure imposant un courant et non pas une tension permet de mesurer un échantillon supraconducteur, dans la limite de résolution de l'appareil. La détection synchrone permet de s'affranchir du bruit en  $1/f$  des amplificateurs par ailleurs bas bruit. Ce système nous permet d'imposer un courant entre  $10\ \text{pA}$  et  $80\ \mu\text{A}$  et de mesurer une gamme de tension entre  $10\ \mu\text{V}$  et  $1,6\ \text{mV}$  avec une précision d'échantillonnage de 16 bits.

Ces cartes sont séparées en deux parties, avec d'une part les pré-amplis et relais qui sont dans une boîte assemblée au plus proche du cryostat et d'autre part la numérisation et la commande des amplificateurs, placées dans le rack du TRMC2. Ces deux parties sont séparées par des câbles de 3 m qui autorisent l'éloignement entre la partie mesure bas bruit, et la partie informatique, plus bruyante. Il y a continuité du blindage entre le cryostat et les pré-amplis : les échantillons et le système de mesure se trouvent à l'intérieur d'une même cage de Faraday. Ce système est géré par un programme LabView développé par le CRTBT que nous utilisons à la fois pour mesurer et réguler la température de la chambre à mélange du cryostat et pour mesurer les échantillons.

### 3.4.2 Détecteurs synchrones

Nous avons aussi utilisé un montage s'appuyant sur des détecteurs synchrones. Le premier détecteur synchrone analogique PAR124A génère un signal sinusoïdal de référence qui polarise l'échantillon après une conversion en courant, selon le montage Figure 3.12. Ce courant de polarisation est mesuré, à l'aide de la résistance  $R_I$ , par un autre lock-in, synchronisé au premier, tandis que le premier lock-in mesure la tension aux bornes de l'échantillon en phase de l'excitation.

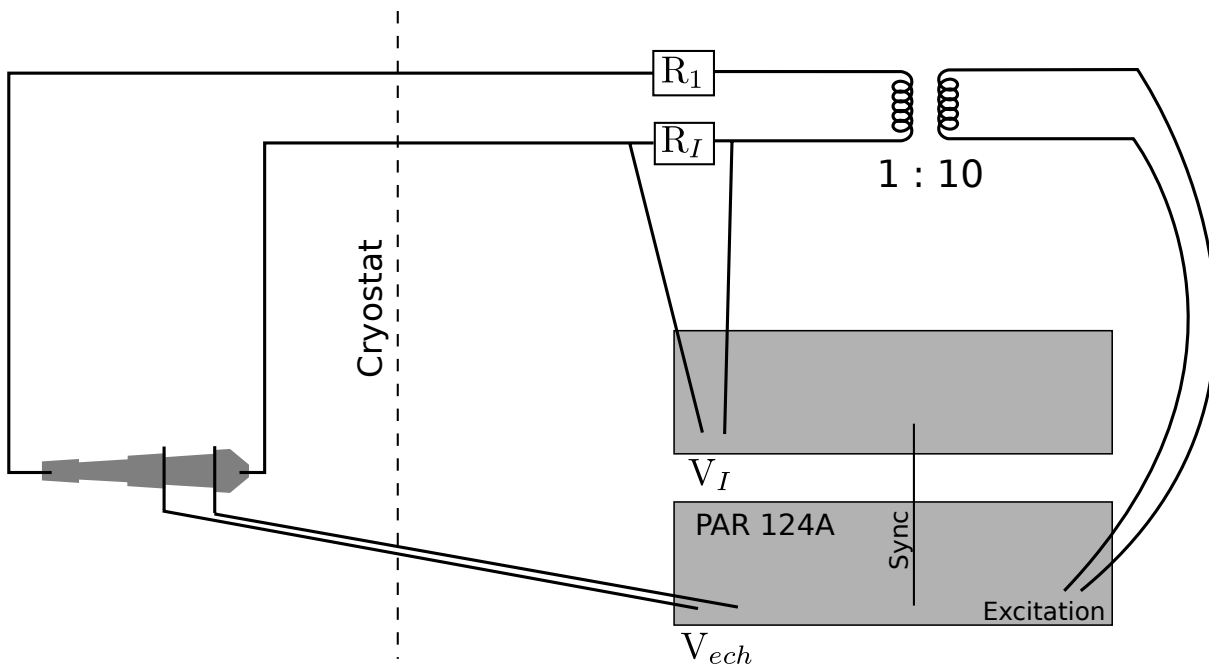


FIGURE 3.12 – Montage d'utilisation des lock-ins.

La fréquence d'excitation du premier détecteur synchrone est limitée par le transformateur 10 : 1 en entrée du montage. Ce transformateur a été bobiné spécialement pour permettre de travailler à très basse fréquence ( $\simeq 3$  Hz). De ce fait, il ne permet pas de travailler au dessus de 700 Hz. La fréquence est ajustée en fonction de l'échantillon de manière à limiter le déphasage entre excitation et détection à quelques degrés.

L'intérêt de ce montage est sa souplesse et la possibilité de compenser le signal pour en mesurer de petites variations en s'affranchissant des dérives naturelles des appareils.

Afin de réduire la sensibilité de la mesure aux bruits électromagnétiques, nous avons déporté le premier étage d'amplification du détecteur synchrone mesurant la tension aux bornes de l'échantillon au plus proche du cryostat. Ceci permet de réduire la longueur du câble où le signal n'est pas encore amplifié pour la mesure et d'augmenter le rapport signal/bruit de la mesure arrivant au lock-in.

# Chapitre 4

## Présentation des résultats

### Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons l'ensemble de nos résultats, ainsi qu'une discussion sur les principales propriétés analysées : résistivité, lois de variation de la résistance avec la température, température critique supraconductrice, etc. Ces résultats seront interprétés au regard des théories existantes dans les chapitres suivants.

### 4.1 Présentation générale du $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$

Le  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est un alliage amorphe qui, suivant sa composition, son épaisseur, la température à laquelle il a été recuit et le champ magnétique auquel il est soumis, peut exister sous forme métallique, supraconductrice ou isolante.

Dans l'étude des TSI dans les couches minces supraconductrices, on trouve, dans la littérature, de nombreux travaux relatifs au changement d'état fondamental avec le champ magnétique. La transition en épaisseur, du fait des difficultés expérimentales à fabriquer des couches minces ne différant que par leur épaisseur, a peu été étudiée [Asamitsu *et al.*, 1994; Bielejec et Wu, 2002; Marković *et al.*, 1998; Lee *et al.*, 2000]. L'effet du dopage comme moteur de la TMI a été abondamment étudié dans les semiconducteurs. L'effet de la composition sur les systèmes métal-semiconducteurs a été étudié pour en déterminer les principales propriétés (NbSi [Hertel *et al.*, 1983], MoGe [Mael *et al.*, 1986; Yoshizumi *et al.*, 1988], AuSi [Nishida *et al.*, 1982], AuGe [McMillan, 1981], ...) mais rarement utilisé systématiquement pour étudier la TSI comme nous avons tenté de le faire. Enfin la possibilité d'utiliser des recuits successifs comme « moteur » de la TSI a été utilisée sur le système AlGe [Lesueur, 1983; Lesueur *et al.*, 1985] trempé par co-évaporation à basse température mais pas sur d'autres systèmes à notre connaissance.

Le  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  a donc pour avantage, sur de nombreux autres systèmes expérimentaux, de permettre des transitions de phases, et notamment la TSI, par différents « moteurs » de la transition (composition  $x$ , température de recuit  $\theta_{\text{rec}}$ , épaisseur  $d_{\perp}$ , champ magnétique  $B$ , ...). Ceci constitue la principale originalité de ce travail.

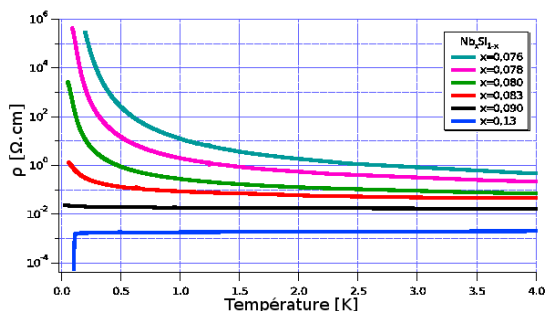
Nous allons, dans cette section, brièvement décrire qualitativement l'évolution du  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  en fonction des trois grandeurs qui ont été les paramètres expérimentaux d'intérêt au cours de cette thèse : la composition, l'épaisseur et le recuit, les effets de champ magnétique ayant été étudiés dans la thèse de Claire Marrache [Marrache-Kikuchi, 2006]. Nous montrerons qu'ils permettent de modifier l'état fondamental du système de manière indépendante. Nous reviendrons sur l'analyse et l'interprétation que nous en faisons dans les sections ultérieures.

### 4.1.1 Transition avec la composition $x$

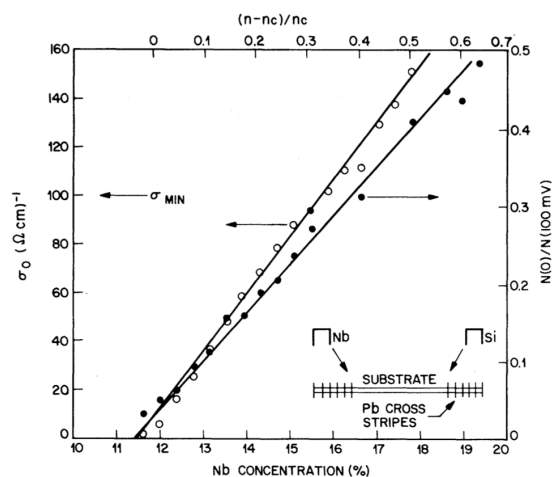
Le premier paramètre que nous avons fait varier est la composition des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Nous verrons ultérieurement l'interprétation que l'on peut donner de cette variation. Cependant, dans une première approche naïve, on peut considérer qu'augmenter la concentration de Nb accroît la densité d'états du composé et renforce ses propriétés supraconductrices. Alors, le système  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , quand les échantillons synthétisés sont épais, existe sous les trois états : isolant, métallique ou supraconducteur. La Figure 4.1 montre les résultats obtenus précédemment dans l'équipe sur des échantillons épais [Marnieros, 1998]. Ces échantillons sont considérés comme 3D car leur épaisseur, supérieure à  $1000 \text{ \AA}$ , est grande devant les autres longueurs caractéristiques du système comme par exemple, le libre parcours moyen  $l_e$ , la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi$ , etc.

Pour des concentrations supérieures à 12%, l'état fondamental des échantillons est supraconducteur. La température de transition diminue quand la composition se rapproche de la composition critique de 12%. Pour des compositions inférieures à 9%, le système est isolant et les mesures de résistance correspondent à une loi de conductivité thermiquement activée comme le transport à saut variable (*Variable Range Hopping*) de type Mott ou Efros & Shklovskii (sous-section 1.1.3) selon la gamme de température ou de concentration. Enfin, pour des compositions intermédiaires  $9\% < x < 12\%$ , le système est métallique : les mesures de transport correspondent à un régime de localisation faible (sous-section 1.1.4).

Sur la Figure 4.2, nous montrons les résultats obtenus par Hertel *et al.* [1983]. À l'aide d'un dispositif de co-sputtering, ils ont synthétisé un échantillon de  $1000 \text{ \AA}$  d'épaisseur et, grâce au fait que les sources de Nb et de Si ne sont pas confondues spatialement, ils ont obtenu un gradient de composition le long de l'échantillon. La concentration varie alors de  $x = 4\%$  à  $x = 20,5\%$  d'une extrémité à l'autre de l'échantillon. Enfin, le film est lithographié et 42 électrodes de mesures sont ensuite déposées pour les mesures de transport (tel que représenté dans l'insert de la Figure 4.2). Leurs échantillons sont supraconducteurs pour  $x > 18\%$  et isolants pour  $x < 11,5\%$ . Ces compositions critiques diffèrent de celles obtenues dans l'équipe du CSNSM, vraisemblablement du fait de la différence de technique de synthèse des échantillons : il est communément accepté que les échantillons synthétisés par sputtering et par co-évaporation présentent des caractéristiques, notamment de désordre, différentes.



**FIGURE 4.1** – Évolution de la résistivité avec la composition  $x$  en niobium pour des échantillons épais ( $d_{\perp} \gtrsim 1000 \text{ \AA}$ ) [Marnieros, 1998]. Les échantillons où la concentration  $x > 12\%$  sont supraconducteurs à très basse température, métalliques pour  $9\% < x < 12\%$ , puis isolants pour des concentrations plus faibles.



**FIGURE 4.2** – Observation de la Transition Métal-Isolant  $x \approx 11,5\%$  par la mesure de la conductance résiduelle à très basse température  $\sigma_0$ . L'échantillon de mesure (en insert) a un gradient de concentration de  $x = 4\%$  à  $x = 20,5\%$ . La transition Supraconducteur-Métal est observée pour  $x = 18\%$  [Hertel et al., 1983].

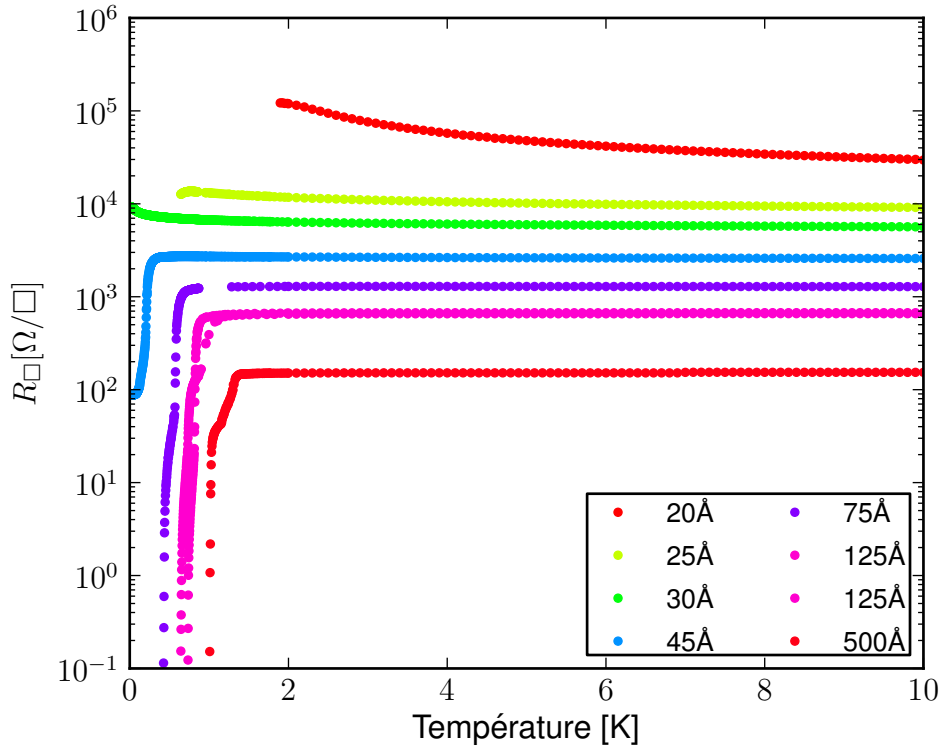
#### 4.1.2 Transition avec l'épaisseur $d_{\perp}$

L'état fondamental du a-Nb<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub> peut également être modifié par l'épaisseur des échantillons. En effet, en choisissant une composition où l'échantillon épais (3D) est supraconducteur, il existe une transition supraconducteur-isolant induite par l'épaisseur (voir Figure 4.3). Les échantillons les plus épais sont supraconducteurs. En diminuant l'épaisseur des échantillons, la température de transition entre état normal et supraconducteur diminue. En dessous d'une certaine épaisseur, l'état supraconducteur n'est plus visible dans la gamme de température accessible (7 mK) : nous considérons que les échantillons sont isolants. Au delà de la TSI, plus les épaisseurs sont faibles, plus le caractère isolant devient prononcé et les échantillons passent d'un comportement de localisation faible à une localisation forte (loi de Mott ou Efros & Schlovskii,  $R \propto \exp(-1/T^n)$ ).

#### 4.1.3 Transition avec le recuit $\theta_{\text{rec}}$

En plus de la composition et de l'épaisseur, nous avons, pour sonder le diagramme de phase du système, étudié l'effet du recuit sur le Nb<sub>x</sub>Si<sub>1-x</sub>.

Pour ce composé, le recuit permet de faire évoluer, de manière *irréversible*, les échantillons vers un état plus isolant. Un échantillon déjà isolant avant recuit verra sa résistivité augmenter avec le recuit (voir Figure 4.4). Pour un échantillon dont l'état après synthèse est supraconducteur, sa température de transition  $T_c$  diminuera avec le recuit et sa résistance à l'état normal augmentera (voir Figure 4.5).



**FIGURE 4.3** – Évolution des mesures de résistance en fonction de la température pour des échantillons de même composition et d'épaisseur variables. La série d'échantillons montre une transition Supraconducteur–Isolant. Les échantillons les plus épais sont supraconducteurs, et les échantillons les plus minces sont isolants. Ici  $x = 18\%$ .

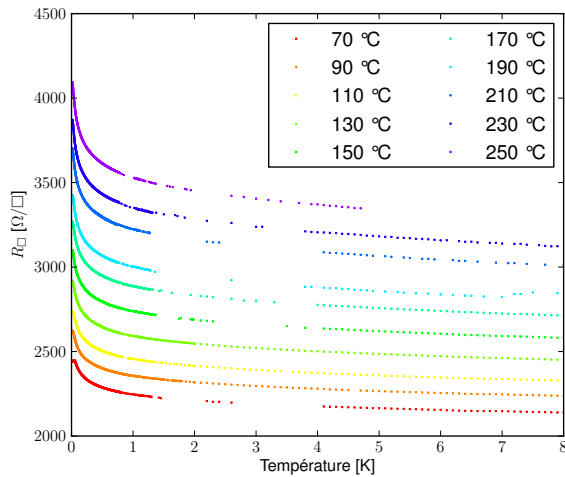
L'intérêt du paramètre « recuit » par rapport aux deux autres (épaisseur et composition) est d'offrir la possibilité de modifier *très progressivement* un même échantillon, en étant donc assuré que les deux autres paramètres sont *constants*.

## Conclusion

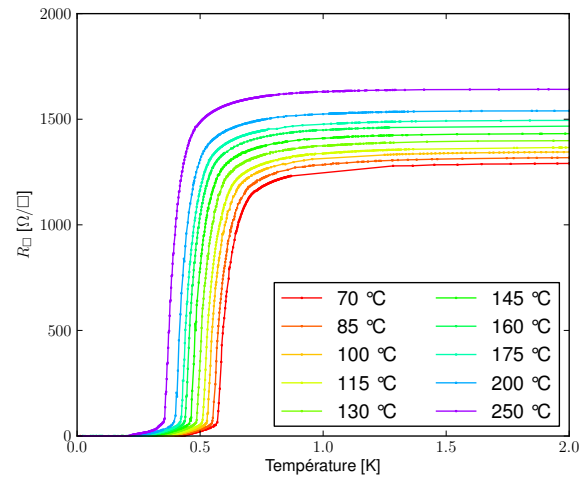
Nous disposons avec le  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , d'un système particulièrement souple, dont nous avons contrôlé l'état fondamental par le jeu de trois paramètres, la composition, l'épaisseur et la température de recuit. Nous avons ainsi pu étudier l'influence de ces paramètres sur les propriétés, et, le cas échéant, les transitions de phases induites.

## 4.2 Comportement général des courbes $R(T)$

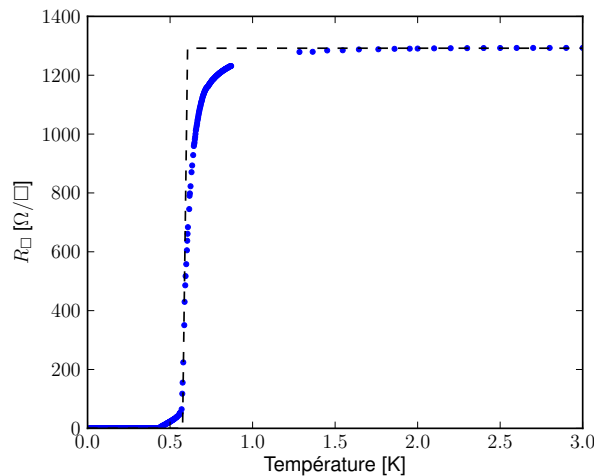
Dans cette section, nous présentons un aperçu général des différents comportements de résistance en fonction de la température observés dans le système  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . En particulier, nous montrerons les lois typiques de  $R(T)$  suivant l'état fondamental des échantillons considérés. Notons que, dans ce qui suit, nous examinerons, sauf mention contraire, le cas



**FIGURE 4.4** – Évolution d'un échantillon isolant représentatif après recuits successifs. Échantillon  $x = 13,5\%$  (OC5),  $100 \text{ \AA}$ .



**FIGURE 4.5** – Évolution d'un échantillon supraconducteur représentatif après recuits successifs. Échantillon  $x = 18\%$  (OC6),  $75 \text{ \AA}$ .



**FIGURE 4.6** – Les fluctuations du paramètre d'ordre à l'approche de la transition permettent d'expliquer la différence de comportement entre la courbe BCS supposée (même  $T_c$ , en pointillés) et les données expérimentales.

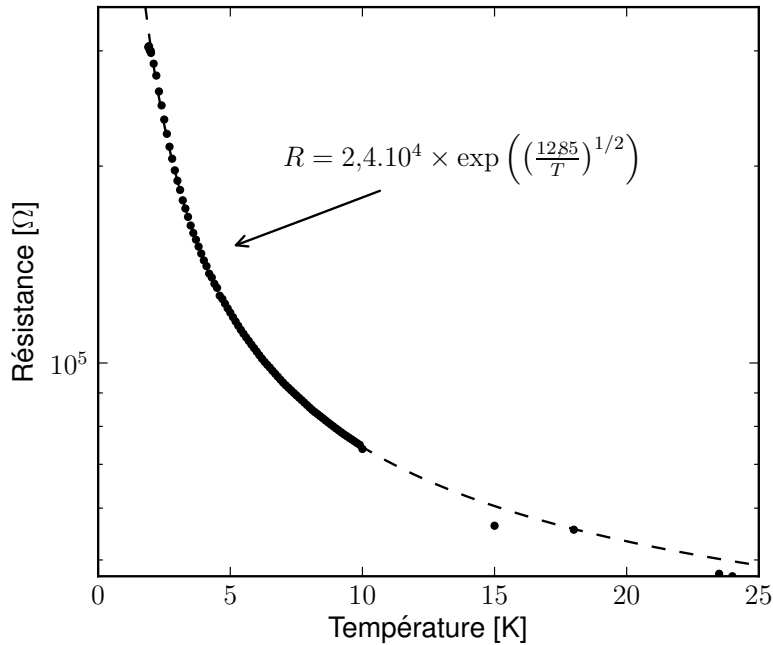
2D. En effet, nous montrerons ultérieurement que les échantillons étudiés relèvent de ce régime.

### 4.2.1 Échantillons supraconducteurs

La Figure 4.6 présente une courbe  $R_{\square}(T)$  typique des échantillons supraconducteurs que nous avons mesurés. Comme nous pouvons le voir, l'interprétation strictement BCS de la transition supraconducteur–normal ne permet pas de rendre compte de la courbe observée expérimentalement.

Parmi les mécanismes susceptibles d'expliquer l'écart des données à la courbe BCS (pointillés en Figure 4.6), nous pouvons citer :





**FIGURE 4.7** – Comportement d’un échantillon isolant représentatif (18%, 20 Å). Entre 1 et 25 K, il suit un régime de type Efros & Shklovskii. Les paramètres de l’ajustement (en pointillés) sont inclus dans la figure.

- Les mécanismes de type Kosterlitz-Thouless qui permettent d’expliquer le pied de la transition, c’est-à-dire la résistance non nulle pour  $T < T_c$ .
- Au dessus de la température de transition, les mécanismes de type paraconductivité (Aslamazov–Larkin, Maki–Thompson, voir section 1.4), c’est-à-dire des fluctuations du paramètre d’ordre supraconducteur, permettent d’expliquer un abaissement de la résistance d’autant plus prononcé que la température se rapproche de  $T_c$ . Ceci correspond à la contribution des paires de Cooper non cohérentes aux processus de transport des électrons.

### 4.2.2 Échantillons isolants

Les échantillons isolants correspondent, dans notre cas, aux échantillons les plus minces que nous ayons étudiés (20 ou 25 Å suivant les compositions). Cette thèse se concentrant sur les échantillons supraconducteurs, nous n’avons synthétisé que deux films isolants. Cependant, la Figure 4.7 présente le comportement typique  $R(T)$  d’un tel échantillon : la résistance suit une loi exponentielle avec la température de type Mott ou Efros & Shklovskii correspondant à un régime de localisation forte :

$$R \propto R_0 \exp\left(\left(\frac{T_0}{T}\right)^{1/n}\right)$$

### 4.2.3 Échantillons « métalliques »

Pour des échantillons épais, tri-dimensionnels, le  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  peut présenter une phase métallique ainsi que le montre la Figure 4.1 ( $x = 9\%$ ,  $d_\perp = 1000 \text{ \AA}$ ). Alors, la dépendance de la résistance avec la température suit la loi :  $\sigma \propto T^{1/3}$ , ce qui correspond à un régime de localisation faible à 3D.

Cependant, pour les films considérés dans cette thèse, l'épaisseur est suffisamment faible pour que l'on puisse les considérer comme 2D du point de vue de la localisation, à basse température ( $d_\perp < L_{\text{in}}$ ). Alors, la théorie fondamentale de la localisation sans interactions ([Abrahams *et al.*, 1979]) ne prévoit pas d'état métallique à  $T = 0$ . Toutefois, nous pouvons identifier des *comportements* correspondants à un régime de localisation faible.

#### 4.2.3.1 Régime haute température

La Figure 4.10 présente des mesures de  $R(T)$  depuis la température ambiante jusqu'à 4 K. Dans cette gamme de température, la résistance des films augmente, en accord avec les lois de variations  $R(T)$  de la localisation faible :

1. Pour  $30 \text{ K} \lesssim T < 300 \text{ K}$ , on a  $\sigma(T) \propto T^{3/4}$  correspondant à un régime de localisation faible, 3D, avec interactions électrons-électrons (3D) (Figure 4.8a). En effet, à ces températures, on a  $d_\perp > L_{\text{in}}(T)$  et les échantillons peuvent être considérés comme 3D du point de vue de la localisation [Imry et Ovadyahu, 1982].
2. Pour  $T \lesssim 30 \text{ K}$ , on a  $\sigma(T) \propto \ln T$  (Figure 4.8b). À ces températures, on a  $d_\perp \lesssim L_{\text{in}}(T)$  et on observe une loi de localisation faible 2D.
3. La transition entre les deux régimes s'effectue aux alentours de 30 K pour l'ensemble des films. Ceci est en accord avec une estimation précédente de la longueur inélastique dans ce système.

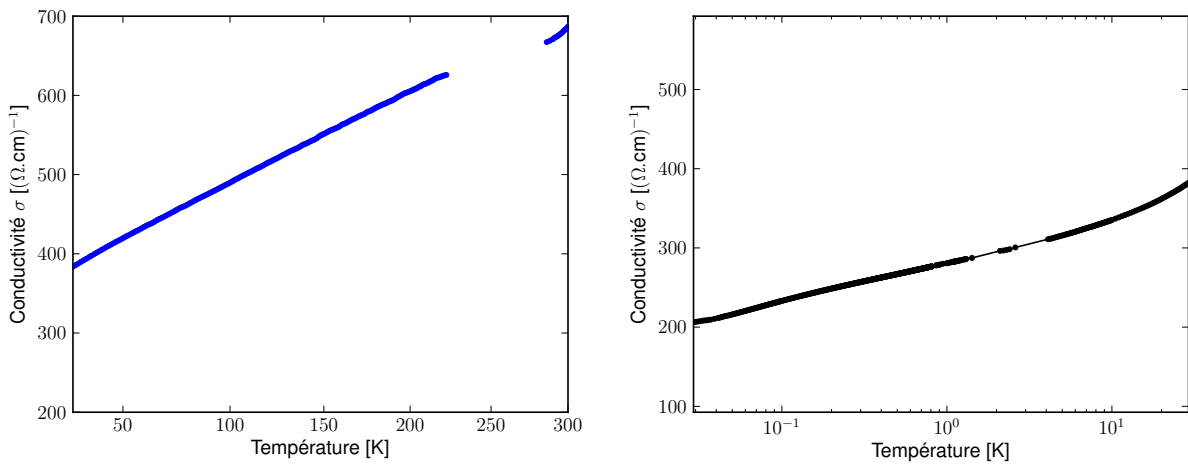
Il est notable que l'ensemble des films étudiés, quel que soit leur état fondamental à très basse température, présente ce comportement à haute température.

#### 4.2.3.2 Régime basse température

Cependant, nous avons également mesuré des échantillons présentant, bien que 2D, un comportement métallique à très basse température (Figure 4.9) au sens où l'extrapolation de  $R(T)$  à  $T \rightarrow 0$  conduit vraisemblablement à une résistance finie. Celui-ci prenait alors l'allure de saturations de la résistance sur lesquelles nous reviendrons plus amplement.

## 4.3 Inventaire des échantillons

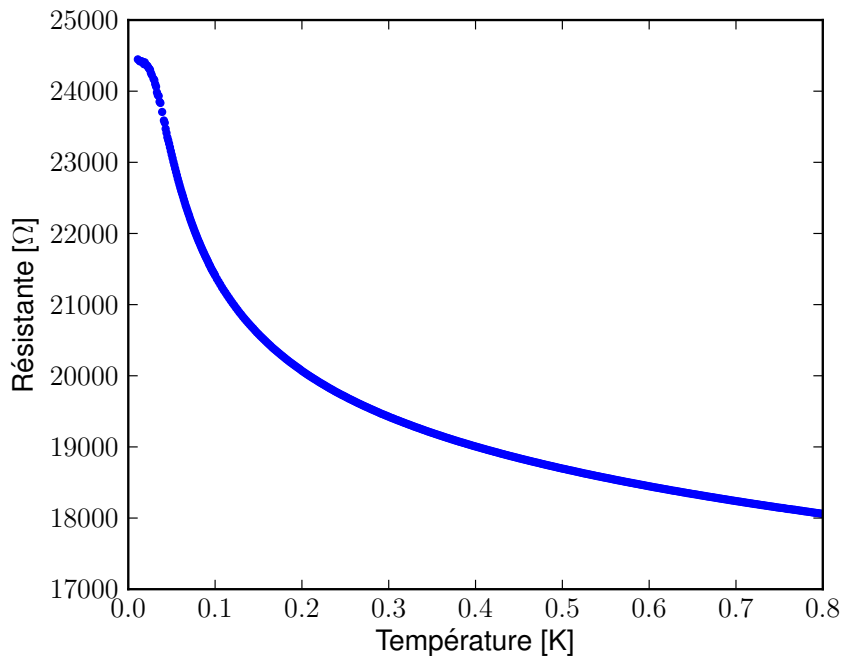
La liste des échantillons étudiés pendant cette thèse est donnée dans le Tableau 4.1. Les échantillons CKJ ont été mesurés précédemment par l'équipe, mais nous avons utilisé



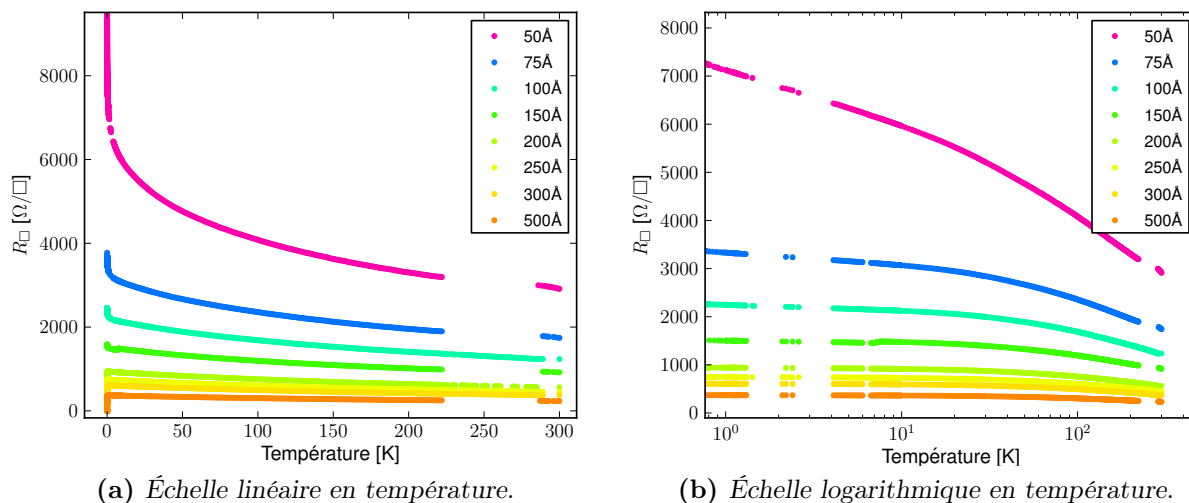
(a) **Régime 3D.** L'axe des températures est en échelle  $T^{3/4}$ . Le comportement linéaire  $\sigma \propto T^{3/4}$  est la signature d'interactions électrons-électrons 3D (Équation 1.14).

(b) **Régime 2D.** L'axe des températures est en échelle logarithmique. Le comportement linéaire (entre 1 et 10 K) de  $\sigma \propto \ln(T)$  est la signature d'une localisation 2D.

**FIGURE 4.8** – Échantillon  $50 \text{ \AA}$ ,  $x = 13,5\%$  (OC5), représentatif des autres échantillons, met en évidence un changement de régime 3D ( $T \gtrsim 30 \text{ K}$ ) à 2D ( $1 < T < 10 \text{ K}$ ).



**FIGURE 4.9** – À très basse température, nous observons des saturations de la résistance. Ici, échantillon  $d_{\perp} = 50 \text{ \AA}$ ,  $x = 13,5\%$ .



**FIGURE 4.10** – Mesures effectuées sur l'échantillon de  $\text{Nb}_{13,5}\text{Si}_{86,5}$  (OC5) pour les différentes épaisseurs. Les mesures sont en résistance carrée  $R_{\square}$  en fonction de la température.

ces données dans les analyses ultérieures. Les échantillons OC2, OC3, OC5 et OC6 représentent des séries d'échantillons de même composition mais où les films sont d'épaisseurs différentes.

Nous donnons en figures 4.11a, 4.11b et 4.11c les courbes  $R(T)$  pour les trois compositions étudiées (respectivement  $x = 13,5\%$ ,  $14\%$  et  $18\%$ ) et à recuit de  $70^{\circ}\text{C}$ .

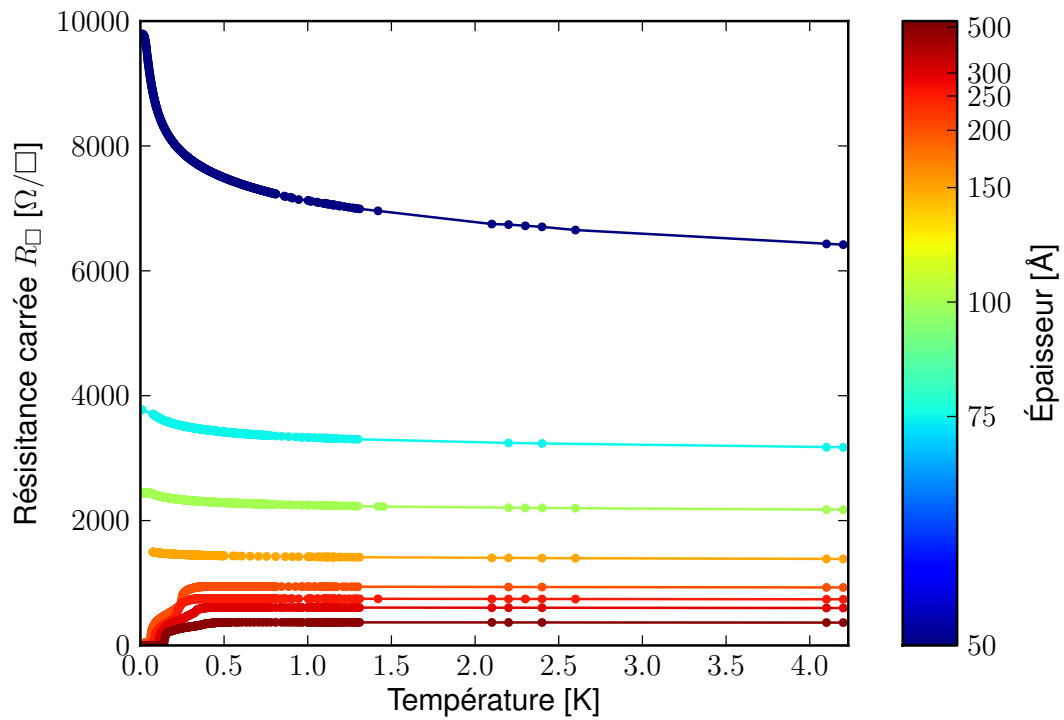
## 4.4 Cohérence des échantillons

Avant d'aller plus avant dans la présentation et l'analyse des résultats, il convient de s'interroger sur leur cohérence et la confiance que nous pouvons leur accorder. Nous allons, à travers l'analyse des résistivités et des températures critiques, montrer que nos résultats sont cohérents et discuter les « effets de bords » que nous avons malheureusement rencontrés sur certains échantillons.

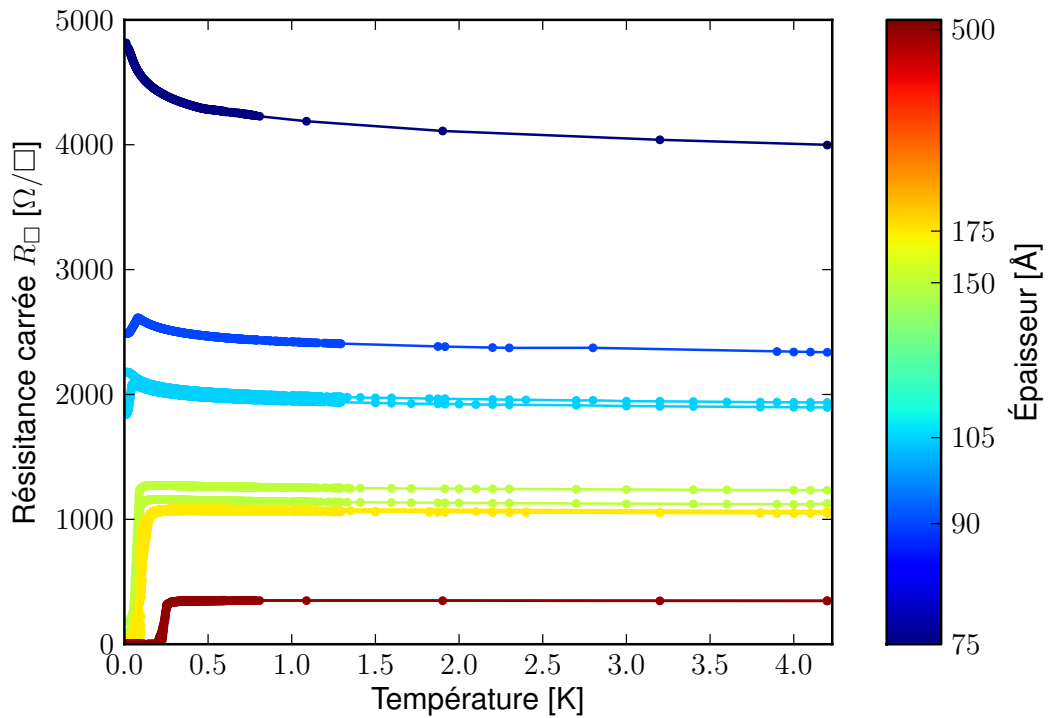
### 4.4.1 Comparaison des résistivités

Nous avons vérifié qu'au sein d'une série de même composition, la résistivité était constante, tout au moins pour les échantillons d'épaisseurs supérieures à  $100 \text{ \AA}$ <sup>i</sup>. Ceci nous permet de vérifier que les taux d'évaporations du Nb et du Si sont constants au cours de l'élaboration d'une série d'échantillons. La composition de l'ensemble des films de chaque échantillon peut donc bien être considérée comme constante et les films comparés entre eux.

i. En effet, pour des épaisseurs inférieures, la résistivité augmente. Nous reviendrons sur ce point dans un paragraphe ultérieur (sous-section 4.6.3).



(a)  $x = 13,5\%$  (OC5)



(b)  $x = 14\%$  (OC2 & OC3)

FIGURE 4.11 – Présentation des résultats en  $R_{\square}$  en fonction de la température par composition.

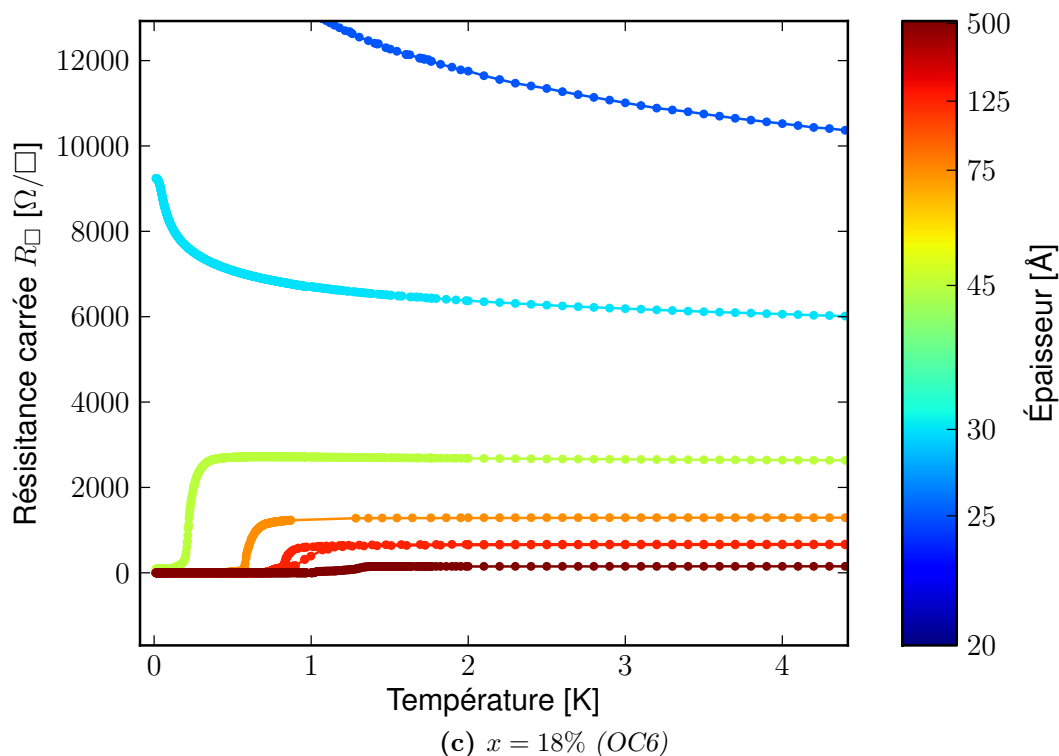


FIGURE 4.11 – Présentation des résultats en  $R_{\square}$  en fonction de la température par composition.

Par ailleurs, on observe (Figure 4.12) une dépendance linéaire de la conductivité avec la composition des films, conformément à ce que l'on attend au voisinage d'une transition métal-isolant dans ce type de système. Ceci témoigne d'une bonne reproductibilité des évaporations d'une série à l'autre.

#### 4.4.2 Détermination de $T_c$

Aussi bien la théorie de Maekawa & Fukuyama que celle de Finkel'stein prédisent un abaissement de la  $T_c$  par rapport à la  $T_{c,BCS}$  avec le désordre. La température considérée est donc la température de transition de champ moyen. Elle correspond théoriquement à la température où la conductivité diverge.

Expérimentalement, cependant, cette  $T_c$  peut être difficile à déterminer. En effet, la transition supraconductrice n'est pas infiniment raide comme le serait une transition strictement BCS :

- Pour  $T > T_c$ , les fluctuations de l'amplitude du paramètre d'ordre supraconducteur (voir Appendice A) rendent l'évolution de la résistance avec la température moins abrupte.
- Pour  $T < T_c$ , nous ne pouvons pas exclure que des fluctuations de type Kosterlitz-Thouless, dues à la bidimensionnalité de nos films vis-à-vis de la supraconductivité, induisent une résistance non nulle.
- Les inhomogénéités inhérentes à tout échantillon réel contribuent également à un élargissement plus ou moins important de la transition. Par exemple, un gradient

Nom	Composition nominale	Composition RBS	Épaisseurs
CKJ1	15%	15%	125 Å(g&d), 250 Å(g&d), 500 Å(d), 1000 Å(d)
CKJ2	15%	15%	25 Å(g&d), 50 Å(g&d), 75 Å(d), 100 Å(g)
CKJ3	17%	17%	40 Å(d), 50 Å(d), 75 Å(g&d), 125 Å(d)
OC2	14%	13,9%	75 Å(g), 175 Å(g&d), 500 Å(g&d)
OC3	14%	N/A	90 Å(g), 105 Å(g&d), 150 Å(g&d), 175 Å(g&d)
OC5	13,5%	13,3%	50 Å(g), 75 Å(g), 100 Å(g), 150 Å(g), 200 Å(d), 250 Å(d), 300 Å(d), 500 Å(d)
OC6	18%	18,1%	20 Å(g), 25 Å(d), 30 Å(d), 45 Å(g), 75 Å(g), 125 Å(g&d), 500 Å(d)

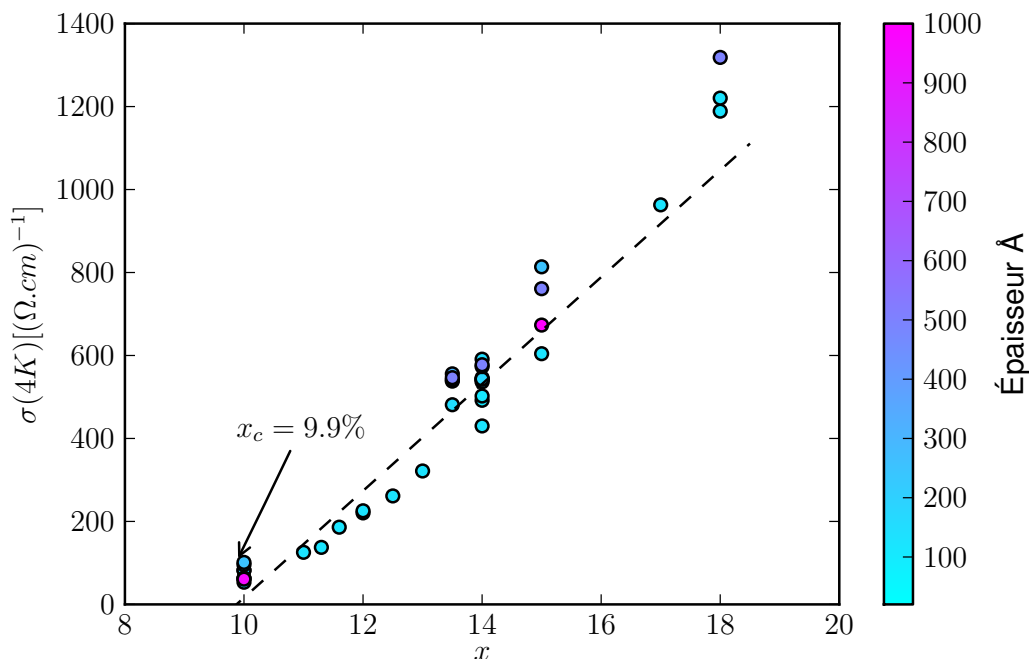
**Tableau 4.1** – Récapitulatif des échantillons étudiés. Les échantillons CKJ furent mesurés précédemment [Marrache-Kikuchi, 2006]. Pour les échantillons OC5 et OC6 où les deux demis-trapèzes ont reçu deux évaporations différentes, g et d correspondent aux moitiés gauche et droite du trapèze. Les échantillons OC5 et OC6 ont été mesurés après recuits successifs.

de concentration le long de l'échantillon se traduira par un élargissement de la transition : l'échantillon peut alors être modélisé par une juxtaposition d'échantillons de taille  $\delta l$  avec chacun une température de transition légèrement différente.

