Découplage de détecteurs radiofréquences supraconducteurs à très haute sensibilité pour la micro-imagerie par résonance magnétique

Michel Geahel

▶ **To cite this version:**

Michel Geahel. Découplage de détecteurs radiofréquences supraconducteurs à très haute sensibilité pour la micro-imagerie par résonance magnétique. Supraconductivité [cond-mat.supr-con]. Université Paris Saclay (COmUE), 2018. Français. NNT : 2018SACLS114 . tel-01880203

HAL Id: tel-01880203
https://theses.hal.science/tel-01880203

Submitted on 24 Sep 2018

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-SACLAY

NNT :2018SACLS114

Thèse de doctorat

UNIVERSITÉ PARIS SUD
Comprendre le monde, construire l'avenir

Découplage de détecteurs radiofréquences supraconducteurs à très haute sensibilité pour la micro-imagerie par résonance magnétique

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay
préparée à l'Université Paris-Sud

École doctorale n°564 : Physique en l'Ile-de-France (PIF)
Spécialité de doctorat: Physique

Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 18 mai 2018, par

Michel Geahel

Composition du Jury :

Myriam Pannetier-Lecoeur Ingénieur chercheur, CEA Saclay (–LNO)	Présidente
Jean-Michel Franconi Professeur, Université de Bordeaux (–RMSB)	Rapporteur
Klaus Hasselbach Directeur de recherche, Université de Grenoble (–Institut NEEL)	Rapporteur
Olivier Girard Ingénieur de recherche, Université de Marseille (– CRMBM)	Examinateur
Alain Pautrat Chargé de recherche, Université de Caen (– CRISMAT)	Examinateur
Javier Briatico Directeur de recherche, (–UMPhy CNRS/Thales)	Directeur de thèse
Marie Poirier-Quinot Maître de conférence, Université Paris-Sud (– IR4M)	Co-Directrice de thèse
Cornelis van der Beek Directeur de recherche, Ecole polytechnique (– LSI)	Co-Directeur de thèse

Table des matières

REMERCIEMENTS **5**

INTRODUCTION GENERALE **9**

CHAPITRE I. CONTEXTE DE L'ETUDE **13**

A. L'IRM UNE TECHNIQUE D'IMAGERIE VERSATILE 13

B. QUESTION DE L'INTENSITE DU CHAMP STATIQUE ET DE L'APPORT DE L'INSTRUMENTATION EN IRM 15

C. AMELIORATION DE LA SENSIBILITE VIA LE BRUIT 18

1. Le Rapport Signal-sur-Bruit (RSB) *18*

2. Capteurs RMN : antennes, SQUID et capteurs mixtes *21*

a) Antennes RF 21

b) SQUIDS et capteurs mixtes 23

3. Etat de l'art des antennes supraconductrices en IRM *25*

D. MATERIAU SUPRACONDUCTEUR 28

1. Principales caractéristiques des supraconducteurs *28*

2. Dynamique des vortex *32*

E. PROBLEMATIQUE DE THESE : LE DECOUPLAGE D'ANTENNE SUPRACONDUCTRICE 33

CHAPITRE II. DEVELOPPEMENT D'UN CRYOSTAT POUR LA CARACTERISATION D'ANTENNES SUPRACONDUCTRICES DEDIEES A L'IRM **35**

A. L'ENCEINTE A VIDE 36

B. LE CRYOGENERATEUR 37

C. LE DOIGT FROID 38

D. CONTROLE DE LA TEMPERATURE 39

1. Caractérisation des capteurs de température *40*

2. L'interface graphique permettant le contrôle du cryostat *41*

E. CHAINE RF 45

F. INTERACTION ENTRE LE SYSTEME DE CRYOGENIE ET LA MESURE RADIOFREQUENCE 47

1. Les vibrations *47*

2. L'influence de l'excitation RF sur la sonde Pt100 ..... *49*

G. CONCLUSION 50

CHAPITRE III. REPONSE ELECTROMAGNETIQUE NON-LINEAIRE DE RESONATEURS EN MATERIAUX SUPRACONDUCTEURS A HAUTE TEMPERATURE CRITIQUE **53**

A. INTRODUCTION 53

B. LES RESONATEURS ETUDIES 54

C. DISPOSITIF EXPERIMENTAL 55

D. MODELISATION DES PROPRIETES ELECTROMAGNETIQUES DES RESONATEURS 57

E. MESURE DE LA RESISTANCE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE 62

1. Caractérisation à bas niveau de puissance 63
2. Mesures 4 points de la résistance 65
F. ETUDE MONO-FREQUENTIELLE DES RESONATEURS SHTC 66
1. Extraction des paramètres électriques 71
2. Changement de température des résonateurs 79
G. ANALYSE FREQUENTIELLE 81
H. DISCUSSION 83
I. CONCLUSION 93
CHAPITRE IV. ETUDE MAGNETO-OPTIQUE DE LA PROGRESSION DE VORTEX 97
A. INTRODUCTION 97
B. ECHANTILLONS ETUDIES 102
C. LE MONTAGE POUR L'IMAGERIE MAGNETO-OPTIQUE 104
D. LE TRAITEMENT DES IMAGES 105
E. RESULTATS 107
1. Etude de l'effet de la gravure 107
2. Etude de l'effet de l'irradiation 110
F. INTERPRETATION 114
G. CONCLUSION 118
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 121
ANNEXES 125
A. PRINCIPES DE L'IMAGERIE PAR RESONANCE MAGNETIQUE 125
1. Le temps de récupération longitudinale : T_1 125
2. Le temps de relaxation transversale : T_2 126
3. Notion de gradient 127
a) Gradient de sélection de coupe 128
b) Gradient de phase 128
c) Gradient de lecture (codage en fréquence) 128
d) Combinaison des 3 gradients 128
4. Formation d'image 129
B. INTERFACE GRAPHIQUE THALES CRYOGENICS 131
C. CALCUL DE LA FREQUENCE DE RESONANCE DES RESONATEURS A LIGNE DE TRANSMISSION 132
LISTE DES FIGURES 137
RÉFÉRENCES 149

Remerciements

Je remercie les membres de mon jury de thèse Jean-Michel Franconi, Klaus Hasselbach, Myriam Pannetier-Lecoeur, Olivier Girard et Alain Pautrat pour leur évaluation de ces travaux de recherche ainsi que pour leurs remarques qui m'ont permis d'améliorer le contenu de ce manuscrit.

J'ai eu l'opportunité d'effectuer ma thèse dans trois laboratoires : l'Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, le laboratoire d'Imagerie par Résonance Magnétique Médicale et Multi-Modalités et le Laboratoire des Solides Irradiés. Cette expérience s'est révélée à la fois stimulante du fait de l'ambiance propre à chaque laboratoire et enrichissante par les personnes avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Je souhaite donc remercier mes directeurs de thèse. Javier Briatico pour sa disponibilité, son exigence et son enthousiasme contagieux ; Marie Poirier-Quinot pour son accompagnement tout au long de mon travail de recherche, pour son dynamisme et sa sincérité qui m'ont permis d'avancer de manière efficace ; Kees van der Beek pour sa rigueur ainsi que pour la confiance qu'il m'a accordée, confiance qui m'a souvent donné la motivation de pousser plus loin mon travail.

Je remercie également Frédéric Van Dau et Frédéric Petroff pour m'avoir accueilli au sein de l'Unité Mixte de Physique CNRS/Thales ainsi que pour leur disponibilité. Je remercie Luc Darrasse pour son accueil à l'IR4M depuis mon stage de M2 jusqu'à la fin de ma thèse, pour son soutien constant apporté aux doctorants et pour toutes les discussions scientifiques que j'ai eues avec lui sur mon sujet de thèse.

Au cours de cette thèse j'ai eu la chance de rencontrer beaucoup de personnes qui m'ont permis d'avancer grâce à des discussions enrichissantes. A l'unité mixte CNRS/THALES, je remercie Bruno Marcilhac, Denis Crété, Yves Lemaitre, Julien Kermorvant qui m'ont apporté une compréhension plus poussée des antennes supraconductrices et une aide appréciable lors du développement du cryostat, Mathieu Grisolia pour ses explications concernant les mouvements des vortex, Pierre Seneor pour le soutien et l'écoute attentive dont il a su faire preuve. A l'IR4M, je remercie, Ludovic de Rochefort et Geneviève Guillot qui n'auront jamais été mis en défaut sur toutes les questions d'IRM que je me posais (de la mécanique quantique jusqu'au traitement du signal), Georges Willoquet pour son approche de toutes les questions techniques aussi bien sur mon sujet de thèse que sur tous les autres sujets, Laurène Jourdain

pour son aide quotidienne. Je remercie également Jean-Christophe Ginefri, Stéphanie Pitre Champagnat, Emmanuel Durand et Xavier Maitre pour l'aide qu'ils m'ont apportée durant cette thèse. Au LSI, je tiens à remercier Isabelle Jouanny, Dominique Gorse-Pomonti, Gerrit Coddens, Marie-Noëlle De Noirfontaine, pour les nombreuses discussions qui m'ont aidé à mener ma recherche à bien.

L'aide scientifique que j'ai reçue ne s'est pas arrêté aux frontières des laboratoires où j'étais. Je veux également chaudement remercier Marion Woytasik pour son aide en salle blanche, ainsi que Thibaut Devolder, Jean-Paul Adam et Sylvain Eimer pour l'aide au développement et au bon fonctionnement du cryostat, ainsi que pour le prêt de matériel quand j'en avais besoin (cette pompe m'a permis de gagner deux mois dans le développement du crystat). Je remercie également Bertrand Baudouy et Gilles Authelet pour leur aide et leurs conseils décisifs dans le développement dudit cryostat.

Outre l'aide scientifique, j'ai pu bénéficier d'une aide administrative. Je souhaite remercier pour cela Albine Pinseel, Christine Marchand, Anne Dussart, Isabelle Taquin, Elodie Dubois et Marylène Raclot.