Il existe donc plusieurs manières de déterminer expérimentalement  $T_c$  :

1. La  $T_c$  théorique, dans un modèle purement BCS, est donnée par la température en dessous de laquelle la résistance est nulle.
2. La  $T_c$  de champ moyen est plutôt donnée par la température à laquelle la dérivée  $\frac{dR}{dT}$  est maximale.
3. Une définition communément utilisée de  $T_c$  est la température à laquelle  $R = R_n/2$ .
4. Une autre détermination de  $T_c$  que l'on trouve dans la littérature est la température prise au point médian de la transition entre état normal et supraconducteur entre 10% et 90% de la transition.
5. Enfin, l'ajustement des équations décrivant l'augmentation de la conductivité par les fluctuations supraconductrices à  $T > T_c$  permet de retrouver la  $T_c$  thermodynamique.

Nous avons appliqué ces différentes méthodes à nos résultats. Les 2 premières ainsi que la méthode s'appuyant sur les fluctuations donnent des résultats similaires à 3% près. Ce sont ces valeurs que nous avons retenues. Les deux méthodes s'appuyant sur



**FIGURE 4.12** – Conductivité (à 4,2 K) en fonction de la composition des films épais ( $d_{\perp} > 100 \text{ \AA}$ ) de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ .

la température du point médian de la transition (entière ou restreinte à 10% - 90%) surestime  $T_c$ , du fait des imperfections de nos échantillons comme nous le verrons par la suite.

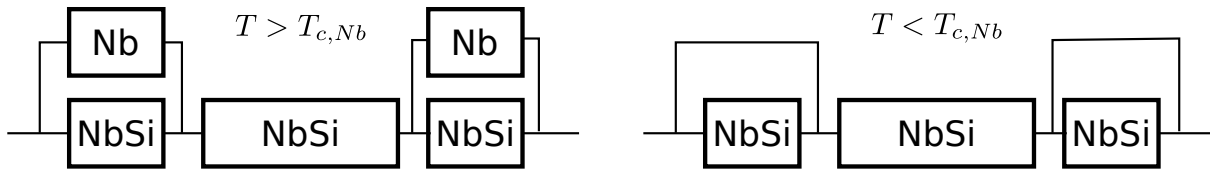
### 4.4.3 Effets parasites sur la transition supraconducteur – normal

#### 4.4.3.1 Électrodes de mesures

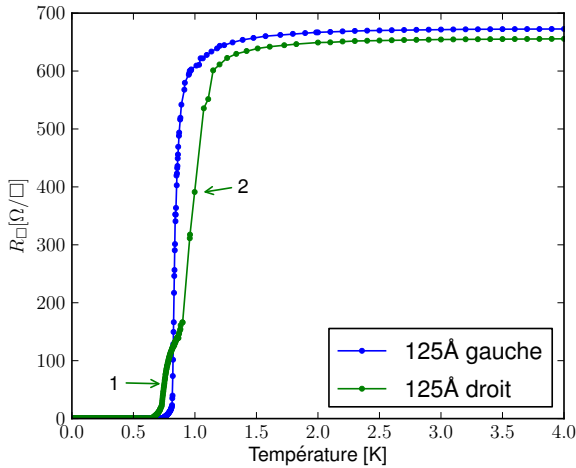
Sur la plupart des échantillons, nous observons un saut de résistance de 3 à 6  $\Omega$  pour des températures comprises entre 6 et 9 K suivant les échantillons et leur température de recuit. Ce saut de résistance est faible par rapport à la résistance normale des échantillons et n'est donc visible que sur les films les moins résistifs du fait de la précision de mesure. Nous attribuons ce saut à la transition supraconductrice des prises de potentiel en niobium (section 3.1). À  $T > T_{c,\text{Nb}}$ , l'électrode en niobium est dans son état normal et donc résistive. La partie de l'échantillon recouverte par les électrodes en Nb se schématise comme une résistance de NbSi en parallèle avec une résistance de Nb, comme représenté sur le schéma Figure 4.13. Quand les électrodes deviennent supraconductrices, elles court-circuitent le courant qui traversait la partie de l'échantillon qu'elles recouvrent. Le montage (à 4 points) ne mesure alors que la différence de potentiel produite par la partie du film de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  non recouverte par les électrodes.

Nous n'observons aucune différence de pente  $\frac{dR}{dT}$  avant et après  $T_{c,\text{Nb}}$ , et à ce titre, nous corrigeons les résistances mesurées à des températures supérieures à la  $T_{c,\text{Nb}}$  en

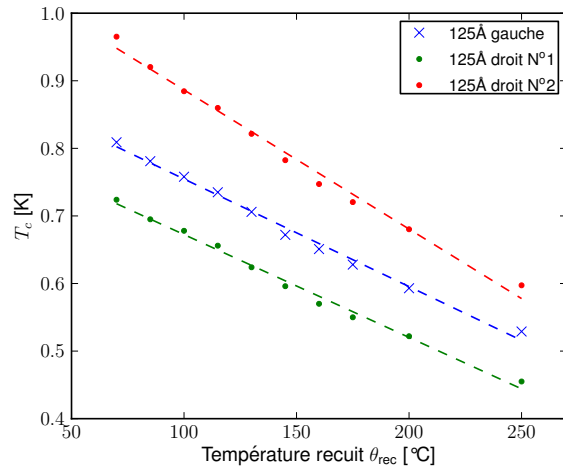




**FIGURE 4.13** – La transition supraconductrice des électrodes en niobium provoque un saut de résistance mesurée de 3 à 6 Ω.



**FIGURE 4.14** – Les échantillons « droit » supraconducteurs montrent une transition supraconductrice parasitée. À titre de comparaison, nous présentons les deux échantillons 125 Å,  $x = 18\%$ , « gauche » et « droit ». Le « gauche » montre une transition unique, que nous considérons comme de référence, alors que l'échantillon « droit » montre plusieurs transitions.



**FIGURE 4.15** – Avec la comparaison des évolutions des transitions multiples du 125 Å droit à la transition de référence du 125 Å gauche, nous avons un critère supplémentaire de sélection. La transition N°1 évolue de manière comparable à la transition de référence : la différence relative des deux pentes est de 4%.

soustrayant le saut de résistance.

#### 4.4.3.2 Transitions multiples

Comme nous l'avons vu au section 3.1, nous mesurons les échantillons sur les deux moitiés « droite » et « gauche » des trapèzes, fonction de leur position par rapport aux sources de Nb et de Si pendant l'évaporation. Nous avons observé que tous les échantillons « droits » présentent une transition multiple entre l'état normal et supraconducteur comme le montre la Figure 4.14.

Afin de déterminer quelle transition traduit les propriétés du film dans son ensemble et laquelle correspond à un effet parasite, nous avons comparé deux échantillons de même composition ( $x = 18\%$ ) et de même épaisseur (125 Å), l'un « droit » et l'autre « gauche », évaporés successivement avec les mêmes conditions d'évaporation (voir Figure 4.14). Le premier, le « gauche » montre une transition franche, unique, nous l'utiliserons comme référence, tandis que le droit montre deux transitions.

a) **Critère de gradient de concentration** L'utilisation de sources d'évaporations séparées provoque un gradient de concentration, inévitable mais faible, entre l'échantillon gauche et le droit. Le gauche, plus proche du creuset d'évaporation du niobium, est donc plus concentré en niobium. La  $T_{c,\text{gauche}}$  est donc attendue supérieure à la  $T_{c,\text{droit}}$ .

En comparant les deux échantillons de 125 Å, seule la transition N°1 répond à ce critère.

b) **Critère s'appuyant sur les recuits** Quand nous comparons l'évolution en fonction du recuit du film d'épaisseur 125 Å gauche (de référence) aux deux transitions du 125 Å droit (voir la Figure 4.15), nous constatons que la transition N°2 de l'échantillon droit évolue plus rapidement que la transition N°1. Les pentes pour ces transitions sont de  $-1,59 \cdot 10^{-3} \text{ K}/^\circ\text{C}$ ,  $-1,52 \cdot 10^{-3} \text{ K}/^\circ\text{C}$  et  $-2,06 \cdot 10^{-3} \text{ K}/^\circ\text{C}$  pour les échantillons gauche, droit N°1 et droit N°2 respectivement. Encore une fois, seule la transition N°1 évolue de manière comparable à l'échantillon gauche.

c) **Interprétation de l'effet parasite** Au vu de ces deux critères, nous avons donc considéré que la transition N°1 était celle qui correspondait aux propriétés du film étudié. Notre interprétation est qu'une fraction des bords de l'échantillon droit ont une surconcentration de Nb par rapport à l'ensemble du film. L'évaporation du Nb et du Si ne coïncident pas et le masque mécanique en forme de trapèze est conçu pour que l'expansion du dépôt de silicium soit plus grande que celle du niobium, mais cette précaution n'a pas suffi. Le traitement lithographique par RIE, même s'il diminue cet effet, s'est cependant révélé n'être pas suffisant non plus pour éliminer totalement les effets de bord.

## 4.5 Détermination des constantes fermiologiques du système $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$

Dans ce paragraphe nous avons collecté les résultats de différentes mesures faites sur du  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  avec  $x$  de 8 à 26 %. En l'absence d'informations sur la structure de bande de ce matériau nous avons utilisé un simple modèle d'électrons libres pour estimer les paramètres fermiologiques tels que la densité d'états, le libre parcours moyen et le temps de collision élastique.

### 4.5.1 Densité d'états à partir des propriétés de *Variable Range Hopping*

D'après Marnieros [1998], sur un alliage  $x = 8,3\%$  de 1000 Å, la température caractéristique de Mott,  $T_M$  donne :

$$N_0 = \frac{20}{k_B T_M \xi^3} \quad (4.1)$$

où  $\xi$  est la longueur de localisation. On trouve expérimentalement :

$$N_0 = 1,5 \cdot 10^{41} \text{ états}/\text{J}/\text{cm}^3$$

### 4.5.2 Densité d'états à partir des mesures de chaleur spécifique

D'après Marnieros [1998]; Marnieros *et al.* [2000] sur un alliage  $x = 9\%$ ,  $d_{\perp} = 1000 \text{ \AA}$ , des mesures de chaleurs spécifiques électroniques donnent :

$$\gamma = 6 \cdot 10^{-5} \text{ J} \cdot \text{K}^{-2} \cdot \text{cm}^{-3} \quad (4.2)$$

$$\gamma = \frac{\pi^2}{3} k_B^2 N_0 \text{ donne } N_0 = 9,6 \cdot 10^{40} \text{ états/J/cm}^3.$$

### 4.5.3 Densité d'états à partir des mesures de Hall

Des mesures d'effet Hall [Nava *et al.*, 1986] sur  $x = 26\%$  donnent  $R_H = -1,6 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3 \cdot \text{C}^{-1}$ .

$R_H = \frac{1}{ne}$  donne  $n = 3,9 \cdot 10^{29} \text{ électrons/m}^3 \simeq 2 \cdot 10^{29} \text{ états/m}^3$ . Avec  $N_0 = \frac{m}{\hbar^2 \pi^2} (3n\pi^2)^{1/3}$ , on a  $N_0 = 1,8 \cdot 10^{41} \text{ états/cm}^3$ .

### 4.5.4 Mesures de champ critique dans l'état supraconducteur

Des mesures de champ critique perpendiculaire ont été faites sur une série de films ( $x = 15\%$ ,  $d_{\perp}$  compris entre 150 et 600  $\text{\AA}$ ), [Aubin *et al.*, 2006]. Le coefficient de diffusion  $D$  est relié à la pente de  $H_{c2}(T)$  près de  $T_c$ .

$$D = 1,52 \frac{k_B}{e \left| \frac{dH_{c2}}{dT} \right|_{T \rightarrow T_c}} \quad (4.3)$$

On obtient  $D = 0,6 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour  $\rho_N \simeq 1300 \mu\Omega/\text{cm}$ . En utilisant  $(\rho_N)^{-1} = 2e^2 D N_0$  et  $D = 1/3 v_F l$ , on obtient :

$$\begin{aligned} N_0 &= 3,25 \cdot 10^{40} \text{ cm}^{-3} \\ v_F &= 0,4 \cdot 10^8 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1} \\ l &\simeq 5 \text{ \AA} \\ \tau &\simeq 1 \cdot 10^{-15} \text{ s} \end{aligned}$$

Nous pouvons aussi estimer :

$$k_F l = \frac{3Dm}{\hbar} = 1,54$$

### 4.5.5 Discussion

La confrontation des différentes méthodes d'évaluation de  $N_0$  (Tableau 4.2) permet de conclure que nous avons une estimation raisonnable des paramètres fermiologiques de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Nous remarquons qu'il a un caractère très métallique.

	Mott	$\gamma$	Hall	$\frac{\partial H_{c2}}{\partial T}$ et $\rho_N$
$x$	8,3%	9%	26%	15%
$N_0$ [ $\times 10^{41}$ états/J/cm <sup>3</sup> ]	1,5	0,96	1,8	0,33
$v_F$ [cm · s <sup>-1</sup> ]		$1,2 \cdot 10^8$		$4 \cdot 10^7$
$l$ [Å]		1,6		5
$\tau$ [s]		$1,3 \cdot 10^{-16}$		$1,25 \cdot 10^{-15}$

**Tableau 4.2** – Principaux paramètres du système  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  obtenus à partir de la température caractéristique de Mott, de la chaleur spécifique  $\gamma$ , de l'effet Hall et des mesures de champ critique. Les valeurs en rouge sont obtenues en combinant le coefficient de diffusion issu des mesures de champ critique et la densité d'états obtenue par la chaleur spécifique et nous donne une fourchette de valeurs acceptables pour  $\tau$  et  $l$ .

Nous avons tendance à privilégier les résultats tirés des mesures de champ critique car elles conduisent à l'ensemble des paramètres intéressants et ont été conduites sur des échantillons élaborés dans les mêmes conditions que ceux de ce travail.

Si nous prenons la valeur de  $D$  et la combinons à la mesure de  $N_0$  obtenue par la chaleur spécifique (échantillon lui aussi fabriqué dans nos conditions expérimentales), nous obtenons les valeurs notées en rouge du Tableau 4.2. On peut en déduire ce que nous considérerons comme les plages admissibles des paramètres importants :

$$1,6 < l < 5 \text{ \AA} \quad (4.4)$$

$$10^{-16} \text{ s} < \tau < 10^{-15} \text{ s} \quad (4.5)$$

#### 4.5.6 Comparaison du libre parcours moyen aux paramètres de structure

Afin d'estimer le libre parcours moyen, nous nous appuyons sur deux études de structures électroniques de film de a- $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . Wiech *et al.* [1989] ont effectué des mesures de spectroscopie et diffraction X sur du a- $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  obtenu par sputtering pour  $0,2 \leq x \leq 0,8$ . Ils ont obtenu une distance moyenne Nb-Si de 2,58 Å pour  $x = 20\%$  à 2,59 Å pour  $x = 65\%$ . Puis, l'équipe de Hucknall *et al.* [1992] a réalisé des mesures EXAFS sur des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  produits par sputtering. Ils ont ainsi obtenu une distance moyenne Nb-Si de 2,6 Å pour un film de composition  $x = 12\%$ .

Ces deux études ont utilisé des films synthétisés par co-sputtering. Nava *et al.* [1986] ont réalisé des expériences de transport et d'imagerie TEM sur des films de a- $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  synthétisés par co-évaporation et avec un modèle d'électrons libres, ils ont obtenu un libre parcours moyen  $l_e = 2,4 \text{ \AA}$ .

Par ailleurs, pour le  $\text{NbSi}_2$  *cristallin*, les tables donnent des distances inter-atomiques  $d(\text{Nb} - \text{Si}) \approx d(\text{Si} - \text{Si}) = 2,59 \text{ \AA}$ .

Nous voyons donc que la plage trouvée pour  $l$  inclue parfaitement la distance interatomique (2,6 Å) dans a- $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . C'est ce qu'on attend pour un système amorphe de ce type.

$x$	13,5%	14%	15%	18%
$T_c$	0,125	0,186	0,530	1,005
$N_0V$	0,115	0,121	0,138	0,152
$1/\sigma_N(77\text{ K})$	$1,58 \cdot 10^{-5}$	$1,53 \cdot 10^{-5}$	$1,48 \cdot 10^{-5}$	$7,3 \cdot 10^{-6}$
$n [\text{m}^{-3}]$	$4,45 \cdot 10^{27}$	$4,6 \cdot 10^{27}$	$4,75 \cdot 10^{27}$	$9,6 \cdot 10^{27}$

**Tableau 4.3** – Variation du paramètre  $N_0V$  estimé par  $T_c$  et de la densité de porteurs  $n$  estimée par la conductivité à l'état normal  $\sigma_N$  ( $\theta_D = 640\text{ K}$ ).

Notons aussi que la valeur trouvée pour  $k_F l \simeq 1,54$  confirme que nous avons affaire à un régime de fort désordre au sens de la localisation d'Anderson.

#### 4.5.7 Effet de la composition $x$ de $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$

Dans ce travail, nous avons varié  $x$  de 13,5% à 18%. Nous avons fait l'hypothèse que la composition ne joue que sur  $N_0$ . Les mesures précédentes n'étant pas assez précises, nous avons estimé la variation de  $N_0$  sur nos échantillons :

1. en attribuant entièrement à  $N_0$  la variation de  $T_c$  avec  $x$  des films épais,

$$T_c = 1,14\theta_D e^{-\frac{1}{N_0V}} \quad (4.6)$$

2. et en attribuant entièrement à  $N_0$  la variation de  $\sigma_N$  des films épais.

$$\sigma_N = \frac{ne^2\tau}{m} \quad (4.7)$$

Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.3.

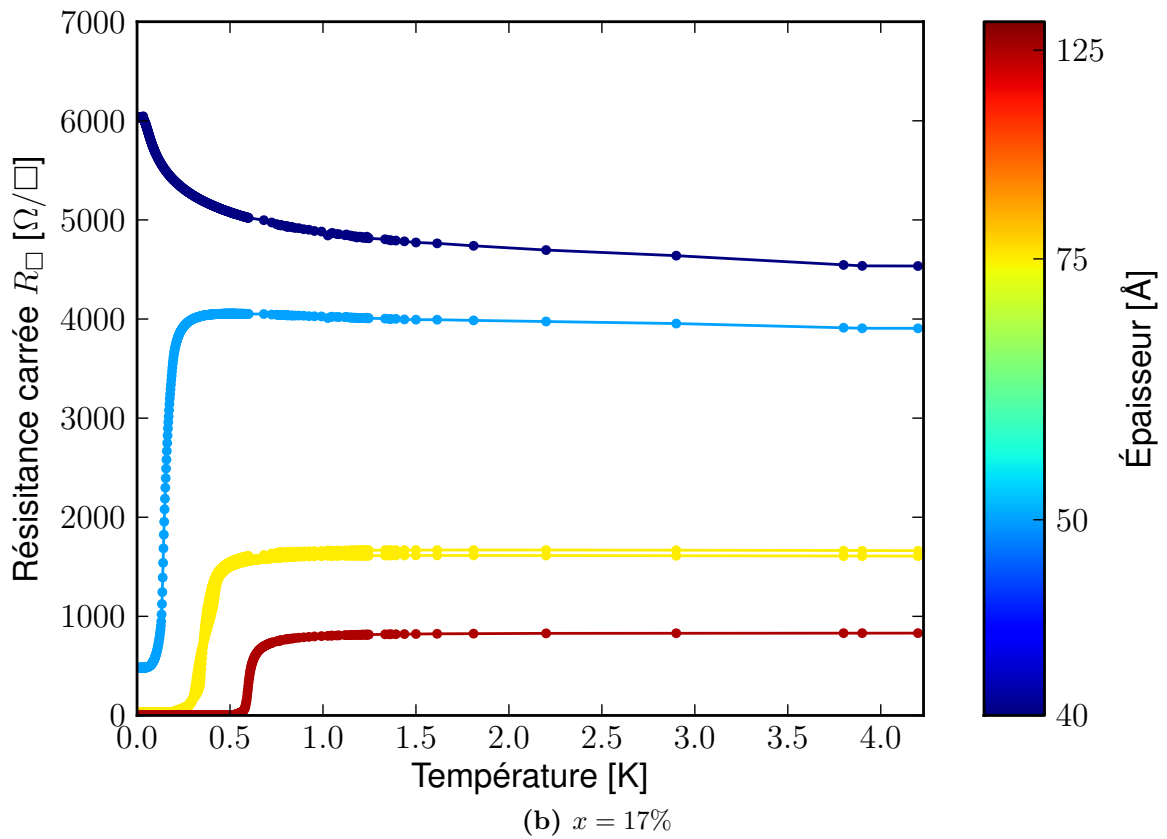
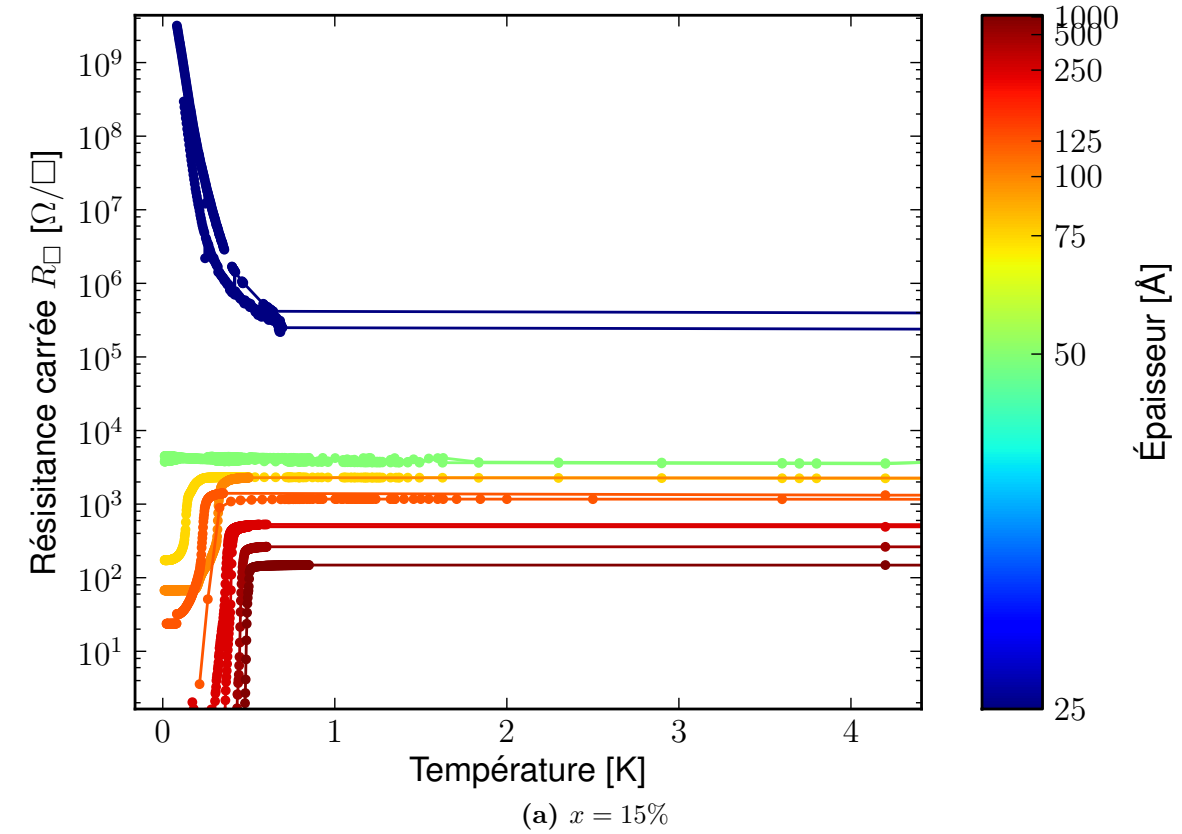
Nous pensons que ces estimations donnent une idée raisonnable de la variation de la densité d'états avec la composition. Nous voyons que ces variations sont faibles devant les incertitudes sur  $N_0$  provenant des différentes mesures.

Comme nous le discuterons plus loin, nous faisons l'hypothèse que les recuits ne changent pas  $N_0$  mais modifient  $l$  et  $\tau$ .

## 4.6 Évolution suivant l'épaisseur $d_\perp$

Comme nous l'avons évoqué en sous-section 4.1.2, la diminution de l'épaisseur pour un composé de concentration fixée entraîne une transition Supraconducteur–Isolant. Nous allons, dans cette partie, donner quelques caractéristiques générales de cette transition et présenter les résultats qui s'y rapportent.

Les courbes  $R(T)$  à température de recuit de  $70^\circ\text{C}$  ont été données Figure 4.11 pour les différentes concentrations étudiées au cours de cette thèse. On redonne les courbes  $R(T)$  pour les compositions  $x = 15\%$  et  $x = 17\%$  mesurées précédemment (Figure 4.16).

FIGURE 4.16 – Mesures  $R(T)$  effectuées précédemment par l'équipe [Marrache-Kikuchi, 2006].

## 4.6.1 Détermination des épaisseurs critiques

### 4.6.1.1 Définition de l'épaisseur critique

L'état métallique n'existant pas théoriquement dans un système 2D (voir sous-section 1.1.4.2), il est courant [Fisher *et al.*, 1990; Goldman et Liu, 1995, ...] d'utiliser le TCR (*Temperature Coefficient of Resistance*) comme critère de classification des échantillons. Le TCR correspond à la pente  $\frac{dR}{dT}$  aux plus basses températures. Ainsi, un échantillon sera soit supraconducteur si le TCR est positif, soit isolant si TCR est négatif. Ce critère repose sur la vision dichotomique des états fondamentaux à 2D supraconducteur ou isolant et exclut tout état intermédiaire. Si l'échantillon « amorce » une transition supraconductrice, il sera considéré comme tel, même si, expérimentalement, nous ne pouvons pas vérifier si cette transition est complète.

Cette définition des états entraîne alors la définition d'un échantillon critique : l'échantillon — éventuellement réel — dont le TCR est nul, qui n'est alors « ni supraconducteur ni isolant ».

Certains auteurs [Dubi *et al.*, 2010] ont fait remarquer que cette analyse dépendait de la température minimale accessible à une expérience donnée. De fait, aucun argument simple ne permet de dire qu'un échantillon considéré comme isolant ne présentera par la supraconductivité à plus basse température. Remarquons que le problème est le même pour les TSI en fonction d'autres paramètres tels que le champ magnétique où le critère du TCR est appliqué. L'argument poussé à l'extrême revient à nier l'existence d'un état isolant.

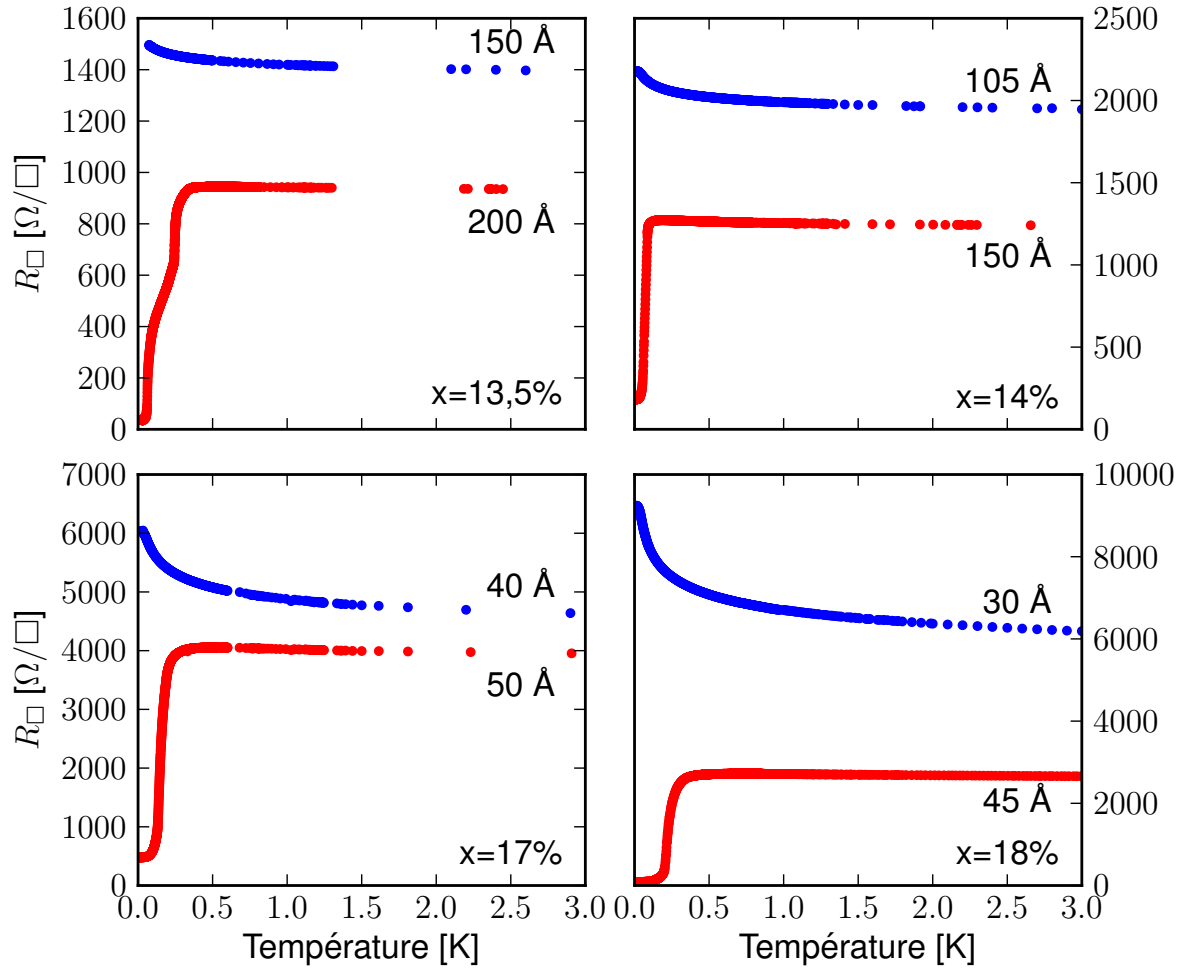
Ce que nous pouvons avancer concernant nos expériences sur ce point est l'argument suivant : la température limite, 7 mK, dans nos expériences est très inférieure à la largeur typique des transitions supraconductrices qui évolue peu lorsque  $T_c \rightarrow 0$ . N'observer aucun prémisses d'une transition à 7 mK laisse peu vraisemblable la possibilité d'une transition à plus basse température.

Il existe donc bien, selon nous, une épaisseur critique qui sépare clairement deux natures d'échantillons. Néanmoins, une analyse approfondie des  $R(T)$  devrait permettre de dégager des critères plus quantitatifs que le seul TCR, en particulier en analysant les effets combinés de la localisation et de la paraconductivité (voir Appendice A).

## 4.6.2 Encadrement de l'épaisseur critique

Si nous considérons la TSI où l'épaisseur est le paramètre de la transition, nous pouvons définir une épaisseur critique  $d_c$  qui correspond à la séparation entre le dernier échantillon supraconducteur et le premier échantillon isolant, tels que définis par leur TCR.

Nous avons donc appliqué ce critère pour les séries de composition constante  $x = 13,5\%, 14\%, 15\%, 17\%$  et  $18\%$ . L'évolution obtenue de  $d_c$  avec la composition pour un même alliage est un des résultats importants de cette thèse puisque, à notre connaissance, aucune étude comparable de l'influence de la composition n'a été jusqu'à présent menée en lien avec la TSI.



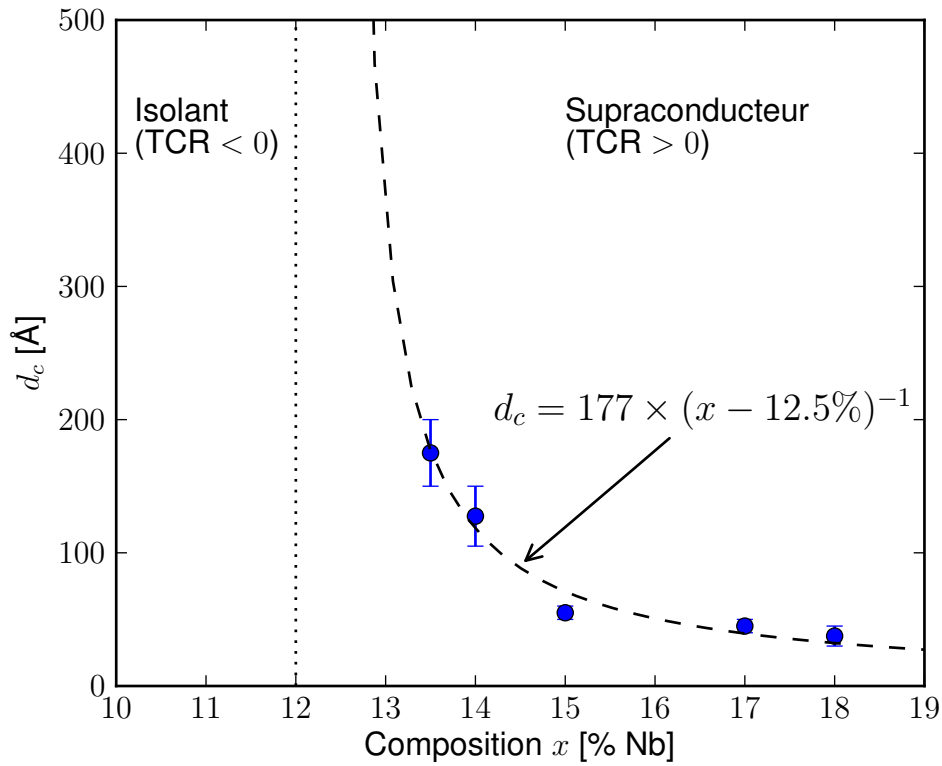
**FIGURE 4.17** – Si nous considérons le dernier échantillon supraconducteur et le premier isolant, nous obtenons un encadrement de la valeur de l'épaisseur critique où la TSI se produit.

Pour chaque composition, nous établissons un encadrement de l'épaisseur critique  $d_c$  à partir de l'épaisseur du dernier échantillon supraconducteur et celle du premier échantillon isolant. Ces encadrements sont représentés en Figure 4.17. À l'exception du système à  $x = 15\%$  où l'échantillon d'épaisseur  $50 \text{ \AA}$  est à la fois isolant pour la partie droite et supraconducteur pour la partie gauche du trapèze. Cette différence d'état s'explique par la petite différence de concentration entre les deux parties du trapèze : la partie gauche est légèrement plus concentrée en niobium que la droite. Nous avons estimé au sous-section 3.1.4 paragraphe b) que  $x_D/x_G = 98,5\%$ . Dans ce cas,  $d_c$  pour  $x = 15\%$  est obtenue directement, aux incertitudes expérimentales près sur la composition.

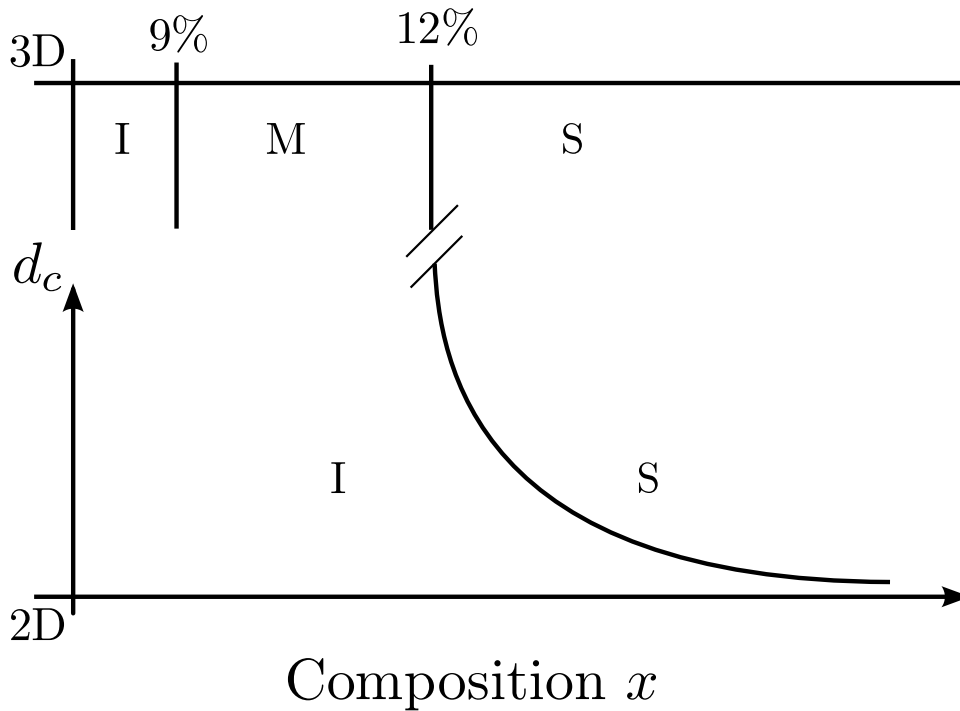
Les encadrements de  $d_c$  pour chaque composition sont compilés sur la Figure 4.18. Nous proposons, tout d'abord, de considérer  $d_c$  comme la valeur médiane de cet encadrement. Nous verrons par la suite une autre méthode pour évaluer  $d_c$ . Ceux-ci nous donnent l'évolution de la TSI en fonction de la composition.

L'épaisseur critique des échantillons diverge lors de l'abaissement de la composition. Avec un ajustement en loi de puissance  $d_c(x) \propto (x - x_c)^{-\alpha}$ , nous obtenons  $12,5\% \leq x_c \leq$





**FIGURE 4.18** – Évolution de l'épaisseur critique en fonction de la composition des films.  $d_c$  diverge à l'approche de la composition critique ( $x \approx 12\%$  pour le système épais, obtenu à  $x = 12,5\%$  avec un fit en loi de puissance des résultats sur les films minces).



**FIGURE 4.19** – Comportement attendu de la TSI 2D au passage à 3D.

12,6% et  $0,96 \leq \alpha \leq 1$ . Nous nous attendons effectivement à ce comportement, puisque pour des compositions inférieures à  $x_c$ , dans la phase isolante de la TSI, même un échantillon épais ne peut pas être supraconducteur. Cette valeur de  $x_c = 12,5\%$  est confirmée plus tard par l'évolution des  $T_c$  avec l'épaisseur (sous-section 4.6.4). Nous n'avons cependant pas d'explication quantitative concernant l'expression simple en loi de puissance qui a été observée.

Nous pouvons simplement avancer une hypothèse qualitative : lorsque la composition en Nb  $x$  augmente, la  $T_c$  du composé augmente, ce qui, en retour, induit une plus petite longueur de cohérence supraconductrice  $\xi = \sqrt{\frac{\hbar v_F}{k_B T_c}} l$ . Ainsi, à forte composition, le système est-il 2D à des épaisseurs plus faibles et est-il donc plus sensible aux fluctuations du paramètre d'ordre supraconducteur.

On notera les valeurs importantes de  $d_c$  que nous avons pu obtenir en réduisant la composition :  $d_c > 100 \text{ \AA}$ . Cette gamme d'épaisseur critique n'a pas été observée dans les autres composés étudiés (voir chapitre 2) et est due à la spécificité du  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  où la « force » de la supraconductivité peut être ajustée par le biais de la composition.

#### 4.6.2.1 Lien avec le diagramme de phase 3D

Ces valeurs correspondent à une analyse 2D de la TSI. Cette approche est donc limitée aux faibles épaisseurs. Pour des valeurs toujours croissantes de  $d_c$  quand  $x \rightarrow 12,5\%$ , nous nous attendons à un passage 2D à 3D de la transition et donc à retrouver la composition critique de la Transition Supraconducteur–Métal à 3D. La composition critique 2D  $x = 12,5\%$  est effectivement très proche de celle qui a été précédemment mesurée à 3D  $x = 12\%$  : la différence relative est de 4%. L'évolution de  $d_c$  avec  $x$  nous permet donc d'établir une première ébauche du diagramme de phase du  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , schématisée en Figure 4.19.

### 4.6.3 Analyse des résistivités

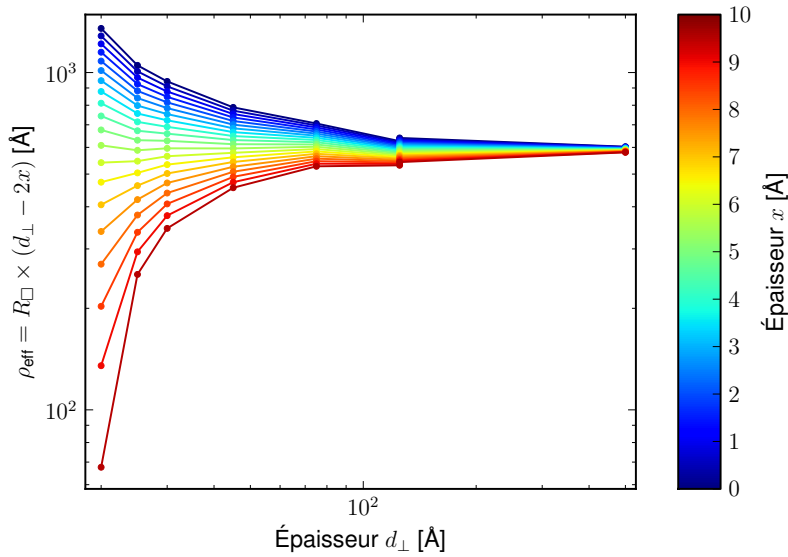
Comme nous l'avons mentionné en sous-section 4.4.1, la résistivité des échantillons épais est constante, témoin de la qualité et de la bonne reproductibilité des évaporations.

Cependant, pour les épaisseurs inférieures à  $\approx 100 \text{ \AA}$ , la résistivité des échantillons n'est plus constante et augmente sensiblement au fur et à mesure que l'épaisseur est réduite (Figure 4.22). Nous avons tenté de trouver une explication à ces observations :

1. Tout d'abord nous devons exclure le rôle des surfaces car nous avons  $d_{\perp} \gg l$  et en aucun cas la loi de Fuchs ([Sondheimer, 1952; Hoffmann *et al.*, 1985], approximation de Sondheimer (Équation 4.8) par exemple ne peut expliquer cette évolution de  $\rho$ .

$$\frac{\rho}{\rho_{\infty}} = 1 + \frac{3}{8}(1-p)\frac{l}{d_{\perp}} \quad (4.8)$$

où  $l_{\infty}$  est le libre parcours moyen dans le volume et  $p$  le paramètre de réflexion spéculaire et  $\rho_{\infty}$  est la résistivité d'un échantillon « infiniment » épais.



**FIGURE 4.20** – Correction à la conductivité pour des films dont l'épaisseur effective  $d_{\text{eff}} = d_{\perp} - 2x$ ,  $x$  l'épaisseur de couche non conductrice.

2. Bien que l'accroissement de  $\rho$  apparaisse toujours en dessous de la même épaisseur de  $\approx 100 \text{ \AA}$ , nous excluons les effets de structures des échantillons. En effet, les différentes techniques de caractérisation de la morphologie des films (MEB, AFM, TEM) nous permettent, *a priori*, d'exclure une structure granulaire de nos films, de taille supérieure à  $20 \text{ \AA}$ .
3. L'effet de la localisation. Cet effet existe sûrement à basse température, mais il ne devrait pas permettre d'expliquer  $\rho_{\text{ambiante}}$ . En effet  $L_{\text{th}}^{\text{amb}} = 12 \text{ \AA} \ll d_{\perp} = 100 \text{ \AA}$
4. L'existence près des surfaces d'une conductivité altérée sur quelques couches atomiques. La Figure 4.20 montre la résistivité à l'ambiante corrigée par l'hypothèse d'une épaisseur  $x$  non conductrice sur les deux faces. Une valeur de  $x = 5 \text{ \AA}$  conduirait à une valeur constante de  $\rho$  pour le reste du film. On pourrait dans ce cas supposer que l'essentiel du film a les propriétés électroniques du matériau massif et qu'on a seulement une petite incertitude sur l'épaisseur effective du film.

#### 4.6.4 Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de l'épaisseur

Comme nous l'avons montré en sous-section 4.1.2, la température critique des échantillons décroît avec l'épaisseur  $d_{\perp}$ .

La Figure 4.21 montre l'évolution de la température de transition avec l'inverse de l'épaisseur  $d_{\perp}$ . Cette figure synthétise les  $T_c$  obtenues pour tous les échantillons non-recuits ou recuits à seulement  $70^\circ\text{C}$ .

Nous constatons qu'il existe une corrélation linéaire entre  $T_c$  et  $1/d_{\perp}$ . Une analyse plus approfondie de cette dépendance en  $1/d_{\perp}$  est proposée en Appendice B. La régression linéaire est indiquée pour chaque série en composition sur la Figure 4.21. L'étude plus

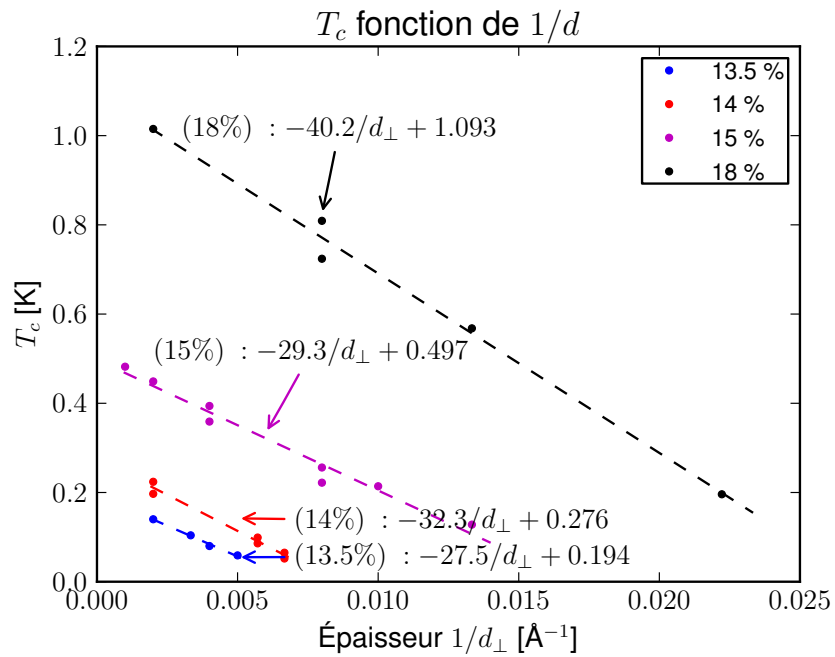


FIGURE 4.21 –  $T_c$  fonction de l'inverse de l'épaisseur. Les résultats des régressions linéaires sont donnés dans la figure.