J'ai rencontré de nombreux doctorants et post-doctorants qui m'ont permis de passer d'excellents moments et de surmonter ceux qui étaient moins heureux (et accessoirement de travailler entre deux pauses cafés). Nicolas Chanet avec qui j'ai partagé mon bureau et plus de la moitié de mon temps de présence pour le meilleur (Hawaï) et pour le pire (Hawaï…). C'est la seule personne à avoir atteint la limite de la connaissance. David Perconte avec qui j'ai trop peu partagé mon bureau (le problème d'être entre plusieurs laboratoire), mais qui rendait le travail beaucoup plus joyeux. Benjamin Leroy avec qui j'ai partagé la salle café et de nombreuses questions philosophiques, politiques, économiques, existentielles et scientifiques à l'occasion. Autant de questions dont je cherche toujours la réponse. Steven Lequeux avec qui j'aurai aimé partager davantage de conversation. Virginie Grand-Perret avec qui j'ai eu le plaisir d'organiser les « ateliers doctorants » et quelques sorties aussi, soutien indéfectible pour l'organisation de la vie du laboratoire. Isabelle Saniour, avec qui cela a été un réel plaisir de travailler et d'échanger, elle a égayé cette fin de thèse. Cette liste pourrait s'étendre à l'infini, je dois remercier trop succinctement Martin, Florian, Quentin, Benoit, Romain, Seiha, Aurore, Loïc, Etienne, Jean-François, Badreddine, Sarah, Khaoula, Julien,

Zhoujian, Laure, Kim, Khalil, Sajad. Le problème des listes exhaustives, c'est qu'il manque toujours des personnes, je remercie bien entendu tous ceux que je n'ai pas cités.

Au cours de cette thèse j'ai pu travailler avec des stagiaires qui m'ont apporté aussi bien sur le plan scientifique que sur le plan humain : Alexy Karouby, Szu-Han Chen, Jade Briend-diop, Eduardo Rios Sanchez, Ouk-Sidaro Kong, Tharsika Mangalarajan, Makram Chati.

Je veux enfin remercier les gens avec qui je n'ai pas travaillé mais dont la contribution à mon travail a été significative : Rémy, Simon, Alex, Anne, Stéphanie, Jérôme, Mariem. Je remercie également ma famille pour son soutien indéfectible Papa pour toutes les corrections du manuscrit, Maman pour tous tes conseils avisés (tu n'as pas fini d'en donner et ils sont toujours judicieux), Edith, Cyrille, Ralph, Xavier et Camille entre autres pour la correction de la présentation. Enfin je veux remercier Mathilde qui m'a soutenu plus que tous les autres et qui m'a permis de m'extraire autant que possible de l'environnement fermé qu'est la thèse.

Introduction générale

L'imagerie par résonance magnétique (IRM) est une des quatre grandes modalités d'imagerie médicale. Elle présente l'avantage de produire des images anatomiques aussi bien que fonctionnelles. Le Rapport Signal-sur-Bruit (RSB) permettant de caractériser la qualité d'une image est fortement influencé par le temps d'acquisition, le volume observé et l'antenne utilisée en réception. Pour des applications cliniques (champ magnétique statique de 1,5-3 T), le RSB est suffisant pour des images présentant une résolution de l'ordre du mm^3. Cependant, l'acquisition d'images de meilleure résolution ($<(100\mu m)^3$, on parlera alors d'imagerie microscopique) entraîne une diminution du RSB, due à la faible aimantation de chaque voxel observé.

L'un des objectifs recherchés en imagerie est l'augmentation de cette résolution avec des RSB satisfaisants. La technologie de l'IRM nous offre plusieurs leviers sur lesquels agir pour réaliser ce but. Le plus connu d'entre eux est l'augmentation du champ magnétique statique. Cependant, l'augmentation du champ statique entraîne de nombreux problèmes comme la modification des paramètres intrinsèques mesurés (les temps de relaxation longitudinale et transversal, T_1 et T_2) (ce qui rend difficile les études translationnelles), ainsi que la complexification de l'instrumentation.

Le développement de nouvelles méthodes instrumentales pour l'imagerie microscopique en IRM à champ clinique, a conduit l'équipe « Développements méthodologiques et instrumentaux » de l'IR4M à étudier des antennes RF diminuant la composante du bruit attribuable à l'échantillon observé et celle attribuable à l'antenne de réception (deux principales sources de bruit en IRM). La diminution du bruit de l'échantillon passe par la réduction de la taille de l'antenne. En dessous d'une certaine taille d'antenne, c'est le bruit de l'antenne qui devient dominant. Il devient alors intéressant de trouver de nouveaux moyens de diminuer le bruit de l'antenne. Ce bruit dépend de la température et de la résistivité du matériau. La voie suivie par l'IR4M a été le développement d'antennes d'IRM en matériau supraconducteur. Ces antennes présentent l'avantage de diminuer fortement le bruit apporté par l'antenne lors de la réception du signal en IRM, cette diminution entrainant une amélioration du RSB d'un facteur compris entre 2 et 10 (ce facteur dépend de l'intensité du champ B_0, de la taille de l'antenne, de la charge de l'échantillon et des applications).

Outre les difficultés posées par la cryogénie, l'utilisation de matériaux supraconducteurs présente deux principaux problèmes pour leur intégration en tant qu'antenne de réception dans un appareil d'IRM. Le premier est l'exclusion des méthodes de découplage utilisées habituellement, l'ajout de composants aux antennes supraconductrices monolithiques dégraderait leurs performances. Le second est le comportement non-linéaire des matériaux supraconducteurs sous l'effet de la puissance RF. A partir de l'observation de ces deux complications, l'idée de résoudre le problème de découplage avec les propriétés non-linéaires des supraconducteurs est apparue.

La compréhension de la fabrication et du comportement non linéaire des supraconducteurs a mené à la collaboration de trois laboratoires dans lesquels cette thèse s'est déroulée : l'**Unité mixte de recherche CNRS/Thales**, le **laboratoire d'Imagerie par Résonance Magnétique Médicale et Multi-Modalités** et le **Laboratoire des Solides Irradiés**.

L'objectif de cette thèse est de commuter les antennes supraconductrices de leur état de résistance nulle vers un état dissipatif en des temps compatibles avec les séquences d'IRM classique. Pour cela nous avons étudié différentes modifications que nous pouvions apporter à ces antennes pour faciliter ce découplage. Nous avons étudié les mécanismes macroscopiques de cette transition (variation de la résistance) puis tenter d'y apporter des explications à travers des phénomènes microscopiques.

Le présent manuscrit est découpé en quatre chapitres.

Le **chapitre I** replace le contexte de l'étude. Nous y introduisons le principe de l'IRM ainsi que les possibilités offertes par cette modalité d'imagerie. Nous présentons ensuite les différentes façons d'améliorer le signal reçu, pour nous pencher plus en détail sur l'apport des matériaux supraconducteurs dans le développement instrumental en IRM. Nous terminons par les propriétés les plus intéressantes, pour notre étude, de ces matériaux.

Le **chapitre II** présente le cryostat développé lors de ce travail de thèse pour l'étude des résonateurs supraconducteurs. Cet outil a été mis en place pour compléter le banc de caractérisation des résonateurs supraconducteurs utilisé à l'IR4M. Ce nouveau banc de caractérisation offre la possibilité d'étude en fonction de la puissance RF et de la température des résonateurs supraconducteurs.

Le **chapitre III** expose les résultats acquis sur des résonateurs supraconducteurs dont la géométrie a été modifiée. Leurs géométries diffèrent par la présence ou non d'une constriction de la piste supraconductrice à l'emplacement où le courant est maximum et par l'épaisseur de la piste. Ces résultats sont discutés dans un second temps aussi bien en termes de matériau supraconducteur, qu'en termes d'intégration de ces antennes dans un appareil d'IRM.

Le **chapitre IV** traite de l'influence de défauts provoqués sur les bords et à l'intérieur du matériau supraconducteur. Dans cette partie nous tentons de hiérarchiser le désordre que l'on peut apporter au matériau supraconducteur pour « affaiblir » sa supraconductivité.

Enfin, nous synthétiserons dans la conclusion générale les principaux résultats de ces travaux de thèse, pour terminer sur les perspectives que ces résultats apportent.

Chapitre I. Contexte de l'étude

A. L'IRM une technique d'imagerie versatile

L'imagerie par résonance magnétique (IRM) est la dernière-née des 4 grandes techniques d'imagerie médicale non-invasive (les autres étant l'échographie, les rayons X, et l'imagerie nucléaire). Elle permet d'accéder à des informations de types anatomique, fonctionnelle ou moléculaire. Pour illustrer les possibilités des études offertes par cette modalité d'imagerie on peut se pencher sur les travaux présentés, tout au long de l'année 2017, en unes de la revue « Magnetic Resonance in Medicine » (MRM), revue de référence de ce domaine de recherche, illustrés Figure I.1. On peut apprécier le potentiel de cette modalité d'imagerie, allant d'études très appliquées : imagerie de la moelle épinière, imagerie fonctionnelle cérébrale, de diffusion ou cardiaque, à des études très en amont en l'instrumentation : études du débit d'absorption spécifique (DAS), mesures de température…