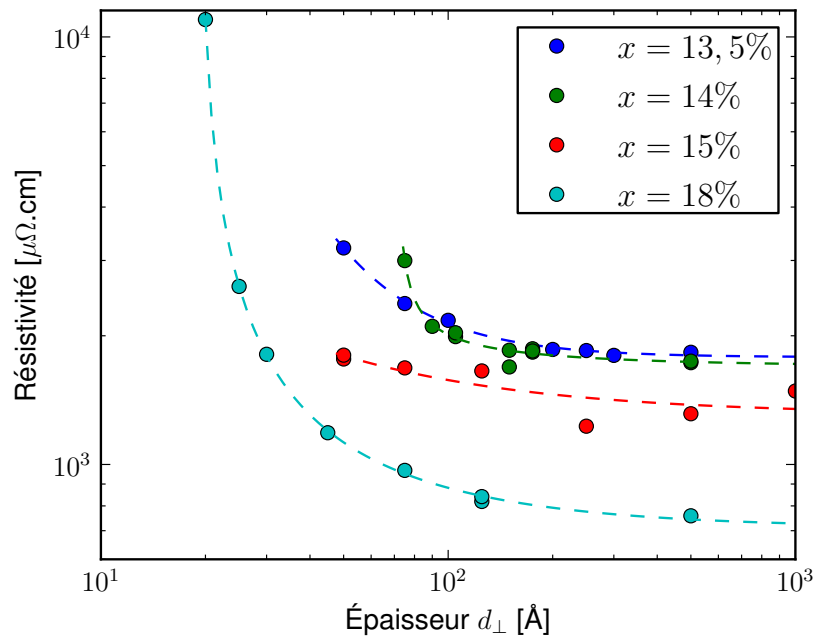


FIGURE 4.22 – Mesures de résistivités au point de référence  $T = 4,2$  K.

approfondie de  $T_c = f(1/d_\perp)$  est effectuée en Appendice B, en rapport avec les modèles de Simonin [1986]; Dubi *et al.* [2010].

À partir de ces courbes, nous pouvons extrapoler la valeur de  $T_c$  pour  $1/d_\perp \rightarrow 0$ , pour chaque composition : cette valeur correspond à la  $T_c$  d'un échantillon d'épaisseur infinie, l'échantillon *bulk*. Ces  $T_{c,\text{bulk}}$  évoluent à leur tour linéairement avec la composition selon :

$$T_{c,\text{bulk}} = 0,201 \times (x - 12,56\%) \quad (4.9)$$

D'une part, nous retrouvons la composition critique de  $x_c = 12,6\%$  très proche de la composition critique obtenue par la méthode d'encadrement de l'épaisseur critique  $x_c = 12,5\%$ . D'autre part, les précédentes mesures effectuées sur des échantillons épais ( $d_\perp \gtrsim 1000 \text{ \AA}$ ) [Juillard, 1996] sont cohérentes avec les données obtenues par extrapolation à partir des films minces (Figure 4.23). Ces échantillons épais donnent une composition critique de  $x_c = 12,7\%$ , tout à fait compatible avec la précédente. Les légères différences observées sont compatibles avec le fait que les échantillons dits « épais » ( $d = 1000 \text{ \AA}$ ) n'ont pas encore exactement la  $T_c$  du matériau massif.

À partir de l'évolution de  $T_c$  par rapport à  $1/d_\perp$ , nous pouvons aussi déterminer une épaisseur critique définie par  $T_c(d_c) = 0$ . Cette détermination est plus précise que l'encadrement que nous avons précédemment développé (sous-section 4.6.1) et nous réactualisons la Figure 4.18 avec ces valeurs en Figure 4.24. Avec ces valeurs, nous obtenons une dépendance de  $d_c \propto (x - 11,9 \pm 0,1)^{-1,1 \pm 0,1}$  conforme à l'évolution obtenue avec la méthode des encadrements. Notons, toutefois, que la valeur de  $d_c(x = 13,5\%) = 142 \text{ \AA}$  ainsi obtenue est inférieure à l'épaisseur du premier échantillon isolant ( $d_\perp = 150 \text{ \AA}$ ).

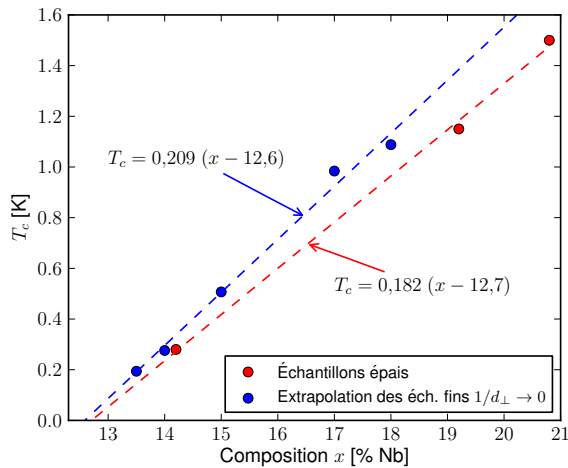
## 4.7 Évolution avec la composition $x$

Nous l'avons dit en sous-section 4.1.1, la variation de composition  $x$ , à épaisseur fixée, entraîne une transition Supraconducteur–Isolant. Nous allons, dans ce paragraphe, présenter les résultats expérimentaux sous cet angle.

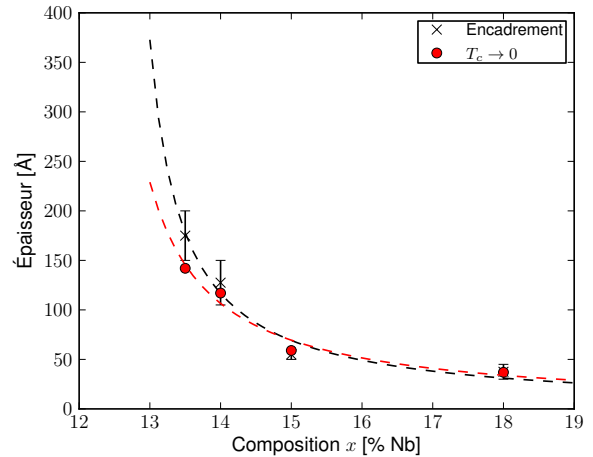
Nos résultats permettent d'avoir quatre séries d'épaisseur fixée ( $d_\perp = 75, 125, 250$  et  $500 \text{ \AA}$ ) et de composition variable dont les caractéristiques  $R(T)$  à la température de recuit de  $70^\circ\text{C}$  sont rappelées Figure 4.25.

### 4.7.1 Analyse des conductivités à l'état normal

Comme mentionné en sous-section 4.1.1, la conductivité à  $4,2 \text{ K}$  des échantillons épais évolue linéairement avec la composition (Figure 4.12). C'est ce que l'on attend pour des échantillons proches de la TMI :  $\sigma(x) \propto \frac{e^2}{h} |x - x_c|^\nu$  avec  $\nu \approx 1$  [Lee *et al.*, 2000]. La composition critique  $x_{c,\text{TMI}}$  où  $\sigma \rightarrow 0$  correspond à la Transition Métal–Isolant s'établit à  $9,2\%$ , en bon accord avec les mesures précédemment effectuées dans l'équipe.



**FIGURE 4.23** –  $T_c$  obtenues pour  $1/d_{\perp} \rightarrow 0$  d'après les régressions linéaires de  $T_c = f(1/d_{\perp})$  (en bleu) et mesures effectuées sur des échantillons épais ( $d_{\perp} \gtrsim 1000 \text{ \AA}$ ) en rouge. L'évolution de  $T_c(1/d_{\perp} \rightarrow 0) = f(x)$  donne une composition critique où  $T_c = 0$  à  $x_c = 12,6\%$  qui est comparable aux mesures sur les échantillons épais avec  $x_{c,\text{épais}} = 12,7\%$ .



**FIGURE 4.24** – Réactualisation de la Figure 4.18 avec les épaisseurs critiques déterminées par l'évolution de  $T_c$ . Les croix et barres d'erreur noires sont les valeurs résultant de l'encadrement défini en sous-section 4.6.1. Les points rouges sont obtenus des données de  $T_c = f(1/d_{\perp})$  pour  $T_c = 0$ . Ces données sont alors ajustées selon la loi de puissance  $d_c \propto (x - x_c)^{-\alpha}$ .

#### 4.7.2 Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de la composition à épaisseur fixée

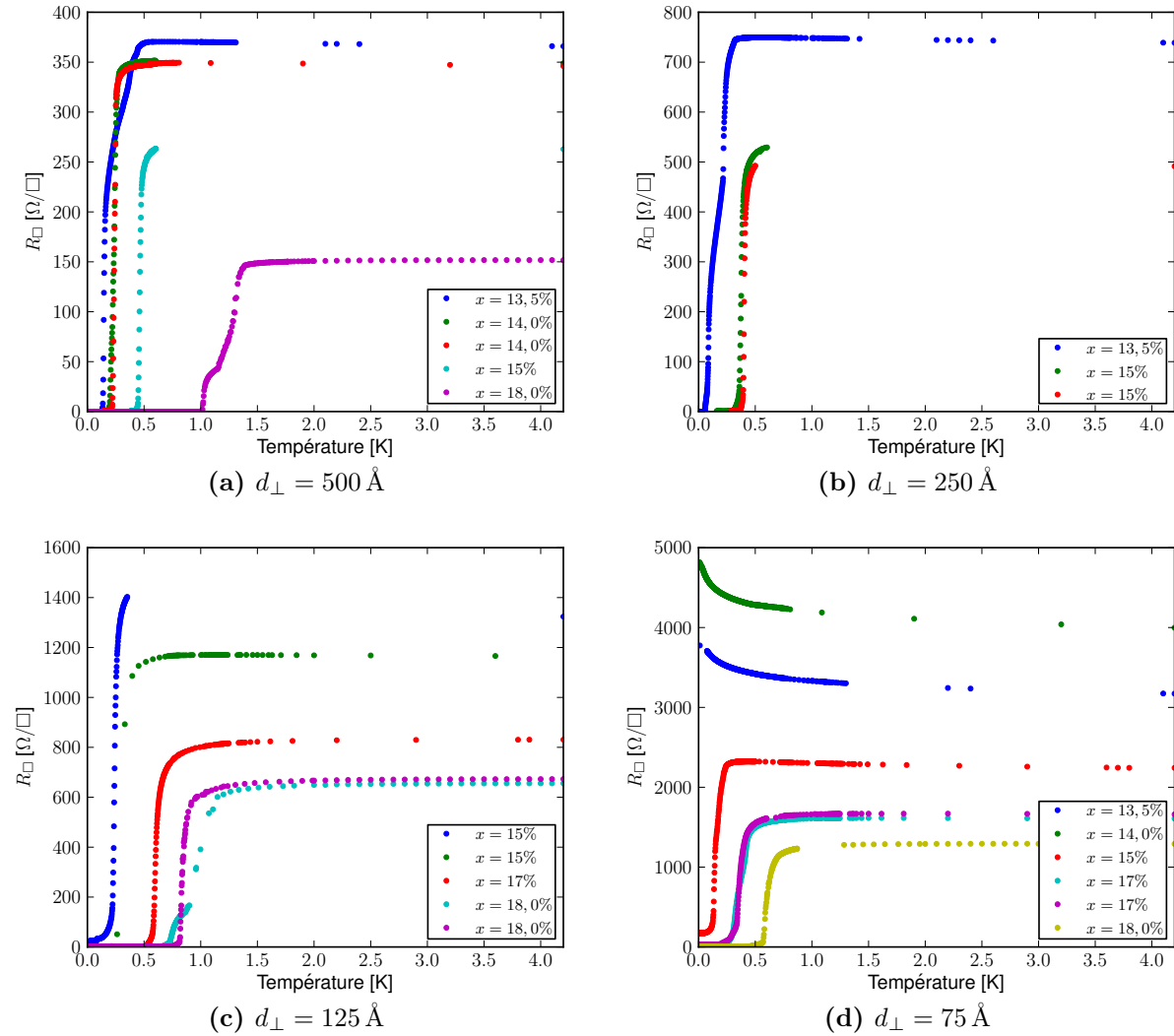
La Figure 4.26 présente l'évolution des  $T_c$  en fonction de la composition des échantillons, par série en épaisseur. Ces résultats appellent les remarques suivantes :

- $T_c(x)$  reste une fonction linéaire à toutes les épaisseurs explorées.
- Cependant, la pente de  $T_c(x)$  semble diminuer avec l'épaisseur. Cette tendance est compatible avec le fait attendu qu'au dessous d'une certaine épaisseur, il n'existera aucune concentration accessible capable de rétablir la supraconductivité.

### 4.8 Évolution avec la température de recuit $\theta_{\text{rec}}$

Nous l'avons évoqué en sous-section 4.1.3, le recuit provoque, pour nos échantillons, une modification de leur comportement à basse température. Nous en avons montré deux exemples typiques l'un d'un comportement supraconducteur, l'autre d'un état isolant, respectivement figures 4.5 et 4.4.

Cependant, nous n'avons pas pu observer comme nous l'espérons de TSI induite par le recuit. Nous pensons que cette observation est possible en partant d'un échantillon de très basse  $T_c$  que nous n'avons pas eu dans l'ensemble que nous avons étudié.


 FIGURE 4.25 – Comportement  $R(T)$  par série de composition à épaisseur fixée.

### 4.8.1 Analyses des conductivités

Pour le  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , l'effet du recuit est de diminuer la conductivité des échantillons, qu'ils soient supraconducteurs ou isolants. La Figure 4.27 présente cette évolution.

Pour la majorité des échantillons nous observons une dépendance linéaire de  $\sigma$  avec  $\theta_{\text{rec}}$ . Une température de recuit, en soi, n'est pas un paramètre physique comme l'épaisseur ou la composition. En revanche  $\sigma$  en est un. La linéarité entre  $\sigma$  et  $\theta_{\text{rec}}$ , dans la plage de  $\theta_{\text{rec}}$  étudiée, nous a permis de garder  $\theta_{\text{rec}}$  comme un paramètre pertinent (équivalent à  $\sigma$ ) pour la présentation des résultats.

Il faut noter que pour les films très minces ( $d_{\perp} < 45 \text{ \AA}$ ), le comportement de  $\sigma = f(\theta_{\text{rec}})$  s'écarte sensiblement de cette linéarité à haute température de recuit. La dépendance est même inversée pour le  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 20 \text{ \AA}$ . Nous n'avons pas d'explication probante de cet effet sans doute lié aux particularités du recuit dans ses effets microscopiques à faible épaisseur. Nous n'avons pas exploité les données lorsqu'elles s'écartaient de la linéarité de

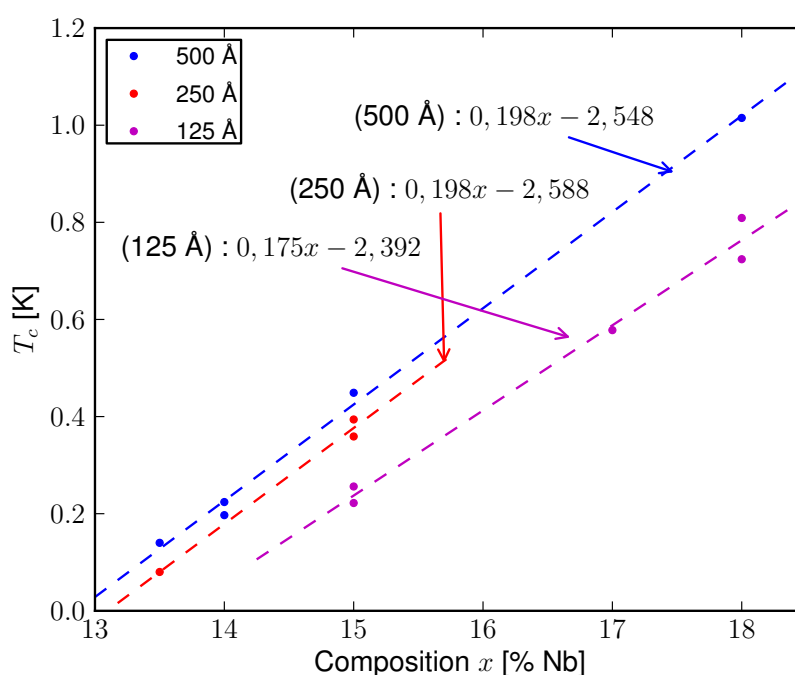


FIGURE 4.26 –  $T_c$  fonction de la composition pour différentes épaisseurs.

$$\sigma = f(\theta_{\text{rec}}).$$

#### 4.8.2 Évolution de la température de transition $T_c$ en fonction de la température de recuit

Parallèlement à la réduction de la conductivité par le recuit, nous observons une baisse des températures critiques. Cette évolution est donnée Figure 4.28.

#### 4.8.3 Transition Supraconducteur – « Métal »

Même si nous n'avons pas observé de transition Supraconducteur–Isolant induite par le recuit, celui-ci est néanmoins un paramètre qui permet d'abaisser puis de détruire la supraconductivité. En effet, comme le montre la Figure 4.29 pour l'échantillon 300 Å à  $x = 13,5\%$ , au-delà d'une température de recuit de 130 °C, le film présente toujours un  $\text{TCR} > 0$  mais a une résistance résiduelle à très basse température. La valeur de cette résistance résiduelle augmente avec le recuit.

Cet effet, tout à fait remarquable, et qui peut difficilement s'expliquer par une puissance parasite chauffant les électrons, plaide en faveur de l'existence d'un état métallique intermédiaire, sur lequel nous reviendrons au chapitre 7.



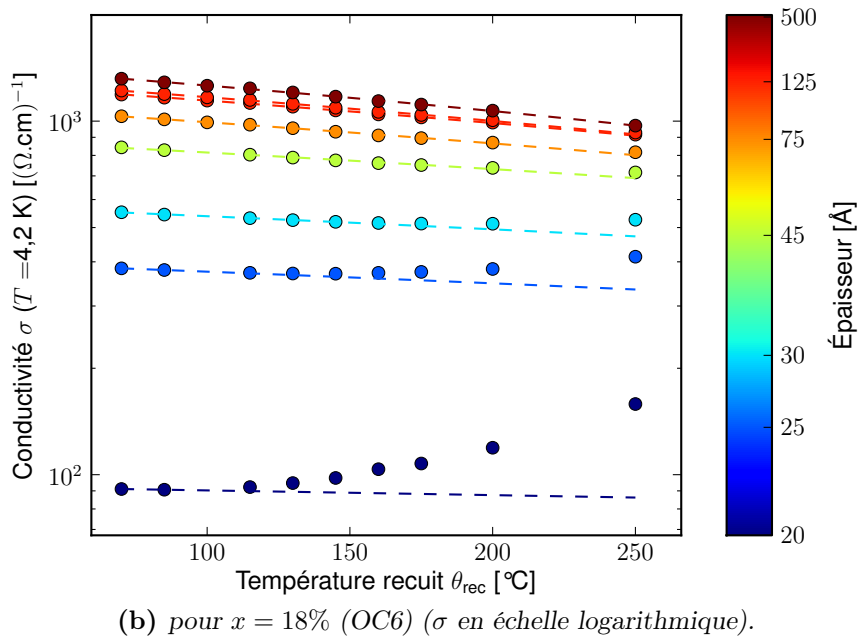
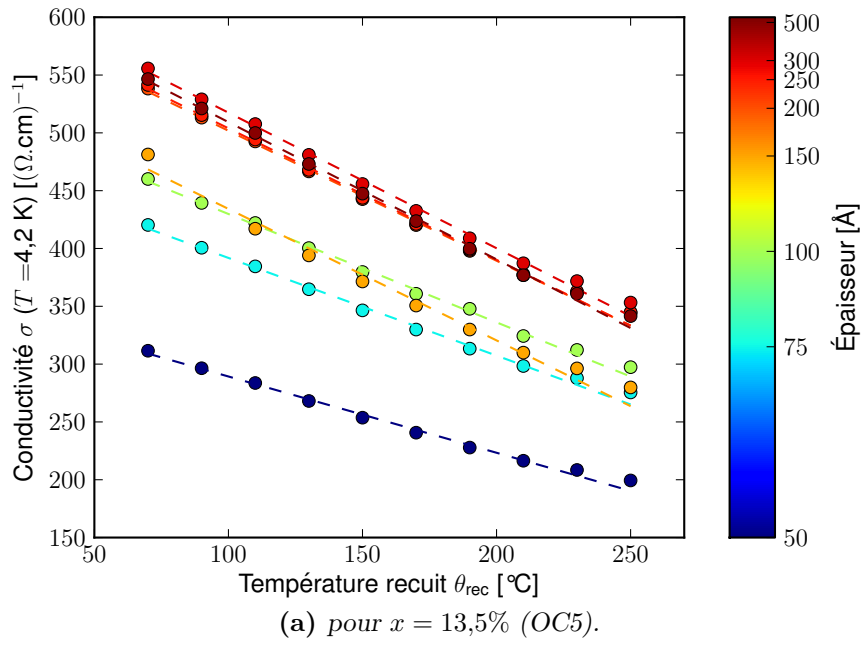
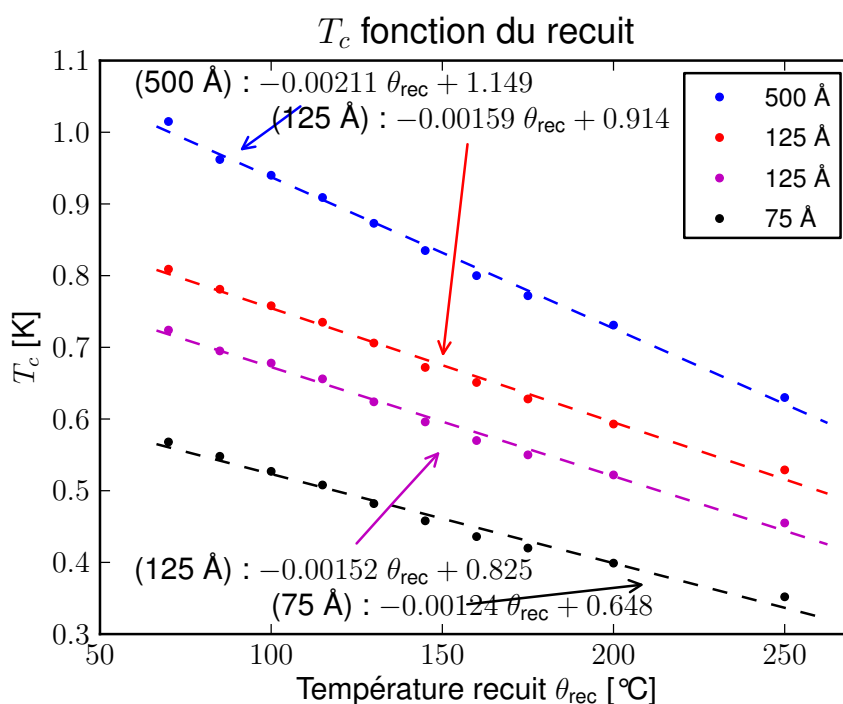
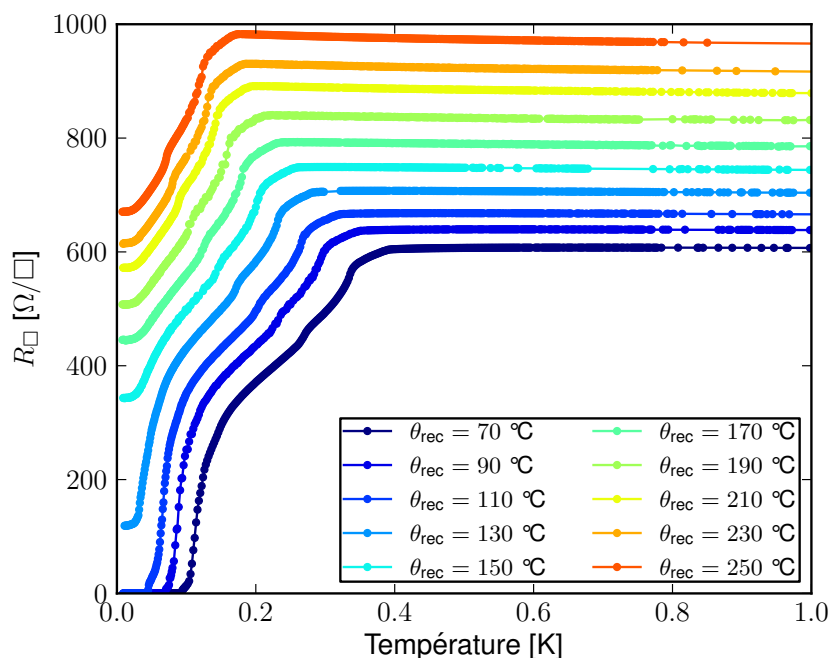


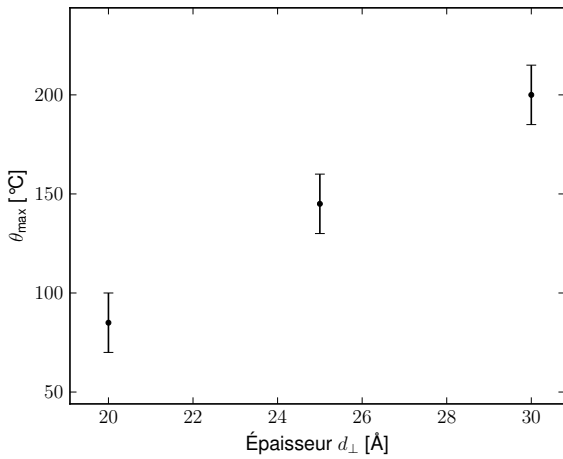
FIGURE 4.27 – Conductivité des échantillons en fonction du recuit.



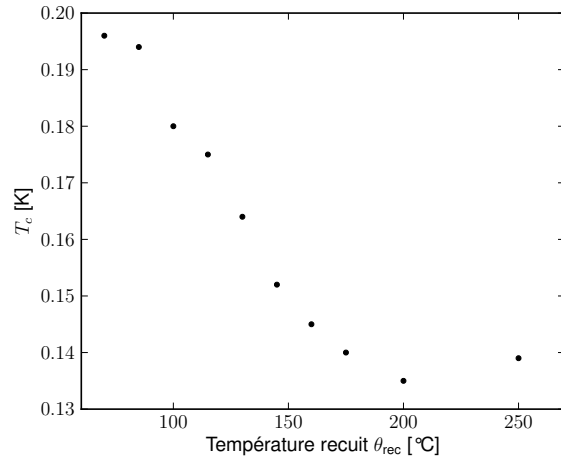
**FIGURE 4.28** – Évolution des  $T_c$  en fonction du recuit. Les courbes en pointillées correspondent aux régressions linéaires, dont les valeurs sont indiquées dans la figure.



**FIGURE 4.29** – Le recuit abaisse la  $T_c$  des films supraconducteurs et quand cette  $T_c$  est faible, les échantillons montrent une saturation à très basse température. Échantillon de  $x = 13,5\%$ ,  $d_{\perp} = 300 \text{ \AA}$ . Pour une analyse de la forme anormale des transitions, voir la discussion du sous-section 4.4.3.



**FIGURE 4.30** – La résistance carrée mesurée à 4,2K des films les plus minces ( $d_{\perp} = 20, 25, 30 \text{ \AA}$ ,  $x = 18\%$ ) montrent un comportement non monotone avec le recuit. Plus le film est mince, plus le maximum de résistance apparaît pour une température de recuit basse.



**FIGURE 4.31** – Pour des recuits supérieurs à  $200^{\circ}\text{C}$ , la  $T_c$  du  $x = 18\%$  (OC6),  $d_{\perp} = 45 \text{ \AA}$  augmente.

#### 4.8.4 Irrégularités dans l’effet du recuit sur la supraconductivité

Comme nous le voyons Figure 4.27 et l’avons déjà discuté, la résistance des films les plus minces n’évolue pas de façon monotone avec la température de recuit : au-delà d’une certaine température de recuit, la conductivité augmente. Plus l’échantillon est fin, plus le minimum de conductivité apparaît à des températures de recuit basses (Figure 4.30).

Cet effet ne dépend pas de la température de mesure. Il est même observable avec les mesures à température ambiante. Cependant, la dynamique des résistances prises à plus basse température (10 ou 4 K) est plus grande et nous utilisons ces températures comme mesures de référence.

Dans le cas de l’échantillon  $45 \text{ \AA}$ ,  $x = 18\%$ , on observe une ré-augmentation de  $T_c$  au-delà d’une température de recuit de  $200^{\circ}\text{C}$  (Figure 4.31) sans anomalie sur la dépendance de la résistivité avec le recuit (Figure 4.27) L’origine de ces irrégularités n’est, pour l’instant, pas comprise. Nous avançons l’hypothèse d’un changement de structure morphologique des films. En effet, les mesures de recuit effectuées en TEM montrent une croissance de cristallites à partir de  $500^{\circ}\text{C}$ , mais la résolution ne permet pas d’exclure une formation de cristaux de moins de  $2 \text{ nm}$  à des températures inférieures. Nous ne pouvons donc pas exclure un changement de structure pour ces plus faibles épaisseurs. Il semblerait alors que la  $T_c$  soit le premier paramètre affecté par cet éventuel changement de structure. Ceci reste cependant une hypothèse qu’il faudrait confirmer. Nous excluons donc ces données des analyses ultérieures.

## 4.9 Interprétation des effets du recuit

Comme décrit au sous-sous-section 3.1.4.3, nous avons soigneusement contrôlé la morphologie des couches de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  avant et après recuit. Nous pouvons affirmer que le système reste amorphe homogène. D'autres expérimentateurs ont fait les mêmes observations pour des recuits jusqu'à  $270^\circ\text{C}$  [Nava *et al.*, 1986].

Nous donnons des recuits dans  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  préparé à la température ambiante la même interprétation que Lesueur [1983] pour les recuits du système amorphe déposé à 10 K,  $\text{Al}_{50}\text{Ge}_{50}$  qui montre exactement les mêmes effets (augmentation de la résistivité et baisse de  $T_c$ ).

Béal et Friedel [1964] ont montré que dans un alliage binaire, les premiers mouvements atomiques (une fraction des distances inter-atomiques) qui relaxent l'énergie modifient les phénomènes d'interférences de la diffusion des électrons par les « paires d'atomes » et s'accompagne toujours d'une augmentation de la résistivité. Il s'agit en quelque sorte d'une prise en compte d'un phénomène d'interférences quantiques très locales (longtemps avant la découverte de la localisation faible).

On sait que la conductance locale est le paramètre moteur de la transition d'Anderson (« bande des 4 », Abrahams *et al.* [1979]). Les recuits, via la diminution de la conductance locale conduisent donc le système à l'échelle macroscopique vers un état plus isolant et corrélativement à un abaissement de  $T_c$ .

Notre hypothèse est donc que les recuits modifient le désordre atomique et jouent donc sur le libre parcours moyen  $l$  dans un sens contre intuitif mais compréhensible.

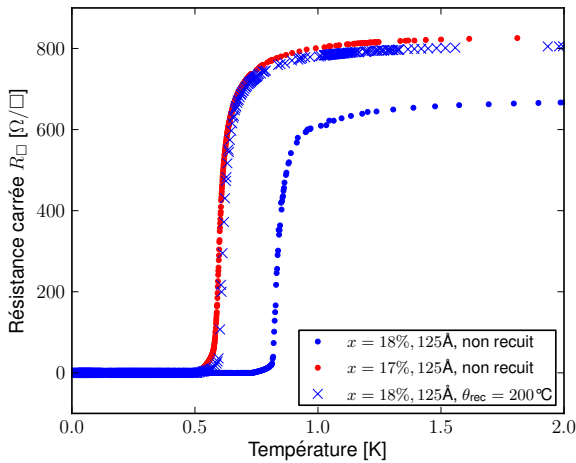
## 4.10 Équivalence entre la composition, l'épaisseur et le recuit

Dans le but de comprendre le(s) moteur(s) de la TSI, nous avons amorcé une réflexion sur l'effet et la signification des trois paramètres expérimentaux que nous avons fait varier. Nous nous sommes donc interrogés sur leur équivalence, ce qui revient à poser la question de l'existence d'un paramètre universel, moteur de la TSI, sur lequel agirait indépendamment les trois paramètres expérimentaux.

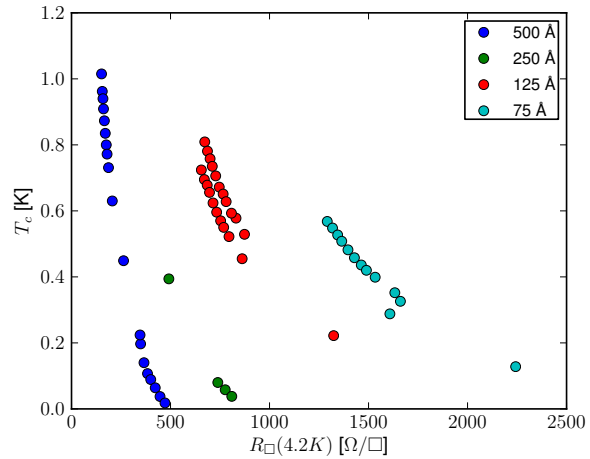
### 4.10.1 Recuit équivalent à la composition

Sur la Figure 4.32, nous avons obtenu un abaissement de  $T_c$  identique soit par la diminution de composition, soit par un recuit. L'échantillon de référence est le  $x = 18\%$  (OC6),  $d = 125 \text{ \AA}$  (gauche) non recuit où  $T_c = 809 \text{ mK}$ . L'échantillon  $x = 17\%$ ,  $d = 125 \text{ \AA}$  non recuit a une  $T_c = 578 \text{ mK}$ . Nous pouvons obtenir ce même abaissement de  $T_c$  avec un recuit de  $200^\circ\text{C}$  de l'échantillon  $x = 18\%$ ,  $d = 125 \text{ \AA}$ . Pour l'instant, notons aussi que les  $R_\square$  à l'état normal pour les deux échantillons où la  $T_c$  est diminuée sont proches.

Il est alors important de vérifier s'il existe une correspondance entre les effets de la composition ou de la température du recuit sur le désordre. Pour cela, nous proposons



**FIGURE 4.32** – L’abaissement de  $T_c$  obtenu en diminuant la composition de 18% (OC6) à 17% (CKJ3) pour un 125Å est équivalent à un recuit de 200 °C sur ce même 125Å, 18%.



**FIGURE 4.33** –  $T_c = f(R_□)$  obtenues pour tous les échantillons à épaisseur fixée. Les données, que ce soit par leur composition ou par leur température de recuit s’ordonnent sur les mêmes faisceaux de courbes.

d’étudier l’évolution de  $T_c$  par rapport à  $R_□$  en tant que mesure du désordre, en cumulant tous les échantillons d’épaisseur fixée, quelque soit leur composition et leur température de recuit. Ces données sont présentées en Figure 4.33. À épaisseur fixée, tous les échantillons s’alignent sur la même courbe. Notre interprétation est que la composition ainsi que le recuit agissent sur le même paramètre du « désordre ».

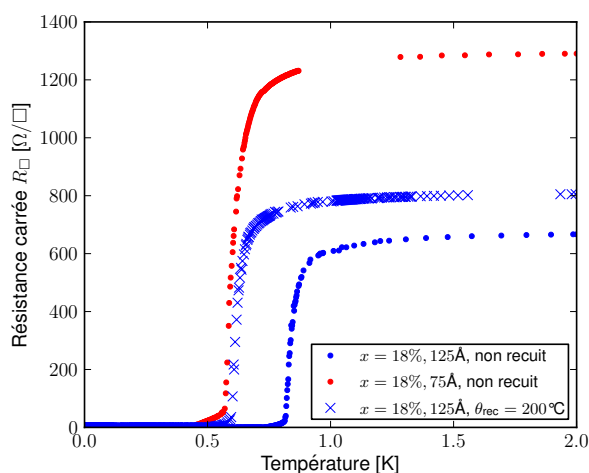
Notre hypothèse est que la variation de composition, et donc le dopage, modifie principalement la densité de porteurs  $n^{ii}$  et donc  $k_F$ . Notre interprétation de l’effet du recuit sur le désordre s’appuie sur celle de Béal et Friedel [1964], où ils montrent que le recuit modifie le désordre local  $g$ . La diminution de la conductance locale revient à diminuer le libre parcours moyen  $l$ . Ainsi, ces deux paramètres (composition et recuit) modifient indépendamment chacun des termes du facteur  $k_F l$  et donc influent de manière comparable sur le désordre.

#### 4.10.2 Recuit équivalent à l’abaissement d’épaisseur ?

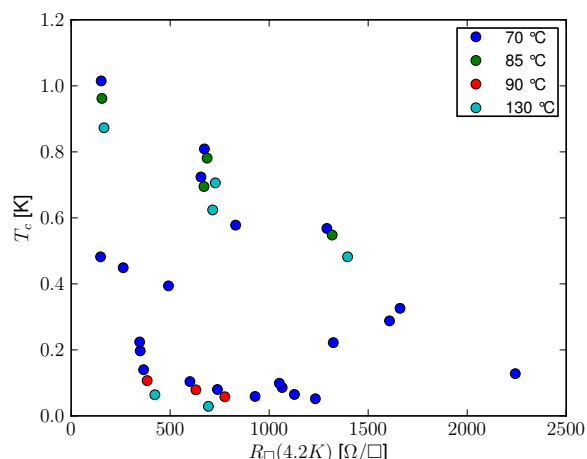
La même démarche peut être appliquée pour comparer l’effet de l’épaisseur à l’effet du recuit (voir la Figure 4.34). À partir du même échantillon de référence ( $x = 18\%$ ,  $d = 125 \text{ Å}$ , non recuit), l’abaissement de  $T_c$  obtenu en passant à une épaisseur de 75 Å est comparable à un recuit de 200°C.

Cependant, les  $R_□$  à l’état normal ne coïncident plus. Nous avons alors deux échantillons, qui présentent le même abaissement de  $T_c$  par rapport à l’échantillon de référence ( $x = 18\%$ , 125 Å) dont les  $R_□$  à l’état normal ne correspondent pas.  $R_□$  est une mesure de

ii. Si on considère que la masse effective  $m$  et le temps de libre parcours moyen  $\tau$  sont constant dans un modèle de gaz d’électrons libres.



**FIGURE 4.34** – L’abaissement de  $T_c$  obtenu en diminuant l’épaisseur de 125 Å à 75 Å est équivalent à un recuit de 200°C.



**FIGURE 4.35** –  $T_c = f(R_□)$  obtenues pour tous les échantillons à recuit fixé. À la différence de la Figure 4.33, aucune corrélation n’apparaît en cumulant compositions et épaisseurs.

$k_F l$  et donc du désordre dans le cas 2D ( $R_□ = \frac{4e^2}{h} \frac{1}{k_F l}$ ). Il est clair sur cet exemple qu’il n’y a pas de relation universelle entre  $R_□$  et  $T_c$ .

Notons que dans ce cas particulier, c’est la résistivité qui semble reliée directement à la  $T_c$ . Sur la Figure 4.35, on voit qu’il n’existe pas d’équivalence entre l’effet du désordre induit par la composition et celui découlant d’un effet d’épaisseur. Il semble donc que l’on puisse dissocier l’effet de l’épaisseur des effets de la composition du recuit.

## 4.11 Saturations à très basse température

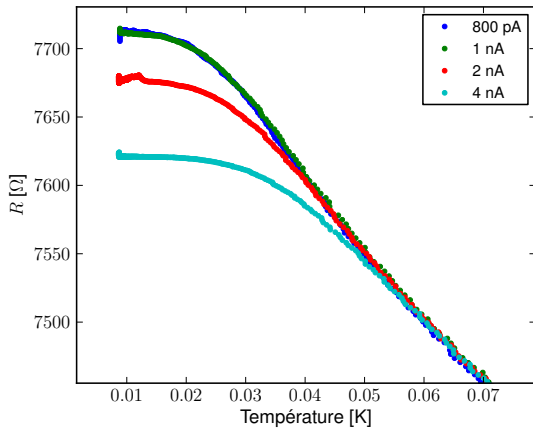
Nous avons introduit précédemment un critère de classement des échantillons 2D en isolants et supraconducteurs. Nous devons cependant nuancer cette classification suivant le TCR. En effet, avec certains films, nous observons une saturation de la résistance mesurée à très basse température :  $T \lesssim 30$  mK. Ces saturations sont observables aussi bien pour des échantillons supraconducteurs ( $\text{TCR} > 0$ ) qu’isolants ( $\text{TCR} < 0$ ).

### 4.11.1 Couplage électron-phonon

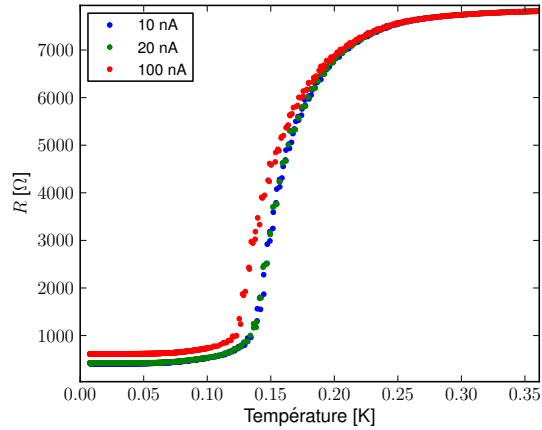
Des études antérieures de l’équipe [Marnieros, 1998] ont montré qu’à très basse température le bain thermique des électrons se découple du bain thermique des phonons. Nous définissons la constante de couplage électron-phonon  $g_{e-ph}$  par la relation :

$$P = g_{e-ph} \Omega (T_e^5 - T_{ph}^5) \quad (4.10)$$

où  $P$  est la puissance échangée,  $\Omega$  le volume de l’échantillon et  $T_e$  et  $T_{ph}$  sont les températures des deux bains d’électrons et de phonons. Dans notre montage, le bain de phonons



**FIGURE 4.36** – Effet du courant de polarisation sur les échantillons (ici,  $x = 13,5\%$ ,  $d_{\perp} = 100 \text{ \AA}$ ,  $\theta_{\text{rec}} = 150^{\circ}\text{C}$ ). Sur toute la gamme de courant  $< 800 \text{ pA}$ , nous obtenons la même saturation à très basse température. Au delà, nous injectons trop de puissance dans le système. Le couplage électron-phonon n'est plus suffisant pour dissiper la puissance injecter vers le bain froid : la résistance mesurée correspond à une température d'électron plus élevée que la température de phonon (thermométrie).



**FIGURE 4.37** – Effet du courant sur la transition des films supraconducteurs. À courant trop important, la puissance injectée surchauffe le bain électronique et retarde la transition.

correspond au point froid du cryostat, c'est-à-dire la boîte à mélange, tandis que nous sondons le bain d'électrons par les mesures de transport [Marnieros *et al.*, 2000].

Ce problème de couplage électron-phonon est préoccupant si la puissance injectée dans le système induit une différence de température trop importante entre l'échantillon et notamment son « bain d'électrons » et le point froid du cryostat qui est couplé à la thermométrie. Dans le cas d'une trop forte puissance, le bain d'électrons sera maintenu à une température plus élevée que la température effectivement mesurée et provoquera une saturation de la résistance. Il a été montré [Marnieros *et al.*, 2000] en effet que les propriétés de transport dans  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  à très basse température ne dépendent que de la température d'électrons.

Parmi les sources envisagée de puissance injectée, nous avons la puissance nécessaire pour la mesure et les puissance parasites.

### 4.11.2 La puissance de mesure

Les films mesurés sont résistifs et dissipent une puissance  $P = V.I = RI^2$ . Nous avons veillé à minimiser la puissance injectée par la mesure : tous les échantillons ont été mesurés à différents courants de polarisation et nous obtenons ces saturations pour toute une gamme de courant (Figure 4.36). Ces saturations correspondent au régime linéaire de  $V(I)$ . La puissance maximale de mesure à partir de laquelle nous chauffons les électrons de manière sensible est de l'ordre de  $10^{-15} \text{ W}$ .

### 4.11.3 Puissances parasites

Hormis la puissance de polarisation, l'environnement des échantillons peut aussi apporter une puissance parasite. Cependant, un grand soin a été apporté à la préparation du cryostat (voir section 3.3) pour limiter ces rayonnements parasites.

Une étude approfondie des effets éventuels d'une puissance parasite dans ce cryostat a été effectuée par Claire Marrache [Marrache-Kikuchi, 2006]. Il en ressort qu'aucune forme de puissance parasite ne peut expliquer les saturations observées dans les conditions variées de forme d'échantillons et d'environnement étudiés.

Les « saturations » observée sur les échantillons supraconducteurs pourraient être dues à un effet de courant critique. Là encore, nous avons soigneusement vérifié que le courant de mesure était hors de cause.

Nous n'avons pas pu étudier le rôle du champ magnétique terrestre, ne disposant pas des blindages ou compensations nécessaires. Cependant, la constance de la résistance résiduelle avec la température n'est pas compatible avec un régime de type *flux flow* qui serait thermiquement activé.

Nous pensons que les expériences de recuit apportent une preuve forte du caractère physique intrinsèque de ces résistances finies lorsque  $T \rightarrow 0$ . En effet, celle-ci apparaissent sur le même échantillon, dans le même environnement de mesure pour une modification modeste de  $R_n$ . Nous verrons au chapitre 7 que par ailleurs ces effets sont susceptibles d'une analyse théorique convaincante.





# Chapitre 5

## Modèle fermionique

### Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéresserons au rôle des interactions coulombiennes dans la TSI, pour un système 2D. Nous confronterons nos données aux théories de Maekawa & Fukuyama et surtout à celle de Finkel'stein. Pour ces deux modèles, le mécanisme général reste le même : l'augmentation du désordre limite la mobilité des électrons ; l'écrantage dynamique des charges est alors moins efficace et les interactions coulombiennes se font « ressentir » plus fortement. Pour un système supraconducteur, cette augmentation des interactions coulombiennes par le désordre se traduit par une diminution de l'attraction effective entre électrons à l'origine de l'appariement des paires de Cooper et conduit donc à une réduction de la température de transition. Cet aspect peut-être négligé à faible désordre ( $k_F l \gg 1$ ) où le théorème d'Anderson s'applique [Anderson, 1958].

Les modèles fermioniques expliquent donc les abaissements de  $T_c$  par un fort désordre et prédisent un désordre critique  $\Delta_c$ , pour lequel  $T_c$  sera nulle, définissant ainsi une Transition Supraconducteur – Isolant à 2D, en postulant qu'il n'y a pas de métal à 2D.

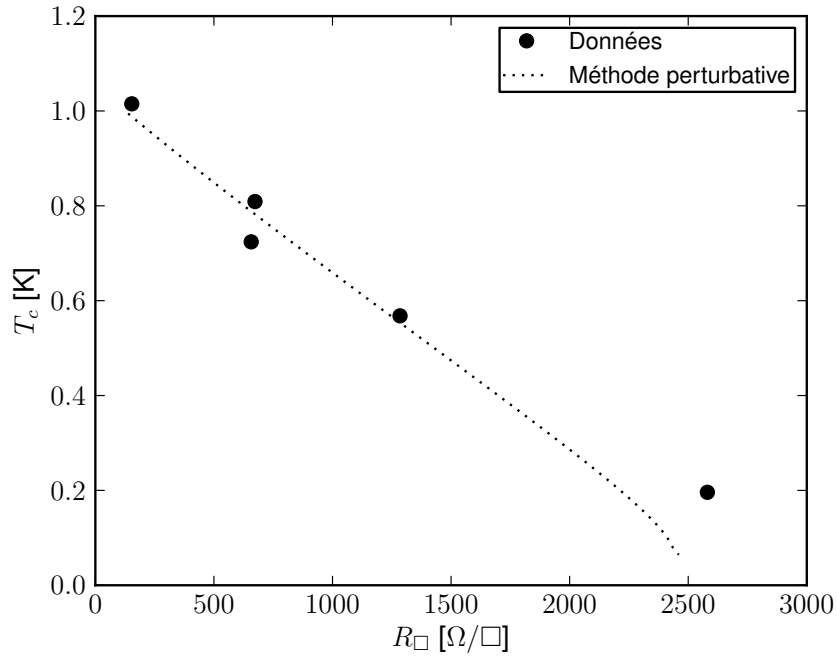
Comme nous l'avons vu précédemment, nous disposons, avec le système  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , de trois paramètres indépendants susceptibles d'augmenter le désordre des échantillons : la composition, l'épaisseur et le recuit.

### 5.1 Présentation générale des modèles fermioniques

Nous allons, dans ce paragraphe, montrer sur un exemple l'analyse qui peut être faite des abaissements de  $T_c$  grâce aux modèles fermioniques. Nous en profiterons par ailleurs pour présenter les paramètres importants de cette analyse.

#### 5.1.1 Approche perturbative – faible désordre

Historiquement, les premiers calculs du rôle des interactions coulombiennes sur l'appariement des paires de Cooper en présence de désordre furent réalisés par Maekawa &



**FIGURE 5.1** – Abaissement de  $T_c$  comparé au modèle basé sur un développement en perturbation (premier ordre en  $(k_F l)^{-1}$ ) de l'effet des interactions coulombiennes sur les paires de Cooper [Maekawa et Fukuyama, 1981a; Smith et al., 1995]. Échantillons  $x = 18\%$  (OC6).

Fukuyama [Maekawa et Fukuyama, 1981a]. Il s'agit d'un calcul en perturbation en  $(k_F l)^{-1}$  qui permet d'expliquer l'abaissement de  $T_c$  pour de faibles désordres ( $k_F l \gg 1$ ).

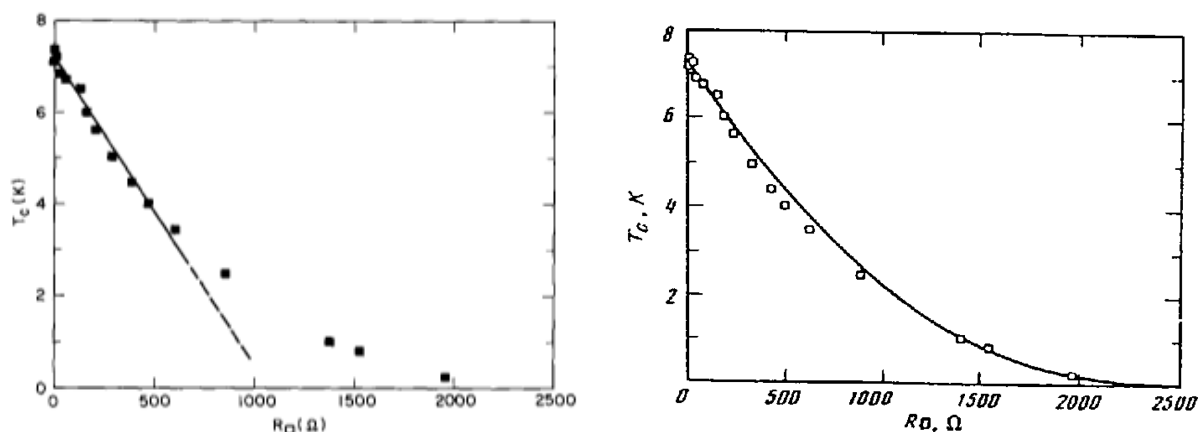
$$\ln\left(\frac{T_c}{T_{c0}}\right) = -\frac{1}{24\pi} \frac{R_{\square,n}}{R_Q} \ln^3\left(\frac{\hbar}{k_B T_c \tau}\right) - \frac{7\zeta(3)}{2\pi^3} \frac{R_{\square,n}}{R_Q} \ln\left(\frac{7\zeta(3)}{2\pi^3} \frac{R_{\square,n}}{R_Q}\right) \quad (5.1)$$

où  $T_{c0}$  est la température de transition champ-moyen,  $\tau$  le temps de libre parcours moyen,  $R_{\square,n}$ , la résistance carrée du film prise à l'état normal,  $R_Q$ , le quantum de résistance et  $\zeta$  est la fonction zeta de Riemann.

Appliqué à l'échantillon  $x = 18\%$ , nous obtenons  $T_{c0} = 1,06$  K et  $\tau = 3,7 \cdot 10^{-14}$  s (Figure 5.1). Ce temps est nettement trop long par rapport à nos estimations du Tableau 4.5.5 ( $\tau \in [10^{-16}, 10^{-15}$  s]).

### 5.1.2 Théorie de Finkel'stein – fort désordre

Plus tard, Finkel'stein [Finkel'stein, 1994], appliquant les méthodes de calcul du groupe de renormalisation, donna une expression de  $T_c$  à tous les ordres en  $(k_F l)^{-1}$  et donc valable jusqu'au désordre critique (sous-sous-section 1.3.2.3) où il y a une transition vers un état isolant. Cette théorie considère des films de désordre homogène, de dimension deux par



(a) En premier ordre en  $(k_F l)^{-1}$  (Maekawa & Fukuyama) (Équation 5.1), d'après Graybeal [1985]. (b) Selon Finkel'stein (Équation 5.2), d'après Finkel'stein [1994].

**FIGURE 5.2** – Interprétation de l'abaissement de  $T_c$  observé dans les films de MoGe selon un traitement perturbatif (Maekawa & Fukuyama) ou par la théorie de Finkel'stein.

rapport à la supraconductivité, i.e.  $\xi \gg d_\perp$ . L'importance du désordre est, dans cette théorie, estimée par la mesure de la résistance carrée (résistivité à 2D) à l'état normal.

$$\frac{T_c}{T_{c0}} = \exp\left(\frac{1}{\gamma}\right) \times \left(\frac{1+X}{1-X}\right)^{1/\sqrt{2r}} \quad (5.2)$$

$$\text{Avec } X = \frac{\sqrt{r/2}}{\gamma - r/4},$$

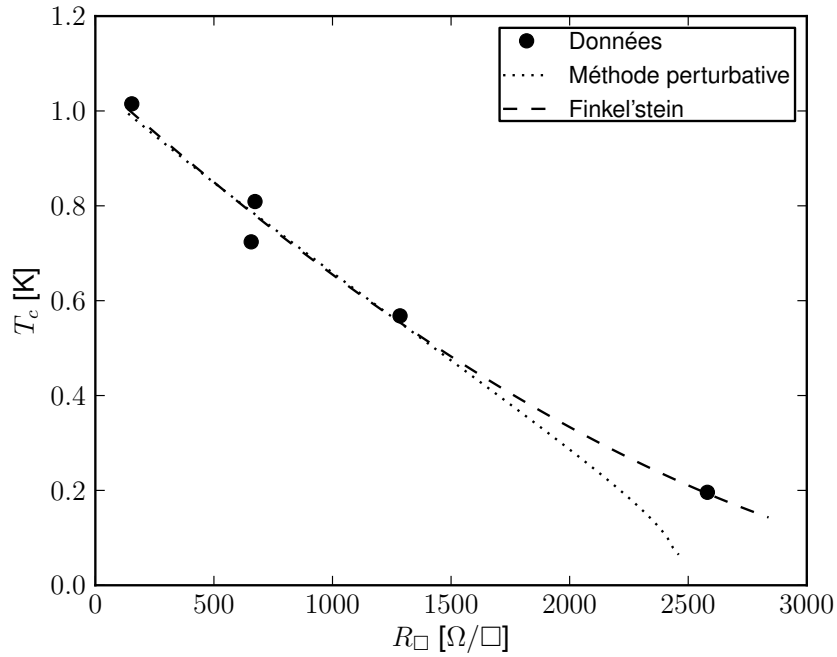
$$r = R_\square e^2 / (2\pi^2 \hbar) \quad \text{la résistance carrée normalisée} \quad (5.3a)$$

$$\gamma = 1 / \ln(k_B T_{c0} \tau / \hbar) \quad (5.3b)$$

$\gamma$  et  $T_{c0}$  sont les paramètres ajustables de cette fonction.  $T_{c0}$  est la température de transition BCS pour le matériau considéré, ou encore la  $T_c$  du matériau épais, non affecté par les effets d'abaissement par l'épaisseur. Présenté qualitativement,  $\gamma$  est le paramètre qui relie l'effet du désordre à l'abaissement de  $T_c$  : plus  $\gamma$  est important, plus l'abaissement de  $T_c$  sera important à  $T_{c0}$  et désordre (mesuré par  $R_\square$ ) donnés.

La Figure 5.2a présente les résultats obtenus par Graybeal [Graybeal, 1985] sur  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$ . La courbe Figure 5.2b correspond à l'ajustement de ces données par Finkel'stein pour valider sa théorie. Il obtient une valeur de  $T_{c0}$  de 7,2K très proche de la valeur mesurée sur les échantillons les plus épais et  $-1/\gamma = 8,2$  qui d'une part est dans la gamme de validité de la théorie ( $5 < -1/\gamma < 10$ ) et qui correspond à un temps de libre parcours moyen  $\tau$  obtenu par l'Équation 5.4, de l'ordre de  $10^{-15}$  s qui est tout à fait acceptable pour le  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$ .

$$\tau = \frac{\hbar}{k_B T_{c0}} \exp(1/\gamma) \quad (5.4)$$



**FIGURE 5.3** – Réduction de la température de transition comparée à la théorie de Finkel'stein (pointillés) pour la série d'échantillon de  $\text{Nb}_{18}\text{Si}_{82}$  (OC6). Les résistances  $R_{\square}$  sont prises à 10 K.

a) **Détermination de  $R_{\square}$**  Dans le modèle de Finkel'stein, la  $R_{\square}$  à l'état normal est prise à une température où les effets de paraconductivité (Appendice A) sont négligeables. Les corrections de la résistance dues à la paraconductivité varient en  $\ln T/T_c$ , elles deviennent négligeables pour  $T \gg T_c$ . Or, la température de transition la plus élevée est, dans notre cas, de 1,02 K (OC6,  $x = 18\%$ , 500 Å). Nous avons donc considéré que, pour tous les échantillons,  $R_{\square}(T = 10 \text{ K})$  constituait une mesure adéquate de la résistance à l'état normal, non affectée par les corrections de type paraconductivité (section 1.4).

b) **Détermination de  $T_c$**  Les  $T_c$  ont été déterminées tel qu'explicité en sous-section 4.4.2.

Nous avons ajusté l'ensemble de nos résultats expérimentaux au moyen de l'Équation 5.2. Nous présentons dans ce paragraphe les résultats correspondant aux échantillons OC6 (série  $x = 18\%$ , épaisseur des échantillons supraconducteurs :  $d_{\perp} = 45, 75, 125$  et 500 Å). Nous verrons en section 5.2 que les échantillons d'autres composition se comportent qualitativement de la même manière.

La Figure 5.3 présente le résultat de l'ajustement des points expérimentaux avec l'Équation 5.2. Celui-ci rend compte des abaissements de  $T_c$  de nos échantillons avec les paramètres :

- $T_{c0} = 1,07 \text{ K}$ , ce qui est acceptable pour ces échantillons et compatible avec notre estimation de  $T_c$  pour des échantillons épais (voir sous-section 4.6.4)
- $-1/\gamma = 6,5$ . Cette valeur de  $-1/\gamma$  est bien dans la gamme (5 à 10) de validité de la théorie de Finkel'stein. L'ajustement est bon et en particulier la théorie rend bien compte de la courbure positive de  $T_c(R_{\square})$  à fort désordre.

Cependant, comme dans le cas perturbatif, la valeur de  $\tau = 1,1 \cdot 10^{-14}$  s est très supérieure à la valeur estimée d'après les données fermiologiques (voir Tableau 4.5.5,  $10^{-16}$  s  $< \tau < 10^{-15}$  s).

Ces résultats corroborent ceux obtenus Figure 5.1 par une analyse avec le modèle plus simple de Maekawa & Fukuyama valable au 1<sup>er</sup> ordre en  $(k_F l)^{-1}$ , comme attendu, puisque cette théorie est la limite de celle de Finkel'stein à faibles valeurs de  $1/k_F l$ .

## 5.2 Étude des abaissements de $T_c$ par la réduction d'épaisseur

Dans son papier original, Finkel'stein considère l'étude de la TSI par la diminution de l'épaisseur. Il propose d'étudier un ensemble d'échantillons dont les propriétés électroniques intrinsèques (densité d'état, interaction électron-phonon, ...) ne sont pas modifiées par le paramètre moteur de la transition. Nous faisons l'hypothèse que la diminution de l'épaisseur n'altère que le désordre des échantillons en conservant notamment la densité d'états et l'interaction électron-phonon.

Nous présentons en Figure 5.4 les résultats du meilleur ajustement de l'Équation 5.2 pour chacune des séries en épaisseurs de nos échantillons à différentes compositions. Nous pouvons constater une bonne corrélation entre les données et les courbes obtenues après ajustement.

$T_{c0}$  correspond à la valeur BCS de la température de transition, avant correction par les interactions coulombiennes et donc non affectée par le désordre. Ici, ce qui crée le désordre, mesuré par  $R_{\square}$ , c'est la diminution de l'épaisseur et  $T_{c0}$  doit correspondre à la  $T_c$  de l'échantillon « infiniment épais », donc la  $T_c$  du bulk. Nous présentons en Figure 5.5b l'estimation de  $T_{c0}$  par les ajustements de l'Équation 5.2, pour les différentes concentrations étudiées. Ces valeurs sont comparées aux  $T_c$  d'échantillons épais mesurés par ailleurs [Juillard, 1996]. Les deux ensembles présentent une évolution très proche. Notamment la concentration critique pour laquelle  $T_c = 0$  est de  $x = 12,4\%$  pour les données obtenues par l'ajustement de l'Équation 5.2 de Finkel'stein et  $x = 12,7\%$  pour les échantillons épais.

Quelque soit la composition, le paramètre  $-1/\gamma$  appartient à l'intervalle  $[5-10]$ , donné par Finkel'stein comme critère d'applicabilité de sa théorie. Avec ces deux paramètres, nous pouvons remonter à la valeur de  $\tau$  qui s'établit à  $\tau = 1,2pm0,5 \cdot 10^{-14}$  s pour l'ensemble des échantillons. Là encore, la théorie décrit qualitativement bien l'ensemble des résultats, mais présente un problème quantitatif pour la valeur de  $\tau$  beaucoup trop élevée.

Si nous comparons  $Nb_xSi_{1-x}$  à MoGe (représenté en  $T_c/T_{c0}$ , Figure 5.6), nous pouvons remarquer que la dépendance de  $T_c/T_{c0}$  avec  $R_{\square}$  de MoGe est très proche de celle de  $Nb_xSi_{1-x}$  ( $x = 13,5\%$ ), ce qui implique que les valeurs de  $\gamma$  sont proches pour ces deux matériaux. Cependant, il existe un facteur 50 sur les valeurs de  $T_{c0}$  à l'origine des fortes valeurs de  $\tau$  trouvées pour le  $Nb_xSi_{1-x}$ .

Pour retrouver des valeurs acceptables de  $\tau$ , il faudrait que la pente initiale de  $T_c/T_{c0}(R_{\square})$  pour le  $Nb_xSi_{1-x}$  soit bien plus forte. En d'autres termes, le  $Nb_xSi_{1-x}$  est moins sensible aux effets d'épaisseurs que MoGe et que ne le prévoit la théorie.

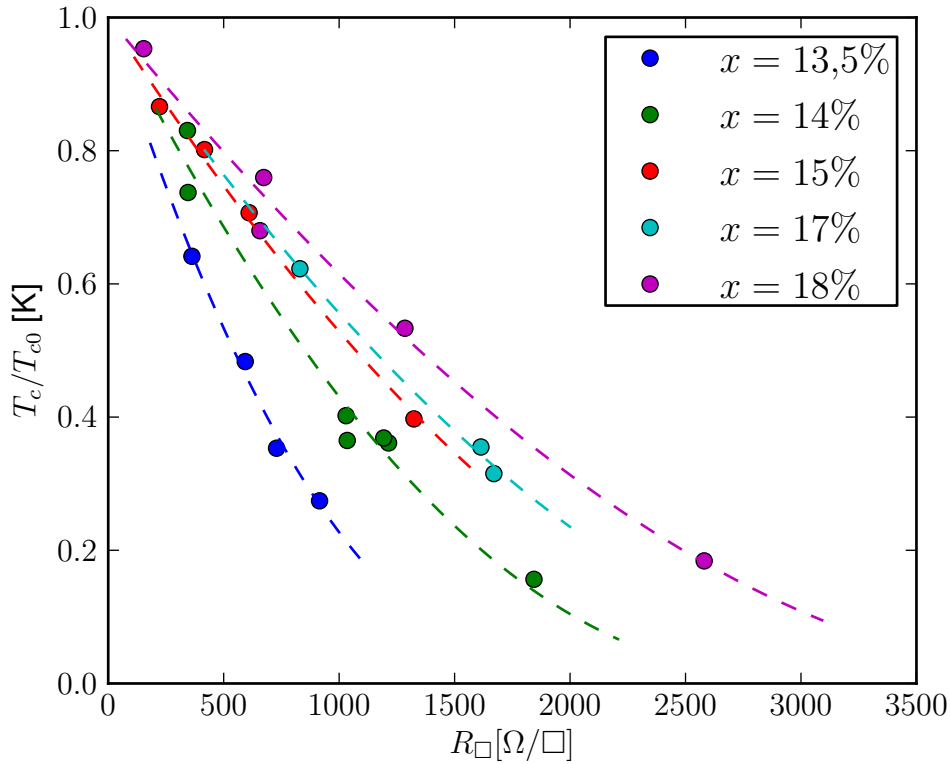
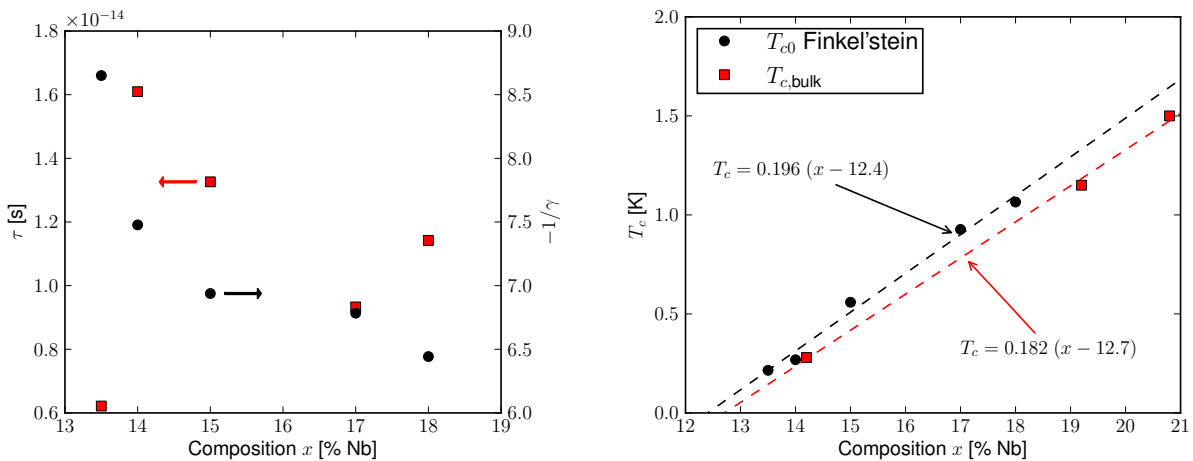


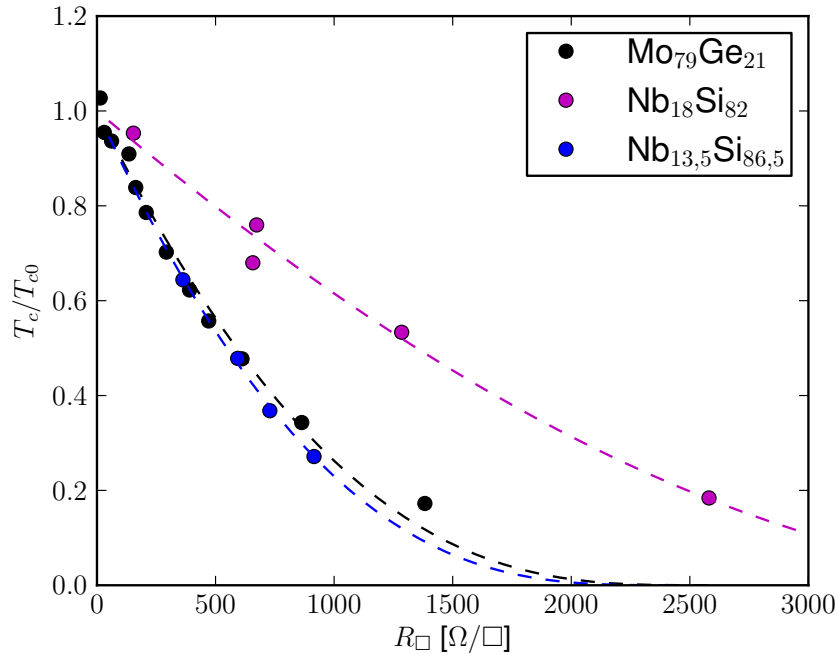
FIGURE 5.4 – Meilleurs ajustements obtenus pour chacune des séries en composition de  $Nb_xSi_{1-x}$ . Les valeurs des paramètres de fit sont données en Figure 5.5.



(a) Valeurs de  $-1/\gamma$  (disques noirs) ainsi que les  $\tau$  obtenus par l'Équation 5.4 (carrés rouges).

(b) Valeurs de  $T_{c0}$ . La composition critique obtenue par les ajustements ( $x_c = 12,4\%$ ) est très proche de celle obtenue à partir des échantillons épais [Juillard, 1996] ( $x_c = 12,7\%$ ).

FIGURE 5.5 – Résultats des paramètres  $T_{c0}$  et  $\gamma$  de l'Équation 5.2 correspondant au meilleur ajustement aux données (échantillons d'épaisseurs variables à concentration donnée).



**FIGURE 5.6** – Ajustement de l'Équation 5.2 de Finkel'stein aux données du  $\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}$  ainsi que  $\text{Nb}_{18}\text{Si}_{82}$  et  $\text{Nb}_{13,5}\text{Si}_{86,5}$  représenté en  $T_c/T_{c0}$ .

Peut-être faut-il relier cette observation au fait que le  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  bulk est déjà très désordonné par rapport au  $\text{MoGe}$  ( $\rho_{\text{Nb}_{13,5}\text{Si}_{86,5}} = 1200 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  et  $\rho_{\text{Mo}_{79}\text{Ge}_{21}} = 165 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ ), mais nous n'avons pas d'explication simple pour cela.

## 5.3 Étude des abaissements de $T_c$ par l'effet du recuit

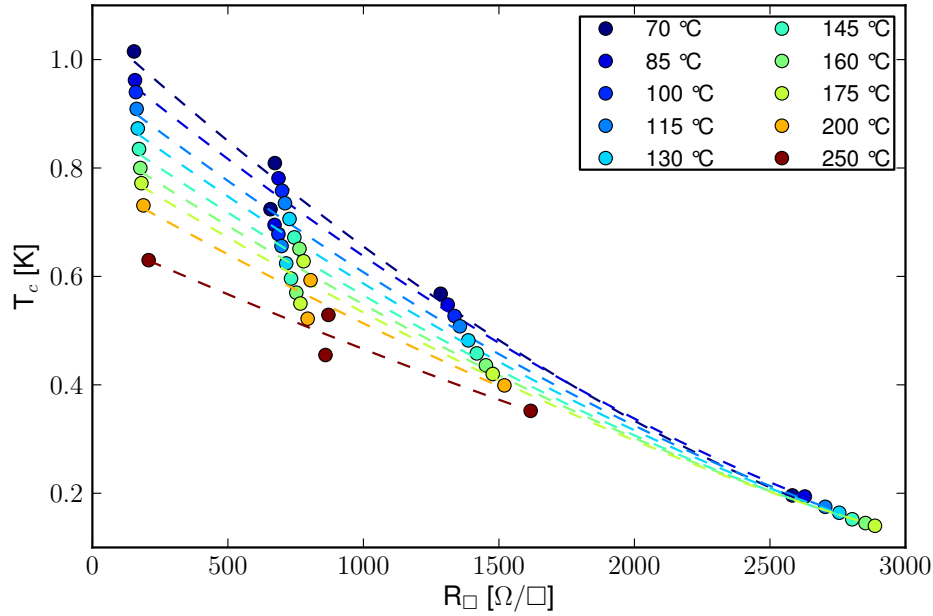
### 5.3.1 Effet d'abaissement de $T_c$ par la diminution de l'épaisseur aux différentes étapes des recuits

Notre approche est ici d'étudier, pour des systèmes initiaux plus ou moins désordonnés par le recuit, l'abaissement de  $T_c$  provoqué par la diminution de l'épaisseur. Comme nous l'avons vu (section 4.8), les recuits des échantillons à des températures croissantes diminuent systématiquement  $T_c$  et augmentent  $\rho_n$ . Dans ce paragraphe nous analyserons ces effets pour une composition donnée,  $x = 18\%$ . Les résultats sont analysés au moyen de la théorie de Finkel'stein (Équation 5.2) qui fournit les paramètres ajustables  $T_{c0}$  et  $\gamma$  (Figure 5.7).

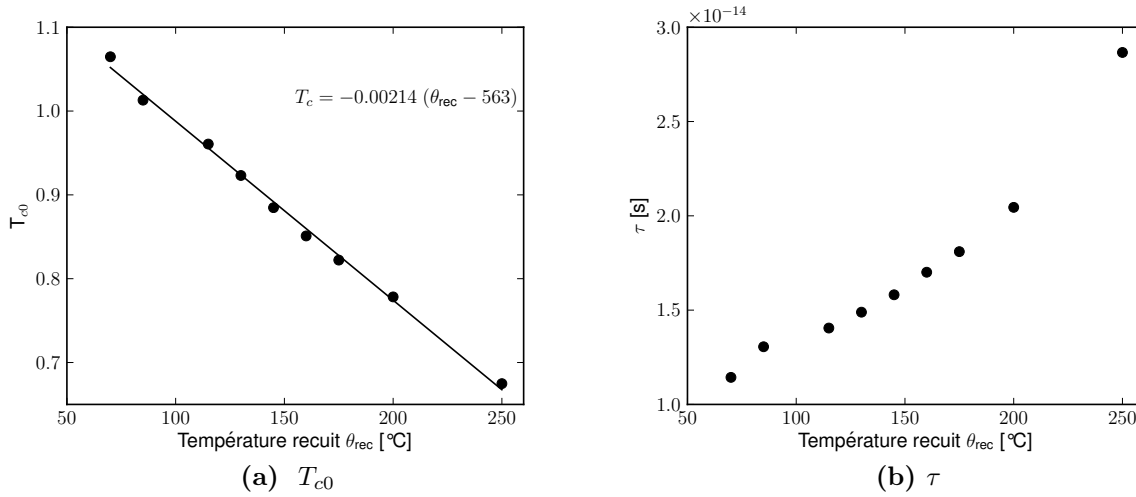
#### 5.3.1.1 Comparaison des $T_{c0}$

Pour chaque série d'échantillons à température de recuit donnée, les  $T_{c0}$  obtenues par le meilleur ajustement de l'Équation 5.2 sont données en Figure 5.8a.





**FIGURE 5.7** – Dépendance de  $T_c$  avec  $R_{\square}$  pour une série en épaisseur et à différentes étapes du recuit de  $Nb_{18}Si_{82}$ .



**FIGURE 5.8** – Paramètres obtenus par l'ajustement de l'Équation 5.2 pour les échantillons de  $Nb_{18}Si_{82}$  (OC6) pour différentes séries de températures de recuit.  $T_{c0}$  fonction du recuit obtenus par les deux méthodes (équations 5.1 et 5.2). Une analyse préliminaire par la méthode perturbative (Maekawa & Fukuyama) confirme les  $T_{c0}$  obtenues avec la théorie de Finkel'stein à 1 % près et le rapport entre les temps de libres parcours moyens donnés par les deux théories est constant à  $3,26 \pm 0,05$ .

Nous avons vu en section 4.8 que la température critique d'un échantillon évolue linéairement avec le recuit. La pente  $\left| \frac{dT_c}{d\theta_{\text{recuit}}} \right|$  est de plus d'autant plus élevée que l'échantillon est épais. Nous utilisons ici cette constatation pour vérifier la validité des  $T_{c0}$  obtenus par l'ajustement de l'Équation 5.2.

Rappelons que  $T_{c0}$  est la température critique du matériau épais ayant les mêmes propriétés électroniques mais sans les corrections des interactions coulombiennes. En particulier, les  $T_{c0}$  correspondent alors à un échantillon plus épais que le 500 Å.

Or, d'une part,  $T_{c0}$  est supérieure à  $T_c(500 \text{ Å})$  de 5 à 7% suivant la température de recuit, et d'autre part, la pente  $\left| \frac{dT_{c0}}{d\theta_{\text{rec}}} \right|$  est aussi plus élevée que celle du 500 Å.

L'évolution des  $T_{c0}$  obtenues pour chaque série d'échantillons à température de recuit donnée est donc bien cohérente avec un échantillon non affecté par les interactions coulombiennes : un échantillon « infiniment » épais.

### 5.3.1.2 Évolution de $\tau$

Nous trouvons également, via la détermination de  $\gamma$ , l'évolution de  $\tau$  avec les recuits par l'Équation 5.4. Comme pour l'échantillon non recuit, les constantes de temps obtenues, de l'ordre de  $10^{-14}$  s, sont trop importantes par rapport aux valeurs estimées au Tableau 4.5.5 :  $\tau \gg 10^{-16}$  s à  $10^{-15}$  s.

Par ailleurs,  $\tau$ , ainsi déterminé, augmente au fil des recuits alors même que la conductivité normale diminue. Au regard de la formule de Drude,

$$\sigma = \frac{Ne^2\tau}{m^*} \quad (5.5)$$

ceci ne serait possible que si  $N$ , la densité de porteurs, était fortement diminuée par les recuits. Une telle évolution n'est pas observée par effet Hall (voir discussion section 5.4).

Par ailleurs, les évolutions de  $T_c$  par recuit, si elles étaient entièrement imputées à la variation de densité d'états  $N_0$  conduisent via la formule de BCS (Équation 5.6) à des variations trop faibles pour expliquer la dépendance de  $\tau$ .

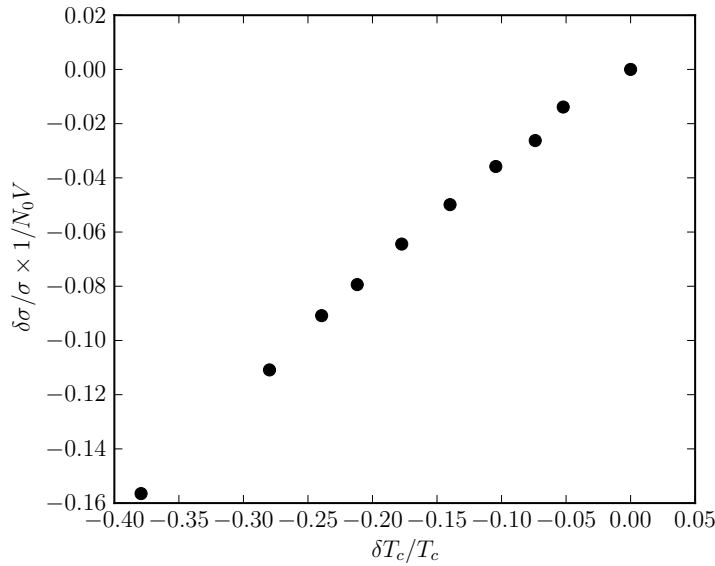
$$T_c = 1,13\theta_D \exp\left(-\frac{1}{N_0V}\right) \quad (5.6)$$

Ainsi, une petite variation  $\delta N_0$  ( $\delta N_0/N_0 \ll 1$ ) aura pour effet sur  $T_c$  :

$$T_c + \delta T_c = 1,13\theta_D \exp\left(-\frac{1}{(N_0 + \delta N_0)V}\right) \quad (5.7)$$

$$\frac{\delta T_c}{T_c} = \frac{\delta N_0}{N_0^2V} = \frac{\delta N_0}{N_0} \times \frac{1}{N_0V} = \frac{\delta\sigma}{\sigma} \frac{1}{N_0V} \quad (5.8)$$

$N_0V$  est estimé à  $\approx 1,66$  et avec  $\sigma = 2e^2N_0D$  [de Gennes, 1999] et donc la variation maximale  $\delta\sigma/\sigma$  (entre 70°C et 250°C de recuit) vaut  $-0,16$ . Cette variation n'est pas



**FIGURE 5.9** – Si la diminution de la densité d’état avait pu expliquer, uniquement via une approche de type BCS (Équation 5.6), l’abaissement de  $T_c$ , les points auraient dû s’aligner sur une droite de pente 1. Nous obtenons une pente de 0,4.

comparable à la variation  $\delta T_c/T_c$  qui vaut, sur la même gamme de recuit,  $-0,38$  (voir Figure 5.9).

Cette dépendance contradictoire de  $\tau$  avec le recuit est liée au fait que les effets de recuit sont relativement trop faibles sur les faibles épaisseurs. Nous devons en déduire que la théorie de Finkel’stein ne peut pas rendre compte des effets de modification du désordre par le recuit ou en d’autres termes de la modification de  $R_{\square} = \rho/d_{\perp}$  par la modification de  $\rho$ .

### 5.3.2 Autre présentation des abaissements de $T_c$ par le recuit

Les applications faites jusqu’ici de la théorie de Finkel’stein sont fondées sur des séries d’échantillons où le paramètre clef  $R_{\square} = \rho/d_{\perp}$  varie avec  $d_{\perp}$ ,  $\rho$  (calculé en tenant compte de l’épaisseur du film) étant pratiquement constant.

Dans les motivations initiales de ce travail, nous avons supposé, à la suite des travaux théoriques de Béal et Friedel [1964] et expérimentaux de Lesueur [1983] sur  $\text{Au}_x\text{Ge}_{1-x}$ , que les recuits modifiaient le désordre local en préservant toutes les autres propriétés du matériau.

Il est donc intéressant d’analyser, par la théorie, les effets sur  $T_c$  d’une modification de  $R_{\square}$  via une variation de  $\rho$  à épaisseur fixée. Nous avons donc analysé les abaissements de  $T_c$  induits par le recuit à  $d_{\perp}$  fixée.

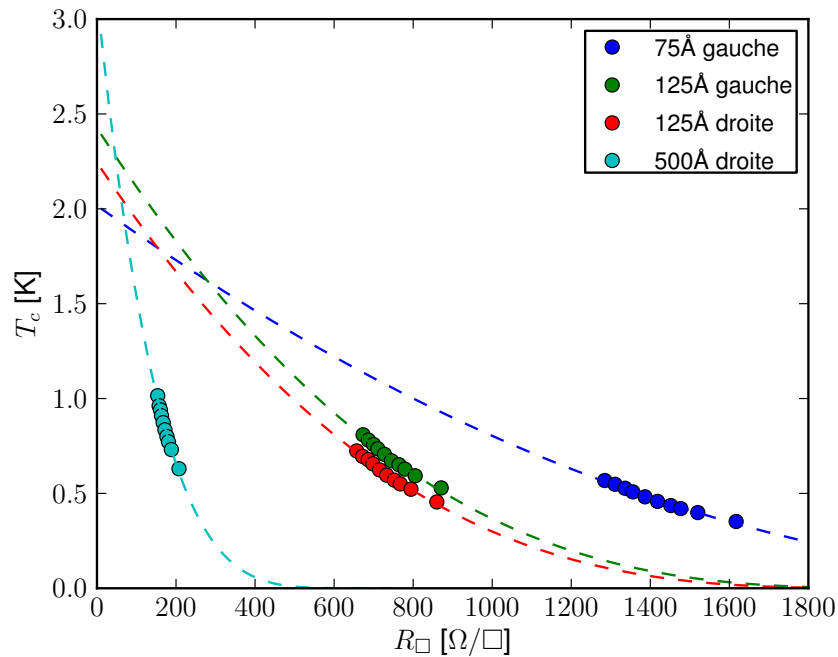


FIGURE 5.10 – Évolution de  $T_c$  en fonction du recuit, à épaisseur d'échantillon constante.

Épaisseur	$-1/\gamma$	$T_{c0}$ [K]	$\tau$ [s]
45 Å gauche	6,43	1,09	$1,1 \cdot 10^{-14}$
75 Å gauche	7,64	2,02	$1,8 \cdot 10^{-15}$
125 Å gauche	9,16	2,40	$3,4 \cdot 10^{-16}$
125 Å droit	9,31	2,23	$3,1 \cdot 10^{-16}$
500 Å droit	15,20	3,12	$6,1 \cdot 10^{-19}$

Tableau 5.1 – Résultats obtenus par la méthode de Finkel'stein pour chacun des films au cours des recuits successifs.

### 5.3.2.1 Résultats

Une analyse au moyen de l'Équation 5.2 pour  $x = 18\%$  est donnée Figure 5.10 et les valeurs d'ajustement sont récapitulées dans le Tableau 5.1. Bien que la plage de  $R_{\square}$  explorée pour chaque échantillon soit faible, il est impossible de trouver un ensemble cohérent de paramètres, qui deviennent de plus en plus inacceptables avec les épaisseurs croissantes.

Nous pouvons donc clairement affirmer que la théorie de Finkel'stein ne rend pas compte des effets de la modification du désordre par les recuits. Nous confirmons donc le désaccord déjà noté au paragraphe précédent.

## 5.4 Discussion

Nous pouvons faire plusieurs hypothèses ou remarques sur les désaccords entre la théorie de Finkel'stein et nos résultats expérimentaux sur le  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ .

1. Les échantillons épais ne vérifient plus le critère 2D. Le paragraphe suivant développera ce point.
2. Le concept de  $T_{c0}$  dans la théorie est liée à l'existence d'un matériau pour lequel  $R_{\square} \rightarrow 0$  ce qui est toujours possible à réaliser à  $d_{\perp} \gg 1$  en supposant  $\rho$  finie ( $R_{\square} = \rho/d_{\perp}$ ). Dans notre analyse à épaisseur fixée et  $\theta_{\text{rec}}$  variable, on doit supposer l'existence d'un matériau où  $R_{\square} \rightarrow 0$  parce que  $\rho \rightarrow 0$  ce qui est contradictoire avec la nature même de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  amorphe.

Cette remarque pose la question de la pertinence de  $R_{\square}$  comme mesure du « désordre » quelle qu'en soit l'origine, épaisseur ou désordre microscopique.  $R_{\square}$  est sûrement pertinent dans les théories strictement 2D, c'est-à-dire pour  $d_{\perp} < l$ . Mais ceci n'est jamais le cas expérimentalement, du moins pour notre système.

3. On doit aussi évoquer la possibilité que les recuits modifient la densité d'états. Nava *et al.* [1986] ont réalisé des mesures par effet Hall sur des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  obtenus par co-évaporation très proches des nôtres : ce sont des échantillons amorphes dont la résistivité augmente avec la température de recuit jusque vers 270°C où apparaît un changement de structure (et un brusque abaissement de  $\rho$ ) (voir Figure 5.11).

Le coefficient de Hall de l'échantillon amorphe  $\text{Nb}_{26}\text{Si}_{74}$ , mesuré entre 10 K et l'ambiante, est constant à  $R_H = -1,6 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3 \cdot \text{C}^{-1}$ . Le signe négatif de  $R_H$  signifie que le transport est majoritairement dû aux électrons.

Nava *et al.* n'ont pas observé de modification du coefficient de Hall pour des échantillons recuits à des températures inférieures à 250 K : seule leur résistivité augmente. Nous ne pouvons donc pas invoquer de fortes variations de la densité d'états par les recuits.

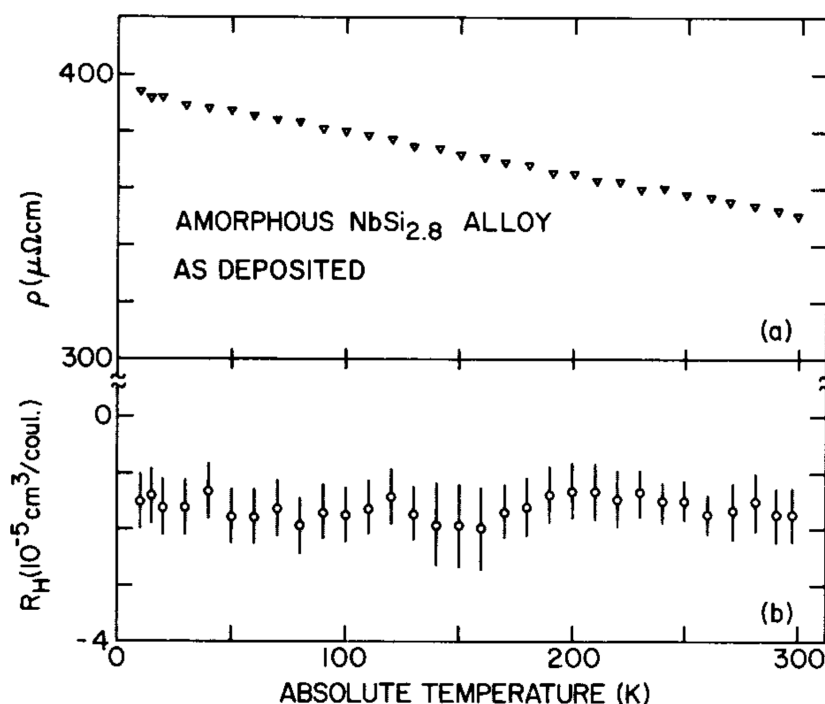
### 5.4.1 La coupure « haute-fréquence »

Dans l'article initial [Finkel'stein, 1994], ainsi que dans d'autres articles [Skvortsov et Feigel'man, 2005; Oreg et Finkel'stein, 1999], Finkel'stein propose une correction au temps de libre parcours moyen pour pouvoir appliquer sa théorie à des systèmes quasi-2D. Le temps corrigé  $\tau^*$  (Équation 5.9) prend en compte les possibilités de diffusions supplémentaires suivant l'axe de l'épaisseur et ainsi permet de traiter le cas de films quasi-2D, c'est-à-dire  $d_{\perp} \gtrsim l$  :

$$\tau^* = \max \left( \tau, \tau \left( \frac{d_{\perp}}{l} \right)^2 \right) \quad (5.9)$$

où  $d_{\perp}$  est l'épaisseur du film et  $l$  le libre parcours moyen.

Qualitativement, il faut noter que rajouter cette coupure haute-fréquence modifie l'évolution de  $T_c$  avec  $R_{\square}$  lorsque  $R_{\square} \rightarrow 0$  (limite faible désordre). Comme nous pouvons le voir sur la Figure 5.12, prendre en compte la coupure haute-fréquence revient à rendre



**FIGURE 5.11** – Mesures de résistivité (a) et du coefficient de Hall (b) en fonction de la température pour un film amorphe de  $\text{Nb}_{26}\text{Si}_{74}$  [Nava et al., 1986]. Les recuits jusqu'à  $250^\circ\text{C}$  augmentent  $\rho$  mais ne changent pas  $R_H$ .

$T_c$  quasi constante lorsque  $R_{\square} \rightarrow 0$ , ce qui est compatible avec le théorème d'Anderson (sous-section 1.3.2.1) selon lequel la supraconductivité n'est pas affectée par un faible désordre (sans impuretés magnétiques), mais ne correspond pas à ce que nous observons expérimentalement.

Dans le cas du  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , on a un système très désordonné ( $l \simeq 2$  à  $5 \text{ \AA}$ ) et on est donc toujours dans le cas d'application théorique de cette coupure haute-fréquence.

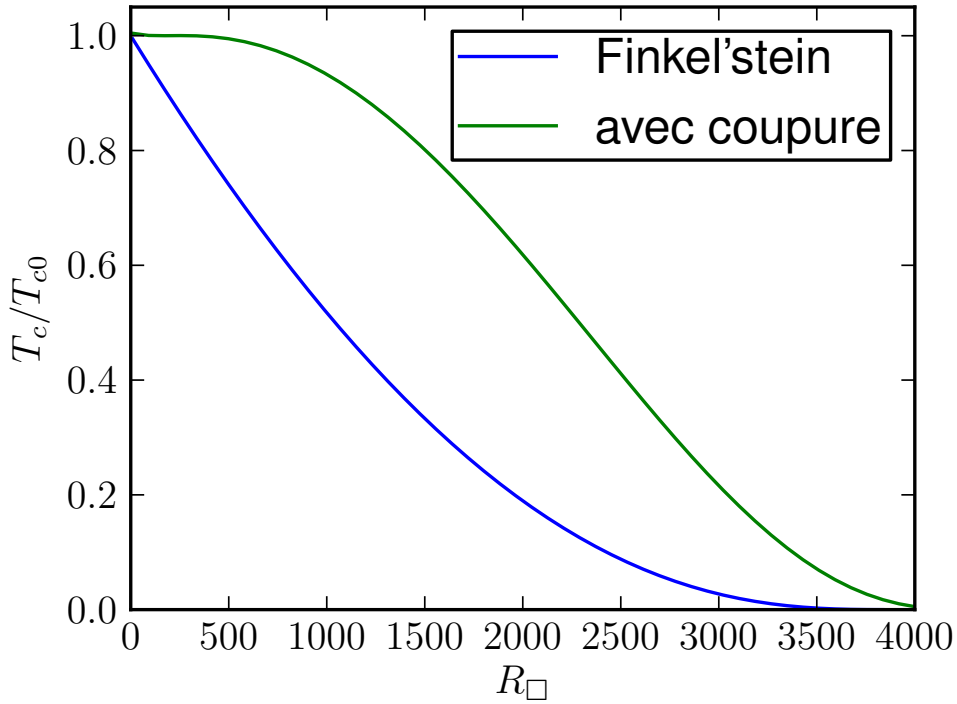
La Figure 5.13 montre l'ajustement du modèle de Finkel'stein aux données expérimentales en prenant en compte cette coupure haute-fréquence. La figure montre les résultats (courbe rouge) en prenant  $l = 4 \text{ \AA}$  dans l'Équation 5.9, mais les résultats restent qualitativement les mêmes si  $l$  varie entre 2 et  $30 \text{ \AA}$ .