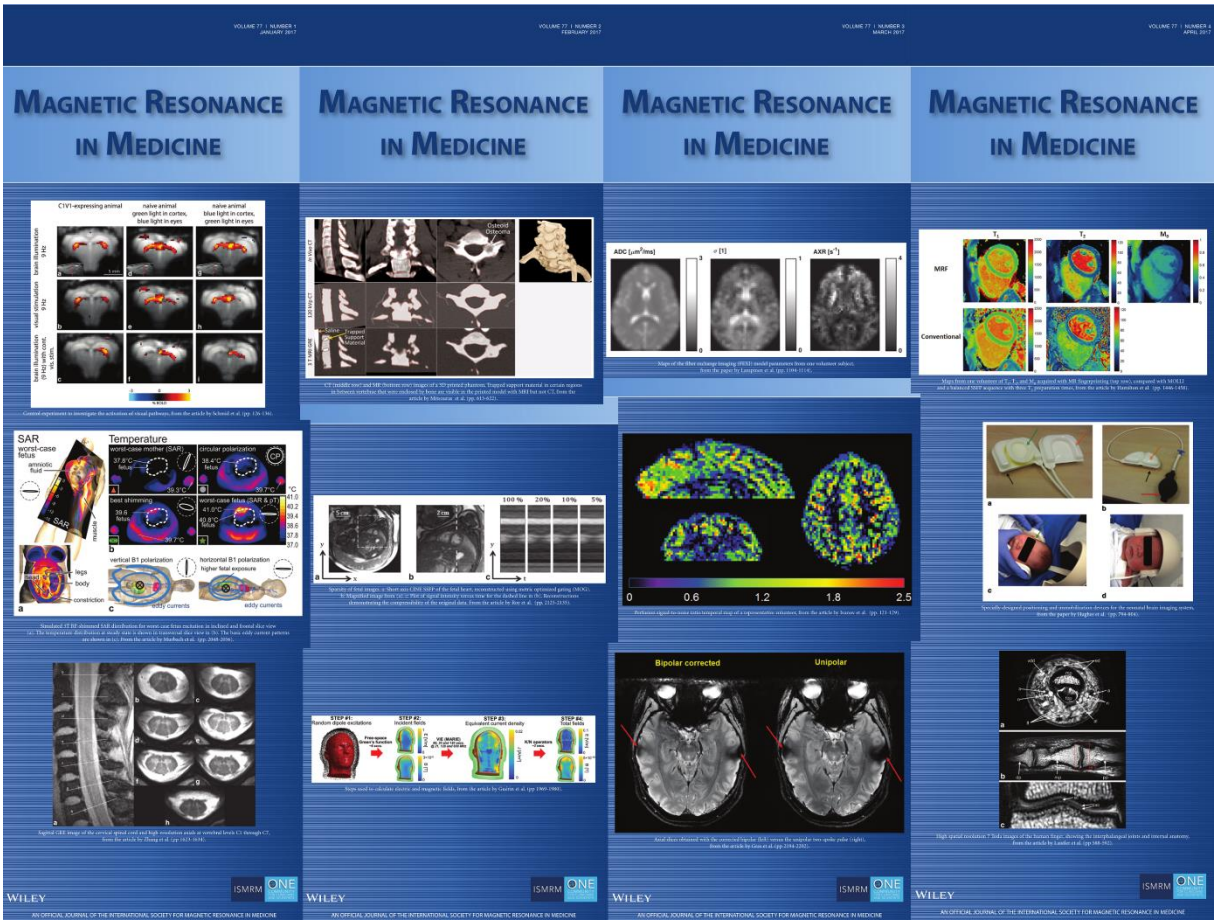

Figure I.1 : Mosaïque des unes de la revue « Magnetic Resonance in Medicine » de janvier 2017 à janvier 2018 (de gauche à droite et de haut en bas).

Rentrons rapidement dans le détail de ces études, afin de mettre en évidence la polyvalence de cette technique. Plusieurs éditions de l'année 2017 titrent sur les développements de techniques pour l'étude de l'activité cérébrale. Ainsi deux études, menées à champ clinique (imageur de 3 T), sont orientées l'une vers le diagnostic de pathologie cérébrale au travers de l'analyse des échanges d'eau entre les milieux intra et extracellulaires (Lampinen et al., 2017), l'autre vers le développement d'un système d'imagerie pour l'étude du développement cérébral chez le nouveau-né (Hughes et al., 2017). L'imagerie fonctionnelle est favorisée par l'augmentation du champ magnétique statique B_0 nécessaire pour polariser les spins nucléaires des tissus étudiés (dans notre cas le noyau d'hydrogène) créant ainsi une aimantation nucléaire macroscopique M_0. Ceci est illustré par les travaux d'Ivanov *et al.* sur l'amélioration de l'imagerie de perfusion par marquage de spin (ASL, arterial spin labeling) (Ivanov et al., 2017) et par ceux de Zhang *et al.* qui portent sur le développement d'une antenne pour l'étude de la moelle épinière et du tronc cérébral (Zhang et al., 2016). Ces deux travaux ont été menés avec des appareils de 7 T. Nous remarquerons au passage que l'étude de Zhang *et al.* est orientée vers le développement instrumental quand celle d'Ivanov *et al.* est plutôt axée sur la méthodologie ou comment observer le phénomène de résonance magnétique nucléaire à proprement parler. Pour un champ plus élevé (appareil préclinique de 9,4 T), Schmid et al. associent l'imagerie fonctionnelle (séquence BOLD - blood-oxygen-level dependent) à l'optogénétique, pour l'étude de l'activation neuronale (Schmid et al., 2017).

Comme toutes les modalités d'imagerie, l'IRM est limitée par les mouvements inhérents aux êtres humains, d'autant plus que la durée des examens est relativement longue (entre 10 et 30 minutes là où la tomodensitométrie dure moins de 5 minutes et où l'acquisition d'image en échographie ultrasonore est instantanée (Kasban et al., 2015)). Plusieurs méthodes sont en développement pour pallier ce problème avec différentes applications à la clé : l'étude du cœur chez le fœtus (Roy et al., 2017), ainsi que l'estimation quantitative et reproductible du temps de relaxation longitudinal T_1 et du temps de relaxation transversal T_2 ainsi que de la densité de protons à l'aide de la technique du fingerprinting (Hamilton et al., 2017). Le temps nécessaire pour polariser les noyaux (c'est-à-dire leur permettre de retourner à l'équilibre) est appelé le temps de **relaxation longitudinale** T_1. Quant au temps T_2, **relaxation transversale**, il caractérise la perte de cohérence du signal RMN (Résonance Magnétique Nucléaire)[1]**.**

[1] La mesure de ces deux temps est développé dans l'annexe A

A ces études s'ajoute celle des limites de la technique avec les risques liés à l'interaction entre les ondes RF et les tissus biologiques comme l'hyperthermie pour le fœtus chez la femme enceinte, lors d'un examen à 3 T (Murbach et al., 2017), ou encore des limites théoriques du rapport signal à bruit pour différents champs magnétiques, de 0,5 T à 21 T (Guérin et al., 2017). L'augmentation du champ magnétique, notamment pour l'étude du fonctionnement du cerveau, a révélé de nouveaux défis instrumentaux, parmis lesquels on trouve les problématiques liées aux retards dans l'application des gradients comme le présentent Gras *et al*. (Gras et al., 2017), le développement d'une antenne dédiée à l'imagerie du doigt, à 7 T, pour une étude anatomique : vascularisation, agencement des tendons et des ligaments autour de l'os, etc (Laistler et al., 2018). Enfin, comme plusieurs autres modalités d'imagerie, l'IRM présente un volet interventionnel. Pour simuler et tester des interventions guidées par IRM, Mitsouras *et* al. (Mitsouras et al., 2017) ont mis au point un fantôme de colonne vertébrale à l'aide d'une imprimante 3D.

Ce tour d'horizon permet de se rendre compte des larges possibilités offertes par l'IRM.

B. Question de l'intensité du champ statique et de l'apport de l'instrumentation en IRM

Revenons rapidement sur le principe physique de l'IRM. Cette technique consiste à mesurer la dépendance spatiale du signal RMN. Lors de la phase d'émission, l'aimantation M_0 est sortie de son état d'équilibre grâce à une impulsion brève de champ magnétique radiofréquence (RF) $\boldsymbol{B_1}$ générée par une antenne RF. On induit ainsi une composante transverse M_t de l'aimantation nucléaire dans le plan *xOy*, transversale à B_0 et à M_0. Pendant la phase de réception, la dépendance en temps de M_t est détectée en résonance à f_0, appelée fréquence de Larmor, lors du retour de l'aimantation à son état d'équilibre thermique. La fréquence de Larmor est proportionnelle à l'intensité de B_0 et au rapport gyromagnétique γ propre à l'élément étudié : $\omega_0=\gamma.B_0$. Le noyau le plus couramment utilisé en IRM est celui de l'hydrogène (^{1}H), son rapport gyromagnétique vaut : $267{,}513\times10^6$ rad.s^{-1}.T^{-1}. Bien que la longueur d'onde du champ électromagnétique soit de l'ordre du mètre, la localisation en IRM peut se faire idéalement à l'échelle de la dizaine de micromètre, la limite étant alors la diffusion spatiale des noyaux d'hydrogène. L'idée est de modifier faiblement l'interaction des spins nucléaires avec le champ B_0, par l'intermédiaire d'un gradient de champ magnétique

plus communément appelé gradient d'imagerie, pour qu'ils puissent absorber des énergies, $h.f_0$, légèrement différentes, avec h = 6,6×10^{-34} Js la constante de Planck. La position spatiale est alors discriminée par le décalage spatial de la fréquence f_0 (modifiée par le gradient de champ magnétique dont l'amplitude dépend de la position spatiale). La résolution spatiale, définie ici comme le volume élémentaire encodé de dimension $V_{voxel} = r^3$, dépend donc de l'intensité des gradients de champ magnétique et de leur durée d'application. Plus précisément, des gradients de 100 mT.m^{-1} devraient permettre d'obtenir des voxels, V_{voxel}, de l'ordre de 1 µm^3. Or la plupart des acquisitions n'atteignent pas de telles résolutions.

Si nous revenons à la physique du signal observé, en particulier à l'aimantation paramagnétique M globale des spins détectée dans un voxel, elle obéit à la loi de Curie (Rollin, 1949) :

$$M = \frac{\rho \hbar^2 f_0^2}{4 k_B T_s B_0} = \frac{\rho \gamma^2 \hbar^2 B_0}{4 k_B T_s} \qquad \textit{Équation I.1}$$

Cette aimantation est calculée pour des spins à l'équilibre dans un champ statique B_0 pour un échantillon à une température T_S (310 K pour le corps humain). ρ est la densité de spin dans l'eau (6,7.10^{28} m^{-3}), k_B la constante de Boltzman et $\hbar = h/2\pi$).

Lors du retour de l'aimantation à son équilibre thermodynamique, on peut estimer le champ, B_{det} à l'aide du théorème de réciprocité (Hoult and Richards, 1976). C'est le champ qui serait détecté par une antenne surfacique de rayon a et de surface A_p, positionnée à une distance d de l'échantillon, en réception, pourrait alors être décrit par l'Équation I.2 (Myers et al., 2007) :

$$B_{det} = \frac{\mu_0 \beta_{receive,\perp}}{4\pi A_p} M V_{voxel} \qquad \textit{Équation I.2}$$

où $\mu_0 \beta_{receive,\perp}/4\pi$ est le champ perpendiculaire à l'antenne par unité de courant que produirait au niveau du voxel, cette antenne ($\beta_{receive,\perp} = 2\pi a^2/(a^2+d^2)^{3/2}$ et μ_0 étant la perméabilité magnétique du vide).

Dans les conditions d'acquisitions suivantes : antenne de surface de rayon a = 6 mm, d = 1 mm, B_0 = 1,5 T et V_{voxel} = (100 µm)^3, l'intensité du champ détecté est de **4,2.10^{-15} T**.

L'Équation I.1 fait apparaître qu'une manière d'augmenter l'aimantation, une manière d'augmenter le champ de détection est l'augmentation du champ statique B_0. Ainsi pour des

champs de 3 T, 7 T et 9,4 T, on obtient respectivement les champs de détection de **$8{,}3.10^{-15}$ T**, **$1{,}9.10^{-14}$ T** et **$2{,}6.10^{-14}$ T**.

Comparée aux autres modalités d'imagerie, l'IRM souffre d'une très faible sensibilité, qui est compensée en partie par la quantité de spins observés dans le voxel ($6{,}7.10^{16}$ dans $(100\ \mu m)^3$). Une voie pour améliorer la qualité des images, c'est à dire la quantité de signal détectable, se trouve être l'augmentation du champ statique, comme l'illustrent les travaux de Pohmann *et al*. (Pohmann et al., 2016). Dans leur étude, ils présentent l'influence du champ statique sur l'imagerie du cerveau, comme illustré Figure I.2. On peut observer qualitativement l'amélioration de la qualité de l'image du cerveau (définition des compartiments, netteté) avec l'augmentation du champ magnétique statique.

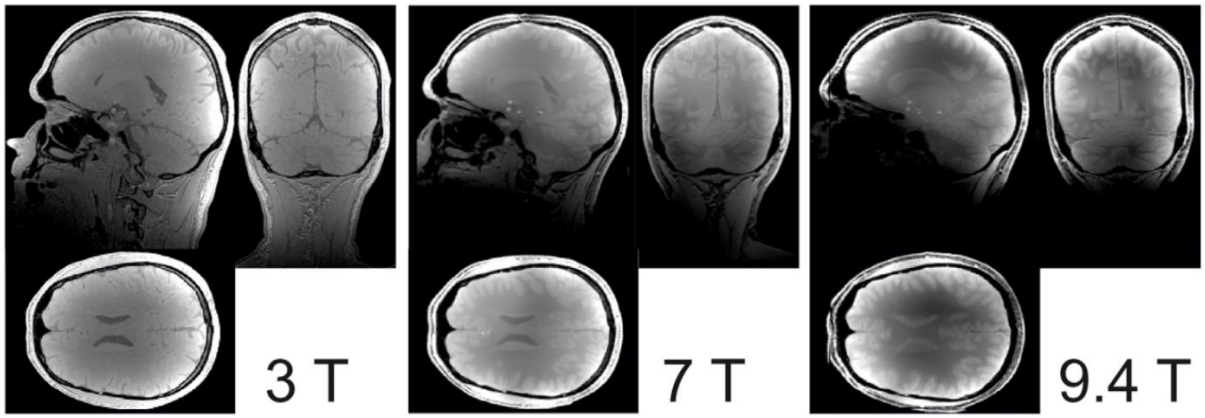

Figure I.2 : Image du cerveau d'un volontaire prise à 3 T, 7 T, et 9 T (Pohmann et al., 2016)

On comprend avec ces images l'intérêt croissant pour les hauts champs. Les couvertures de MRM en 2017 illustrent d'ailleurs l'orientation d'une partie de la recherche en IRM vers cette option. L'augmentation du champ se révèle d'ailleurs nécessaire pour plusieurs des applications mentionnées : elle permet une plus grande dispersion fréquentielle indispensable à la spectroscopie RMN, augmentant les effets de susceptibilité impliqués dans la cartographie de susceptibilité magnétique, ou pour mettre en évidence le paramagnétisme de l'oxygène mis en jeu dans l'imagerie fonctionnelle par effet BOLD.

Les contreparties d'une telle approche sont liées à la nature intrinsèque des mécanismes de contraste T_1 (Diakova et al., 2012) et T_2 (Pohmann et al., 2016), conditionnés par l'intensité du champ B_0. Les phénomènes observés à une valeur de champ particulière ne sont en **aucun cas directement transposables à une autre valeur de champ.**

Ces modifications des phénomènes de relaxation compliquent ainsi le transfert des études précliniques (>3 T) vers des champs cliniques (1,5 T - 3 T). Cette modification des phénomènes de relaxation s'accompagne d'une diminution des contrastes (Fischer et al., 1990). A ces problèmes de relaxation s'ajoute la difficulté d'obtenir des champs radiofréquences homogènes à haut champ, comme on peut l'observer sur l'image acquise à 9,4 T sur la Figure I.2. Enfin, les applications à haut champ sont fortement contraintes par les questions de sécurité liées à l'augmentation du Débit d'absorption Spécifique (DAS ou SAR en anglais), à la fabrication d'aimants à haut champ, des gradients… .

Il existe d'autres façons d'améliorer le signal RMN, par exemple au travers de techniques d'hyperpolarisation ou avec l'utilisation d'agents de contraste… Mais ces techniques et leur efficacité ne sont pas uniquement liées à l'intensité B_0, et ne gagnent donc pas à être mise en œuvre à fort champ.

Jusqu'à présent nous avons raisonné uniquement en termes de signal détecté en omettant le bruit intrinsèque aux expériences. Une autre voie d'amélioration de la sensibilité consiste à non plus s'attaquer au signal, mais à la diminution du bruit.

C. Amélioration de la sensibilité via le bruit

1. Le Rapport Signal-sur-Bruit (RSB)

Revenons sur une notion essentielle en physique, introduite pour caractériser la qualité d'une acquisition, ici d'IRM, celle du rapport Signal-sur-Bruit, défini par l'Équation I.3 (Darrasse and Ginefri, 2003) :

$$RSB \approx F^{-1/2} \frac{B_{det}}{\sqrt{4k_B R_{eq} T_{eq}}} K \qquad \textit{Équation I.3}$$

Nous retrouvons les paramètres de signal introduits dans le paragraphe précédent. F représente ici le facteur de bruit (Poirier-Quinot et al., 2008) de la chaine de réception et K est un paramètre relatif à la séquence d'imagerie.

$\sqrt{4k_B R_{eq} T_{eq}}$correspond au bruit, modélisé par un bruit thermique de Johnson-Nyquist (Johnson, 1928; Nyquist, 1928) où R_{eq} et T_{eq} représentent la résistance et la température équivalentes de bruit. Classiquement, les deux bruits dominant dans une expérience d'IRM standard sont le bruit lié à l'agitation thermique des charges de l'échantillon, ayant pour

résistance équivalente R_S et le bruit de l'antenne lié à l'agitation des électrons de conduction, ayant pour résistance équivalente R_C.

L'antenne RMN joue alors un rôle essentiel quant aux limites de résolutions accessibles, au travers du champ détecté B_{det} et du bruit rapporté.

Afin d'évaluer l'efficacité d'une antenne, nous introduisons la notion de sensibilité de l'antenne, définie comme :

$$S_{RF} = \frac{\omega_0 (B_1/i)}{\sqrt{4k_B R_{eq} T_{eq}}} \qquad \text{Où } \omega_0 = 2\pi f_0 \qquad \textit{Équation I.4}$$

Cette sensibilité dépend des différents bruits dominants.

Revenons au bruit de l'échantillon. Lors de la mesure de l'aimantation nucléaire, l'échantillon (générant le signal) et l'antenne (le recevant) sont couplés de façon inductive. Ce sont les charges à l'intérieur de l'échantillon qui produisent, sous l'effet de l'agitation thermique, du bruit dans l'antenne. Ce bruit représente le bruit de couplage magnétique à l'antenne. Pour un échantillon semi infini placé à une distance d d'une antenne circulaire de rayon a, avec n tours, R_S s'exprime comme (Suits et al., 1998) :

$$R_S = \frac{2}{3\pi} \sigma \mu_0^2 \omega_0^2 a^3 n^2 \, tan^{-1}\left(\frac{\pi a}{8d}\right) \qquad \textit{Équation I.5}$$

où σ est la conductivité de l'échantillon. Pour un tissu biologique σ vaut environ 0,66 S/m à une température, T_S, de 310 K et présente un dépendance en fréquence négligeable (Gabriel et al., 1996).

Cette formulation du bruit de l'échantillon montre clairement une dépendance au carré de la fréquence (et donc du champ étudié). On note que l'augmentation du champ magnétique implique l'augmentation intrinsèque du bruit en RMN.