Nous obtenons alors :

- $-1/\gamma = 12,2$
- $T_{c0} = 0,95 \text{ K}$

Ces résultats ne sont pas satisfaisants. En effet :

1.  $-1/\gamma = 12,2$  correspond à  $\tau = 2,7 \cdot 10^{-16} \text{ s}$ , ce qui est faible pour les films considérés.
2. Finkel'stein précise que, pour que sa théorie soit valable, il faut que  $-1/\gamma \in [5, 10]$ . Ce n'est pas le cas ici.
3. La valeur de  $T_{c0}$  obtenue par minimisation des moindres carrés, qui doit représenter les propriétés supraconductrices d'un film de même composition mais épais, est inférieure à la  $T_c$  de l'échantillon de  $500 \text{ \AA}$ . Pour s'affranchir de cette contradiction, nous avons également essayé de fixer  $T_{c0}$  à  $1,01 \text{ K}$ , estimation de  $T_c$  d'un échantillon



**FIGURE 5.12** – Courbes théoriques correspondant à l'Équation 5.2 avec ou sans la correction haute-fréquence (Équation 5.9) avec les mêmes paramètres  $T_{c0}$  et  $-1/\gamma = 7$ . La courbe théorique est obtenue pour  $l = 2 \text{ \AA}$  et  $\rho = 100 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ .

épais de même composition), et avons laissé  $\gamma$  libre.  $\gamma$  est alors plus élevé, ce qui correspond à un  $\tau$  encore plus faible, ce qui n'est pas plus acceptable.

Notons de plus qu'avec un libre parcours moyen de  $l = 4 \text{ \AA}$  [Graybeal et Beasley, 1984] et des épaisseurs d'échantillon comprises entre 10 et 1000  $\text{\AA}$ , le système MoGe devrait lui aussi nécessiter cette correction haute-fréquence. Or, ni l'allure de la courbe, ni la valeur de  $-1/\gamma$  données par Finkel'stein ne correspondent à cette correction. Notons par ailleurs que cette correction est généralement négligée dans la littérature.

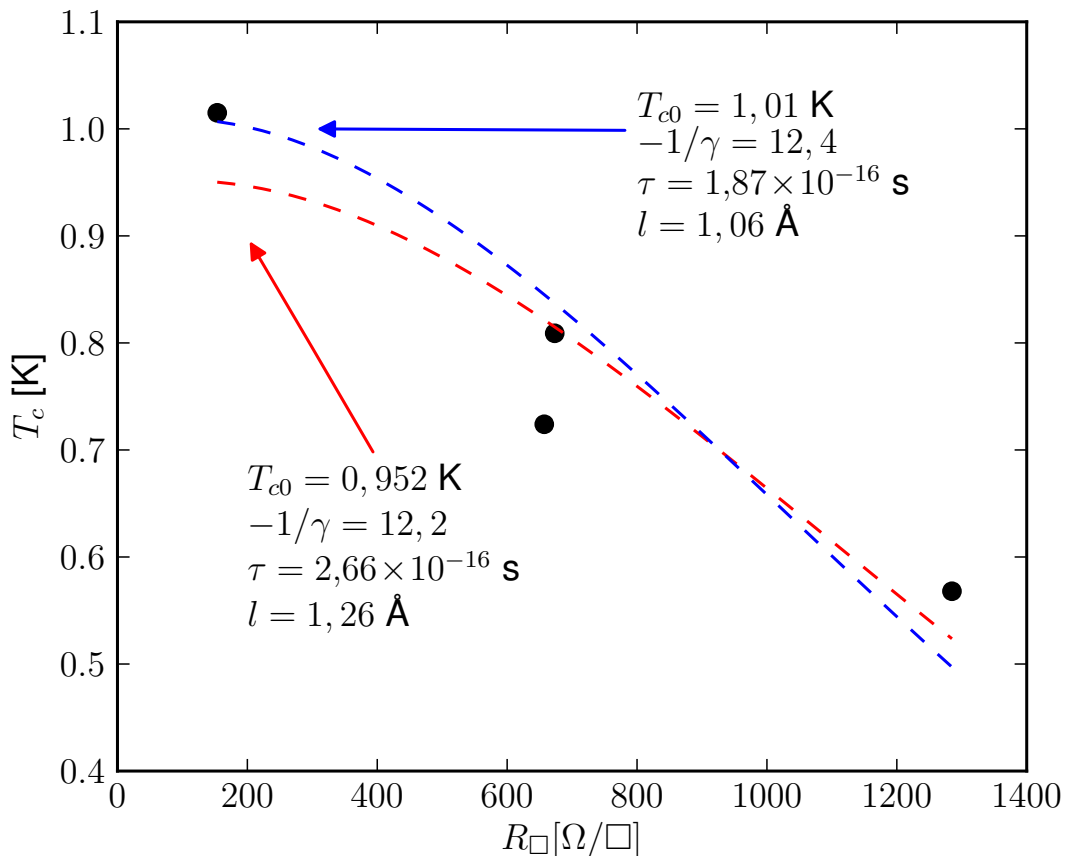
## 5.4.2 Autre approche de la situation « quasi 2D »

Dans ce paragraphe, nous présentons une autre analyse de nos résultats à épaisseur fixée et recuits variables.

### 5.4.2.1 Dimensionnalité du système

La théorie de Finkel'stein fait appel à deux phénomènes principaux : la supraconductivité et les interactions coulombiennes. Dans notre cas, nous avons  $160 \leq \xi = \sqrt{\xi_0 l} = \sqrt{\frac{\hbar v_F l}{1,76 \pi k_B T_{c0}}} \leq 275 \text{ \AA}$  pour  $x = 18\%$ <sup>i</sup>. Ainsi, pour les échantillons plus minces que 500  $\text{\AA}$ ,

i. L'incertitude sur  $\xi$  est due à la fourchette estimée pour  $v_F$ , voir section 4.5.



**FIGURE 5.13** – Même série d'échantillons que présentée en Figure 5.3 avec la correction due à la coupure haute-fréquence (Équation 5.9). Les points noirs sont les données expérimentales. Ici, avec l'hypothèse de  $l = 2 \text{ \AA}$ . En bleu, optimisation avec  $T_{c0} = 1,07 \text{ K}$ , en rouge,  $T_{c0}$  laissé en paramètre libre.

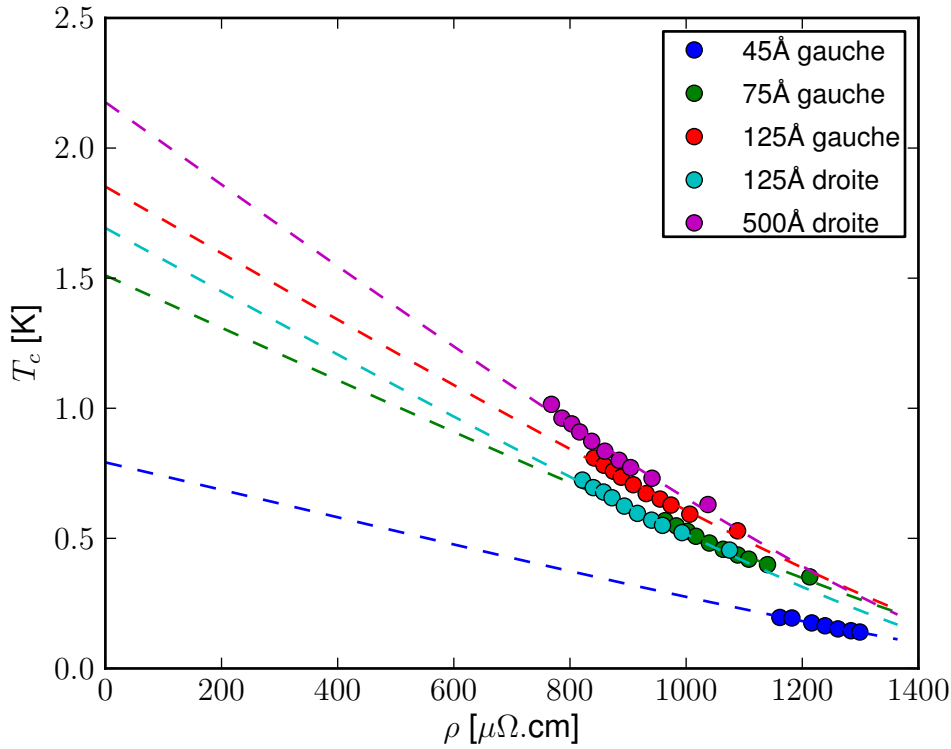
pour lesquels la  $T_c$  est plus basse, nous pensons que nous pouvons considérer les échantillons comme 2D du point de vue de la supraconductivité. En revanche, on a toujours  $d_{\perp} \gg l \sim 5 \text{ \AA}$ . Ceci implique que l'on est plutôt quasi-2D vis-à-vis des interactions coulombiennes. Ceci nous a conduit à reconsidérer des grandeurs impliquées dans l'équation de Finkel'stein.

#### 5.4.2.2 Modification des équations des Finkel'stein

Afin de prendre en compte l'aspect quasi-2D des échantillons vis-à-vis des interactions coulombiennes, et puisque, comme nous l'avons vu, la coupure « haute – fréquence » proposée par Finkel'stein ne donne pas de résultats satisfaisants, nous avons essayé de reformuler l'équation de Finkel'stein donnant la dépendance de  $T_c$  avec  $R_{\square}$ .

Dans sa théorie, Finkel'stein propose  $R_{\square}$  comme mesure du désordre. À 2D,  $R_{\square} = \frac{4R_0}{k_F l}$  avec  $R_0 = \frac{h}{4e^2}$ . On peut donc supposer que le paramètre réellement pertinent dans les équations est  $\frac{1}{k_F l}$ .





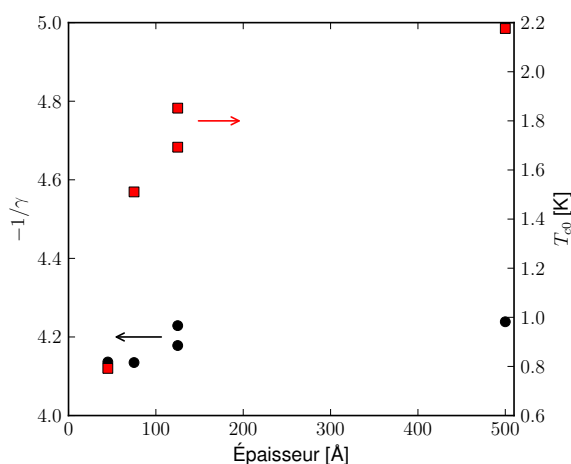
**FIGURE 5.14** – Évolution de  $T_c$  avec  $\rho$  modifiée par les recuits pour différentes épaisseurs de la série à  $x = 18\%$ . Ces données sont confrontées à l'équation de Finkel'stein élargie à un régime quasi-2D : les données sont présentées en  $T_c$  fonction de la résistivité  $\rho(T = 10 \text{ K})$ . L'ajustement à l'Équation 5.2 corrigée pour prendre en compte une estimation quasi-2D de  $k_F l$  est donnée en pointillés, extrapolée jusqu'à  $\rho \rightarrow 0$ .  $k_F = 3,4 \cdot 10^9 \text{ m}^{-1}$ .

Ces considérations nous ont conduit à redéfinir la quantité  $r$ . Comme  $r = \frac{1}{\pi} \frac{1}{k_F l}$  et que pour un système quasi-2D,  $R_{\square} = \frac{6\pi R_0}{k_F l k_F d_{\perp}}$ , on a :

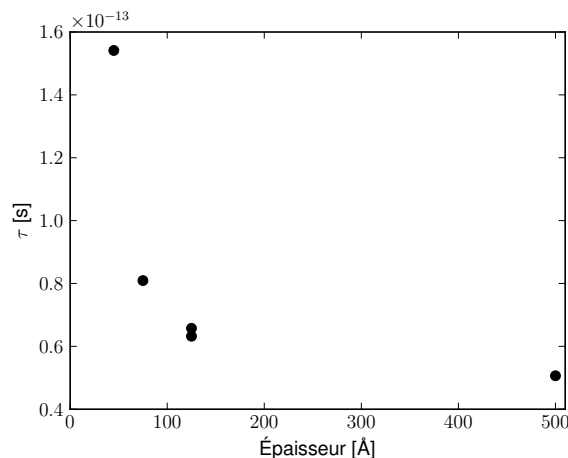
$$\begin{aligned} r &= \frac{1}{\pi} \frac{1}{k_F l} = \frac{R_{\square} k_F d_{\perp}}{R_0 6\pi^2} \\ &= \frac{1}{6\pi^2} \frac{\rho k_F}{R_0} \end{aligned} \quad (5.10)$$

Ainsi, pour nos films quasi-2D du point de vue des interactions, nous pouvons nous attendre à une relation entre les abaissements de  $T_c$  et  $\rho$  (et non plus  $R_{\square}$  comme dans le cas strictement 2D). La représentation de  $T_c = f(\rho)$  se fait à l'estimation de  $k_F$  près, ici  $k_F = 3,0 \cdot 10^9 \text{ m}^{-1}$ . À ce titre, nous analysons nos données obtenues par l'effet du recuit dont nous pensons qu'il agit sur  $l$  et laisse  $k_F$  invariant. C'est ce que nous avons tracé Figure 5.14.

Les résultats des ajustements des données  $T_c = f(\rho)$  de l'équation de Finkel'stein (5.2) corrigée avec une mesure quasi-2D de  $k_F l$  (Équation 5.10) sont données en Figure 5.15 pour  $-1/\gamma$  et  $T_{c0}$  et en Figure 5.16 les valeurs de  $\tau$  obtenues par l'Équation 5.4.



**FIGURE 5.15** – Résultats obtenus pour tous les échantillons supraconducteurs de l'ensemble  $x = 18\%$  (OC6) à l'aide de la formule de Finkel'stein étendue à  $T_c = f(\rho)$ . Par rapport à la Figure 5.10, d'une part les valeurs de  $-1/\gamma$  (disques noirs) sont constantes sur l'ensemble des échantillons. D'autre part, l'évolution de  $T_{c0} = f(1/d_{\perp})$  est cohérente avec un échantillon « virtuel » non désordonné par le recuit, et donc de recuit inférieur à  $70^{\circ}\text{C}$ .



**FIGURE 5.16** – Temps de libre parcours moyen élastique  $\tau$  déduits des données Figure 5.15 avec l'Équation 5.4. Les temps de libre parcours moyen obtenus sont encore une fois très grands par rapport à l'estimation de  $\tau$  (Tableau 4.5.5).

À la différence de l'ajustement de l'Équation 5.2 strictement 2D, la représentation de  $T_c = f(\rho)$  permet de résoudre certains des problèmes rencontrés.

- L'évolution des faisceaux de courbes devient cohérent, elles ne se croisent plus : quelque soit la température de recuit (potentiellement extrapolée), la  $T_c$  d'un échantillon reste inférieure à celle d'un échantillon plus épais.
- $T_{c0}$  évolue linéairement avec  $1/d_{\perp}$  :  $T_{c0} = 2,33(1 - 29,0/d_{\perp})$ . Ces  $T_{c0}$  correspondent à la  $T_c$  d'un échantillon « virtuel » non affecté par le désordre dû au recuit. Cette évolution des  $T_{c0}$  est compatible avec un échantillon moins désordonné qu'une série à  $70^{\circ}\text{C}$ .
- Les paramètres  $-1/\gamma$  sont désormais quasi-constants pour les différentes épaisseurs, à 4,2. Présenté très succinctement,  $\gamma$  est le paramètre de l'équation de Finkel'stein qui caractérise la réponse du matériau face au désordre : plus  $\gamma$  est élevée, plus l'abaissement de  $T_c$  sera important pour une même variation de désordre. Cette mesure du désordre était évaluée initialement par  $R_{\square}$  et nous l'avons étendue au cas quasi-2D et donc à  $\rho$ . Si nous admettons l'hypothèse de Finkel'stein selon laquelle la diminution de l'épaisseur ne modifie pas les propriétés du matériau, nous ne nous attendons donc pas à ce que  $\gamma$  varie en fonction de l'épaisseur.
- Cependant, les  $\tau$  obtenus par l'Équation 5.4 sont de l'ordre de  $8\text{pm}^3 \cdot 10^{-14}\text{s}$ , ce qui reste incompatible avec nos estimations issues d'expériences indépendantes (voir section 4.5).

## Conclusion

Rappelons d'abord que cette approche « fermionique » a été initiée très tôt après l'explosion des travaux autour de la localisation faible au début des années 80. Elle découlait naturellement de la découverte de l'effet du désordre sur les interactions coulombiennes. Elle fut appliquée avec succès pour comprendre les abaissements de  $T_c$  (à 3D) dans les matériaux A15 par exemple [Anderson *et al.*, 1983; Kirkpatrick et Belitz, 1992]. Quelques expériences sur des couches très minces ont pu être interprétées par ce type de théorie à 2D (par exemple Raffy *et al.* [1983]; Graybeal et Beasley [1984]).

Cependant, dès 1994, Belitz et Kirkpatrick [1994, page 250] faisait remarquer qu'il était surprenant que ces théories soient compatibles avec la persistance de la supraconductivité à des valeurs aussi élevées de résistances ( $2000 \Omega/2$  dans MoGe à comparer à  $400 \Omega/2$  dans les A15).

Et de fait, les désaccords que nous observons entre la théorie de Finkel'stein et nos résultats sont toujours liés au fait que les effets de l'augmentation du désordre sont beaucoup plus faibles que ne le prévoit la théorie. Il faut cependant reconnaître que les effets sont qualitativement bien décrits mais avec des paramètres peu vraisemblables, notamment  $\tau$ .

Nous avons montré également que la prise en compte du caractère quasi-2D des échantillons pour la correction proposée par Finkel'stein (coupure haute-fréquence) ne fonctionnait pas du tout. La substitution de  $\rho$  à  $R_{\square}$  dans une approche quasi-2D permet de retrouver une explication qualitative des effets du recuit. Les valeurs obtenues du temps de collisions élastiques restent toutefois problématiques.

Notons également que les meilleures expériences tunnel [Dynes *et al.*, 1986; Valles *et al.*, 1989] donnent des résultats tels que la non validité de la théorie d'Eliashberg dans les films très désordonnés qui incitent les auteurs à considérer comme trop « naïve » cette approche limitée aux seuls effets des interactions coulombiennes.

Enfin, pour notre part, nous montrons clairement que si la théorie peut qualitativement rendre compte des effets de variation de  $R_{\square}$  par l'épaisseur, elle ne rend pas du tout compte — curieusement — des effets de variation de  $R_{\square}$  par une modification de  $\rho_{(3D)}$ . Nous pensons donc que  $R_{\square}$  ne peut pas être le paramètre universel qui caractérise le « désordre » vis-à-vis des abaissements de  $T_c$ .

En dehors d'une situation strictement 2D ( $d \lesssim l$ ) où  $R_{\square} \propto \frac{1}{k_F l}$  est peut-être une bonne mesure du « désordre », nous pensons que les effets d'épaisseur ont leur mécanisme propre d'abaissement de  $T_c$ , au moins pour un large domaine d'épaisseurs.

Nous pouvons avancer à l'appui de cette affirmation, par exemple, la quasi universalité de la loi  $T_c \propto 1/d_{\perp}$  qui peut s'expliquer — au moins pour partie — au passage à 2D ( $d_{\perp} < \xi$ ) dans une approche Ginzburg – Landau [Simonin, 1986; Lee et Ketterson, 1990] (voir Appendice B).

# Chapitre 6

## Modèle bosonique

### Introduction

Dans ce chapitre, nous envisageons la destruction de la supraconductivité dans des films minces désordonnés par un mécanisme purement bosonique. En effet, comme nous l'avons détaillé dans le chapitre théorique (sous-section 1.3.1), M. P. A. Fisher a développé une analyse de la Transition Supraconducteur – Isolant à 2D fondée sur la dualité entre paires de Cooper et vortex. Nous l'avons vu au chapitre 2, ce modèle a, ces dernières années, été mis à mal par nombre d'observations expérimentales dont il ne permet pas de rendre compte. Cependant, le « *Dirty Boson Model* », grâce à sa puissance prédictive, reste jusqu'à présent l'une des pierres angulaires des théories expliquant les Transitions Supraconducteur – Isolant (TSI). Nous avons donc souhaité lui confronter nos résultats.

Dans le cadre du « *Dirty Boson Model* », la TSI correspond à une Transition de Phase Quantique (TPQ) continue et, en particulier, elle est régie par une loi d'échelle : il est alors possible d'établir une relation de renormalisation entre la résistance mesurée et la température, en fonction de la distance à la transition  $\delta_K$  :

$$\frac{R}{R_c} = f\left(\delta_K T^{-\frac{1}{\nu z}}\right) \quad (6.1)$$

où  $\delta_K = \frac{K-K_c}{K_c}$ ,  $K$  le paramètre contrôlant la transition,  $\nu$  et  $z$  les exposants critiques de la longueur de cohérence et dynamique respectivement, et  $R_c$  la résistance critique. Fisher prédit que  $\nu \geq \frac{2}{d} = 1$  (critère de Harris [1974]) et  $z = 1$  du fait des interactions de Coulomb à longue portée. Par ailleurs, s'il y a dualité stricte entre paires de Cooper et vortex, la résistance critique est prédite comme universelle :

$$R_c = R_Q = \frac{\hbar}{4e^2} \simeq 6,45 \text{ k}\Omega \quad (6.2)$$

Cependant, comme nous l'avons vu dans le chapitre sous-section 4.6.1, expérimentalement, la résistance critique n'est pas universelle pour nos échantillons. Nous y reviendrons ultérieurement.

Dans ce chapitre, nous ne considérerons que les échantillons OC5 ( $x = 13,5\%$ ) et OC6 ( $x = 18\%$ ) qui sont spécifiques à ce travail, ont tous été synthétisés au cours d'une

seule évaporation<sup>i</sup> et présentent suffisamment d'échantillons supraconducteurs pour être analysables par cette technique.

## 6.1 Quelques critères préalables à la renormalisation

Avant d'exposer les renormalisations que nous avons dérivées à partir du modèle de Fisher, nous allons définir les contraintes que nous avons respectées pour ce faire. Ces contraintes seront valables quelque soit le paramètre de transition envisagé (épaisseur, recuit, résistance normale).

### 6.1.1 Détermination du point critique

La TSI étant une TPQ, il existe un point fixe pour lequel la résistance de l'échantillon, qui correspond alors à l'échantillon critique, est constante quelle que soit la température<sup>ii</sup>. Si le paramètre de la transition est la grandeur  $K$ , nous chercherons donc à déterminer un point critique où les courbes  $R(K)$  se croisent aux différentes températures, définissant ainsi un paramètre  $K_c$  ainsi qu'une résistance critiques.

Cette valeur critique du paramètre  $K$  sépare théoriquement les échantillons supraconducteurs de  $\text{TCR} > 0$  des échantillons isolants ( $\text{TCR} < 0$ ).

En pratique, il est cependant nécessaire de restreindre la plage de température utilisée pour observer ce point de croisement. En effet, nous devons nous placer dans un régime où les fluctuations quantiques sont perceptibles — *i.e.* dans le régime quantique — c'est-à-dire aux plus basses températures. Si  $k_B T \gg \hbar\omega$ ,  $\omega$  étant la fréquence caractéristique des fluctuations quantiques, alors les fluctuations d'origine thermique masqueront complètement la TPQ.

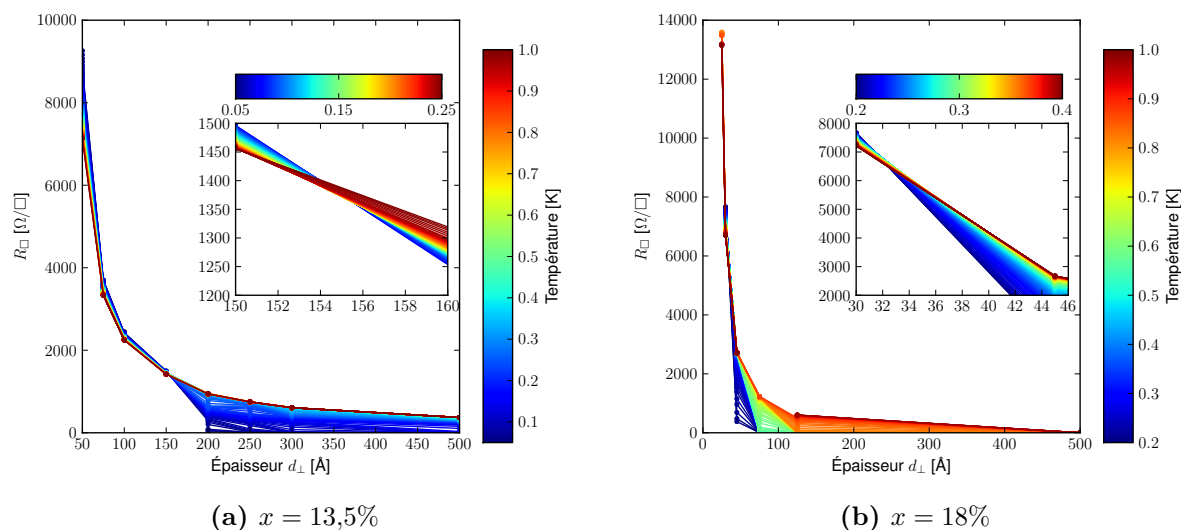
### 6.1.2 Échantillons considérés

Puisque que le « *Dirty Boson Model* » n'envisage pas d'état métallique, nous avons écarté des procédures de renormalisation tous les échantillons présentant une saturation de la résistance à très basse température. Cela revient en particulier à exclure tous les échantillons isolants hormis le  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 20 \text{ \AA}$ . Nous sommes bien conscients des limites de cette méthode — c'est-à-dire, principalement, d'écarter les échantillons les plus proches de  $d_c$  — mais elle nous paraît justifiée au regard d'une transition *directe* entre un état supraconducteur et un état isolant. Nous reviendrons sur ce choix en fin de chapitre, et les échantillons « saturants » feront l'objet du chapitre suivant. L'échantillon  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 20 \text{ \AA}$  étant le seul échantillon isolant, la procédure de renormalisation n'avait pas de sens de ce côté de la TSI. Nous nous sommes donc concentrés sur les échantillons supraconducteurs.

---

i. Et donc minimisent les dissimilarités entre échantillons autres que l'épaisseur (cf. chapitre 3).

ii. À condition que l'on soit dans le régime quantique ou critique.



**FIGURE 6.1** – Faisceau de courbes  $R(d_{\perp})$ . L'existence d'un point fixe, invariant en température, est une condition nécessaire pour une transition de phase quantique. En insert, zoom autour du point de croisement pour une plage de température plus restreinte.

Nous avons alors optimisé le produit d'exposants critiques  $\nu z$  sur les échantillons supraconducteurs les plus proches de la transition. Cette superposition a constitué notre principal critère pour valider la procédure de renormalisation. Nous avons ensuite tenté, avec le même  $\nu z$ , de superposer les échantillons plus éloignés de la transition. Le dernier échantillon se superposant correctement aux deux premiers déterminait  $\delta_K = (K - K_c)/K_c$  maximum, c'est-à-dire limitait la zone critique.

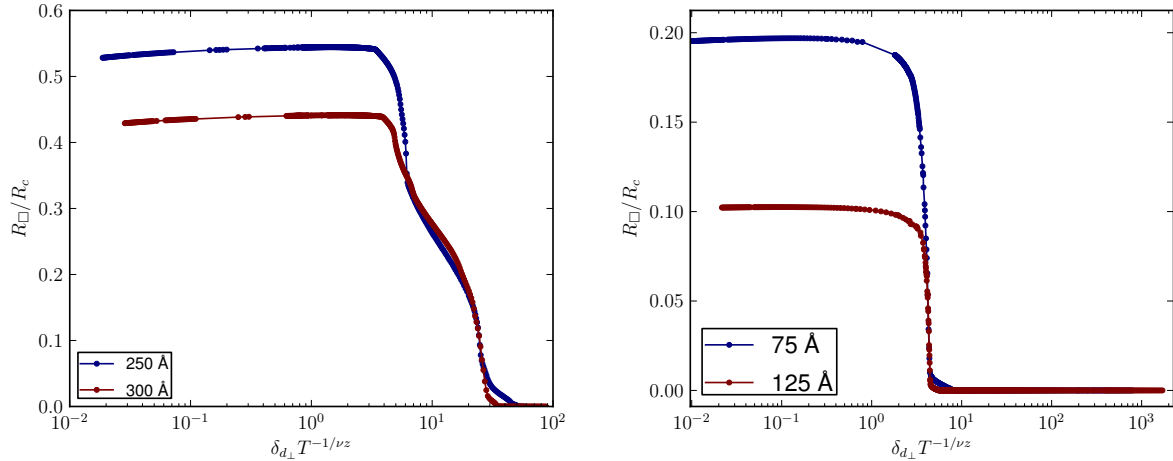
## 6.2 TSI induite par l'épaisseur

Dans ce paragraphe, on considère la TSI induite par la diminution de l'épaisseur. Dans la littérature, ce type de transition est analysé en renormalisant selon l'Équation 6.1 en prenant l'épaisseur comme estimation du désordre [Marković *et al.*, 1999; Cha *et al.*, 1991]. Cela revient à admettre que la distance à la transition par rapport au désordre est équivalente à la distance définie par l'épaisseur des échantillons :  $\delta_{\Delta} = \frac{\Delta - \Delta_c}{\Delta_c} \approx \frac{d - d_c}{d_c}$ . Nous discuterons ce choix ci-dessous, mais nous commencerons par exposer cette analyse, appliquée à nos résultats.

### 6.2.1 Détermination de l'épaisseur critique

Nous présentons en Figure 6.1 les faisceaux de courbes  $R(d_{\perp})$  pour des températures comprises entre 50 mK et 1 K pour les échantillons de compositions  $x = 13,5\%$  (OC5) et  $x = 18\%$  (OC6).

Les courbes à  $x = 13,5\%$  définissent précisément un point critique à  $d_c = 155 \pm 1 \text{ \AA}$  et  $R_c = 1377 \text{ pm}^{10} \Omega^2$ .



(a)  $x = 13,5\%$ , par rapport au point critique  $d_c = 155 \text{ \AA}$ ,  $R_c = 1377 \pm 10 \text{ k}\Omega$ , ici  $\nu z = 0,66$ . (b)  $x = 18\%$ , par rapport au point critique  $d_c = 32 \text{ \AA}$ ,  $R_c = 6565 \text{ k}\Omega$ , ici  $\nu z = 0,47$ .

**FIGURE 6.2** – Renormalisation des échantillons non recuits en  $R/R_c$  fonction de  $\delta_{d_\perp} T^{-1/\nu z}$ . L'optimisation du facteur  $\nu z$  ne permet pas aux données de se superposer sur la même branche supraconductrice.

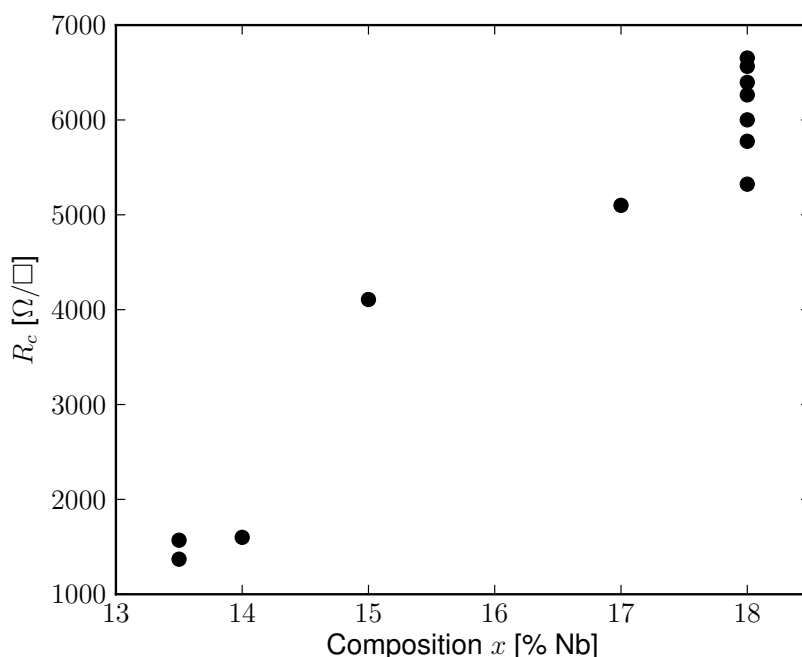
Pour  $x = 18\%$ , nous obtenons  $d_c = 32 \pm 2 \text{ \AA}$  et  $R_c = 6565 \text{ pm}^2 200 \Omega^2$ . Le point de croisement a été déterminé, dans ce cas, sur une plage de  $200 \text{ mK} < T < 400 \text{ mK}$  en raison de la saturation de la résistance que présente l'échantillon  $d_\perp = 45 \text{ \AA}$  à des températures inférieures. Par ailleurs, l'incertitude sur la résistance critique est due au fait que la résistance carrée des échantillons évolue d'un facteur  $\simeq 4$  entre  $d_\perp = 30$  et  $45 \text{ \AA}$ . Nous avons confirmé cette valeur de  $d_c$  avec l'évolution de  $T_c = f(1/d_\perp)$  (voir chapitre 4) qui nous donne une épaisseur critique de  $d_c = 37 \pm 4 \text{ \AA}$ .

## 6.2.2 Grandeur renormalisée

Nos échantillons n'ont pas tous la même résistance carrée à l'état normal. Une renormalisation de la quantité  $R_\square/R_c$ , ainsi que cela est fait dans la littérature [Marković *et al.*, 1998], ne peut alors aboutir. En effet, nous ne pouvons pas faire correspondre les parties hautes températures des  $R(T)$  des différents échantillons sur une même courbe maîtresse, ainsi que le montre la Figure 6.2 pour un produit d'exposants  $\nu z$  optimisé.

Il apparaît alors nécessaire de renormaliser non plus  $R_\square/R_c$  mais la quantité  $R_\square/R_n$  afin de prendre en compte la dépendance de  $R_n$  avec l'épaisseur. Nous avons considéré, pour tous les échantillons,  $R_n = R_\square(10 \text{ K})$  comme résistance de référence.

La renormalisation de  $R_\square/R_c$  n'a de sens que si  $R_c$  est universelle. Or, comme nous le voyons Figure 6.3, les TSI que nous avons mesurées ne présentent pas cette caractéristique. Notons la large gamme sur laquelle varie la résistance critique, comme nous l'avons déjà observé pour la transition induite par le champ magnétique [Marrache-Kikuchi *et al.*, 2008]. Comme nous l'avons mentionné au chapitre 2, ceci n'est pas spécifique à notre système, et a été observé pour des composés très différents. L'universalité de la résistance critique n'est attendue que pour le cas très précis où la dualité des deux modèles paires de



**FIGURE 6.3** – Résistance critique pour les échantillons de différentes compositions et pour les différentes températures de recuit considérées.

Cooper / paires de vortex – anti-vortex est strictement vérifiée. Dans le cas contraire, cette contrainte disparaît, et de nombreuses expériences ont obtenu des résistances critiques différentes du quantum de résistance prévu en cas de dualité stricte ( $R_Q \simeq 6,45 \text{ k}\Omega$ ), voir chapitre 2. La renormalisation de  $R_{\square}/R_n$  est donc théoriquement valide [Cha *et al.*, 1991] et a déjà été expérimentalement employée [Marrache-Kikuchi, 2006; Marrache-Kikuchi *et al.*, 2008].

## 6.2.3 Résultats de la renormalisation pour $x = 18\%$

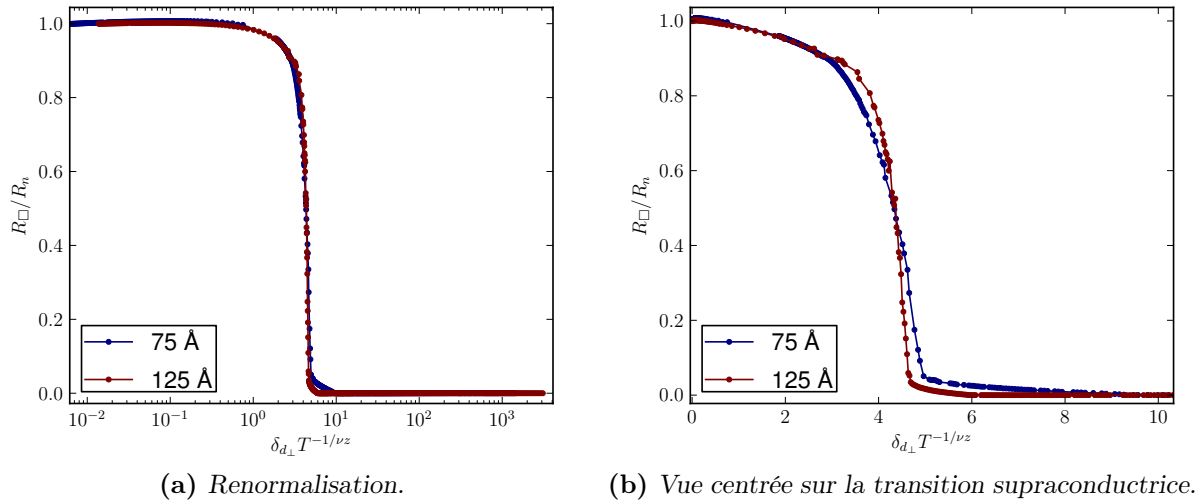
### 6.2.3.1 Cas du recuit $\theta_{\text{rec}} = 70^\circ\text{C}$

Nous avons procédé à la renormalisation des  $R(T)$  pour les échantillons de 75 et 125 Å. En effet, l'échantillon de 45 Å a été écarté du fait de la saturation qu'il présente à basse température ainsi que l'échantillon de 500 Å, trop loin de la transition. Nous avons donc une zone critique limitée par  $\delta_{d_{\perp},\text{max}} = 2,9$ . Nous avons considéré des températures inférieures à 10 K et le résultat est donné Figure 6.4, pour un produit d'exposants critiques optimum de  $\nu z = 0,43 \pm 0,03$ .

La région critique apparaît donc comme importante, mais la renormalisation que nous avons obtenue pour un  $\nu z$  comparable à ce qui a été déterminé précédemment avec des échantillons à  $x = 15\%$  [Marrache-Kikuchi, 2006,  $\nu_{d_{\perp}} z_{d_{\perp}} = 0,4$ ], nous a conforté dans cette démarche.

Notons toutefois que lorsqu'on se concentre sur la zone correspondant à la transition supraconductrice, on observe que les deux courbes ne se superposent pas parfaitement.





**FIGURE 6.4** –  $x = 18\%$ ,  $\nu z = 0,43$  et  $\delta_{d_\perp} < 2,9$ .

On a une différence en résistance de l'ordre de 10% (Figure 6.4b) que l'on arrive à réduire à 5% en prenant en compte l'incertitude sur  $d_c$ . Malgré cela, la superposition générale des deux courbes nous paraît suffisamment bonne pour accorder confiance à cette analyse.

### 6.2.3.2 Évolution de la TSI induite par l'épaisseur en fonction du recuit

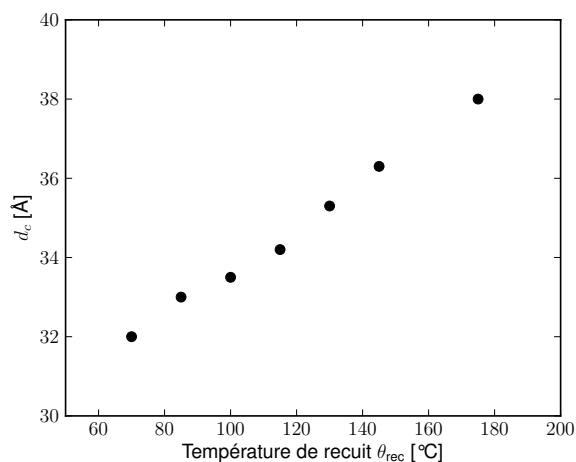
L'évolution de la TSI induite par l'épaisseur en fonction du recuit nous conforte dans cette confiance.

En effet, nous avons reproduit la même analyse que précédemment pour les différentes températures de recuit dont nous disposons : de 70 °C à 175 °C. Pour ces échantillons et dans la gamme de température de recuit considérée, l'épaisseur critique varie peu (Figure 6.5) et  $32 \text{ \AA} < d_c < 38 \text{ \AA}$ .

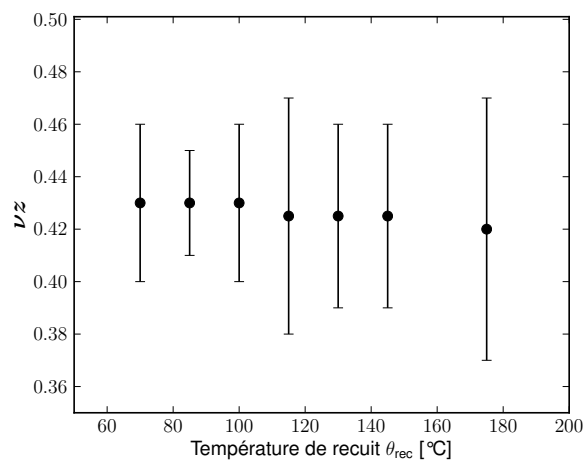
Dans les mêmes conditions d'analyse, c'est-à-dire,  $|\delta_{d_\perp}| < 2,9$ ,  $T < 10 \text{ K}$ , nous obtenons pour le  $x = 18\%$  le même facteur  $\nu z = 0,43 \pm 0,05$  (Figure 6.6). La constance du produit d'exposants critiques, quelle que soit la température de recuit, est tout à fait remarquable et renforce la confiance que nous pouvons avoir en cette valeur.

Nous avons ensuite voulu comparer les renormalisations obtenues pour les différents recuits. Nous avons optimisé  $\nu z$  pour que le même produit d'exposants critiques fasse collapser les courbes aux différents recuits. Par ailleurs, nous avons corrigé l'incertitude que nous avons sur  $d_c$  par un facteur multiplicatif  $a$  pour chaque échantillon [Cha *et al.*, 1991]. On trace alors  $R_\square/R_n = f(a\delta_{d_\perp} T^{-1/\nu z})$ . On s'attend théoriquement à ce que la constante  $a$ , propre à chaque température de recuit, soit non universelle mais de l'ordre de l'unité. Les valeurs prises sont données dans le tableau suivant :

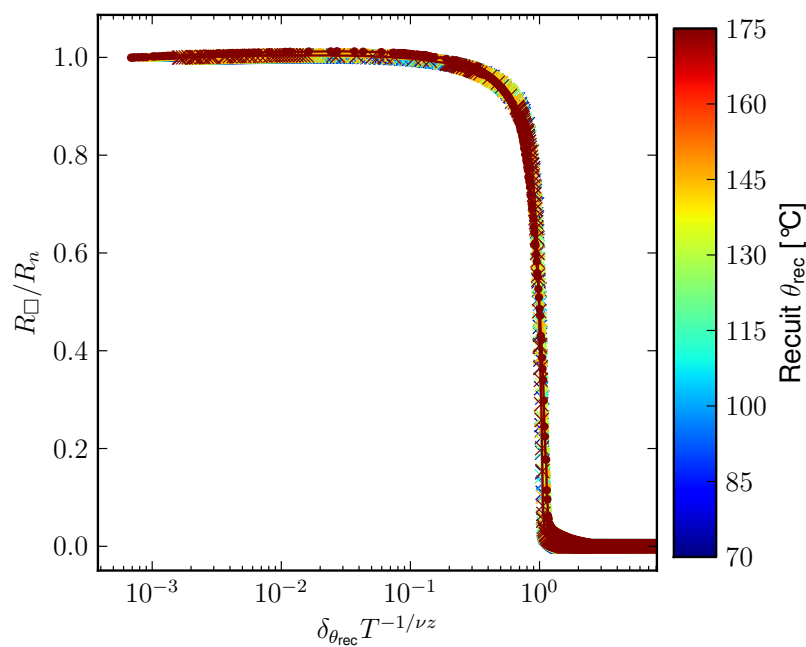
Les courbes renormalisées sont données Figure 6.7 pour un produit d'exposants critiques  $\nu z = 0,425$  commun à toutes les températures de recuits. On notera le très bon accord entre toutes les courbes.



**FIGURE 6.5** – Évolution par le recuit des  $d_c$  obtenus par l'analyse des points de croisements.



**FIGURE 6.6** – Évolution des produits d'exposants critiques  $\nu z$  obtenus par les renormalisations à différentes températures de recuit.  $\nu z \simeq 0,43 \pm 0,05$ .



**FIGURE 6.7** – Renormalisation de la quantité  $R_{\square}/R_n$  pour  $\nu z = 0,425$  pour les échantillons de  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 75$  et  $125 \text{ \AA}$  à tous les recuits entre 70 et 175 °C.

Température de recuit	$a$
70	1
85	1,02
100	1,09
115	1,14
130	1,20
145	1,28
175	1,44

## 6.2.4 Résultats de la renormalisation pour $x = 13,5\%$

### 6.2.4.1 Élimination des effets de bords

Les échantillons à  $x = 13,5\%$  présentent, nous l'avons vu (sous-section 4.4.3), des effets de bords qui nous ont particulièrement gênés pour étudier extensivement la renormalisation de ces films. Nous avons cependant tenté de les analyser par cette méthode. Nous ne prenons pas l'analyse qui suit comme étant irréprochable, mais plutôt comme une confirmation des résultats obtenus pour les échantillons à  $x = 18\%$  (paragraphe précédent).

Afin de « corriger » les effets de bords de ces échantillons, nous avons tenté de reconstituer la courbe  $R(T)$  telle qu'elle devrait être si ces effets parasites n'avaient pas été présents. Nous nous sommes alors appuyés sur la théorie d'Aslamazov – Larkin qui prédit l'évolution de la résistance, connaissant la résistance normale  $R_n$  et la température critique supraconductrice  $T_c$ . Nous avons négligé les corrections de Maki – Thompson et de densité d'états, que ne nous n'avons pas les moyens d'estimer sur ces échantillons. Mais nous montrerons dans l'Appendice A que la résultante de ces deux composantes peut être négligée.