Le bruit de l'antenne, quant à lui, est défini de la même manière avec R_C la résistance équivalente de l'antenne et T_C, sa température. Pour une antenne circulaire de rayon a, avec n tours et dont le conducteur présente un rayon r pour une résistivité ρ_C, sa résistance peut être définie à l'aide de l'Équation I.6 (Darrasse and Ginefri, 2003) :

$$R_C = \sqrt{0{,}5\rho_C\mu_0\omega_0}.n^2\xi a/r \qquad \text{Équation I.6}$$

Où ξ est le facteur de proximité. Pour un enroulement optimisé, l'expression $\xi a/r$ est indépendante de la taille et de la fréquence (Terman, 1943). Une valeur typique de 40 a été extraite de données expérimentales avec des antennes de surfaces (Ginefri et al., 2001). Ainsi le bruit apporté par l'antenne de détection dépend de $(\rho_a\omega_0)^{1/2}$ et est indépendant de sa taille.

Compte tenu de la dépendance en a et ω_0 de ces deux bruits, il sera intéressant d'étudier leurs domaines de prédominance décrits par la Figure I.3 issue des travaux de Darrasse et Ginefri (Darrasse and Ginefri, 2003) :

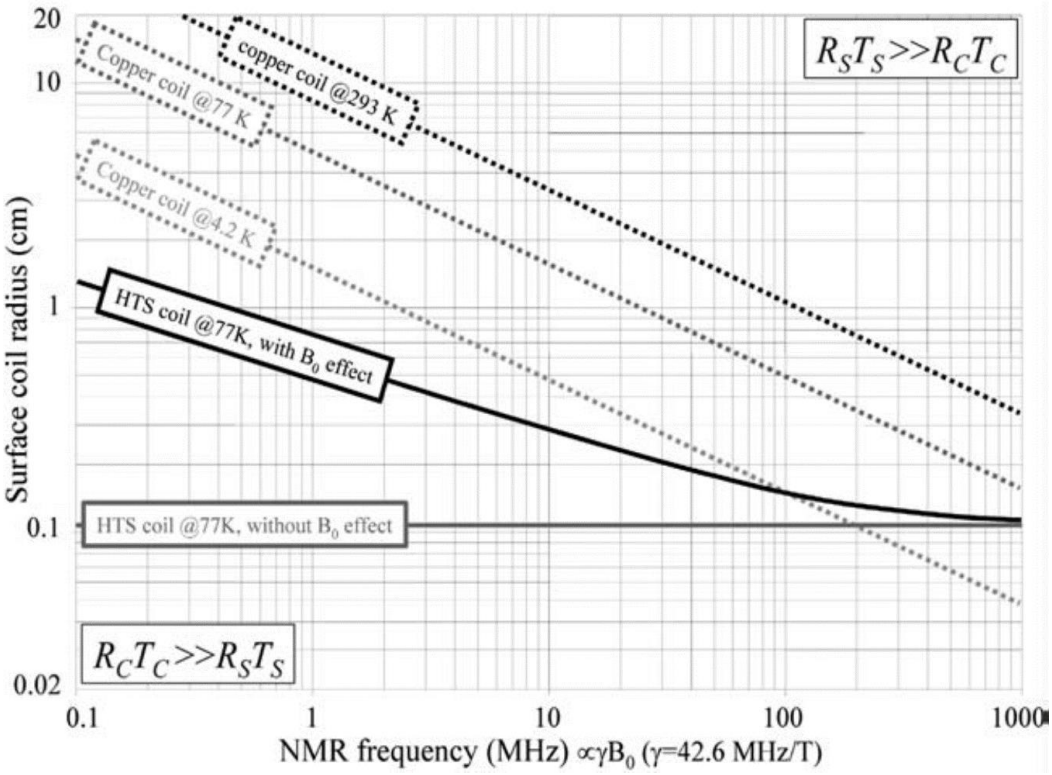

Figure I.3 : Domaine de prédominance des bruits. Les courbes en pointillé représentent $R_ST_S = R_CT_C$ pour des résonateurs en cuivre à température ambiante, à la température de l'azote liquide et à la température de l'hélium liquide. Les courbes en traits pleins représentent cette même limite avec et sans champ magnétique statique B_0 à la température de l'azote liquide (Darrasse and Ginefri, 2003).

La Figure I.3 présente les domaines de prédominance de bruit pour des antennes en cuivre à trois températures différentes et pour des antennes en matériau supraconducteur à haute température critique (noté HTS coil pour high-temperature superconductive coil) avec et sans champ magnétique statique B_0.

L'antenne RMN joue alors un rôle essentiel quant aux limites de résolutions accessibles. En se comportant comme un filtre spatial, elle diminue la région de l'échantillon

observée et diminue ainsi le bruit induit par cet échantillon. De plus, une petite taille d'antenne optimise le couplage aux protons de l'échantillon observé, améliorant sensiblement le signal RMN. On observe, cependant, qu'en dessous d'un certain rayon le bruit de l'antenne devient supérieur au bruit de l'échantillon. On voit ici la nécessité de diminuer le bruit provenant de l'antenne RF, en utilisant des matériaux très peu bruyants comme les supraconducteurs.

Il existe plusieurs types de détecteurs pour le signal RMN. Tant que l'on reste à des intensités de champ moyennes (supérieures à quelques centaines de mT), les détecteurs les plus classiquement rencontrés sont des antennes en cuivre, de type capteur de flux accordés ou détecteur de Faraday. En revanche quand la question d'améliorer leur sensibilité de détection se pose, il est intéressant de les remettre en perspective avec les autres capteurs de champ que sont les SQUIDs et les capteurs mixtes (Pannetier et al., 2005a), eux-mêmes réalisés en matériaux supraconducteurs.

2. Capteurs RMN : antennes, SQUID et capteurs mixtes

a) Antennes RF

Une manière simple de représenter une antenne d'IRM est un circuit RLC résonnant à la fréquence de Larmor. La condition de résonance de ce circuit est $L.C.\omega_0^2 = 1$, où L est l'inductance du circuit, déterminée par sa géométrie et C sa capacité. Son facteur de qualité Q, qui correspond au rapport de l'énergie emmagasinée par l'antenne sur l'énergie dissipée par cycle de champ radiofréquence, peut être défini par l'Équation I.7 :

$$Q = \frac{L\omega_0}{R} \qquad \textit{Équation I.7}$$

où R est la résistance du circuit. On peut mesurer Q à partir de la fréquence de résonance du circuit et de sa bande passante à -3 dB, $\mathrm{Q} = \frac{\mathrm{f_0}}{\delta \mathrm{f_{-3dB}}}$.

Ainsi une antenne IRM peut également être vue comme un filtre passe-bande, dont la fréquence centrale serait la fréquence de Larmor.

Dans le cas des antennes HTS, développées au laboratoire, leur facteur de qualité est tel que la réponse en fréquence de ces antennes est très étroite. Il est alors essentiel d'accorder parfaitement la fréquence de résonance à la fréquence de Larmor des protons observés. L'utilisation de capacités d'accord soudées est inenvisageable afin de préserver les très bonnes caractéristiques électriques du système. L'accord de l'antenne SHTC se fait en

deux étapes. Un pré-accord est réalisé à température ambiante, en modifiant l'impédance caractéristique de l'antenne SHTC par interception des lignes de champ électrique au travers d'un matériau diélectrique placé à proximité des conducteurs. Des décalages de plusieurs MHz peuvent ainsi être obtenus sans augmenter les pertes diélectriques intrinsèques de l'antenne. Un accord fin est obtenu en positionnant une boucle de cuivre proche de l'antenne SHTC. Ce couplage inductif induit une mutuelle équivalente dans l'antenne SHTC et permet ainsi d'augmenter la fréquence de résonance de plusieurs dizaines de kHz sans affecter de manière significative le facteur de qualité de l'antenne.

Dans le cas général, ces phases d'accord et d'adaptation se font à l'aide de condensateurs variables. Dans le cas des antennes étudiées dans cette thèse, la phase d'accord se fait à l'aide d'un matériau diélectrique (présentant des pertes négligeables pour ne pas modifier le Q). Ce diélectrique modifiera localement la capacité du résonateur entrainant ainsi un changement de se fréquence de résonance. Cette étape se révèle assez longue à mettre en place puisque que pour chaque étape d'accord il faut positionner le diélectrique, refroidir l'antenne et enfin mesurer sa fréquence de résonance à l'intérieur de l'aimant d'IRM. Afin de ne pas détériorer les performances des antennes supraconductrices, on peut relier l'antenne au reste de la chaine par couplage inductif à l'aide d'une boucle de couplage. L'adaptation d'impédance entre l'antenne et la chaîne électronique de l'imageur est également un point important pour optimiser la transmission en puissance des signaux RMN. Comme dans le cas de l'accord de l'antenne, les solutions d'adaptation classiques utilisant des composants discrets ne peuvent être mises en œuvre avec les antennes supraconductrices. Une solution alternative pour adapter sans connexion l'antenne RF au préamplificateur est de faire appel à des techniques de couplage inductif, basées sur l'utilisation d'un coupleur accordé (Raad and Darrasse, 1992). Cette approche évite l'introduction de point chaud à l'intérieur du cryostat. Le coupleur utilisé pour la liaison sans fil de l'antenne SHTC à la chaîne d'acquisition est un circuit résonant accordé à la même fréquence que l'antenne SHTC et possède un facteur de qualité, Q_{cc}, d'environ 75. L'adaptation d'impédance à Z_{in}, l'impédance d'entrée de la chaîne électronique du système d'IRM est obtenue en modifiant la position du coupleur par rapport à l'antenne SHTC (et ainsi en modifiant Z_{out}, l'impédance équivalente présentée en entrée de la chaîne de réception). Une vue du système constitué de l'antenne SHTC, du coupleur et de la boucle d'accord est présentée Figure I.4.

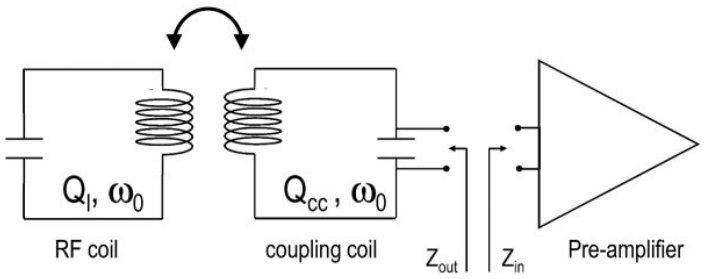

Figure I.4 : Schéma équivalent du circuit de couplage inductif. Q_l et Q_{cc} sont respectivement les facteurs de qualité de l'antenne RF et du coupleur. Z_{out} est l'impédance de l'antenne RF vue à la sortie du circuit d'adaptation. Z_{in} est l'impédance d'entrée du préamplificateur (Poirier-Quinot et al., 2008)

Ce travail de systématisation de l'accord et de l'adaptation des antennes HTS a fait l'objet de précédentes thèses (accord – thèse de Simon Lambert (Lambert, 2011, 2011), adaptation – thèse de Zhoujian Li (Li, 2016)) et ne sera pas développé dans le cadre de cette thèse. Il permet cependant de garder en tête les conditions expérimentales dans lesquelles ces antennes seront utilisées.

b) SQUIDS et capteurs mixtes

Une alternative aux capteurs accordés (mesure de flux, dB/dt) est l'utilisation de capteurs de champ magnétique développés dans le cadre d'application d'IRM bas champ. Les SQUIDs (Superconducting Quantum Interference Devices) se sont révélé être des capteurs de champ magnétique très efficaces pour des champs inférieurs au Tesla (Myers et al., 2007) permettant d'atteindre des résolutions spatiales de (0,7 µm)[2] sur un fantôme d'eau[2] en 5 minutes à un champ de 132 µT (Clarke et al., 2007). La Figure I.5, issue du travail de Myers *et al.* fait état des régimes de fréquences pour lesquelles le SQUID présente un avantage sur l'antenne accordée en termes de bruit et de rapport Signal-sur-Bruit par voxel. Ceci étant, l'utilisation des SQUIDs est inenvisageable à des intensités de champs magnétiques cliniques, compte tenu de leur très forte sensibilité à des champs supérieurs à la centaine de µT. Et leur sensibilité de détection, avantageuse à bas champ, devient similaire à celle des antennes accordées pour des intensités de l'ordre du T.

[2] Pour caractériser les antennes les images sont généralement faites sur des fantômes d'eau. Le bruit dominant est donc celui du capteur. Les résultats obtenus sur un échantillon vivant seront donc moins bon.

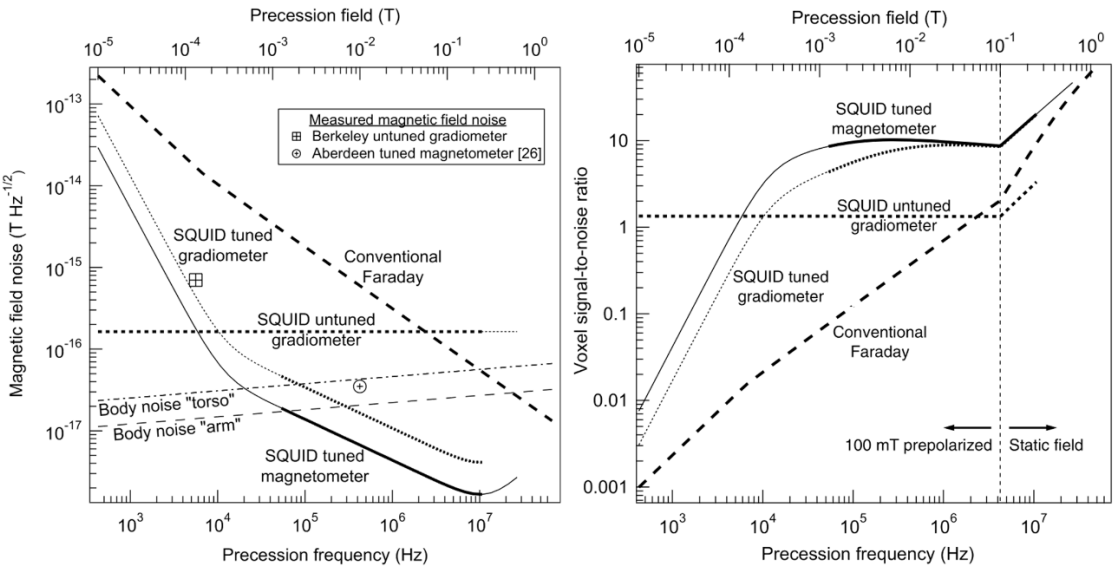

Figure I.5 : Comparaison du bruit et du rapport signal à bruit pour différents types de capteurs IRM. (Myers et al., 2007). Les capteurs « conventional Faraday » sont les antennes accordé utilisé généralement en IRM. L'abscisse du bas des deux figures correspond à la fréquence des capteurs, celui du haut est le champ associé à cette fréquence pour la résonance des spins du noyau d'hydrogène. La comparaison menée par les auteurs s'arrête à 1,5 T, soit lorsque les SQUIDs perdent leur intérêt face aux antennes classique.

Une alternative aux SQUIDs a été proposée par Pannetier et al. (Pannetier et al., 2005b) sous la forme de capteurs dits mixtes (mixed sensor en anglais), intégrant une magnétorésistance géante (ou GMR pour Giant MagnetoResistance) et une boucle supraconductrice (Figure I.6.a). En termes de sensibilité, les GMRs seules restent moins intéressantes que les SQUIDs (Caruso et al., 1998). Cependant, l'intégration de la boucle supraconductrice, comme concentrateur de flux de champ magnétique, permet d'atteindre des sensibilités de l'ordre du fT, comparable à celle des SQUIDs. Enfin, les capteurs mixtes accordés présentent un avantage en termes de bruit par rapport aux antennes accordées classiques jusqu'à des fréquences de l'ordre de quelques kHz (Figure I.6.b), au-delà leurs performances sont comparables.

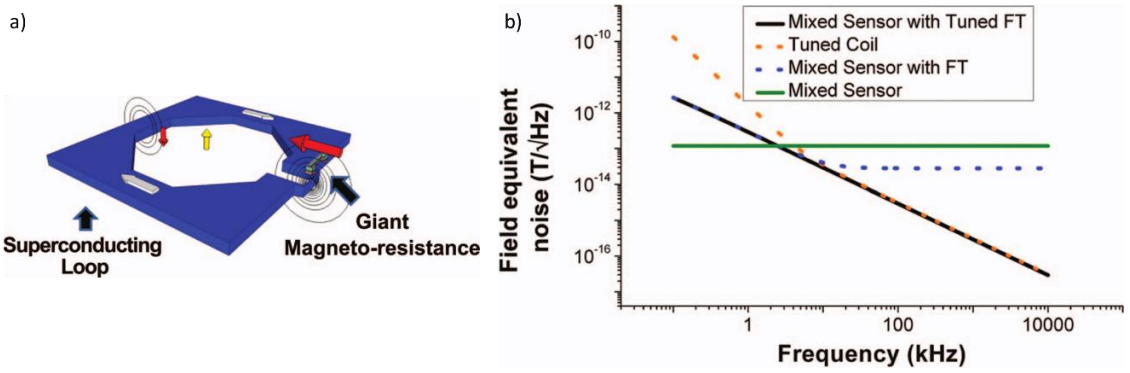

Figure I.6 : (a) Schéma d'un capteur mixte, le champ extérieur (flèche jaune) génère un courant sans perte dans le matériau (flèches blanches), créant à son tour une augmentation locale du champ au niveau des constrictions (flèches rouges). (b) Comparaison du niveau de bruit des capteurs mixtes et d'un capteur Faraday en fonction de la fréquence du capteur. (Herreros et al., 2013)

La mise en œuvre de capteurs exotiques tels que les SQUID ou mixted GMR reste restreinte au bas champ (<1 T), domaine pour lequel ils ont clairement l'avantage.

Les matériaux supraconducteurs impliqués pour la réalisation de tels capteurs sont identiques à ceux dont nous nous servons pour développer nos antennes SHTC. La question de leur fonctionnement, en présence d'un champ statique, dans le domaine de fréquences allant des kHz au MHz, et en fonction de la puissance devient donc une question commune.

Il nous semble intéressant, voire essentiel, de rapprocher les avancées obtenues dans le développement de ces capteurs à celles visées pour les antennes SHTC, la compréhension des mécanismes mis en jeu faisant progresser le développement de ces deux technologies.

3. Etat de l'art des antennes supraconductrices en IRM

Le développement d'antennes supraconductrices pour l'IRM a vu le jour il y a 25 ans avec comme but initial la microscopie par IRM (Black et al., 1993).

L'utilisation de ces antennes a permis d'accroitre le rapport signal à bruit (RSB) des images d'au moins un facteur 2 par rapport aux antennes commerciales aussi bien à bas champ, 0,2 T (Ma et al., 2003), qu'à champ clinique, 2 T (Lin et al., 2012; Miller et al., 1999; Wosik et al., 2001) où à très haut champ (Hurlston et al., 1999).

Ces gains sont dépendants de B_0, du bruit de l'échantillon et de l'antenne en cuivre avec laquelle l'antenne supraconductrice est comparée (Darrasse and Ginefri, 2003). Une comparaison la plus juste possible reste un exercice très difficile. Voici néanmoins quelques résultats extraits de la littérature qui permettent d'apprécier l'apport en sensibilité de telles antennes ; gain d'un facteur 5 à 10 sur un échantillon conducteur (Poirier-Quinot et al., 2008), allant jusqu'à un facteur 32 par rapport à ce que permet d'acquérir une antenne commerciale (Laistler et al., 2013)[3]. Bien que l'augmentation de la sensibilité des antennes ne soit pas directement reliée à la résolution des images acquises, cette augmentation permet d'atteindre de meilleures résolutions.