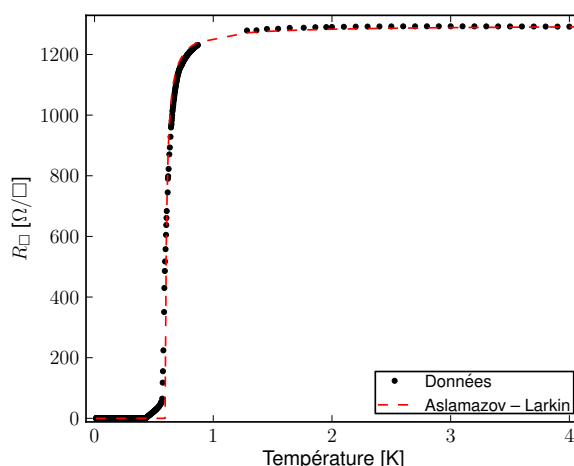
Afin de valider cette démarche, nous l'avons appliquée à un échantillon supraconducteur ne présentant pas d'effet de bords. La Figure 6.8 présente les courbes  $R(T)$  expérimentale et simulée pour l'échantillon  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 75 \text{ \AA}$ . On voit que cette analyse, très simple, rend bien compte, à basse température, de l'allure de la courbe expérimentale.

Les données avant correction et simulées par cette méthode sont présentées Figure 6.9 pour les échantillons à  $x = 13,5\%$ .

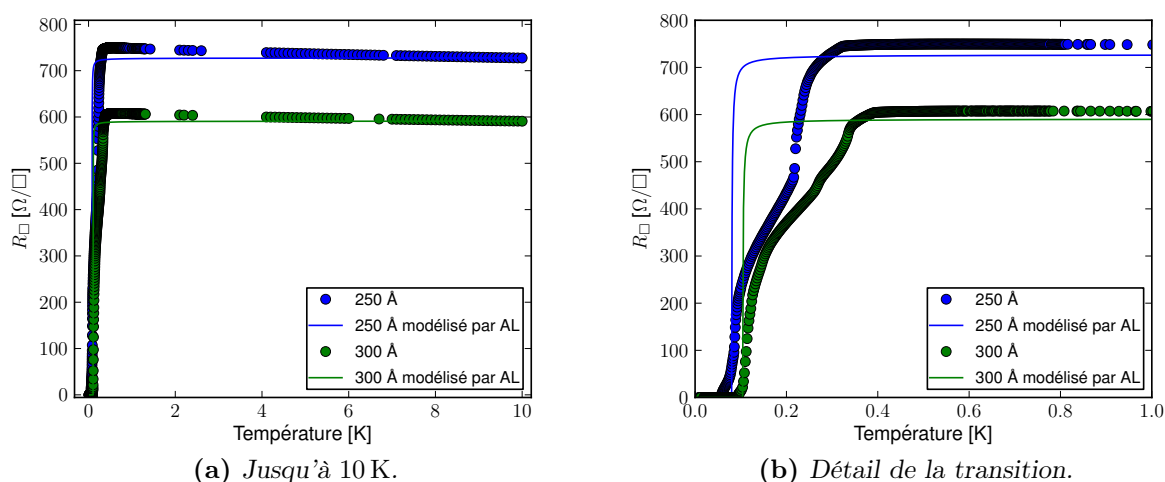
On voit que l'allure générale des courbes est relativement bien décrite par cette simulation (Figure 6.9a). Cependant, le modèle d'Aslamazov – Larkin ne permet, par construction, pas de rendre compte de la localisation observée dans les échantillons de  $x = 13,5\%$  à basse température (cf. Figure 6.9b). Puisque le modèle de Fisher ne considère pas la localisation des fermions, il aurait été raisonnable de soustraire cette composante aux courbes  $R(T)$  mesurées. Avec la simulation que nous proposons ici, nous nous affranchissons *de facto* de la nécessité de cette correction.

### 6.2.4.2 Scaling

Nous avons procédé à la renormalisation des  $R(T)$  simulés pour les échantillons de 250 et 300  $\text{\AA}$ , pour une température de recuit de 70 °C. L'échantillon de 200  $\text{\AA}$  a été écarté car



**FIGURE 6.8** – Données du  $d_{\perp} = 75 \text{ \AA}$ ,  $x = 18\%$  (points noirs) et modélisation par la théorie d'Aslamazov – Larkin (pointillés rouges).

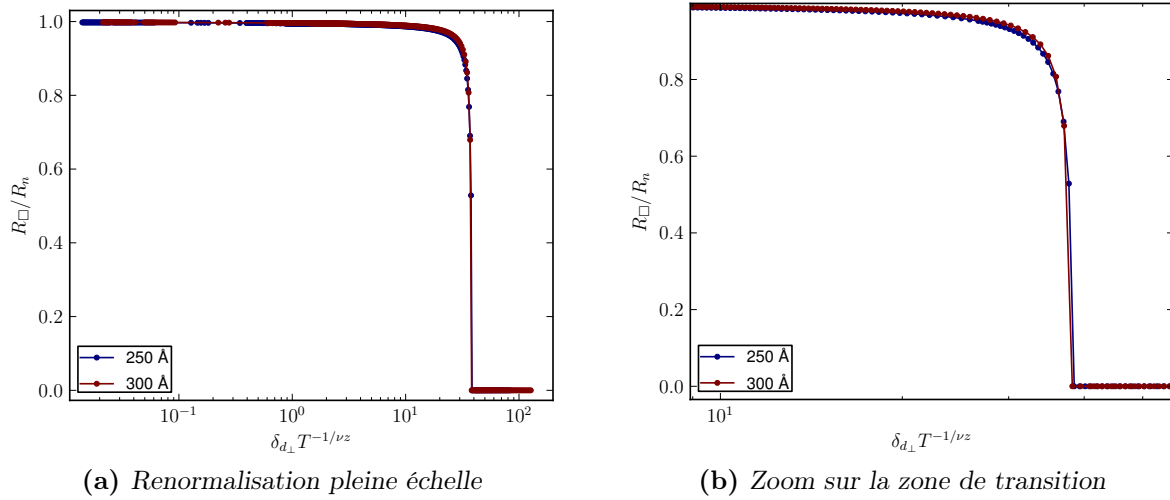


**FIGURE 6.9** – Échantillons  $x = 13,5\%$ ,  $d_{\perp} = 250$  et  $300 \text{ \AA}$  avant et après correction des effets parasites dans la transition supraconductrice par la modélisation de la théorie d'Aslamazov – Larkin.

saturant à basse température, et l'échantillon de  $500 \text{ \AA}$  s'est révélé être trop éloigné de la transition. Nous avons donc une région critique de  $\delta_{d_{\perp}, \max} = 0,93$ . Nous avons considéré les températures inférieures à  $10 \text{ K}$ .

Les résultats de la renormalisation sont données Figure 6.10 pour un produit d'exposants critiques optimisé  $\nu z = 0,61 \pm 0,04$ .

Pour cette composition de  $x = 13,5\%$ , nous n'avons pas pu exploiter les données de la transition en épaisseur pour des températures de recuits de  $90^{\circ}\text{C}$  et plus : le  $250 \text{ \AA}$  présente, pour  $\theta_{\text{rec}} \geq 90^{\circ}\text{C}$ , une saturation à basse température.



**FIGURE 6.10** – Renormalisation des  $R(T)$  « simulés » de  $d_{\perp} = 250$  et  $300 \text{ \AA}$ ,  $x = 13,5\%$ ,  $\nu z = 0,61 \pm 0,04$ .

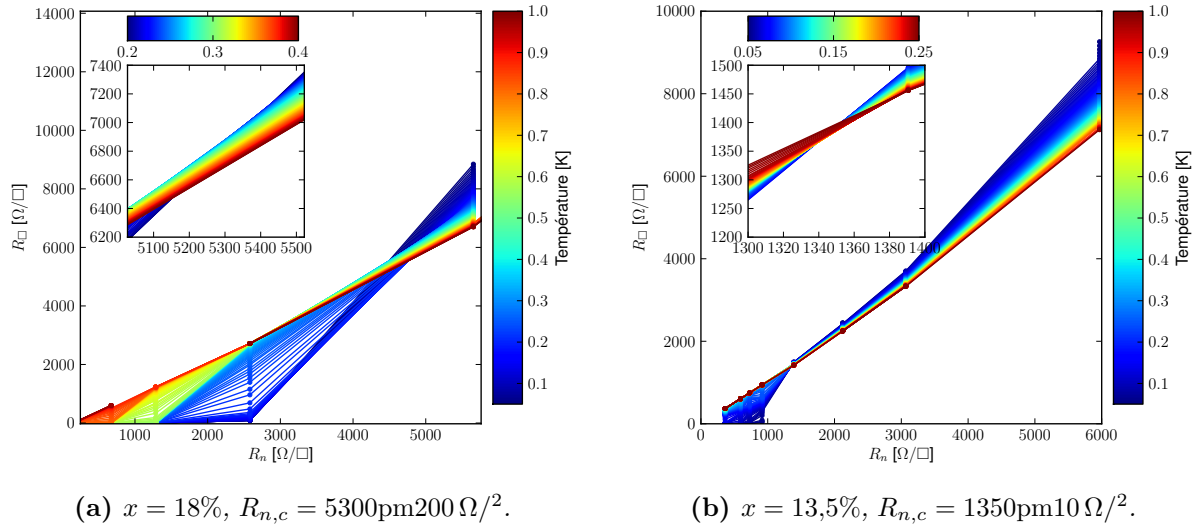
### 6.2.5 Discussion de la renormalisation de la TSI induite par l'épaisseur

Les renormalisations, pour les deux compositions considérées, aboutissent à des produits d'exposants critiques comparables, aux incertitudes et erreurs d'estimation près. Nous accordons plus de confiance à la valeur trouvée pour les échantillons à  $x = 18\%$  puisque ceux-ci ne sont pas entachés d'effets de bords et que nous avons obtenu des  $\nu z$  constants quelque soit la température de recuit pour la TSI en épaisseur. Cette valeur confirme par ailleurs le résultat précédent obtenu par l'équipe sur la même transition du même composé ( $x = 15\%$ ). Nous avons de plus réussi à superposer les TSI induites par l'épaisseur pour toutes les températures de recuit, ce qui tend à montrer que toutes les transitions observées dans ce cadre relèvent sans doute du même mécanisme.

En dépit des incertitudes que nous avons exposées sur cette méthode d'analyse, nous pouvons, dans tous les cas, affirmer que nous obtenons un produit d'exposants critique  $\nu z < 1$ . Si on suppose  $z = 1$ , conformément à ce qui est attendu pour des particules soumises à des interactions coulombiennes longue portée, nous obtenons  $\nu < 1 = \frac{2}{d}$ , en violation du critère de Harris. Toutefois, ceci est peu étonnant pour un système très désordonné tel que le nôtre [Avishai, *communication personnelle*].

## 6.3 TSI paramétrée par $R_n$

Jusqu'à présent, nous avons considéré, comme la plupart des travaux sur le sujet (cf. chapitre 2), que l'épaisseur constituait un paramètre pertinent pour rendre compte des effets du désordre. Il peut cependant être suprenant qu'un phénomène aussi complexe que le désordre, qui peut être varié de diverses manières (impuretés, épaisseur, concentration, ...) puisse être tout entier qualifié par la seule mesure de  $d_{\perp}$ .



**FIGURE 6.11** – Détermination de la résistance normale critique  $R_{n,c}$  par la méthode du point fixe.

Il existe un autre paramètre, proposé théoriquement par Cha *et al.* [1991], pouvant permettre d'évaluer l'éloignement d'un échantillon donné par rapport à la transition :  $R_n$ . En effet,  $R_n$  prend en compte non seulement les effets de l'épaisseur (puisque  $R_n$  dépend de  $d_{\perp}$ ) mais également les grandeurs liées à la fermiologie du système (vitesse de Fermi et libre parcours moyen notamment).

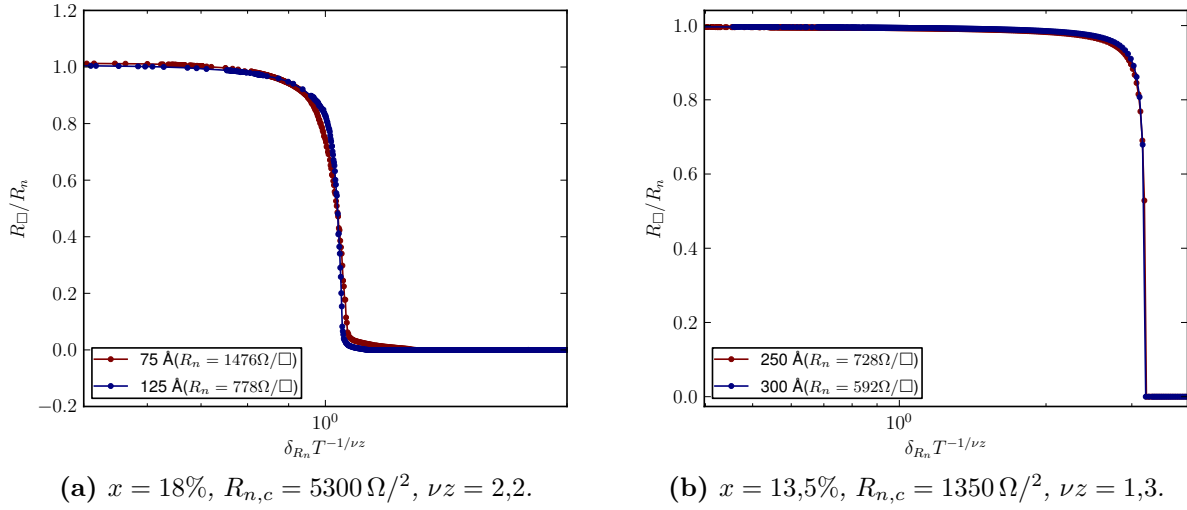
Nous avons donc procédé à une analyse en renormalisation de  $\frac{R_{\square}}{R_n(10K)}$ , comme précédemment, mais en prenant  $\delta_{R_n} = \frac{R_n - R_c}{R_c}$  comme paramètre d'estimation de la distance à la transition.

Nous avons déterminé les valeurs de la résistance normale critique  $R_{n,c}$  avec la méthode des points fixes que nous avons utilisée précédemment, en traçant cette fois-ci  $R_{\square} = f(R_{n,10K})$ , pour différentes températures. Nous obtenons  $R_{n,c} = 5300\text{pm}200 \Omega^2$ , pour  $x = 18\%$  (Figure 6.11b) et  $R_{n,c} = 1350\text{pm}10 \Omega^2$  pour  $x = 13,5\%$  (Figure 6.11a).

La renormalisation correspondante, pour des températures inférieures à 10 K, donne :

- $\nu z = 2,3 \pm 0,3$  (Figure 6.12a), pour  $x = 18\%$ . La valeur de  $\nu z$  varie peu, même en prenant en compte l'incertitude importante sur  $R_{n,c}$  (de l'ordre de 0,2 pour 500  $\Omega^2$  de différence sur  $R_{n,c}$ ). De la même manière, à différentes températures de recuit, nous obtenons un produit d'exposants critiques sensiblement identique ( $\nu z = 2,0 \pm 0,2$  à 175 °C).
- En revanche, pour  $x = 13,5\%$ , en prenant en compte les modélisations avec la théorie d'Aslamazov – Larkin, nous obtenons  $\nu z = 1,3 \pm 0,2$  (Figure 6.12b).

La variation importante de  $\nu z$  avec la composition n'est, selon nous, pas physique. En effet, nous nous attendons à ce que les TSI induites par le désordre soient de même nature, quelque soit la concentration en niobium du composé (tout au moins dans la gamme de  $x$  considérée). Ainsi, même si les courbes considérées collapsent bien à  $x$  fixé, nous pensons que  $\delta_{R_n} = \frac{R_n - R_{n,c}}{R_{n,c}}$  ne permet pas de décrire convenablement la distance à la TSI. Ce



**FIGURE 6.12** – Renormalisation la TSI induite par le désordre paramétrée par  $\delta_{R_n}$ .

résultat est conforme à ce que nous avons conclu à la fin du chapitre 5 :  $R_n$  ne peut pas être le paramètre caractérisant entièrement le désordre.

## 6.4 Renormalisation pour la transition induite par le recuit

Même si nous n'avons pas observé de TSI à proprement parlé par l'effet du recuit, nous vérifierons dans cette partie si l'abaissement de  $T_c$  observé, à composition et épaisseur fixées, peut s'interpréter comme une TPQ et si les courbes  $R(T)$  peuvent alors être renormalisées.

Nous commençons la présentation de l'analyse en renormalisation par une transition dont le paramètre est le recuit pour l'échantillon à  $x = 18\%$  (OC6).

### 6.4.1 Renormalisation des échantillons $x = 18\%$

#### 6.4.1.1 Détermination de la température critique de recuit

À la différence de la transition en épaisseur, nous n'avons pas d'échantillons rendus isolants par l'effet du recuit. La détermination d'une température critique de la transition par la recherche d'un point fixe dans la représentation  $R_{\square} = f(\theta_{\text{rec}})$  est donc très imprécise.

Pour déterminer  $\theta_c$ , nous avons alors utilisé l'évolution de  $T_c$  avec  $\theta_{\text{rec}}$  (voir sous-section 4.8.2) : nous définissons  $\theta_c$  comme la température de recuit où  $T_c = 0$ . Nous obtenons  $\theta_c = 520 \pm 40$ ,  $574 \pm 40$  et  $544 \pm 40$  °C pour, respectivement,  $d_{\perp} = 75$ , 125 (droit) et 500 Å. Nous rappelons que la température de recuit, en soi, n'a pas de signification physique (sous-section 4.8.1) mais la linéarité entre la conductivité et la température de

**Tableau 6.1** – Résultats obtenus par l’optimisation des produits d’exposants critiques  $\nu z$  pour les échantillons supraconducteurs ( $d_{\perp} = 75, 125$  (droit) et  $500 \text{ \AA}$ ), à  $x = 18\%$  (OC6).

Épaisseur	$\theta_c$	$ \delta_{\theta_{\text{rec}}} $	$\nu z$
75 $\text{\AA}$	$520 \pm 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$	0,61 – 0,87	$0,85 \pm 0,05$
125 $\text{\AA}$ (d)	$574 \pm 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$	0,56 – 0,88	$0,88 \pm 0,03$
500 $\text{\AA}$	$544 \pm 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$	0,54 – 0,87	$0,95 \pm 0,05$

recuit (dans la gamme de  $\theta_{\text{rec}}$  étudiée) nous permet de considérer  $\theta_{\text{rec}}$  comme un paramètre pertinent équivalent à  $\sigma$ .

Les données que nous présenterons par la suite correspondent aux mesures effectuées pour  $T < 10 \text{ K}$ , en  $R_{\square}/R_{\square,n}$  où la résistance carrée à l’état normal  $R_{\square,n}$  est prise à  $T = 10 \text{ K}$ .

#### 6.4.1.2 Analyse en renormalisation

Comme dans la section précédente, nous avons optimisé  $\nu z$  de manière à superposer les  $R(T)$  pour les recuits les plus proches de la transition (c’est-à-dire, dans notre cas, les températures de recuit les plus élevées) et avons regardé jusqu’à quelle température de recuit cette renormalisation est encore applicable. Nous présentons en Figure 6.13 les renormalisations obtenues et le Tableau 6.1 donne les propriétés de scaling pour chaque épaisseur considérée.

Pour le 75  $\text{\AA}$ , nous avons été obligés d’écarter les résultats du recuit à 250  $^{\circ}\text{C}$ . En effet, à cette valeur de  $\theta_{\text{rec}}$ , la  $T_c$  est légèrement supérieure à ce que l’on attendrait de l’évolution linéaire de  $T_c = f(\theta_{\text{rec}})$  (cf. Figure 4.28). D’autre part, la renormalisation obtenue en prenant en compte cette température de recuit n’est pas cohérente avec ce qui est observé pour les autres épaisseurs<sup>iii</sup>. La cohérence est retrouvée dès que l’on n’en tient pas compte. Devoir ne pas prendre en compte  $\theta_{\text{rec}} = 250 \text{ }^{\circ}\text{C}$  pour l’épaisseur 75  $\text{\AA}$  ne nous surprend pas outre mesure, vu les caveats donnés en sous-section 4.8.4.

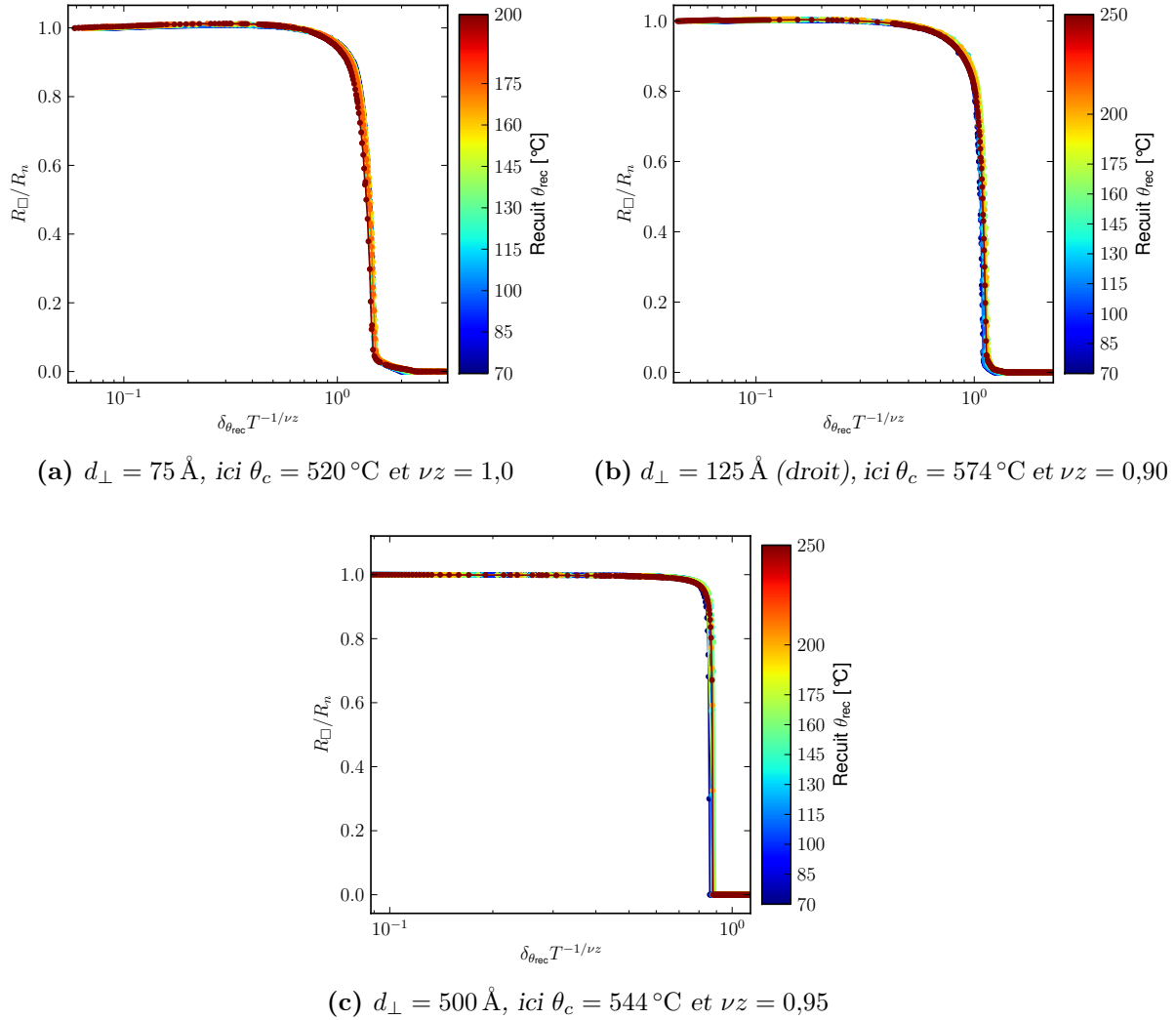
L’échantillon de 500  $\text{\AA}$  présentant des effets de bords, nous l’avons modélisé par la théorie d’Aslamazov – Larkin suivant la procédure explicitée plus haut.

Ces précautions prises, nous pouvons faire quelques commentaires sur les résultats obtenus :

- Les scalings obtenus sont satisfaisants puisque l’on obtient une bonne superposition des  $R(T)$  aux différents recuits considérés.
- Par ailleurs, ces renormalisations prennent en compte la totalité des températures de recuit existantes de 70 à 250  $^{\circ}\text{C}$ .
- Pour les trois épaisseurs considérées, nous avons trouvé les produits d’exposants critiques  $\nu z = 0,9 \pm 0,1$ . Là encore, cette constance de  $\nu z$  renforce la confiance que nous pouvons avoir dans cette analyse.
- La valeur de  $\nu z$  obtenue dépend de la valeur exacte prise pour  $\theta_c$ . En effet, faire varier  $\theta_c$  de plus ou moins 40  $^{\circ}\text{C}$  autour de la valeur estimée modifie le produit

iii.  $\nu z$  différent, mauvaise superposition des courbes.





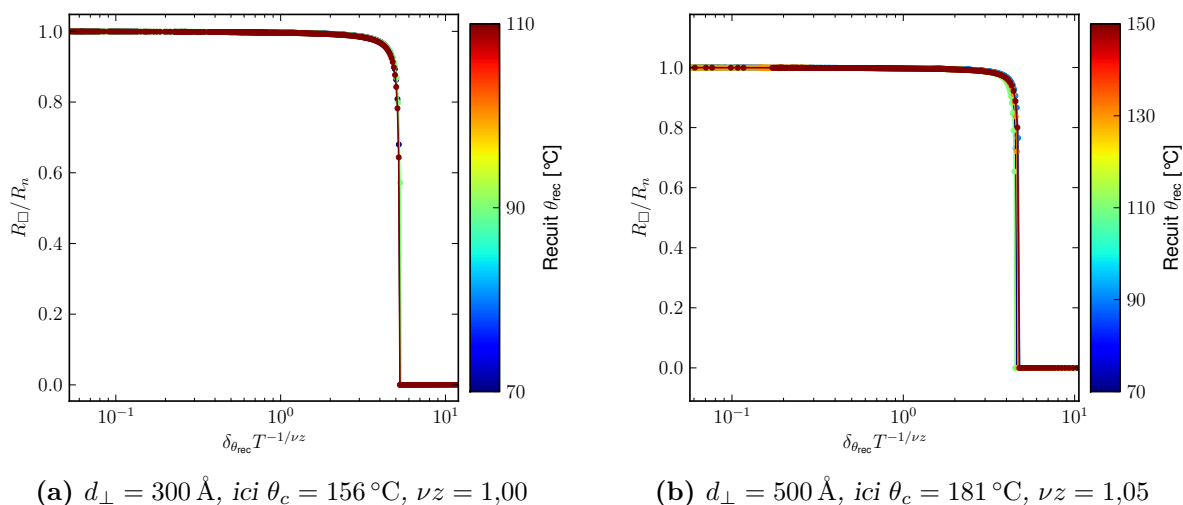
**FIGURE 6.13** – Renormalisation des courbes  $R(T)$  pour les échantillons supraconducteurs à  $x = 18\%$  (OC6). Les caractéristiques  $R(T)$  de l'échantillon  $d_{\perp} = 500 \text{ \AA}$  ont été modélisées par la théorie d'Aslamazov – Larkin.

d'exposants critiques optimum de  $\pm 0,1$ . En prenant en compte cette incertitude sur  $\theta_c$ , nous obtenons donc, au final,  $\nu z = 0,8 \pm 0,2$ .

- Nous avons vu précédemment qu'une épaisseur de  $500 \text{ \AA}$  était à la limite de la bi-dimensionnalité vis-à-vis de la supraconductivité ( $\xi \approx 300 \text{ \AA}$  dans nos films). Nous avons cependant appliqué à cet échantillon les mêmes techniques de renormalisation pour cette TSI induite par le recuit. De fait, le scaling obtenu est tout à fait satisfaisant.

#### 6.4.2 Renormalisation des échantillons $x = 13,5\%$

Une analyse similaire sur les  $R(T)$  simulés par la théorie d'Aslamazov – Larkin pour  $x = 13,5\%$  a été entreprise.



**FIGURE 6.14** – Renormalisation des courbes  $R(T)$  pour les échantillons supraconducteurs à  $x = 13,5\%$  (OC5). Les échantillons ont été modélisés par la théorie d’Aslamazov – Larkin et nous avons pris en compte uniquement les températures de recuit où les échantillons ne présentaient pas de saturations à basse température.

**Tableau 6.2** – Résultats obtenus par l’optimisation des produits d’exposants critiques  $\nu z$  pour les échantillons supraconducteurs ( $d_{\perp} = 300$  et  $500 \text{ \AA}$ ), à  $x = 13,5\%$  (OC5).

Épaisseur	$\theta_c$	$\theta_{\text{rec}}$ considérés	$\delta_{\theta_{\text{rec}}}$	$\nu z$
$300 \text{ \AA}$	$156 \pm 6 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ à $110 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$0,29 - 0,55$	$1,00 \pm 0,02$
$500 \text{ \AA}$	$181 \pm 4 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ à $150 \text{ }^{\circ}\text{C}$	$0,17 - 0,61$	$1,05 \pm 0,05$

Pour cette composition, nous disposons de deux épaisseurs analysables<sup>iv</sup> :  $d_{\perp} = 300$  et  $500 \text{ \AA}$ . Les paramètres de la renormalisation sont donnés Tableau 6.2 et les graphes correspondants Figure 6.14, pour  $T < 10 \text{ K}$ .

Ici, la gamme des températures de recuit considérée est plus réduite du fait de l’apparition de saturations de la résistance très tôt en recuit. Pour cette composition également, nous obtenons  $\nu z \simeq 1,0 \pm 0,1$  confirmant ainsi les résultats obtenus pour  $x = 18\%$ .

### 6.4.3 Discussion de la valeur obtenue pour le produit $\nu z$

La valeur obtenue de  $\nu z = 0,85 \pm 0,25$  (en prenant en compte les deux compositions) n’est pas usuelle pour les TSI étudiées dans la littérature. En effet, il est usuel de trouver  $\nu z \sim 0,6$  [Marković *et al.*, 1998; Marrache-Kikuchi *et al.*, 2008] pour les TSI induites par un champ magnétique par exemple, ou  $\nu z \sim 1,3$  pour certaines TSI gouvernées par un changement d’épaisseur. Ceci peut s’expliquer par les différences marquées qui existent entre les comportements de  $\frac{R_{\square}}{R_n}$  pour  $\nu z > 1$  et  $\nu z < 1$ . Il est donc rare d’obtenir  $\nu z \sim 1$  et nous nous sommes interrogés sur ce résultat.

iv. *i.e.* présentant suffisamment de  $R(T)$  sans saturation à basse température.

Nous avons vu (sous-section 4.8.2) que la  $T_c$  évoluait, pour un échantillon donné, linéairement avec le recuit :

$$T_c = \alpha(\theta - \theta_c) = \alpha' \underbrace{(\theta - \theta_c)/\theta_c}_{=\delta_{\theta_{\text{rec}}}} \quad (6.3)$$

où  $\alpha'$  dépend de l'épaisseur du film considéré.

Ainsi,

$$A = \delta_{\theta} \times T_c^{-1} \quad (6.4)$$

où  $A$  est une constante qui ne dépend que de l'épaisseur du film.

Pour  $T = T_c$ , on a alors :

$$\frac{R_{\square}}{R_n} = f(\delta_{\theta_{\text{rec}}} T_c^{-1}) \quad (6.5)$$

qui est indépendante de la température de recuit. Ainsi, nous pouvons expliquer, à  $T = T_c$ , cette valeur d'exposants critiques  $\nu z \sim 1$ .

Nous avons alors tenté une renormalisation où  $\nu z$  était fixé à 1,0 pour satisfaire cette observation à  $T = T_c$  et avons regardé comment les résistances se renormalisaient aux autres températures. Auparavant, la température de recuit critique était fixée et  $\nu z$  variable, nous avons désormais  $\nu z$  fixé à 1,0 et  $\theta_c$  variable. Un exemple typique de cette analyse est donné Figure 6.15 pour  $x = 18\%$  (OC6) et  $d_{\perp} = 125 \text{ \AA}$ . On voit que l'on arrive à renormaliser *l'ensemble* de la courbe  $R(T)$ , et notamment l'« *onset* » de la transition. Le  $\theta_c$  alors obtenu ( $\theta_c = 610 \text{ }^{\circ}\text{C}$  pour  $d_{\perp} = 125 \text{ \AA}$ ) est dans la gamme d'incertitude que nous avons déterminée plus haut.

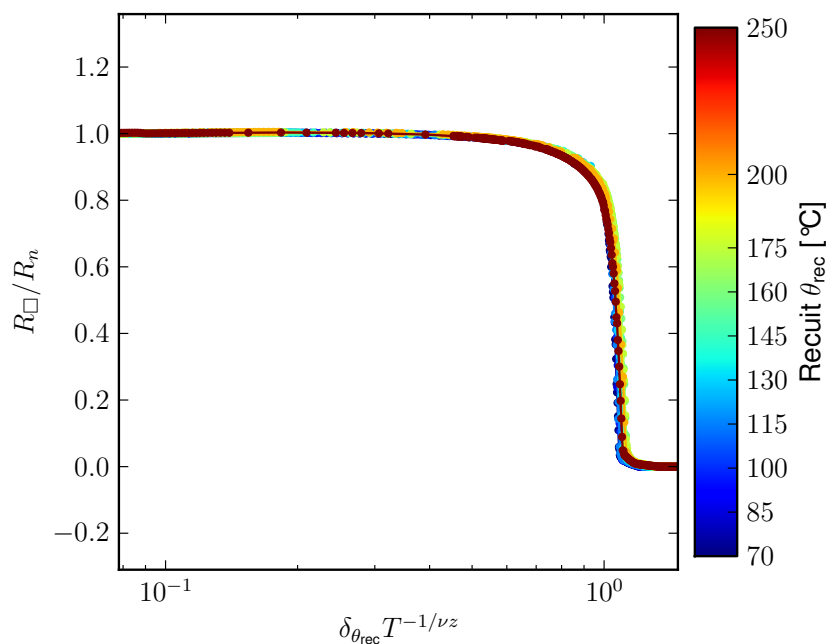
Ainsi, il semblerait que la valeur de  $\nu z$  trouvée ( $\nu z \approx 1$ ) soit directement liée à la variation linéaire de  $T_c$  avec la température de recuit pour un échantillon d'épaisseur donnée.

Nous avons proposé (sous-section 4.10.1) que le recuit avait un effet comparable à la composition. Il faudrait, pour renforcer ce parallélisme, étudier une série d'échantillons présentant une TSI induite par la composition et voir si nous retrouvons cette valeur de  $\nu z$ . Nous n'en avons pas trouvé dans la littérature.

## Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons confronté nos résultats expérimentaux à la théorie bosonique de M.P.A. Fisher qui décrit une TPQ entre une phase supraconductrice et une phase isolante (bosonique).

En ce qui concerne la TSI induite par le désordre, les échantillons proches de la transition présentent une renormalisation de la résistance en accord avec la théorie lorsque l'on considère l'épaisseur comme paramètre de la transition. Nous avons alors évalué le produit d'exposants critiques à  $\nu_{d_{\perp}} z_{d_{\perp}} \approx 0,4$ .  $R_n$ , en revanche, n'est pas une mesure pertinente du désordre dans ce modèle.



**FIGURE 6.15** – Renormalisation du  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 125 \text{ \AA}$  en fixant  $\nu z = 1$ . On trouve  $\theta_c = 610 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

L'évolution vers un état isolant induite par une variation microscopique du désordre, via le recuit, peut également être analysée en termes de TSI. La température de recuit est alors le paramètre de la transition et nous avons trouvé  $\nu_{\theta} z_{\theta} \approx 1$ . Cette valeur semble refléter l'évolution linéaire, plus fondamentale, de  $T_c$  avec le recuit. Dans tous les cas, ce résultat met en lumière le fait que les effets dus au recuit et ceux dus à l'épaisseur sont disjoints, conformément à ce que nous avons conclu au chapitre 5.

Pour finir, nous aimerions faire quelques remarques sur cette analyse suivant le « *Dirty Boson Model* » :

- Pour aller plus loin dans l'analyse de la transition induite par le recuit, nous pensons qu'il faudrait disposer d'un système de référence peu affecté par le recuit comme cela a été fait dans d'autres études concernant la TMI [Lesueur *et al.*, 1985]. Malheureusement, ici, même les films les plus épais ( $500 \text{ \AA}$ ) avaient des caractéristiques très dépendantes de  $\theta_{\text{rec}}$ , les excluant de fait comme système de référence.
- L'analyse à laquelle nous avons procédé se fonde sur l'étude de quelques échantillons. Pour confirmer nos résultats, nous aimerions, dans le futur, faire une analyse plus resserrée à proximité des différentes TSI considérées.
- Le « *Dirty Boson Model* » ne considère pas, nous l'avons évoqué, la localisation fermionique. Dans les échantillons considérés dans ce travail, cette contribution était négligeable. Il n'est pour autant pas certain que les conclusions de l'analyse demeurent lorsque ce terme devient non négligeable. C'est un régime que nous n'avons pas pu explorer dans cette thèse.
- Enfin, nous avons écarté de cette analyse tous les échantillons présentant une saturation à basse température. Ce comportement n'est pas non plus pris en compte par le modèle de Fisher. Nous pensons qu'il s'agit d'une limitation importante de

cette théorie, comme nous allons le voir dans le chapitre suivant.

# Chapitre 7

## Métal de Bose

### Introduction

Comme nous l'avons vu précédemment (section 4.11), certains des films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  présentent des saturations à très basse température (typiquement en-dessous de 50 mK), dont nous nous sommes assurés qu'il ne s'agissait pas d'artefacts expérimentaux.

Il convient donc de s'interroger sur la nature et l'origine de ces saturations. En effet, les théories 2D concernant les films minces désordonnés supraconducteurs, qui ont été présentées jusqu'ici, excluent tout état dissipatif à  $T=0$ . Elles supposent toutes vérifiées le dogme issu de la théorie de la localisation selon lequel il ne peut pas exister d'état métallique dans un système désordonné bidimensionnel réel.

Dans le cadre de ces théories, il existe bien une source de dissipation sous la forme d'un transport de type flux-flow, via le déplacement des vortex. Cependant, cette source n'existe plus à  $T = 0$  et les seuls états fondamentaux possibles pour le système sont les états isolant et supraconducteur.

Dans le modèle bosonique, Fisher [Fisher *et al.*, 1990] décrit la Transition Supraconducteur–Isolant comme le passage d'un état où les paires de Cooper sont mobiles (et les vortex localisés) — l'état supraconducteur — à une phase où ce sont les vortex qui sont mobiles (et les paires de Cooper sont localisées) — l'état isolant. Juste à la transition, ce modèle prédit un *unique* point critique où le système est métallique, avec une résistance critique et constante  $R = R_Q = h/4e^2$ . Ce point critique est cependant purement théorique et on peut penser qu'il est inatteignable expérimentalement.

En revanche, dans un champ connexe de la matière condensée, il est maintenant acquis qu'un état métallique peut exister dans des systèmes 2D *propres*, comme l'ont prouvé les travaux de Kravchenko sur les MOSFETs Si [Kravchenko *et al.*, 1994].

Plus récemment, Das & Doniach (sous-sous-section 1.3.1.7), dans une approche bosonique, ont proposé un modèle où le paramètre d'ordre est décrit par deux sous-systèmes XY, l'un pour le degré de liberté de charge, l'autre pour la phase. Suivant le couplage entre ces deux sous-systèmes, la Transition Supraconducteur–Isolant peut-être directe (à la Fisher) ou présenter une phase intermédiaire métallique.

La prédiction de ce modèle permet de relier la résistance de l'état normal à la résistance mesurée à la plus basse température accessible.

$$R_{\square, T \rightarrow 0} \propto R_Q (R_n/R_c - 1)^{2\nu} \quad (7.1)$$

où  $R_Q = h/4e^2 = 6,45 \text{ k}\Omega$ ,  $R_{\square, T \rightarrow 0}$ , la résistance de la phase métallique,  $R_n$  la résistance de l'état normal,  $R_c$  la résistance critique de la transition Supraconducteur – Métal et  $\nu$  l'exposant de la longueur de corrélation.

Dans un premier temps, nous analyserons nos données par série d'épaisseurs, puis, nous étendrons l'application du modèle de Das & Doniach aux données par série de recuit.

## 7.1 Analyse par série d'épaisseur

Nous allons présenter l'analyse par série d'épaisseurs ( $x$  et  $\theta_{\text{rec}}$  fixées) pour les échantillons OC5 ( $x = 13,5\%$ ). Pour les échantillons à  $x = 18\%$  (OC6), seuls deux échantillons présentaient une saturation à basse température, ce qui n'est pas suffisant pour une analyse convaincante de ce régime.

### 7.1.1 Détermination de $R_c$

Pour chaque température de recuit, on détermine  $R_c$  qui correspond à la résistance (carrée) de l'état normal d'un échantillon qui se trouve être tout juste à la transition supraconducteur–métal, *i.e.* un échantillon pour lequel  $T_c = 0$ . Même si le film séparant le régime métallique du régime supraconducteur ne correspond pas à un échantillon réel parmi notre série, nous pouvons estimer sa résistance à l'état normal comme étant la moyenne des résistances carrées à l'état normal du dernier film supraconducteur et du premier film métallique, à 10 K. Notons qu'à partir d'une température de recuit de 170°C, nous n'avons plus que des échantillons métalliques, ce qui augmente l'incertitude sur la détermination de  $R_c$ .

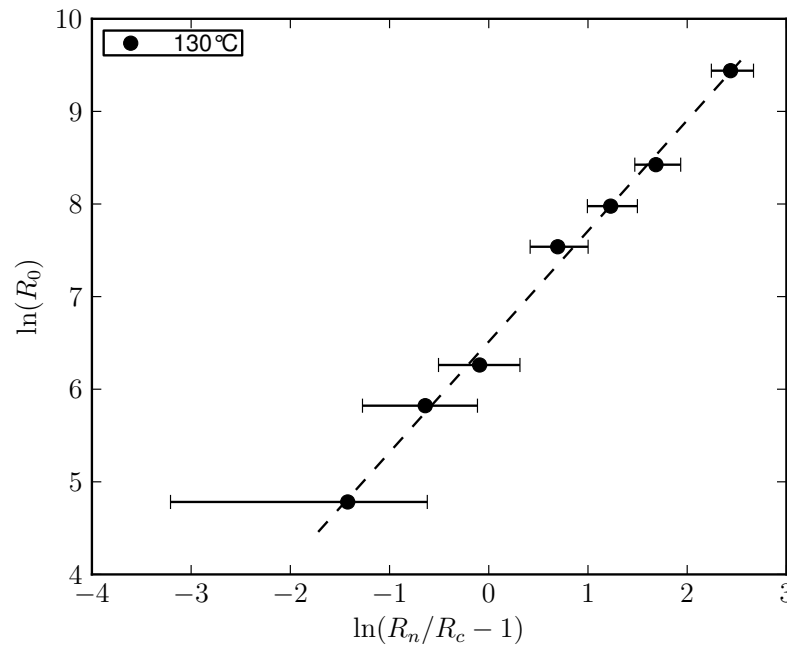
Le Tableau 7.1 donne les différentes valeurs de  $R_c$  et, à titre indicatif, les épaisseurs correspondantes pour chaque température de recuit.

### 7.1.2 Analyse suivant le modèle de Das & Doniach

Sur la Figure 7.1, nous avons représenté la résistance de saturation à plus basse température en fonction de la résistance normale  $R_n$  des échantillons, pour la série d'épaisseurs, à  $x = 13,5\%$  et pour un recuit de 130°C. Nous constatons une bonne correspondance qualitative des résultats expérimentaux avec le modèle de Das & Doniach. Nous pouvons, de plus, déduire de la pente de la régression linéaire :  $\nu = 0,60$ , très proche de la valeur théorique donnée par Das & Doniach :  $\nu \approx 2/3$ .

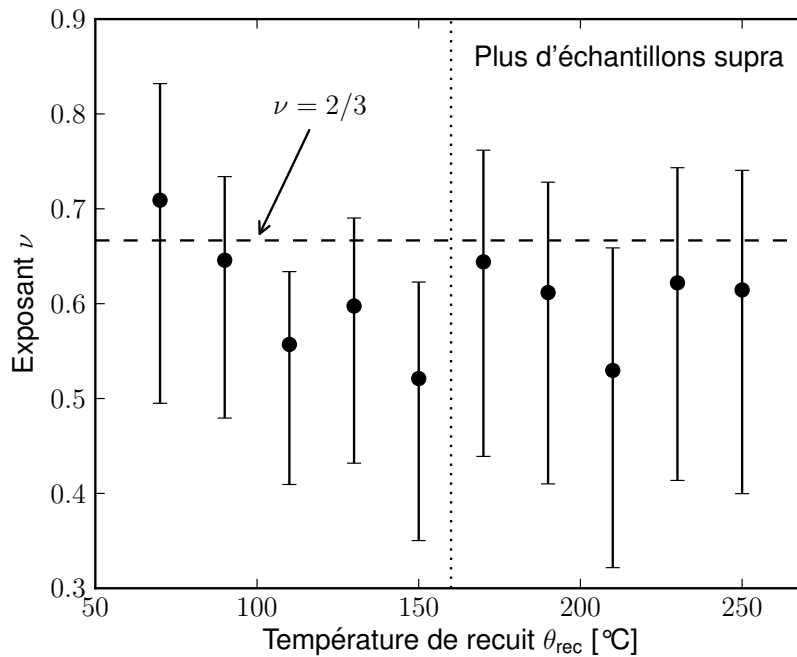
$\theta_{rec}$	$R_c$ [ $\Omega$ ]	Encadrement de $R_c$ [ $\Omega$ ]	Encadrement de $d_c$ correspondant [ $\text{\AA}$ ]
70°C	822	[729 - 915]	[200 - 250]
90°C	694	[622 - 765]	[250 - 300]
110°C	722	[648 - 797]	[250 - 300]
130°C	550	[417 - 683]	[300 - 500]
150°C	663	[441 - 885]	[250 - 500]
170°C	232	[0 - 465]	> 500
190°C	246	[0 - 492]	> 500
210°C	260	[0 - 520]	> 500
230°C	271	[0 - 543]	> 500
250°C	287	[0 - 573]	> 500

**Tableau 7.1** – Tableau donnant les valeurs de la résistance critique  $R_c$  séparant le régime supraconducteur du régime métal de Bose, ainsi que les épaisseurs correspondantes, pour la série à  $x = 13,5\%$  (OC5), pour les différents recuits.



**FIGURE 7.1** – Représentation des données de  $x = 13,5\%$ ,  $\theta_{rec} = 130^\circ\text{C}$  selon le modèle de Das & Doniach [Das et Doniach, 1999]. Les barres d'erreur correspondent à l'incertitude sur la détermination de  $R_c$ . La pente de la régression linéaire donne  $\nu = 0,60$ .  $R_0 = R_{\square, T \rightarrow 0}/R_Q$ .





**FIGURE 7.2** – Exposants  $\nu$  obtenus pour les différents recuits. Les barres d'erreur correspondent aux valeurs extrêmes de l'encadrement de  $R_c$ .

### 7.1.3 Évolution avec le recuit

Nous avons réitéré cette analyse (série d'épaisseurs variables,  $x=13.5\%$ ) à chaque température de recuit. Les valeurs obtenues pour  $\nu$  sont données, en fonction de  $\theta_{rec}$ , Figure 7.2.