Les résolutions spatiales ainsi obtenues sont comparables à celles observées à des champs d'intensité de plusieurs teslas : $(60\ \mu m)^3$ in vivo sur la souris (Smirnov et al., 2008),

[3] La comparaison des gains entre les antennes en cuivre et les antennes SHTC est difficile à évaluer. Dans certains cas les antennes SHTC sont comparées à des antennes commerciales, dans d'autres cas elles sont comparées à des antennes de géométries identiques mais de matériau différent.

(20 µm)^3 sur un fantôme non conducteur (Laistler et al., 2013). La Figure I.7 permet d'apprécier qualitativement les apports des antennes SHTC sur la qualité des images en IRM.

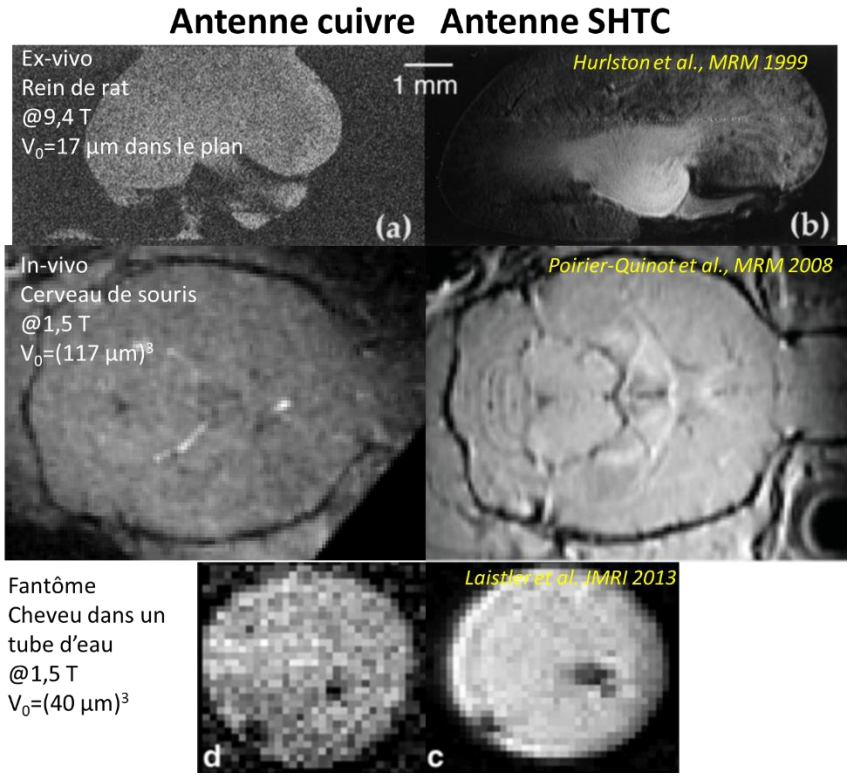

Figure I.7 : Comparaison d'images acquises avec des antennes en cuivre et des antennes en matériau supraconducteur (Hurlston et al., 1999; Laistler et al., 2013; Poirier-Quinot et al., 2008).

Ces antennes apparaissent comme une alternative au haut champ en termes de sensibilité. Leur utilisation demeure pourtant anecdotique et ce pour plusieurs raisons. La technicité de leur mise en œuvre en est une, leur intégration dans une chaîne de réception en est une autre, à cela s'ajoute le comportement non linéaire des matériaux supraconducteurs en fonction de la puissance transmise à l'antenne et enfin leur utilisation dans des séquences d'IRM est également un des points limitants. On entend par séquence d'IRM l'ensemble des paramètres définissant les impulsions de champ magnétique et les caractéristiques des mesures effectuées en IRM. Les deux grandes étapes de la séquence sont la phase d'excitation au cours de laquelle M_0 absorbe l'énergie RF émise par l'antenne d'émission et la phase de réception, au cours de laquelle le signal RMN est effectivement mesuré (Figure I.8).

Dans l'idéal, il est préférable d'utiliser une antenne volumique lors de cette phase d'excitation. Ces antennes permettent de produire le champ RF B_1 le plus homogène possible autour de l'échantillon(Mispelter and Lupu, 2008). Les spins nucléaires de l'échantillon seront alors excités de manière uniforme (Figure I.8.a- antenne rouge). Dans la mesure où T_1 dépend de l'angle de basculement des spins ($\alpha=\gamma.B_1.\tau$, avec τ le temps d'application de l'impulsion RF)

une excitation hétérogène se traduit par une pondération de T_1 variable dans l'espace. L'antenne SHTC sera elle utilisée pendant la phase de réception uniquement afin de profiter de sa sensibilité de détection (Figure I.8.a-- antenne bleue) et devra être désactivée pendant la phase d'excitation. On parle alors de découplage de l'antenne d'excitation et de l'antenne SHTC de réception. Les techniques habituelles de découplage utilisées pour les antennes conventionnelles en cuivre sont inefficaces pour les antennes SHTC. Le découplage actif d'antennes de réception (Boskamp, 1985; Edelstein et al., 1986), à l'aide de diodes, pendant la phase d'émission est à exclure, l'ajout d'éléments sur le résonateur monolithique se traduisant par une détérioration de ses performances.

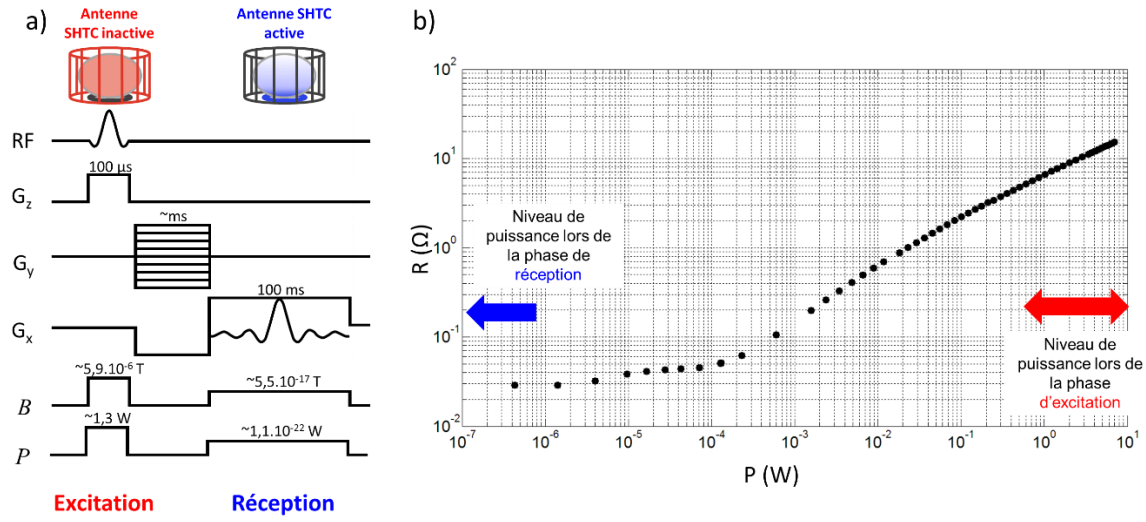

Figure I.8 : (a) Schéma d'une séquence classique d'IRM présentant les champs et les puissances mis en jeu au niveau d'une antenne surfacique lors de l'émission et de la réception. (b) Résistance d'une antenne supraconductrice en fonction de la puissance incidente.

Ces effets non-linéaires proviennent d'origines diverses liées au matériau lui-même (origine intrinsèque) et aux conditions d'utilisations (origine extrinsèque) telle que la géométrie de la structure ou la présence d'effets thermiques pouvant aller jusqu'à induire la transition locale du matériau vers son état métallique normal. Nous reviendrons dessus dans la suite de ce chapitre. Classiquement observés à plus hautes fréquences (de l'ordre de la dizaine de GHz) (Hein, 1999; Kermorvant et al., 2009; Oates et al., 1992; Wosik et al., 1997a) ils ont également été étudiés aux fréquences mises en jeu en IRM (dizaine de MHz) (Girard et al., 2007).

Dans le contexte d'expérience d'IRM impliquant des antennes SHTC, ces effets non-linéaires peuvent considérablement réduire les performances expérimentales dans la mesure où ils ne sont pas pris en compte. Considérant cela, l'antenne SHTC se comporte de manière

différente pendant la phase d'émission et celle de réception (Black et al., 1995), les niveaux de puissance pour chacune d'elle étant différents (Figure I.8). Lors de la phase d'émission, la non-linéarité de la réponse de l'antenne supraconductrice peut modifier la forme de l'impulsion RF, la fréquence d'excitation sélective, le profil spatial de l'impulsion ou encore l'angle de bascule des spins α, ainsi que la puissance réellement transmise à l'échantillon (désadaptation d'impédance de l'antenne SHTC à la chaîne d'acquisition).

Pour comprendre ces effets de non linéarités, il faut tout d'abord présenter la théorie décrivant la supraconductivité.

D. Matériau supraconducteur

1. Principales caractéristiques des supraconducteurs

La supraconductivité a été découverte par Onnes en 1911. En tentant d'identifier la limite qu'atteindrait la résistivité du mercure lorsque la température tend vers le zéro absolu, il observe une chute brutale vers 4,2 K, puis une résistivité nulle. L'annulation de cette résistivité est la première manifestation du phénomène de supraconductivité.