Encore une fois, cette valeur est très proche de la valeur théorique donnée par Das & Doniach pour un système très désordonné ( $\nu \simeq 2/3$ ). Notons que Das & Doniach précisent que cette valeur n'est exacte que dans le cas d'un modèle XY théorique. Pour des systèmes réels, il s'attendent à une dispersion de la valeur de  $\nu$ . L'application de ce modèle aux expériences sur les films minces de Ga faites par Jaeger *et al.* [Jaeger *et al.*, 1986], c'est-à-dire pour un système granulaire, donne  $\nu \simeq 2$ . On notera de plus que l'on obtient une valeur de  $\nu$  proche de celle trouvée par l'analyse bosonique (cf chapitre 6).

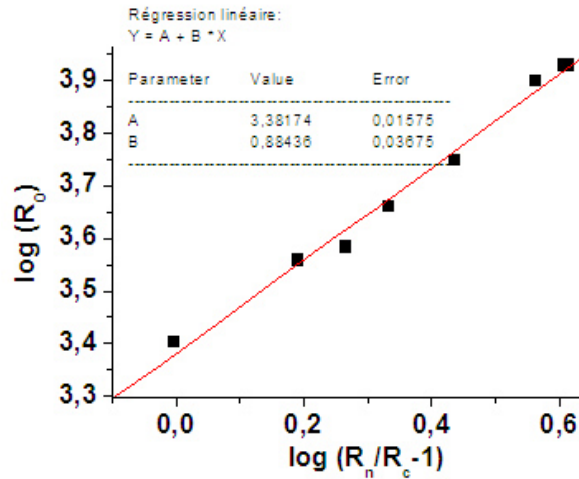
### 7.1.4 Comparaison avec les résultats obtenus précédemment

Des travaux précédents de l'équipe ont effectué cette analyse en métal de Bose sur des séries d'épaisseurs différentes pour  $x = 15\%$  et  $x = 17\%$ , sans recuit, ainsi que pour une série d'échantillons d'épaisseurs fixées à  $125 \text{ \AA}$  (cf. Figure 7.3) et de concentrations de niobium variables [Marrache-Kikuchi, 2006]. Les résultats que nous avons trouvés sont donnés Tableau 7.2.

L'ensemble de ces mesures est cohérent. La dispersion observée sur la valeur mesurée de  $\nu$  est probablement due à la grande sensibilité de l'estimation de cet exposant vis-à-vis de

Série	$R_c$ [ $\Omega$ ]	$\nu$
$x = 15\%$	450	0,93
$x = 17\%$	1500	0,71
125 Å	1050	0,43

Tableau 7.2 – Résultats obtenus précédemment dans l'équipe.

FIGURE 7.3 – Évaluation des résistances très basse température des échantillons avec  $d_{\perp} = 125$  Å, sans recuit, concentrations  $x$  variables.

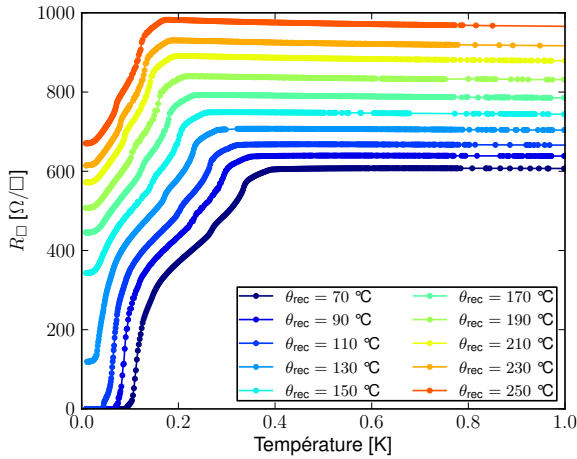
la résistance critique  $R_c$ . Nous pouvons donc donner une valeur moyenne de  $\nu = 0,7 \pm 0,3$  qui est en accord avec ce que nous avons obtenu au cours de cette thèse.

## 7.2 Analyse par série de recuit

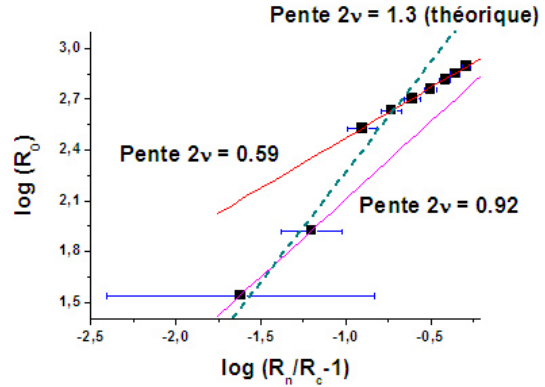
Le modèle de Das & Doniach décrivant la transition entre un état supraconducteur et un état métallique, quelque soit le paramètre gouvernant la transition, nous avons tenté d'appliquer leurs prédictions aux séries de recuits ( $x$  et  $d_{\perp}$  constantes).

En effet, l'apparition de saturations de la résistance à basse température, lorsque l'on augmente la température de recuit des échantillons, nous a semblé être un résultat fort de cette thèse (Figure 7.4) : un échantillon initialement supraconducteur est, une fois recuit, mesuré comme saturant à basse température. Cela nous semble un argument fort pour réfuter l'hypothèse de chauffage des électrons, ou d'un quelconque artefact de mesure. Nous avons donc voulu confronter l'analyse de Das & Doniach à ce nouveau paramètre moteur de la transition.

Malheureusement, les échantillons OC6 ( $x = 18\%$ ) qui sont, en partie, exempts d'effets de bord, n'ont pas passé la transition par recuit vers un état dissipatif, même à  $\theta_{\text{rec}} = 250$  °C. Nous avons dû centrer notre analyse sur les échantillons OC5. Or, au fur et à mesure des recuits, comme nous l'avons vu sous-section 4.4.3, la température critique des



**FIGURE 7.4** – Évolution du comportement basse température de l'échantillon OC5 13.5% 300Å pour les différents recuits.



**FIGURE 7.5** – Analyse en Métal de Bose par série de recuit. Exemple de l'échantillon OC5  $x = 13,5\%$ , 250 Å.

Épaisseur [Å]	$\nu$
250	0,52
300	0,50
500	0,32

**Tableau 7.3** – Résultats des fits du modèle de Das & Doniach. La colonne  $\nu$  donne les valeurs en considérant toutes les températures de recuit.

bords parasites est également affectée. Ceci entache les résultats, à haute température de recuit. Nous pouvons cependant donner l'allure générale de l'évolution des résistances résiduelles avec le recuit (Figure 7.5).

Un résultat typique issu d'un ajustement selon l'Équation 7.1 est donné Figure 7.5 pour l'échantillon OC5 de 250 Å. Les échantillons à faible recuit sont compatibles avec  $\nu = 0.46$ . Pour ces échantillons, les bords parasites sont vraisemblablement encore supraconducteurs. Pour des recuits supérieurs à 130°C, les résistances résiduelles mesurées sont compatibles avec  $\nu = 0.3$ , mais celles-ci sont sans doute entachées d'une incertitude due à une résistance résiduelle additionnelle provenant des bords. La courbe théorique correspondant à  $\nu = 2/3$  est donnée à titre de comparaison.

Les résultats correspondant à un ajustement selon l'Équation 7.1 pour toutes les températures de recuit sont donnés pour les différentes épaisseurs dans le Tableau 7.3. On notera que cette analyse qualitative donne, pour l'ensemble des épaisseurs considérées, une valeur de  $\nu$  quasi-constante au voisinage de  $\nu \simeq 0,45 \pm 0,1$ . Cette valeur sous-estime cependant sans doute celle que nous aurions obtenue sans effets de bords.

Notons que, outre ces effets de bord, il est étonnant que l'ajustement par le modèle de Das & Doniach donne des résultats cohérents pour cette série d'échantillons dont on fait varier le désordre. En effet, la théorie prédit une résistance critique  $R_c$ , délimitant le régime métallique du régime supraconducteur, qui dépend du désordre microscopique via

les potentiels de répulsion sur sites et entre sites. On peut donc s'interroger sur la validité de l'application du modèle lorsque le recuit est le paramètre moteur de la transition.

## Conclusion

Nous avons, dans ce chapitre, spécifiquement analysé les échantillons présentant une saturation de la résistance à basse température.

Nous avons montré que l'apparition de ces résistances finies en dessous de 50 mK étaient compatibles avec l'apparition d'un métal de Bose. Ce résultat est particulièrement marquant lorsque l'on considère une série en épaisseurs.

L'utilisation du recuit comme paramètre expérimental de destruction de la supraconductivité nous a permis de mettre en évidence la formation de ce métal de Bose d'un même échantillon, étudié dans les mêmes conditions ce qui élimine pratiquement l'interprétation par un artefact de mesure.



# Chapitre 8

## Diagramme de Phase

Dans les chapitres précédents (5 à 7), nous avons exploré les interprétations qui pouvaient être données de nos résultats expérimentaux. Dans ce chapitre, nous résumons le travail qui a été conduit pendant cette thèse sous la forme d'un diagramme de phase s'appuyant sur les qualifications expérimentales des phases en présence.

### 8.1 Diagramme de phase dans le plan $(x, d_{\perp})$

Tout d'abord, nous étudierons tous les échantillons exempts d'effet du recuit, et donc à composition et épaisseur variables.

#### 8.1.1 Relation entre les deux théories bosoniques étudiées

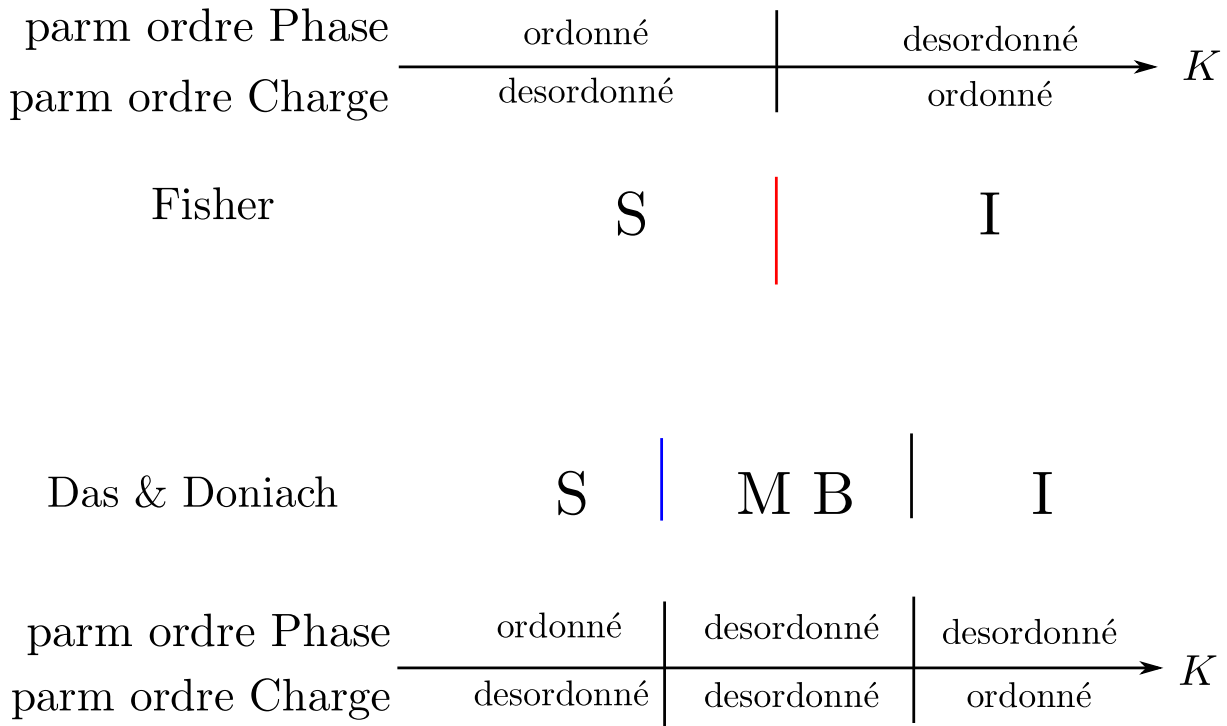
##### 8.1.1.1 TSI – Transition directe

Dans le chapitre 6, nous avons étudié la TSI par rapport au « *Dirty Boson Model* ». La TSI est alors une transition directe et le critère qui discrimine les échantillons de la phase supraconductrice de ceux de la phase isolante est, par convention, le TCR (sous-section 4.6.1.1). Ce critère nous avait permis d'établir un premier diagramme de phase, présenté Figure 4.18.

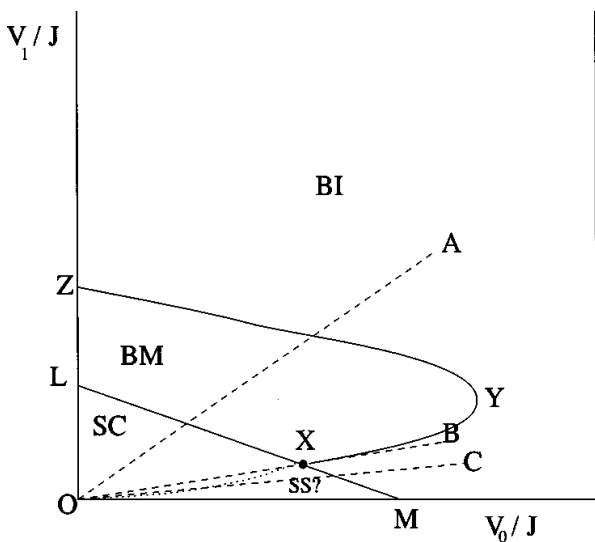
##### 8.1.1.2 TSMI – Existence d'une phase intermédiaire métallique

Puis, au chapitre 7, le succès de l'analyse en relation avec la théorie de Das et Doniach [1999] nous a renforcé dans l'idée de l'existence d'une phase intermédiaire, un métal de Bose, comprise entre les phases supraconductrice et isolante.

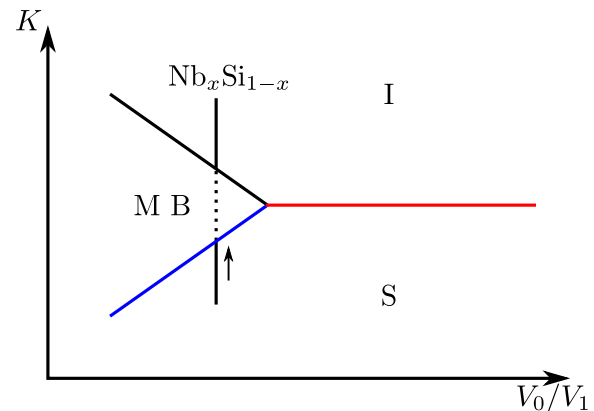
La théorie de Das et Doniach [1999] n'exclut pas une transition directe comme décrite selon Fisher. En fait, la transition de Fisher est un cas particulier du modèle de Das & Doniach : celui où les deux transitions — l'une décrivant la transition avec le paramètre d'ordre de charge, l'autre avec le paramètre d'ordre de phase — sont synchrones.



**FIGURE 8.1** – Le modèle de Das et Doniach [1999] est une extension du « Dirty Boson Model » : la transition décrite par Fisher est un cas particulier où les deux sous-modèles décrivant la transition de phase (selon le paramètre d'ordre de charge et le paramètre d'ordre de phase) sont synchrones.



**FIGURE 8.2** – Diagramme de phase de Das et Doniach [1999]. Voir légende Figure 1.11.



**FIGURE 8.3** – Diagramme de phase réinterprété par rapport au diagramme de phase de Das & Doniach en fonction du couplage entre les deux sous-modèles, représenté par le rapport  $V_0/V_1$ , et le paramètre induisant la transition  $K$ . Voir texte pour explications.

Dans la Figure 8.3, nous réinterprétons le diagramme de phase de Das & Doniach (Figure 8.2) en fonction du couplage entre les deux sous-modèles,  $V_0/V_1$ <sup>i</sup> et le paramètre de la transition  $K$ .

- Dans le cas d'un fort couplage,  $V_0/V_1$  élevé, la transition est décrite Figure 8.2 par la droite  $(OC)$  et la transition est directe : il s'agit de la transition décrite par le modèle de Fisher.
- À couplage plus faible, (droite  $(OA)$ ) les deux sous-systèmes ne transitent pas pour la même valeur du paramètre  $K$  de la transition et nous avons une phase métallique intermédiaire.

### 8.1.1.3 Lien avec les expériences

Le succès de l'analyse en renormalisation, conforme à la TSI, pour les échantillons supraconducteurs appuie une description de la transition en tant que TPQ. D'autre part, même si nous n'avons pu étudier que les échantillons supraconducteurs, dont l'évolution est représentée par la flèche en Figure 8.3, le point critique utilisé comme référence pour mesurer la distance d'un point à la transition ne correspondait pas à celui de la transition d'un supraconducteur (S) à un échantillon présentant des saturations à basse température (M B) : nous avons des échantillons avec saturations pour des valeurs du paramètre de la transition (ici, épaisseur ou température de recuit) inférieures à la valeur du paramètre critique : la transition analysée en renormalisation ne correspond pas à la transition Supraconducteur – Métal de Bose.

De plus, même si le système NbSi est décrit par une transition Supra – Métal – Isolant, les phases supra et isolantes n'en restent pas moins identiques à celles décrites par le modèle de Fisher. Si l'on fait abstraction des échantillons intermédiaires (phase Métal de Bose), nous décrivons une transition « directe » entre phases supraconductrice et isolante, en accord avec le modèle de Fisher.

Notre point est que la description en TSI est sans doute valable à condition que l'on l'étudie « à grande échelle », c'est-à-dire pour des  $\delta_K = \frac{K-K_c}{K_c}$  assez grands. À proximité de la transition, cependant, c'est-à-dire en « zoomant » sur la région du point critique  $K_c$ , nous avons observé l'apparition d'une phase métallique correspondant à un « dédoublement » de la TSI pour former une TSMI. Nous y avons été particulièrement sensibles grâce aux valeurs importantes de nos paramètres critiques, notamment en épaisseur (*i.e.*  $d_c > 100 \text{ \AA}$ ).

## 8.1.2 Diagramme de phase $(x, d_{\perp})$

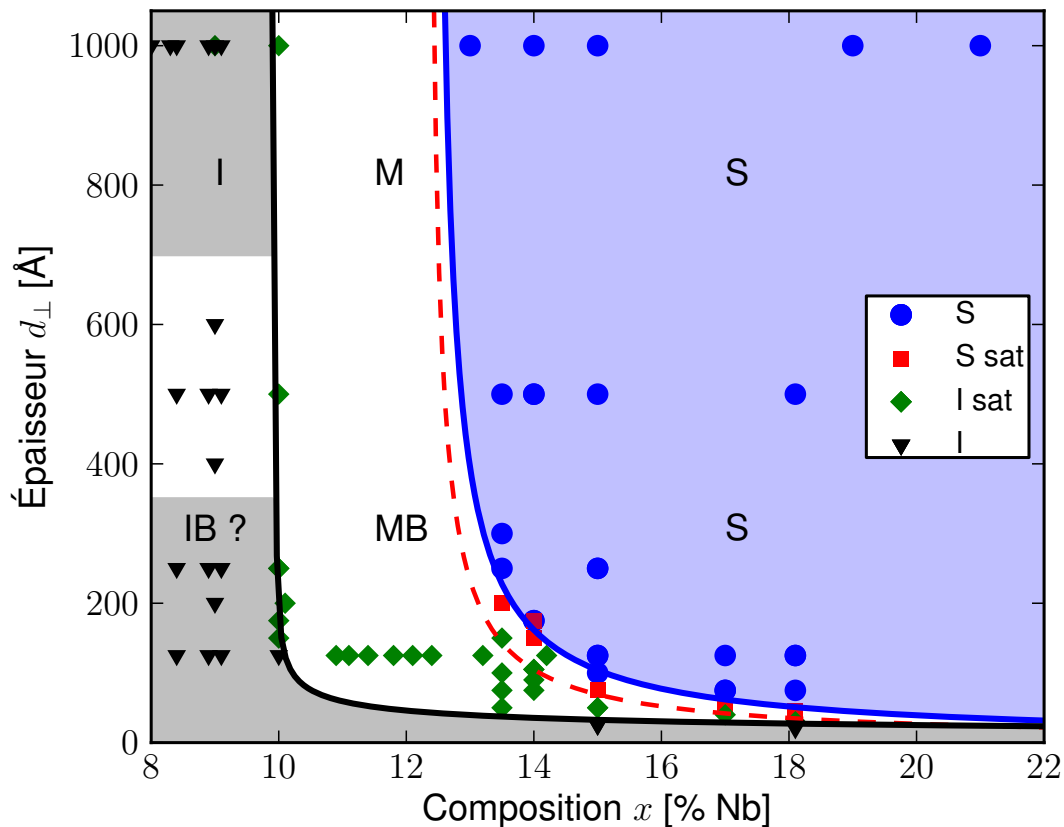
Nous avons donc développé le précédent diagramme de phase (Figure 4.18) en classant les échantillons non plus seulement par rapport à leur TCR, mais en discriminant aussi l'existence d'une saturation de la résistance à basse température. Ces données sont présentées en Figure 8.4 et regroupent les données précédemment obtenues par l'équipe [Juillard, 1996; Marnieros, 1998; Dressaire, 2003; Marrache-Kikuchi, 2006].

Nous avons réparti les échantillons de la manière suivante :

---

i.  $V_0$  est le couplage intra-site et  $V_1$ , le couplage inter-sites.





**FIGURE 8.4** – Diagramme de phase dans le plan  $(x, d_{\perp})$  pour tous les échantillons, non recuits ou recuits à  $70^{\circ}\text{C}$ . Les échantillons supraconducteurs (S) sont représentés en points bleus, les échantillons avec saturation de la résistance à basse température sont en carrés rouges pour un  $\text{TCR} > 0$  (« Supraconducteur Métallique »), en losanges verts si  $\text{TCR} < 0$  (« Isolant Métallique ») et les échantillons isolants (I) (qui suivent une loi de type Efros & Schlovskii ou Mott) en triangles noirs.

- Si l'échantillon a une  $\text{TCR} > 0$  et ne présente pas de saturation de la résistance à basse température, il est considéré comme supraconducteur (« S », points bleus sur la figure).
- S'il présente une saturation, il est considéré comme métallique. Cela sous-tend que nous sommes convaincus du caractère physique des saturations des résistances observées. La théorie de Das & Doniach ne considère qu'une seule phase métallique, nous avons cependant gardé le critère du TCR. Nous créons ainsi deux catégories supplémentaires suivant le signe du TCR : les « Supraconducteurs Métalliques » si  $\text{TCR} > 0$  et les « Isolants Métalliques » ( $\text{TCR} < 0$ ), dont l'évolution de la résistance avec la température correspond à une localisation faible.
- Si le comportement est celui d'une localisation forte (type Efros & Schlovskii ou Mott), l'échantillon est isolant (« I », triangles noirs).

La courbe en pointillés rouges reprend le critère du TCR strict. Elle correspond à la courbe en pointillés de la Figure 4.18 et peut s'interpréter en tant que transition directe Supraconducteur – Isolant.

Avec la même démarche, nous avons déterminé deux frontières de ce diagramme de phase.

- Concernant la séparation entre échantillons « S » et « SM », nous avons déterminé un encadrement des épaisseurs critiques de cette transition pour des compositions comprises entre  $x = 13,5\%$  et  $18\%$ . Nous avons estimé le comportement de cette courbe selon une loi de puissance et nous obtenons :

$$d_{S \rightarrow SM} = \frac{248}{(x - 12,4\%)^{0,91}} \quad (8.1)$$

- De même, avec des encadrements de l'épaisseur critique correspondant à la séparation entre échantillons « isolants » et « isolants métalliques », nous obtenons :

$$d_{IM \rightarrow I} = \frac{60,4}{(x - 9,95\%)^{0,38}} \quad (8.2)$$

Ces deux lignes de séparation correspondent aux deux transitions Supra – Métal de Bose et Métal de Bose – Isolant telles que prévues par la théorie de Das & Doniach.

Nous retrouvons de plus la distinction entre cas 2D et 3D. Pour des épaisseurs élevées ( $d_{\perp} \approx 1000 \text{ \AA}$ , cas 3D), nous retrouvons la transition Supra – Métal – Isolant à 3D.

Par contre, à faible épaisseur, et au vu du succès de l'analyse selon la théorie de Das & Doniach, nous estimons que la phase métallique intermédiaire correspond à un métal de Bose.

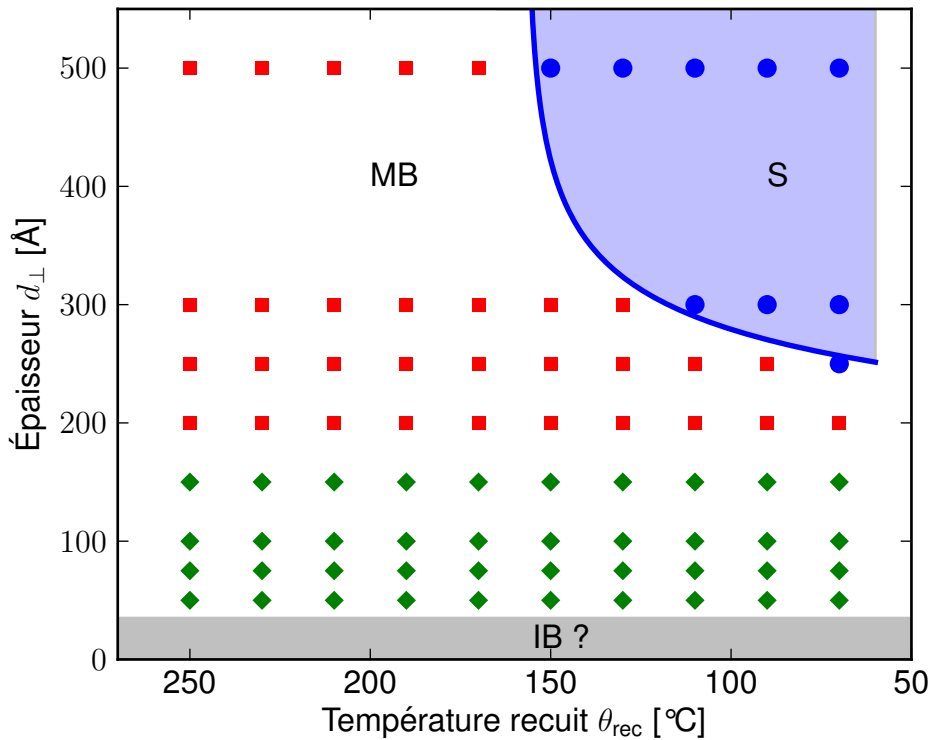
De ces deux lois empiriques qui correspondent aux frontières entre les états supraconducteur, métallique et isolant, nous constatons une diminution de l'épaisseur médiane du domaine métallique ainsi que la diminution de sa largeur avec l'augmentation de la concentration en niobium  $x$ . A fortiori, dans la limite des métaux purs ( $x \rightarrow 100\%$ ), une disparition totale du domaine métallique et envisageable et correspondrait alors aux observations d'une transition Supraconducteur–Isolant directe.

## 8.2 Plan Recuit – Épaisseur

Nous l'avons vu au sous-section 4.10.1, composition et température de recuit semblent agir de manière équivalente sur le « désordre ». Plus précisément, augmenter la température de recuit est équivalent à diminuer, légèrement, la composition.

Comme exposé précédemment, l'effet du recuit sur les échantillons à  $x = 18\%$  a permis de modifier les propriétés des films (abaissement de  $T_c$  par exemple) sans changement de phase. Pour les échantillons à  $x = 13,5\%$ , en revanche, le recuit nous a permis d'altérer leur état fondamental. Nous présentons donc, en Figure 8.5, le diagramme de phase dans le plan  $(\theta_{\text{rec}}, d_{\perp})$  pour les échantillons à  $x = 13,5\%$  suivant les mêmes critères que ci-dessus.

Même si nous n'avons pas observé de comportement isolant dans ces échantillons, nous pouvons noter la grande similarité de ce diagramme de phase avec celui présenté en Figure 8.4. On ne peut pas comparer simplement la ligne de séparation de phases entre les états supraconducteur et métal de Bose dans les deux diagrammes, car l'équivalence recuit–composition dépend de l'épaisseur de l'échantillon considéré. Une étude plus



**FIGURE 8.5** – Diagramme de phase dans le plan  $(\theta_{rec}, d_{\perp})$  pour  $x = 13,5\%$ . Nous avons inversé l'axe des abscisses.

approfondie du lien entre ces deux quantités nous permettrait sans doute d'établir une équivalence entre ces deux frontières.

L'échantillon à 200 Å nous paraît particulièrement intéressant pour étudier la transition d'un « supraconducteur métallique » à un « isolant métallique » et des expériences avec des recuits plus importants nous permettraient, vraisemblablement, de l'observer au sein d'un même échantillon.

Nous n'avons pas observé d'isolants dans cette série d'échantillons que nous pensons cependant pouvoir étudier à plus basse épaisseur ou plus haute température de recuit si la recristallisation du  $Nb_xSi_{1-x}$  ne nous en empêche pas.

### 8.3 Discussion du diagramme de phase

L'établissement de ce diagramme de phase nous conduit à des questions qui restent pour l'instant ouvertes :

- Phase isolante : La phase isolante observée à faibles épaisseurs est-elle, comme prédite par les théories bosoniques, un isolant de Bose ?
- Autres phases isolantes : On peut également se demander s'il est possible, dans notre système, d'observer une phase isolante fractale telle que prédite par Feigel'man *et al.* [2010].

- Isolant à forte concentration : On peut se demander qu'elle est la nature de l'isolant que l'on observerait à  $x \geq 22\%$ . Si l'isolant de Bose existe, persiste-t-il à si haute concentration ? Par ailleurs, la transition induite par l'épaisseur ou le recuit sera-t-elle directe (TSI) ou persistera-t-il un état métallique intermédiaire (TSMI) ?
- Phase métallique :
  - Les phases que nous avons qualifiées de « supraconductrice métallique » et « isolante métallique » sont-elles une seule et même phase (un métal de Bose) ou deux phases distinctes ?
  - S'il s'agit de deux phases différentes, il conviendra alors d'étudier la transition entre ces deux régimes et surtout le paramètre d'ordre qui la gouvernerait.
- Le recuit peut-il induire une transition vers l'état isolant ? Nous avons en effet observé que ce paramètre pouvait engendrer une phase métallique mais il conviendrait de voir si le recuit peut suffisamment modifier le système pour localiser les fonctions d'ondes.
- Lien entre les diagrammes de phase 2D et 3D :
  - La phase métallique observée à 3D est vraisemblablement fermionique. Il faudra donc expliciter les mécanismes de passage du métal de Bose vers ce métal fermionique. On peut de plus se demander si cette phase fermionique persiste à 2D, en lien avec les expériences de Kravchenko *et al.* [1994]. En effet, on a vu que les répulsions coulombiennes jouaient sans doute un rôle important dans notre système et la prise en compte de ces interactions peut donner naissance à un état métallique bidimensionnel non prévu par la théorie de la localisation [Finkel'stein, 1983; Castellani *et al.*, 1984].
  - Si l'isolant bosonique existe, on peut, de la même manière, s'interroger sur le passage d'un isolant bosonique 2D vers un isolant fermionique tel que mis en évidence à 3D.
  - Il reste également à définir clairement le critère de passage entre les situations 2D et 3D : quelle est la longueur caractéristique qui gouverne cette transition ? Pour cela, des études à épaisseurs intermédiaires (autour de 500 Å) seront nécessaires.



# Conclusion

Ce travail a exploré sur le même matériau,  $a\text{-Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ , l'effet sur la température critique supraconductrice de l'épaisseur et du désordre microscopique et cela pour différentes concentrations, c'est-à-dire pour différentes densités d'états électroniques. Les abaissements de  $T_c$  sont remarquablement proportionnels à l'inverse de l'épaisseur,  $d_\perp$ , conduisant à des épaisseurs critiques  $d_c$  qui divergent lorsque la concentration tend vers la concentration critique (qui annule  $T_c$ ) à 3D. Nous avons atteint des épaisseurs critiques de plus de 150 Å jamais observées à notre connaissance pour des films continus et homogènes. Le comportement de  $R(T, d_\perp)$  près de  $d_c$  est compatible avec le « *Dirty Boson Model* » en permettant d'identifier un point critique et de conduire une renormalisation avec des valeurs acceptables des exposants critiques.

Pour une épaisseur donnée, nous mettons clairement en évidence une relation biunivoque entre  $T_c$  et  $R_\square$ , que les variations de  $R_\square$  proviennent d'un changement de composition ou d'un changement du désordre microscopique par les recuits. En revanche les effets d'épaisseurs ne peuvent pas être pris en compte pour leur seul effet sur  $R_\square$ . Nos résultats remettent donc en cause la possibilité de réduire la mesure du « désordre » quelque qu'en soit l'origine à la mesure de  $R_\square$  comme le font les théories 2D telles que celle de Finkel'stein.

Nous avons fait une comparaison approfondie des résultats à cette théorie qui a le mérite de fournir une explication des abaissements de  $T_c$  par le renforcement des interactions coulombiennes par le désordre. La théorie rend qualitativement compte de la forme des courbes  $T_c(R_\square)$  mais conduit à des valeurs peu probables de  $\tau$ , le temps de libre parcours moyen. La dépendance calculée de  $\tau$  avec les recuits est contradictoire. C'est une autre indication que  $R_\square$  ne saurait être, à elle seule, la mesure de tous les effets du désordre.

Enfin, nous avons analysé la possibilité d'un métal bosonique près de la TSI. Le modèle de Das & Doniach décrit bien la relation entre la résistance  $R_0$  d'extrapolation à  $T = 0$  et la résistance normale observée, plaidant en faveur de l'existence d'une telle phase.

Les recuits qui font apparaître puis évoluer  $R_0$  sur un *même* échantillon sont un outil de choix pour explorer cet éventuel « métal de Bose ». En dépit de problèmes liés à la qualité des échantillons, ce travail montre tout l'intérêt de disposer d'un tel paramètre pour explorer finement les comportements critiques.



# Bibliographie

- B. ABELES et J. J. HANAK : Superconducting and semiconducting phases of granular films. *Phys. Lett. A*, vol. **34**, n°3, pp. 165–166, (1971). ISSN 0375-9601, DOI : 10.1016/0375-9601(71)90808-5.
- E. ABRAHAMS, P. W. ANDERSON, D. C. LICCIARDELLO et T. V. RAMAKRISHNAN : Scaling Theory of Localization : Absence of Quantum Diffusion in Two Dimensions. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **42**, n°10, pp. 673–676, (Mar 1979), DOI : 10.1103/PhysRevLett.42.673.
- Éric AKKERMANS et Gilles MONTAMBAUX : *Physique mésoscopique des électrons et des photons*. Savoirs actuels. EDP Science / CNRS Édition, (2004). ISBN 2-271-06263-2.
- B. L. ALTSHULER et A. G. ARONOV : Zero bias anomaly in tunnel resistance and electron-electron interaction. *Solid State Communications*, vol. **30**, n°3, pp. 115–117, (1979). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/0038-1098(79)90967-0.
- B. L. ALTSHULER et A. G. ARONOV : Fermi-liquid theory of the electron-electron interaction effects in disordered metals. *Solid State Communications*, vol. **46**, n°6, pp. 429–435, (1983). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/0038-1098(83)90570-7.
- B. L. ALTSHULER, A. G. ARONOV et P. A. LEE : Interaction Effects in Disordered Fermi Systems in Two Dimensions. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **44**, n°19, pp. 1288–1291, (May 1980a), DOI : 10.1103/PhysRevLett.44.1288.
- B. L. ALTSHULER, D. KHMEL'NITZKII, A. I. LARKIN et P. A. LEE : Magnetoresistance and Hall effect in a disordered two-dimensional electron gas. *Phys. Rev. B*, vol. **22**, n°11, pp. 5142–5153, (Dec 1980b), DOI : 10.1103/PhysRevB.22.5142.
- P. W. ANDERSON : Absence of Diffusion in Certain Random Lattices. *Phys. Rev.*, vol. **109**, n°5, pp. 1492–1505, (Mar 1958), DOI : 10.1103/PhysRev.109.1492.
- P. W. ANDERSON : Theory of dirty superconductors. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. **11**, n°1-2, pp. 26–30, (1959), DOI : 10.1016/0022-3697(59)90036-8.
- P. W. ANDERSON, K. A. MUTTALIB et T. V. RAMAKRISHNAN : Theory of the "universal" degradation of  $T_c$  in high-temperature superconductors. *Phys. Rev. B*, vol. **28**, n°1, pp. 117–120, (Jul 1983), DOI : 10.1103/PhysRevB.28.117.



- Atsushi ASAMITSU, Manabu IGUCHI, Atsushi ICHIKAWA et Nobuhiko NISHIDA : Disappearance of superconductivity in ultra thin amorphous Nb films. *Physica B : Condensed Matter*, vol. **194-196**, n°Part 2, pp. 1649–1650, (1994). ISSN 0921-4526, DOI : 10.1016/0921-4526(94)91324-2.
- Neil W. ASHCROFT et N. David MERMIN : *Solid State Physics*. Brooks/Cole, (Jan 1976).
- L. G. ASLAMASOV et A. I. LARKIN : The influence of fluctuation pairing of electrons on the conductivity of normal metal. *Phys. Lett. A*, vol. **26**, n°6, pp. 238–239, (1968). ISSN 0375-9601, DOI : 10.1016/0375-9601(68)90623-3.
- H. AUBIN, C. A. MARRACHE-KIKUCHI, A. POURRET, K. BEHNIA, L. BERGÉ, L. DUMOULIN et J. LESUEUR : Magnetic-field-induced quantum superconductor-insulator transition in Nb<sub>0.15</sub>Si<sub>0.85</sub>. *Phys. Rev. B*, vol. **73**, n°9, p. 094521, (Mar 2006), DOI : 10.1103/PhysRevB.73.094521.
- Yshai AVISHAI, () : private communication.
- J. BARDEEN, L. N. COOPER et J. R. SCHRIEFFER : Theory of Superconductivity. *Phys. Rev.*, vol. **108**, n°5, pp. 1175–1204, (Dec 1957), DOI : 10.1103/PhysRev.108.1175.
- T. I. BATURINA, J. BENTNER, C. STRUNK, M. R. BAKLANOV et A. SATTÀ : From quantum corrections to magnetic-field-tuned superconductor-insulator quantum phase transition in TiN films. *Physica B : Condensed Matter*, vol. **359-361**, pp. 500–502, (2005). ISSN 0921-4526, DOI : 10.1016/j.physb.2005.01.127. Proceedings of the International Conference on Strongly Correlated Electron Systems.
- T. I. BATURINA, A. Yu MIRONOV, V. M. VINOKUR, M. R. BAKLANOV et C. STRUNK : Localized Superconductivity in the Quantum-Critical Region of the Disorder-Driven Superconductor-Insulator Transition in TiN Thin Films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **99**, p. 257003, (2007a), DOI : 10.1103/PhysRevLett.99.257003, arXiv : 0705.1602v1.
- T. I. BATURINA, C. STRUNK, M. R. BAKLANOV et A. SATTÀ : Quantum Metallicity on the High-Field Side of the Superconductor-Insulator Transition. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **98**, n°12, p. 127003, (Mar 2007b), DOI : 10.1103/PhysRevLett.98.127003.
- D. BELITZ : Theory for dirty superconductors. I. Strong-coupling equations. *Phys. Rev. B*, vol. **35**, n°4, pp. 1636–1650, (Feb 1987), DOI : 10.1103/PhysRevB.35.1636.
- D. BELITZ et T. R. KIRKPATRICK : The Anderson-Mott transition. *Rev. Mod. Phys.*, vol. **66**, n°2, pp. 261–380, (Apr 1994), DOI : 10.1103/RevModPhys.66.261.
- Gerd BERGMANN : Weak Localization in Thin Films, a time-of-flight experiment with conduction electrons. *Physics Reports*, vol. **107**, n°1, pp. 1–58, (1984).
- H. A. BETHE : Statistical Theory of Superlattices. *Proc. Roy. Soc. London Ser A*, vol. **150**, pp. 552–575, (1935).
- E. BIELEJEC et Wenhao WU : Field-Tuned Superconductor-Insulator Transition with and without Current Bias. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **88**, n°20, p. 206802, (May 2002), DOI : 10.1103/PhysRevLett.88.206802.

- 
- W. BUCKEL et R. HILSCH : Supraleitung und Widerstand von Zinn mit Gitterstörungen  
.2. *Zeitschrift für Physik*, vol. **131**, n°3, pp. 420–442, (1952).
- W. BUCKEL et R. HILSCH : Einfluss der Kondensation bei tiefen Temperaturen auf den  
Elektrischen Widerstand und die Supraleitung für verschiedene Metalle. *Zeitschrift für  
Physik*, vol. **138**, n°2, pp. 109–120, (1954).
- M. T. BÉAL et J. FRIEDEL : Relation Between Local Order and Interference Effects in  
Electrical Resistivity for Metallic Alloys. *Phys. Rev.*, vol. **135**, n°2A, pp. –466, (Jul  
1964), DOI : 10.1103/PhysRev.135.A466.
- C. CASTELLANI, C. Di CASTRO, G. FORGACS et S. SORELLA : Spin orbit coupling  
in disordered interacting electron gas. *Solid State Communications*, vol. **52**, n°3, pp.  
261–264, (1984). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/0038-1098(84)90821-4.
- Min-Chul CHA, M. P. A. FISHER, S. M. GIRVIN, M. WALLIN et A. P. YOUNG : Universal  
conductivity of two-dimensional films at the superconductor-insulator transition. *Phys.  
Rev. B*, vol. **44**, n°13, p. 6883, (1991).
- J. T. CHALKER : Scaling and eigenfunction correlations near a mobility edge. *Physica A :  
Statistical and Theoretical Physics*, vol. **167**, n°1, pp. 253–258, (1990). ISSN 0378-4371,  
DOI : 10.1016/0378-4371(90)90056-X.
- C. D. CHEN, P. DELSING, D. B. HAVILAND, Y. HARADA et T. CLAESON : Scaling beha-  
vior of the magnetic-field-tuned superconductor-insulator transition in two-dimensional  
Josephson-junction arrays. *Phys. Rev. B*, vol. **51**, n°21, pp. 15645–15648, (Jun 1995),  
DOI : 10.1103/PhysRevB.51.15645.
- D. DAS et S. DONIACH : Existence of a Bose metal at  $T=0$ . *Phys. Rev. B*, vol. **60**, n°2,  
p. 1261, (1999).
- P. G. de GENNES : *Superconductivity of Metals and Alloys*. Advanced Book Classics.  
Westview Press - Advanced Book Program, (1999). ISBN 0-7382-0101-4.
- G. DEUTSCHER, B. BANDYOPADHYAY, T. CHUI, P. LINDENFELD, W. L. MCLEAN  
et T. WORTHINGTON : Transition to Localization in Granular Aluminum Films.  
*Phys. Rev. Lett.*, vol. **44**, n°17, pp. 1150–1153, (Apr 1980), DOI : 10.1103/PhysRev-  
Lett.44.1150.
- Émilie DRESSAIRE : Mémoire de D.E.A., (2003).
- Y. DUBI, R. R. BISWAS et A. V. BALATSKY : Phase fluctuations in finite thickness  
disordered superconducting thin films, arXiv : arXiv:1002.4203 [cond-mat.dis-nn].  
(feb 2010).
- Yonatan DUBI, Yigal MEIR et Yshai AVISHAI : Nature of the superconductor-insulator  
transition in disordered superconductors. *Nature*, vol. **449**, n°7164, pp. 876–880, (2007),  
DOI : 10.1038/nature06180.
-

- R. C. DYNES, J. P. GARNO et J. M. ROWELL : Two-Dimensional Electrical Conductivity in Quench-Condensed Metal Films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **40**, n°7, pp. 479–482, (Feb 1978), DOI : 10.1103/PhysRevLett.40.479.
- R. C. DYNES, A. E. WHITE, J. M. GRAYBEAL et J. P. GARNO : Breakdown of Eliashberg Theory for Two-Dimensional Superconductivity in the Presence of Disorder. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **57**, n°17, pp. 2195–2198, (Oct 1986), DOI : 10.1103/PhysRevLett.57.2195.
- EFETOV : *Sov. Phys. JETP*, vol. **51**, p. 1015, (1980).
- M. V. FEIGEL'MAN, L. B. IOFFE, E. CUEVAS et V. E. KRAVTSOV : Fractal superconductivity near localization threshold. (2009).
- M. V. FEIGEL'MAN, L. B. IOFFE et M. MÉZARD : Superconductor-Insulator transition and energy localization, arXiv : arXiv:1006.5767. (jun 2010).
- FINKEL'STEIN : Influence of Coulomb Interaction on the Properties of Disordered Metals. *JETP*, vol. **57**, p. 97, (1983).
- A. M. FINKEL'STEIN : Weak Localization and Coulomb Interaction in Disordered Systems. *Z. Phys. B - Condensed Matter*, vol. **56**, pp. 189–196, (1984).
- A. M. FINKEL'STEIN : Superconducting transition temperature in amorphous films. *Pis'ma Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, vol. **45**, n°1, pp. 37–40, (1987).
- A. M. FINKEL'STEIN : Suppression of superconductivity in homogeneously disordered systems. *Physica B*, vol. **197**, pp. 636–648, (1994).
- A. T. FIORY et A. F. HEBARD : Electron Mobility, Conductivity, and Superconductivity near the Metal-Insulator Transition. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **52**, n°23, pp. 2057–2060, (Jun 1984), DOI : 10.1103/PhysRevLett.52.2057.
- A. T. FIORY, A. F. HEBARD et W. I. GLABERSON : Superconducting phase transitions in indium/indium-oxide thin-film composites. *Phys. Rev. B*, vol. **28**, n°9, pp. 5075–5087, (Nov 1983), DOI : 10.1103/PhysRevB.28.5075.
- Matthew P. A. FISHER : Quantum phase transitions in disordered two-dimensional superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **65**, n°7, pp. 923–926, (Aug 1990), DOI : 10.1103/PhysRevLett.65.923.
- Matthew P. A. FISHER, G. GRINSTEIN et S. M. GIRVIN : Presence of quantum diffusion in two dimensions : Universal resistance at the superconductor-insulator transition. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **64**, n°5, pp. 587–590, (Jan 1990), DOI : 10.1103/PhysRevLett.64.587.
- Matthew P. A. FISHER, Peter B. WEICHMAN, G. GRINSTEIN et Daniel S. FISHER : Boson localization and the superfluid-insulator transition. *Phys. Rev. B*, vol. **40**, n°1, pp. 546–570, (Jul 1989), DOI : 10.1103/PhysRevB.40.546.
- H. FUKUYAMA, H. EBISAWA et S. MAEKAWA : Bulk Superconductivity in Weakly Localized Regime. *Journal of the Physical Society of Japan*, vol. **53**, n°10, pp. 3560–3567, (1984a).

- 
- H. FUKUYAMA, H. EBISAWA et S. MAEKAWA : Localization Effects on Bulk Superconductivity in Weakly Localized Regime. *Journal of the Physical Society of Japan*, vol. **53**, n°6, pp. 1919–1922, (1984b).
- V. GANTMAKHER : Transport Properties of Normal and Quasnormal States of Poor Superconductors. *International Journal of Modern Physics B*, vol. **12**, pp. 3151–3156, (1998).
- V. F. GANTMAKHER, S. N. ERMOLOV, G. E. TSYDYNZHAPOV, A. A. ZHUKOV et T. I. BATURINA : Suppression of 2D superconductivity by the magnetic field : Quantum corrections vs. The superconductor-insulator transition. *JETP Lett.*, vol. **77**, n°8, pp. 424–428, (2003), DOI : 10.1134/1.1587177.
- V. F. GANTMAKHER, M. V. GOLUBKOV, V. T. DOLGOPOLOV, G. E. TSYDYNZHAPOV et A. A. SHASHKIN : Superconductor-insulator transition in amorphous In-O films. *Physica B : Condensed Matter*, vol. **284-288**, n°Part 1, pp. 649–650, (2000). ISSN 0921-4526, DOI : 10.1016/S0921-4526(99)02305-4.
- Amit GHOSAL, Mohit RANDEIRA et Nandini TRIVEDI : Inhomogeneous pairing in highly disordered s-wave superconductors. *Phys. Rev. B*, vol. **65**, n°1, p. 014501, (Nov 2001), DOI : 10.1103/PhysRevB.65.014501.
- A. M. GOLDMAN et Y. LIU : The two-dimensional superconductor-insulator transition. *Physica D : Nonlinear Phenomena*, vol. **83**, n°1-3, pp. 163–177, (1995). ISSN 0167-2789, DOI : 10.1016/0167-2789(94)00260-W. Quantum Complexity in Mesoscopic Systems.
- L. P. GORKOV, A. I. LARKIN et D. E. KHMEL'NITSKII : *JETP Lett.*, vol. **30**, p. 248, (1979). Pis' ma Zh. Eksp. Teor. Fiz. 30.
- J. M. GRAYBEAL : Competition between superconductivity and localization in two-dimensional ultrathin a-MoGe films. *Physica B+C*, vol. **135**, n°1-3, pp. 113–119, (1985). ISSN 0378-4363, DOI : 10.1016/0378-4363(85)90448-6.
- J. M. GRAYBEAL et M. R. BEASLEY : Localization and interaction effects in ultrathin amorphous superconducting films. *Phys. Rev. B*, vol. **29**, n°7, p. 4167, (1984).
- N. HADACEK, M. SANQUER et J. C. VILLÉGIÉRIER : Double reentrant superconductor-insulator transition in thin TiN films. *Phys. Rev. B*, vol. **69**, n°2, p. 024505, (Jan 2004), DOI : 10.1103/PhysRevB.69.024505.
- A. B. HARRIS : Effect of random defects on the critical behaviour of Ising models. *Journal of Physics C : Solid State Physics (1968-1988)*, vol. **7**, n°9, pp. 1671–1692, (1974), DOI : 10.1088/0022-3719/7/9/009.
- D. B. HAVILAND, Y. LIU et A. M. GOLDMAN : Onset of Superconductivity in the Two-Dimensional Limit. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **62**, n°18, p. 2180, (1989).
- A. F. HEBARD et A. T. FIORY : Critical-Exponent Measurements of a Two-Dimensional Superconductor. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **50**, n°20, pp. 1603–1606, (May 1983), DOI : 10.1103/PhysRevLett.50.1603.
-

- A. F. HEBARD et M. A. PAALANEN : Magnetic-field-tuned superconductor-insulator transition in two-dimensional films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **65**, n°7, pp. 927–930, (Aug 1990), DOI : 10.1103/PhysRevLett.65.927.
- A. F. HEBARD et J. M. VANDENBERG : Role of Clusters in the Approach to Localization of Josephson-Coupled Granular Lead Films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **44**, n°1, pp. 50–54, (Jan 1980), DOI : 10.1103/PhysRevLett.44.50.
- G. HERTEL, D. J. BISHOP, E. G. SPENCER, J. M. ROWELL et R. C. DYNES : Tunneling and Transport Measurements at the Metal-Insulator Transition of Amorphous Nb : Si. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **50**, n°10, pp. 743–746, (Mar 1983), DOI : 10.1103/PhysRevLett.50.743.
- A. HIRAKAWA, K. MAKISE, T. WAKAGUTI et B. SHINOZAKI : Thickness-tuned superconductor–insulator transitions in quench-condensed Mo and MoRu films. *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. **20**, n°48, p. 485206, (2008).
- H. HOFFMANN, J. VANCEA et U. JACOB : Surface Scattering of Electrons in Metals. *Thin Solid Films*, vol. **129**, n°3-4, pp. 181–193, (1985). ISSN 0040-6090.
- P. K. HUCKNALL, C. G. H. WALKER, D. GREIG, J. A. D. MATTHEW, D. NORMAN et J. TURTON : Detailed studies of the density of states of amorphous NbSi obtained by synchrotron radiation photoemission. *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. **4**, pp. 1131–1141, (1992).
- David A. HUSE, Matthew P. A. FISHER et Daniel S. FISHER : Are Superconductors really superconducting. *Nature*, vol. **358**, n°6387, pp. 553–559, (1992), DOI : 10.1038/358553a0.
- Y IMRY et Z OVADYAHU : Transition to a microscopic diffusion regime and dimensional crossover in a disordered conductor. *Journal of Physics C : Solid State Physics*, vol. **15**, n°11, pp. L327–L332, (1982).
- Yoseph IMRY et Myron STRONGIN : Destruction of superconductivity in granular and highly disordered metals. *Phys. Rev. B*, vol. **24**, n°11, pp. 6353–6360, (Dec 1981), DOI : 10.1103/PhysRevB.24.6353.
- H. M. JAEGER, D. B. HAVILAND, A. M. GOLDMAN et B. G. ORR : Threshold for superconductivity in ultrathin amorphous gallium films. *Phys. Rev. B*, vol. **34**, n°7, pp. 4920–4923, (Oct 1986), DOI : 10.1103/PhysRevB.34.4920.
- H. M. JAEGER, D. B. HAVILAND, B. G. ORR et A. M. GOLDMAN : Onset of superconductivity in ultrahin granular metal films. *Phys. Rev. B*, vol. **49**, n°1, p. 182, (1989).
- Alexandre JUILLARD : Étude de couches minces supraconductrices pour la réalisation de bolomètres à très basses températures. Mémoire de D.E.A., DEA de Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux, (06 1996).
- T. R. KIRKPATRICK et D. BELITZ : Suppression of superconductivity by disorder. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **68**, n°21, pp. 3232–3235, (May 1992), DOI : 10.1103/PhysRevLett.68.3232.

- 
- J. M. KOSTERLITZ et D. J. THOULESS : Ordering, metastability and phase transitions in two-dimensional systems. *Journal of Physics C : Solid State Physics*, vol. **6**, n°7, pp. 1181–1203, (1973), DOI : 10.1088/0022-3719/6/7/010.
- David KOWAL et Zvi OVADYAHU : Disorder induced granularity in an amorphous superconductor. *Solid State Communications*, vol. **90**, n°12, pp. 783–786, (1994). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/0038-1098(94)90242-9.
- Benhard KRAMER et Angus MACKINNON : Localization : theory and experiment. *Rep. Prog. Phys.*, vol. **56**, pp. 1469–1564, (1993).
- S. V. KRAVCHENKO, G. V. KRAVCHENKO, J. E. FURNEAUX, V. M. PUDALOV et M. D'IO- RIO : Possible metal-insulator transition at  $B=0$  in two dimensions. *Phys. Rev. B*, vol. **50**, n°11, pp. 8039–8042, (Sep 1994), DOI : 10.1103/PhysRevB.50.8039.
- S. V. KRAVCHENKO et M. P. SARACHIK : Metal–insulator transition in tow–dimensional electron systems. *Reports on Progress in Physics*, vol. **67**, n°1, pp. 1–44, (2004), DOI : 10.1088/0034-4885/67/1/R01.
- V. E. KRAVTSOV et K. A. MUTTALIB : New Class of Random Matrix Ensembles with Multifractal Eigenvectors. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **79**, n°10, pp. 1913–1916, (Sep 1997), DOI : 10.1103/PhysRevLett.79.1913.
- Anatoly LARKIN et Andrei VARLAMOV : *Theory of fluctuations in superconductors*, volume 127 de *International Series of Monographs on Physics*. Oxford University Press, oxford science publications édition, (2005). ISBN 0-19-8528159.
- H. L. LEE, John P. CARINI, David V. BAXTER, W. HENDERSON et G. GRÜNER : Quantum-Critical Conductivity Scaling for a Metal-Insulator Transition. *Science*, vol. **287**, n°5453, pp. 633–636, (2000), DOI : 10.1126/science.287.5453.633, arXiv : <http://www.sciencemag.org/cgi/reprint/287/5453/633.pdf>.
- Patrick A. LEE et T. V. RAMAKRISHNAN : Disordered electronic systems. *Rev. Mod. Phys.*, vol. **57**, n°2, pp. 287–337, (Apr 1985), DOI : 10.1103/RevModPhys.57.287.
- S. J. LEE et J. B. KETTERSON : Critical sheet resistance for the suppression of superconductivity in thin Mo-C films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **64**, n°25, pp. 3078–3081, (Jun 1990), DOI : 10.1103/PhysRevLett.64.3078.
- J. LESUEUR, L. DUMOULIN et P. NEDELLEC : Metal-Insulator Transition in Quench-Condensed  $Al_xGe_{1-x}$  : "Scaling" and Tunneling Experiments. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **55**, n°21, pp. 2355–2358, (Nov 1985), DOI : 10.1103/PhysRevLett.55.2355.
- Jérôme LESUEUR : *Transition Métal-Isolant dans les systèmes désordonnés : Étude de  $Al_xGe_{1-x}$  ultra trempé (conductivité, effet tunnel, supraconductivité)*. Thèse de doctorat, Université Paris XI, Orsay, (may 1983).
- Yize LI, Carlos L. VICENTE et Jongsoo YOON : Transport phase diagram for superconducting thin films of tantalum with homogeneous disorder. *Phys. Rev. B*, vol. **81**, n°2, p. 020505, (Jan 2010), DOI : 10.1103/PhysRevB.81.020505.
-

- Michael MA et Patrick A. LEE : Localized superconductors. *Phys. Rev. B*, vol. **32**, n°9, pp. 5658–5667, (Nov 1985), DOI : 10.1103/PhysRevB.32.5658.
- Sadamichi MAEKAWA et Hidetoshi FUKUYAMA : Effects of Localization on Superconducting Transition in Two-Dimensional Disordered Systems. *Physica B*, vol. **107**, pp. 123–124, (1981a).
- Sadamichi MAEKAWA et Hidetoshi FUKUYAMA : Localization Effects in Two-Dimensional Superconductors. *J. Phys. Soc. Japan*, vol. **51**, n°5, pp. 1380–1385, (1981b).
- D. MAEL, S. YOSHIKUMI et T. H. GEBALLE : Specific heat of amorphous  $Mo_xGe_{1-x}$  through the metal-insulator transition. *Phys. Rev. B*, vol. **34**, n°1, pp. 467–470, (Jul 1986), DOI : 10.1103/PhysRevB.34.467.
- Kazumi MAKI : The Critical Fluctuation of the Order Parameter in Type-II Superconductors. *Progress of Theoretical Physics*, vol. **39**, n°4, pp. 897–906, (1968), DOI : 10.1143/PTP.39.897.
- N. MARKOVIĆ, C. CHRISTIANSEN et A. M. GOLDMAN : Thickness–Magnetic Field Phase Diagram at the Superconductor-Insulator Transition in 2D. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **81**, n°23, pp. 5217–5220, (Dec 1998), DOI : 10.1103/PhysRevLett.81.5217.
- N. MARKOVIĆ, C. CHRISTIANSEN, A. M. MACK, W. H. HUBER et A. M. GOLDMAN : Superconductor-insulator transition in two dimensions. *Phys. Rev. B*, vol. **60**, n°6, pp. 4320–4328, (Aug 1999), DOI : 10.1103/PhysRevB.60.4320.
- S. MARNIEROS, L. BERGÉ, A. JUILLARD et L. DUMOULIN : Dynamical Properties near the Metal-Insulator Transition : Evidence for Electron-Assisted Variable Range Hopping. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **84**, n°11, pp. 2469–2472, (Mar 2000), DOI : 10.1103/PhysRevLett.84.2469.
- Stefanos MARNIEROS : *Couches minces d'isolant d'Anderson. Application à la bolométrie à très basse température.* Thèse de doctorat, Université Paris XI, (05 1998).
- C. A. MARRACHE-KIKUCHI, H. AUBIN, A. POURRET, K. BEHNIA, J. LESUEUR, L. BERGÉ et L. DUMOULIN : Thickness-tuned superconductor-insulator transitions under magnetic field in  $a$ -NbSi. *Phys. Rev. B*, vol. **78**, n°14, p. 144520, (Oct 2008), DOI : 10.1103/PhysRevB.78.144520.
- Claire Akiko MARRACHE-KIKUCHI : *Effets dimensionnels dans un système désordonné au voisinage des transitions métal–isolant et supraconducteur–isolant.* Thèse de doctorat, Université Paris XI, (02 2006).
- K. A. MATVEEV et A. I. LARKIN : Parity Effect in Ground State Energies of Ultrasmall Superconducting Grains. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **78**, n°19, pp. 3749–3752, (May 1997), DOI : 10.1103/PhysRevLett.78.3749.
- W. L. McMILLAN : Transition Temperature of Strong-Coupled Superconductors. *Phys. Rev.*, vol. **167**, n°2, pp. 331–344, (Mar 1968), DOI : 10.1103/PhysRev.167.331.

- 
- W. L. McMILLAN : Scaling theory of the metal-insulator transition in amorphous materials. *Phys. Rev. B*, vol. **24**, n°5, pp. 2739–2743, (Sep 1981), DOI : 10.1103/PhysRevB.24.2739.
- W. L. McMILLAN et Jack MOCHEL : Electron Tunneling Experiments on Amorphous  $Ge_{1-x}Au_x$ . *Phys. Rev. Lett.*, vol. **46**, n°8, pp. 556–557, (Feb 1981), DOI : 10.1103/PhysRevLett.46.556.
- Petter MINNHAGEN : Kosterlitz- Thouless transition for a two-dimensional superconductor : Magnetic-field dependence from a Coulomb-gas analogy. *Phys. Rev. B*, vol. **23**, n°11, pp. 5745–5761, (Jun 1981), DOI : 10.1103/PhysRevB.23.5745.
- Alexander D. MIRLIN et Yan V. FYODOROV : Localization and fluctuations of local spectral density on treelike structures with large connectivity : Application to the quasiparticle line shape in quantum dots. *Phys. Rev. B*, vol. **56**, n°20, pp. 13393–13404, (Nov 1997), DOI : 10.1103/PhysRevB.56.13393.
- E. W. MONTROLL : Size Effect in Low Temperature Heat Capacities. *Journal of Chemical Physics*, vol. **18**, n°2, pp. 183–185, (1950). ISSN 0021-9606.
- N. F. MOTT : Electrons in disordered structures. *Advances in Physics*, vol. **16**, n°61, pp. 49–144, (1967), DOI : 10.1080/00018736700101265.
- N. F. MOTT : Metal-Insulator Transition. *Rev. Mod. Phys.*, vol. **40**, n°4, pp. 677–683, (Oct 1968), DOI : 10.1103/RevModPhys.40.677.
- N. F. MOTT et W. D. TWOSE : The theory of impurity conduction. *Advances in Physics*, vol. **10**, n°38, pp. 10–163, (1961).
- F. NAVA, P. A. PSARAS, H. TAKAI et K. N. TU : Electrical and structural characterization of Nb-Si thin alloy film. *Journal Material Research*, vol. **1**, n°2, p. 327, (1986).
- N. NISHIDA, M. YAMAGUCHI, T. FURUBAYASHI, K. MORIGAKI, H. ISHIMOTO et K. ONO : Superconductivity and metal-insulator transition in amorphous  $Si_{1-x}Au_x$  system. *Solid State Communications*, vol. **44**, n°2, pp. 305 – 309, (1982). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/0038-1098(82)90455-0.
- S. OKUMA, T. TERASHIMA et N. KOKUBO : Superconductor-insulator transition driven by magnetic-field and disorder in two-dimensional  $Mo_xSi_{1-x}$  films. *Solid State Communications*, vol. **106**, n°8, pp. 529–533, (1998). ISSN 0038-1098, DOI : 10.1016/S0038-1098(98)00066-0.
- Yuval OREG et Alexander M. FINKEL’STEIN : Suppression of  $T_c$  in Superconducting Amorphous Wires. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **83**, n°1, pp. 191–194, (Jul 1999), DOI : 10.1103/PhysRevLett.83.191.
- B. G. ORR, H. M. JAEGER et A. M. GOLDMAN : Local superconductivity in ultrathin Sn films. *Phys. Rev. B*, vol. **32**, n°11, pp. 7586–7589, (Dec 1985), DOI : 10.1103/PhysRevB.32.7586.
-



- Z. OVADYAHU : Optical absorption and disorder in an amorphous metal. *Phys. Rev. B*, vol. **47**, n°10, pp. 6161–6164, (Mar 1993), DOI : 10.1103/PhysRevB.47.6161.
- Yu. N. OVCHINNIKOV : Fluctuation shift of the transition temperature of thin superconducting films. *Sov. Phys. JETP*, vol. **37**, n°2, pp. 366–368, (1973).
- P. PHILLIPS et D. DALIDOVICH : Electron-like quasiparticles drive the superconductor-insulator transition in homogeneously disordered thin films. *Phil. Mag. B - Phys. Cond. Mat. Stat. Mech. Elec. Opt. Magn. Prop.*, vol. **81**, n°9, pp. 847–854, (SEP 2001). ISSN 0141-8637.
- Philip PHILLIPS et Denis DALIDOVICH : Absence of phase stiffness in the quantum rotor phase glass. *Phys. Rev. B*, vol. **68**, n°10, p. 104427, (Sep 2003), DOI : 10.1103/PhysRevB.68.104427.
- Shengyong QIN, Jungdae KIM, Qian NIU et Chih-Kang SHIH : Superconductivity at the Two-Dimensional Limit. *Science*, vol. **324**, n°5932, pp. 1314–1317, (2009), DOI : 10.1126/science.1170775, arXiv : <http://www.sciencemag.org/cgi/reprint/324/5932/1314.pdf>.
- D. QUERLIOZ, E. HELGREN, D. R. QUEEN, F. HELLMAN, R. ISLAM et David. J. SMITH : Beneficial effects of annealing on amorphous Nb–Si thin-film thermometers. *Applied Physics Letters*, vol. **87**, n°22, p. 221901, (2005), DOI : 10.1063/1.2135380.
- H. RAFFY et R. B. LAIBOWITZ : Low-temperature properties and localization effects in amorphous thin films of W-Re. *Phys. Rev. B*, vol. **30**, n°10, pp. 5541–5551, (Nov 1984), DOI : 10.1103/PhysRevB.30.5541.
- H. RAFFY, R. B. LAIBOWITZ, P. CHAUDHARI et S. MAEKAWA : Localization and interaction effects in two-dimensional W-Re films. *Phys. Rev. B*, vol. **28**, n°11, pp. 6607–6609, (Dec 1983), DOI : 10.1103/PhysRevB.28.6607.
- B. SACÉPÉ, C. CHAPELIER, T. I. BATURINA, V. M. VINOKUR, M. R. BAKLANOV et M. SANQUER : Disorder-Induced Inhomogeneities of the Superconducting State Close to the Superconductor-Insulator Transition. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **101**, n°15, p. 157006, (Oct 2008), DOI : 10.1103/PhysRevLett.101.157006.
- Benjamin SACÉPÉ : *Spectroscopie tunnel dans des films minces proches de la transition supraconducteur-isolant*. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble, (Nov 2007).
- G. SAMBANDAMURTHY, L. W. ENGEL, A. JOHANSSON et D. SHAHAR : Superconductivity-Related Insulating Behavior. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **92**, n°10, p. 107005, (Mar 2004), DOI : 10.1103/PhysRevLett.92.107005.
- D. SHAHAR et Z. OVADYAHU : Superconductivity near the mobility edge. *Phys. Rev. B*, vol. **46**, n°17, pp. 10917–10922, (Nov 1992), DOI : 10.1103/PhysRevB.46.10917.
- J. SIMONIN : Surface term in the superconductive Ginzburg-Landau free energy : Application to thin films. *Phys. Rev. B*, vol. **33**, n°11, pp. 7830–7832, (Jun 1986), DOI : 10.1103/PhysRevB.33.7830.

- 
- W. J. SKOCPOL et M. TINKHAM : Fluctuations near superconducting phase transitions. *Rep. Prog. Phys.*, vol. **38**, pp. 1049–1097, (1975).
- M. A. SKVORTSOV et M. V. FEIGEL'MAN : Superconductivity in Disordered Thin Films : Giant Mesoscopic Fluctuations. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **95**, n°5, p. 057002, (Jul 2005), DOI : 10.1103/PhysRevLett.95.057002.
- Robert A. SMITH, Michael Yu. REIZER et John W. WILKINS : Suppression of the order parameter in homogeneous disordered superconductors. *Phys. Rev. B*, vol. **51**, n°10, pp. 6470–6492, (Mar 1995), DOI : 10.1103/PhysRevB.51.6470.
- EH SONDEHEIMER : The Mean Free Path of Electrons in Metals. *Advances in Physics*, vol. **1**, n°1, pp. 1–42, (1952). ISSN 0001-8732.
- Myles A. STEINER, Nicholas P. BREZNAY et Aharon KAPITULNIK : Approach to a superconductor-to-Bose-insulator transition in disordered films. *Phys. Rev. B*, vol. **77**, n°21, p. 212501, (Jun 2008), DOI : 10.1103/PhysRevB.77.212501.
- M. STRONGIN et O. F. KAMMERER : Superconductive Phenomena in Ultrathin Films. *Journal of Applied Physics*, vol. **39**, n°6, p. 2509, (1968). ISSN 0021-8979.
- Myron STRONGIN, R. S. THOMPSON, O. F. KAMMERER et J. E. CROW : Destruction of Superconductivity in Disordered Near-Monolayer Films. *Phys. Rev. B*, vol. **1**, n°3, pp. 1078–1091, (Feb 1970), DOI : 10.1103/PhysRevB.1.1078.
- H. TAKAGI et Y. KURODA : Anderson Localization and Superconducting Transition Temperature in two-dimensional Systems. *Solid State Communications*, vol. **41**, n°9, pp. 643–648, (1982).
- Richard S. THOMPSON : Microwave, Flux Flow, and Fluctuation Resistance of Dirty Type-II Superconductors. *Phys. Rev. B*, vol. **1**, n°1, pp. 327–333, (Jan 1970), DOI : 10.1103/PhysRevB.1.327.
- D. J. THOULESS : Electrons in disordered systems and the theory of localization. *Physics Reports*, vol. **13**, n°3, pp. 93–142, (1974). ISSN 0370-1573, DOI : 10.1016/0370-1573(74)90029-5.
- D. J. THOULESS : Maximum Metallic Resistance in Thin Wires. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **39**, n°18, pp. 1167–1169, (Oct 1977), DOI : 10.1103/PhysRevLett.39.1167.
- Michael TINKHAM : *Introduction to Superconductivity*. International Series in Pure and Applied Physics. McGraw-Hill Book Company, (1975). ISBN 0-07-064877-8.
- J. M. VALLES, R. C. DYNES et J. P. GARNO : Superconductivity and the electronic density of states in disordered two-dimensional metals. *Phys. Rev. B*, vol. **40**, n°10, pp. 6680–6683, (Oct 1989), DOI : 10.1103/PhysRevB.40.6680.
- H. S. J. van der ZANT, W. J. ELION, L. J. GEERLIGS et J. E. MOOIJ : Quantum phase transitions in two dimensions : Experiments in Josephson-junction arrays. *Phys. Rev. B*, vol. **54**, n°14, pp. 10081–10093, (Oct 1996), DOI : 10.1103/PhysRevB.54.10081.
-

- G WIECH, W ZAHOROWSKI, A SIMUNEK et O SIPR : On the bonding and structure of amorphous  $\text{Nb}_{1-x}\text{Si}_x$ . *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. **1**, pp. 5595–5606, (1989).
- Ali YAZDANI et Aharon KAPITULNIK : Superconducting-Insulating Transition in Two-Dimensional  $a$ -MoGe Thin Films. *Phys. Rev. Lett.*, vol. **74**, n°15, pp. 3037–3040, (Apr 1995), DOI : 10.1103/PhysRevLett.74.3037.
- S. YOSHIZUMI, T. H. GEBALLE, M. KUNCHUR et W. L. MCLEAN : Magnetoresistance of amorphous  $\text{Mo}_x\text{Ge}_{1-x}$  near the metal-insulator transition. *Phys. Rev. B*, vol. **37**, n°12, pp. 7094–7097, (Apr 1988), DOI : 10.1103/PhysRevB.37.7094.

# Annexe A

## Fluctuations et Paraconductivité

Dans cette annexe, nous décrivons, sur l'exemple de l'échantillon  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 75 \text{ \AA}$ , la méthode utilisée pour rendre compte, au mieux, des fluctuations affectant les paires de Cooper à l'approche de la transition Normal – Supraconducteur.

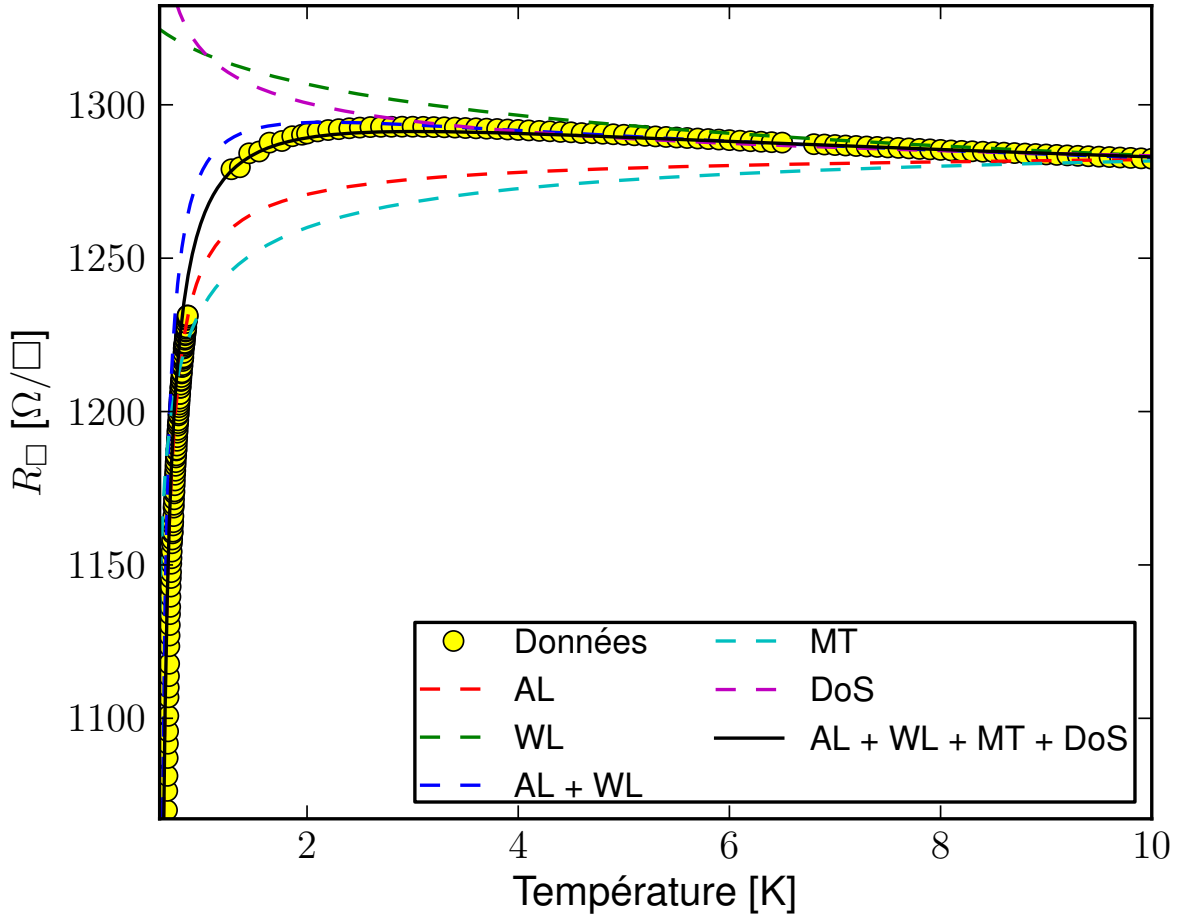
Comme on l'a vu dans le chapitre théorique (chapitre 1), la conductivité totale d'un échantillon supraconducteur résulte de la somme des termes suivants :

- $\sigma_0$ , conductivité de Drude.
- $\delta\sigma_{\text{WL}}$  dû aux localisations faibles. Il s'agit de la somme du terme dû aux Interférences Quantiques (Équation 1.15) et de celui dû aux Interactions Électrons – Électrons (Équation 1.16). Ces deux contributions donnent la même dépendance en température à 2D.
- $\delta\sigma_{\text{AL}}$  dû à la paraconductivité d'Alsamazov – Larkin (Équation 1.37).
- $\delta\sigma_{\text{DOS}}$  dû aux corrections de densité d'états (Équation 1.41).
- $\delta\sigma_{\text{MT}}$  dû à la correction de Maki – Thompson (Équation 1.38).

Il s'agit donc d'évaluer la contribution des différents termes. Nous avons optimisé la fonction donnant la conductivité des films en fonction des paramètres libres dont dépendent ces corrections. Nous sommes bien conscients que l'optimisation d'une fonction à plusieurs variables n'est pas aisée, mais nous l'avons jugé nécessaire du fait que certains de ces paramètres étaient communs à plusieurs corrections. Nous avons, par ailleurs, vérifié que les résultats obtenus étaient cohérents avec une estimation des différentes contributions prises individuellement.

Le résultat graphique de cette modélisation est donné Figure A.1. Les paramètres qui en ont été déduits sont donnés Tableau A.1 avec le temps de libre parcours moyen  $\tau$  fixé à  $5 \cdot 10^{-16} \text{ s}$  grâce à nos estimations issues de la fermiologie. On obtient alors une constante  $A$ , témoignant du poids de la localisation faible, proche de l'unité conformément à ce qui est attendu.  $T_c$  est proche de ce qui est mesuré expérimentalement (à environ 1%),  $T_{c0}$ , qui correspond à la  $T_c$  d'un échantillon non affecté par le *pair breaking*, a une valeur qui nous paraît raisonnable. Enfin, la résistance de Drude  $R_0$  ainsi évaluée est, pour cet échantillon, de  $1180 \Omega/2$ , contre  $1283 \Omega/2$  mesuré à 10 K. Compte tenu des effets de la localisation à ces températures, cette valeur de  $R_0$  nous paraît également raisonnable.

On remarquera que la somme des corrections de Maki –Thompson et de Densité d'États est faible en regard des autres effets. Malgré tout, ces deux termes sont nécessaires



**FIGURE A.1** – Modélisation des données du  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 75 \text{ \AA}$ . Les points jaunes sont les données mesurées. Chacune des corrections est en pointillés et la somme de toutes ces contributions est la ligne noire.

**Tableau A.1** – Paramètres utilisés pour la modélisation des données du  $x = 18\%$ ,  $d_{\perp} = 75 \text{ \AA}$ , présentée Figure A.1.

$A$	0,7
$\tau$	$5 \cdot 10^{-16} \text{ s}$
$T_{c0}$	1,15 K
$T_c$	0,582 K
$R_0$	$1180 \text{ \Omega}^2$

à la bonne modélisation de l'onset de la supraconductivité.

# Annexe B

## Abaissement de $T_c$ par l'épaisseur

Nous avons montré (sous-section 4.6.4), que nous avons observé une évolution de la température de transition supraconductrice inversement proportionnelle à l'épaisseur (Figure B.1). Dans cette annexe, nous avons voulu confronter nos résultats avec des théories qui prédisent une telle évolution.

### B.1 Fluctuations de phase dans des films supraconducteurs d'épaisseurs finies

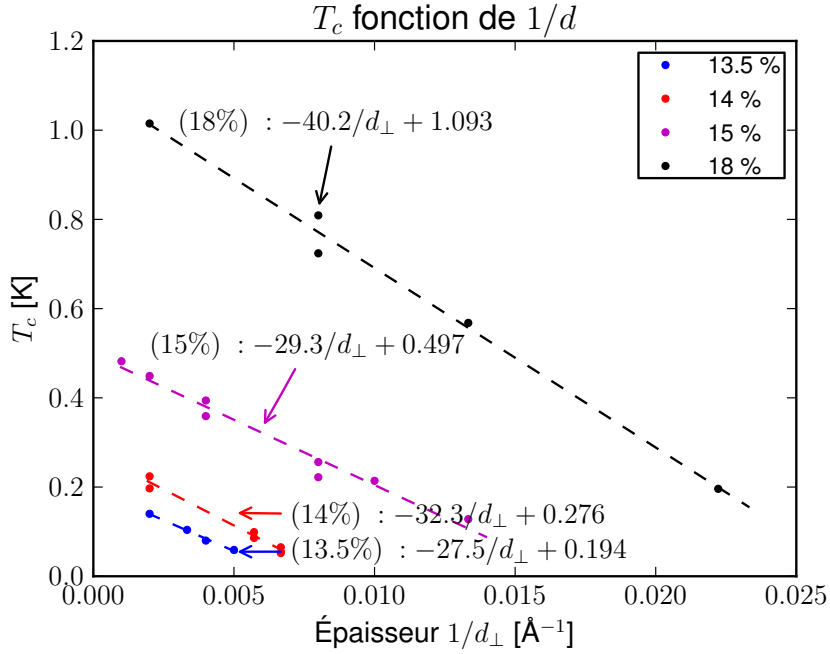
Récemment, Dubi *et al.* [2010] ont étudié le rôle du désordre sur la rigidité du paramètre d'ordre supraconducteur. Ils ont pour cela modélisé un film mince comme un empilement de couches réellement 2D. La TSI est alors une transition de type Kosterlitz – Thouless due à la prolifération de vortex quasi-bi-dimensionnels. En appliquant une analyse en renormalisation, ils aboutissent à une relation entre  $T_c$  et l'épaisseur des films :

$$T_c = T_{c0} \left( 1 - \frac{6T_{c0}}{\pi K_0(0)\delta} \right) \quad (\text{B.1})$$

où  $T_{c0}$  est la température de transition de champ moyen,  $K_0(0) = \frac{\hbar^2 n_s}{m_e}$ , avec  $n_s$  la densité superfluide,  $\delta = d_{\perp}/a$ , avec  $a$  la taille d'une monocouche atomique.

De nos mesures, nous avons tiré  $K_0(0)$  puis  $n_s$  données dans le Tableau B.1.

Les valeurs obtenues de  $n_s$  sont très faibles par rapport à celles attendues, étant donnée la densité moyenne d'électrons dans les films de  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  ( $\sim 1 \cdot 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ). Ce modèle ne nous paraît donc pas pouvoir rendre compte de nos résultats. On notera par ailleurs que la température de transition de champ moyen  $T_{c0}$  est également fonction de l'épaisseur sans que cette dépendance soit prise en compte dans l'Équation B.1.



**FIGURE B.1** –  $T_c$  fonction de l'inverse de l'épaisseur. Les résultats des régressions linéaires sont données dans la figure. (Reproduction Figure 4.21.)

**Tableau B.1** – Évaluation de la densité superfluide à partir du modèle de Dubi et al. [2010].

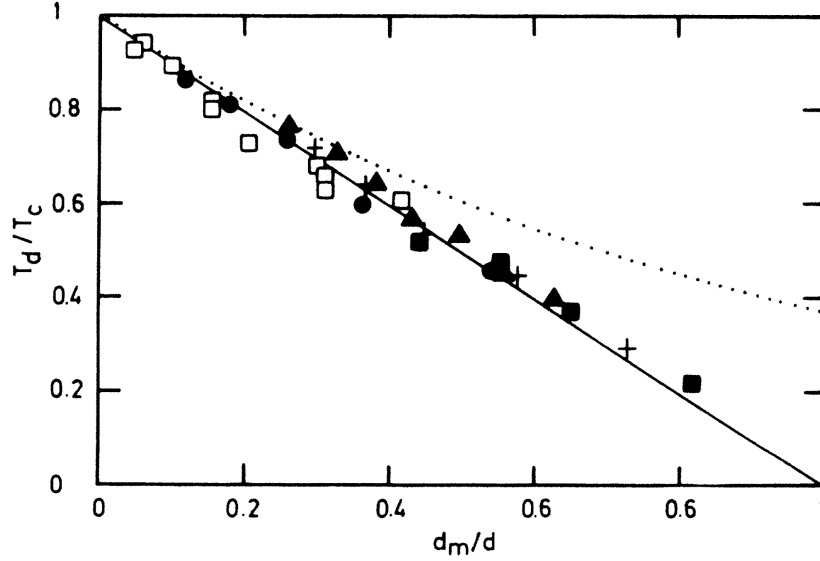
$x$	$K_0(0)$ [K]	$n_s$ [cm <sup>-2</sup> ]
13,5%	$6,9 \cdot 10^{-3}$	$7,8 \cdot 10^8$
14%	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$1,36 \cdot 10^9$
15%	$4,3 \cdot 10^{-2}$	$4,86 \cdot 10^9$
18%	$1,5 \cdot 10^{-1}$	$1,69 \cdot 10^{10}$

## B.2 Modification des équations de Ginzburg – Landau en présence de conditions limites

Dans un article qui a peu été repris par la suite, Simonin [1986] a cherché à prendre en compte les effets *géométriques* de l'épaisseur dans les équations de Ginzburg – Landau. En effet, la diminution de l'épaisseur des films supraconducteurs modifie les conditions aux limites imposées au paramètre d'ordre. Ainsi, pour un film infini suivant le plan  $xy$  mais contraint à  $-d_{\perp}/2 < z < d_{\perp}/2$ , il établit la relation :

$$T_c = T_{c0}(1 - 2C\xi^2(0)/d_{\perp}) = T_{c0}(1 - d_m/d_{\perp}) \quad (\text{B.2})$$

où  $T_{c0}$  est la température de transition de l'échantillon *bulk*,  $\xi(0)$  la longueur de cohérence supraconductrice à  $T = 0$  et  $C$  une constante de l'ordre de  $(10^4 \text{Å})^{-1}$ . Cette relation est alors valable pour  $d_{\perp}/\xi(T_c) \ll 1$  et  $d_{\perp}C \ll 1$ . Alors on peut définir une épaisseur critique  $d_m = 2C\xi^2(0)$  qui est telle que  $T_c(d_m) = 0$ .



**FIGURE B.2** – Abaissement de  $T_c$  en fonction de l'épaisseur pour des films de Nb, Pb et Bi [Simonin, 1986].

Cette théorie propose une interprétation alternative à l'abaissement de  $T_c$  observée par la diminution de l'épaisseur et s'est montrée efficace pour expliquer l'abaissement de  $T_c$  observé sur les métaux ultra-minces (Figure B.2).

La théorie de Simonin permet de relier l'épaisseur  $d_m$  à :

$$d_m = \frac{2a}{N_0V} \quad (\text{B.3})$$

où  $a$  est la longueur d'écrantage de Thomas Fermi, et  $N_0V$  est le potentiel d'interaction pour le système épais.

Nous avons donc tenté de voir si cette théorie pouvait s'appliquer dans notre cas. Nous avons cherché à déterminer la longueur d'écrantage  $a$  par deux méthodes : d'une part, à partir de l'épaisseur  $d_m$  de l'Équation B.2 et d'autre part à partir de la fermiologie :

$$a = \frac{2\pi}{2,95\sqrt{a_0}} \left( \frac{3e^2\tau}{4\pi\sigma m} \right)^{1/6} \quad (\text{B.4})$$

$N_0V$  est déterminé par :

$$T_{c0} = 1,14\Theta_D e^{-1/N_0V} \quad (\text{B.5})$$

Nous avons estimé  $\Theta_D \simeq 640$  K proche de la température de Debye du Si, vu que notre système  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est majoritairement constitué de silicium.

Les valeurs de la longueur d'écrantage  $a$  obtenues par les deux méthodes sont tout à fait comparables au vu des incertitudes sur la fermiologie de notre système. L'évolution de  $a$  avec la composition va également dans le bon sens : on s'attend bien à ce que les longueurs caractéristiques de l'écrantage soient plus courtes à concentrations plus importantes.

Ainsi, prendre en compte dans les équations de Ginzburg – Landau les conditions limites imposées par l'épaisseur finie des films pourrait-il expliquer les abaissements de  $T_c$



**Tableau B.2** – Détermination des paramètres à partir de l'Équation B.2.  $T_{c0}$  et  $d_m$  sont mesurées.  $N_0V$  est déterminée à partir de  $T_{c0}$  (Équation B.5) et  $a$  est alors déduit de l'Équation B.3.

$x$	$T_{c0}$ [K]	$d_m$ [Å]	$N_0V$	$a$ [Å]
13,5%	0,194	142	0,12	8,52
14%	0,276	117	0,13	7,6
15%	0,497	59	0,14	4,13
18%	1,093	37	0,15	2,76

**Tableau B.3** – Détermination via la fermiologie (modèle simple de gaz d'électrons libres) de la longueur d'écrantage de Thomas – Fermi.  $a$  est déterminé par l'Équation B.4, en prenant  $m = m_e$  et  $\tau = 5 \cdot 10^{-16}$  s.

$x$	$\sigma_{\text{amb}}$ [ $\Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ ]	$n = \frac{\sigma m}{e^2 \tau}$ [ $\text{cm}^{-3}$ ]	$a$ [Å]
13,5%	$8,89 \cdot 10^4$	$6,31 \cdot 10^{21}$	5,3
14%	$8,93 \cdot 10^4$	$6,34 \cdot 10^{21}$	5,3
18%	$1,639 \cdot 10^5$	$1,16 \cdot 10^{22}$	4,8

observés. Pour confirmer ce point, il faudrait vérifier la linéarité de  $T_c$  en fonction de  $1/d_{\perp}$  avec plus de films de même composition, à épaisseurs importantes et très faibles notamment. Cette explication simple nous semble cependant très séduisante et il conviendrait de voir comment elle s'articulerait avec les fluctuations de phase du paramètre d'ordre supraconducteur qui doivent néanmoins être importantes au voisinage de la TSI.

# Annexe C

## Notations

$d$	dimension de l'échantillon
$d_{\perp}$	épaisseur de l'échantillon
$l_e$	libre parcours moyen élastique
$L_{\phi}$	longueur de cohérence de phase ou longueur de Thouless
$L$	taille caractéristique de l'échantillon
$\xi$	longueur de cohérence supraconducteur
$\tau_c$	« longueur de corrélation » temporelle





---

## RÉSUMÉ

La compréhension du rôle du désordre sur la supraconductivité reste un problème fondamental de la physique du solide. Ce sujet illustre la compétition entre les phénomènes de localisation par le désordre qui conduisent à des isolants et la formation de paires de Cooper qui conduit à une conductivité infinie. Ces effets prennent un caractère spectaculaire en dimension 2, dimension limite pour l'existence de l'état métallique ou de l'état supraconducteur. Généralement le système décrit une Transition directe Supraconducteur – Isolant (TSI) qui a les caractéristiques d'une Transition de Phase Quantique, transitions définies à  $T = 0$  et provoquées par le franchissement d'une valeur critique par le paramètre moteur de la transition. Parmi ces paramètres (intrinsèques au système), on peut citer la densité d'états électroniques, le désordre microscopiques et l'épaisseur.

L'alliage  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est un matériau particulièrement intéressant pour l'étude de cette TSI. Le matériau est amorphe et homogène jusqu'à des épaisseurs de 2,5 nm et des températures de recuit de 250 °C et nous observons une TSI induite par la composition, le recuit et l'épaisseur, que nous avons étudié par rapport aux théories fermionique (FINKEL'STEIN), d'affaiblissement de la supraconductivité par le désordre et bosonique (*Dirty Boson Model* de FISHER), s'interprétant par la localisation des paires de Cooper. Ces expériences remettent en cause la possibilité de réduire la mesure du « désordre » par un unique paramètre tel que la résistance carrée ou le produit  $k_F l$  du vecteur d'onde de Fermi par le libre parcours moyen électronique. En particulier, elles soulignent l'effet spécifique de l'épaisseur. Par ailleurs, pour certaines valeurs des paramètres, nous observons une phase « métallique » qui apparaît à très basse température entre les phases supraconductrices et isolantes, contredisant les théories de la non-existence d'un métal à 2D. Nous avons montré que le diagramme de phase associé à ces échantillons pouvait s'interpréter en introduisant le concept de « métal de Bose », prédit par DAS & DONIACH.

Le  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  est donc un système prometteur pour l'étude plus approfondie de ce nouvel état métallique.

**MOT-CLEFS** : Transition Supraconducteur–Isolant, système désordonné, NbSi, recuit, transition de phase quantique, métal de Bose

---

## TITLE

**Study of Quantum Phase Transition Superconductor – Insulator, Metal – Insulator in disordered, amorphous materials near the dimension 2**

---

## ABSTRACT

The understanding of the disorder effect on the superconductivity remains a major issue in the solid state physics. This field is driven by the competition between the disordered-induced localization that leads to insulator and the formation of the Cooper pairs that leads to an infinite conductivity. These effects are dramatic in dimension 2, lower dimension for the existence of either a metal and a superconductor. The system is often described by a Superconductor – Insulator Transition (SIT) and is interpreted as a Quantum Phase Transition, transitions that occurs at  $T = 0$  and induced by a parameter crossing a critical value. Among these parameters, for example of system intrinsic ones, we can name the electronic density of state, the microscopical disorder and the thickness.

The  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  alloy is of great interest for the study of the SIT. The material is homogeneous and amorphous down to 2,5 nm thick and up to 250 °C of annealing and we observe a SIT induced by the composition, the annealing and the thickness, that we compared to the fermionic theories (Finkel'stein) relying on the weakening of the superconductivity by disorder, and the bosonic theories (Dirty Boson Model, Fisher), relying on the Cooper pairs localization. Theses experiments throw doubt a unique “disorder” parameter, such as the sheet resistance or the  $k_F l$  product of the Fermi wave vector and the electron mean free path. They especially outline the specific effect of the thickness. More over, we study the “metallic” state that appears at the lowest temperature between the superconductiv and the insulating states, despite the assumption that no metal can exists at 2D. The phase diagramm we obtain with these samples can be interpreted with the “Bose Metal”concept of Das & Doniach.

The  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$  is thus a promising system for an advance study of this new metallic state.

**KEYWORDS** : Superconductor–Insulator Transition, disordered system, NbSi, annealing, quantum phase

---

transition, Bose metal