Ce phénomène s'observe sur de nombreux éléments du tableau périodique (Al, Ga, Sn, In, Pb…) en dessous d'une température critique (T_c) propre à chaque matériau. Une des propriétés remarquables des matériaux supraconducteurs est l'effet Meissner (Meissner and Ochsenfeld, 1933) : lorsque le matériau supraconducteur est soumis à un champ magnétique (après avoir été refroidi en champ nul), des courants supraconducteurs vont exclure totalement le champ électromagnétique extérieur.

Les frères London ont développé, en 1935, un modèle décrivant la supraconductivité en se basant sur ses propriétés de diamagnétisme parfait et de résistance nulle sous un courant continu (London and London, 1935). La résistance nulle est décrite au travers de la première équation de London :

$$\frac{\partial \overrightarrow{J_S}}{\partial t} = \frac{n_S e^2}{m_e} \vec{E} \qquad \textit{Équation I.8}$$

Où J_S est la densité de courant supraconducteur, m_e la masse effective d'un électron supraconducteur, e sa charge et n_S la densité d'électrons supraconducteurs.

La seconde équation de London décrit l'effet Meissner et introduit la notion de longueur de pénétration du champ à l'intérieur du matériau supraconducteur λ_L :

$$\nabla^2 \vec{H} = \frac{1}{\lambda_L} \vec{H}$$ *Équation I.9*

Avec $\lambda_L = (m_e/\mu_0 n_S e^2)^{1/2}$.

Ce modèle qui permet de décrire les propriétés de l'état Meissner est obtenu à partir du modèle bi-fluidique développé par Gorter et Casimir (Gorter and Casimir, 1934). Dans leur modèle, ils distinguent deux populations d'électrons dans les matériaux : les électrons supraconducteurs, de densité n_S et les électrons normaux de densité n_n. Ce modèle permet d'établir une relation entre les densités des électrons et la température du matériau. Ainsi la densité d'électrons supraconducteurs est reliée à la température par une relation empirique :

$$\frac{n_S}{n} = 1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^4$$ *Équation I.10*

On distingue alors la densité de courant portée par les électrons supraconducteurs (J_S) et celle portée par les électrons normaux (J_n). Ainsi le courant transporté par les électrons normaux est décrit par le modèle de Drude :

$$\overrightarrow{J_n} = \frac{n_n e^2 \tau (1 - i\omega\tau)}{m_e (1 + \omega^2 \tau^2)} \vec{E}$$ *Équation I.11*

Avec τ le temps moyen entre deux collisions successives pour les électrons normaux. Le courant total J est la somme de ces deux courants :

$$\vec{J} = \overrightarrow{J_n} + \overrightarrow{J_s} = \left(\frac{n_n e^2 \tau}{m_e (1 + \omega^2 \tau^2)} - i \left(\frac{n_s e^2}{\omega m_e} + \frac{n_n e^2 \omega \tau^2}{m_e (1 + \omega^2 \tau^2)} \right) \right) \vec{E}$$ *Équation I.12*

La distinction entre ces deux types de courant conduit à modéliser un supraconducteur comme une résistance de conductivité σ_1 et une inductance de conductivité σ_2, montées en parallèle et telles que $\boldsymbol{J} = (\sigma_1 - i.\sigma_2).\boldsymbol{E}$, avec :

$$\sigma_1 = \frac{n_n e^2 \tau}{m_e (1 + \omega^2 \tau^2)}$$ *Équation I.13*

$$\sigma_2 = \frac{n_s e^2}{\omega m_e} + \frac{n_n e^2 \omega \tau^2}{m_e (1 + \omega^2 \tau^2)}$$ *Équation I.14*

En régime basse fréquence, la partie inductive provoque un court-circuit et la partie résistive ne présente pas d'effet significatif. A haute fréquence, la partie réactive devient importante. Ceci entraîne une circulation du courant dans les parties résistives, provoquant

ainsi des pertes. La Figure I.9 illustre la circulation du courant dans un matériau supraconducteur.

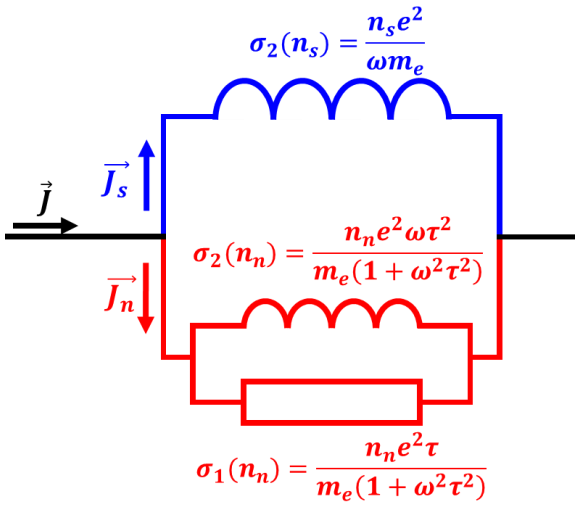

Figure I.9 : Schéma illustrant le modèle à deux fluides. Le courant total est la somme des deux contributions : $J = J_S + J_n$.

Ce modèle permet d'exprimer l'impédance de surface d'un matériau d'épaisseur d en fonction de la conductivité complexe (Kautz, 1978) :

$$Z_S = \sqrt{\frac{i\mu_0\omega}{\sigma_1 - i\sigma_2}} coth\left(\frac{d}{\lambda_L}\sqrt{1 + i\frac{\sigma_1}{\sigma_2}}\right) \qquad \text{Équation I.15}$$

Avec cette formulation de l'impédance on peut définir une inductance cinétique des électrons supraconducteurs pour $\sigma_2 >> \sigma_1$:

$$L_{cin} = \mu_0\lambda_L \, coth\left(\frac{d}{\lambda_L}\right) \qquad \text{Équation I.16}$$

Dans le cas des couches minces que nous traiterons dans cette thèse l'expression de l'inductance cinétique peut être simplifié en : $L_{cin} = \mu_0.\lambda_L^2/d$.

La théorie de Ginzburg-Landau généralise les équations de London et introduit le concept de transition de phase thermodynamique du second ordre entre l'état normal et l'état supraconducteur. Elle permet de traiter les situations où la densité d'électrons supraconducteurs varie dans le matériau (état mixte, fluctuation thermique). Elle introduit ainsi deux grandeurs caractéristiques : une nouvelle définition de la longueur de pénétration λ_{GL} et la longueur de cohérence ξ_{GL}. La longueur de pénétration λ_{GL} représente l'intervalle sur lequel le champ électromagnétique pénètre dans le matériau et la longueur de cohérence ξ_{GL} correspond à l'intervalle sur lequel la densité d'électrons supraconducteurs peut varier

spatialement. Le rapport de ces deux grandeurs ($\kappa = \lambda_{GL}/\xi_{GL}$) permet de distinguer les deux types de supraconducteurs mentionnés plus haut (Figure I.10) :

- $\kappa < 1/\sqrt{2}$. L'énergie du système est minimale que s'il existe une seule interface normal-supraconducteur, le champ magnétique est exclu du matériau. Il s'agit d'un supraconducteur de **type I**.
- $\kappa > 1/\sqrt{2}$. Au-delà du premier champ critique H_{c1}, il est plus intéressant énergétiquement de créer le plus d'interfaces normal-supraconducteur possibles. Ceci explique la création de vortex au sein du matériau supraconducteur, dont la quantité est seulement limitée par le coût d'énergie cinétique associé aux courants d'écrantage autour de chaque vortex, et par le coût engendré par le retour à l'état normal dans les cœurs de vortex. Il s'agit alors d'un supraconducteur de **type II**.

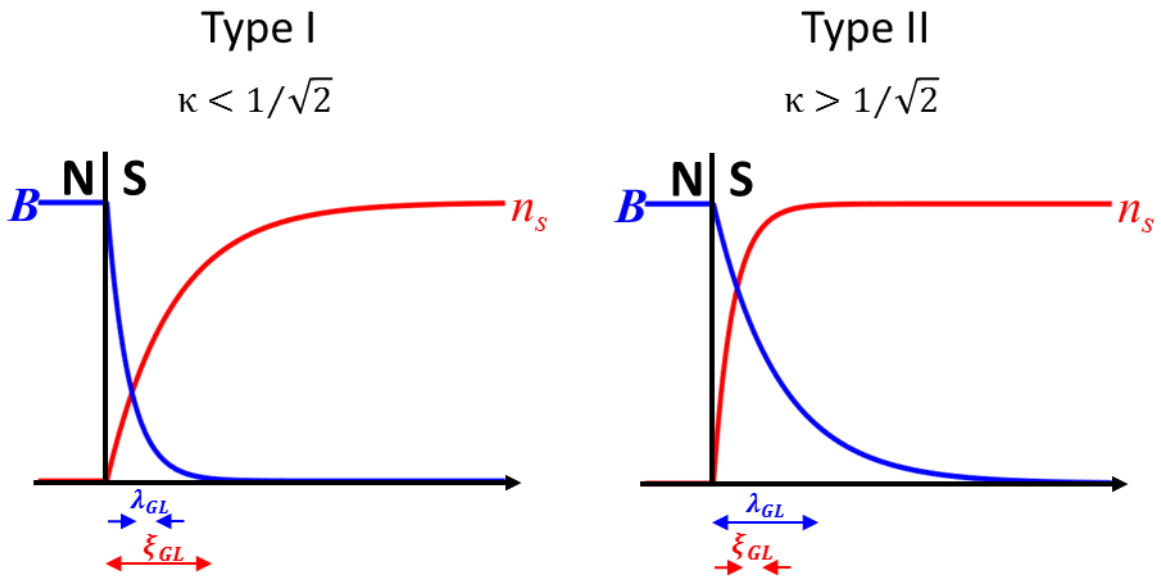

Figure I.10 : Représentation de la variation de l'induction magnétique et de la densité d'électrons supraconducteurs en fonction du paramètre κ à l'interface normal (N)-supraconducteur (S).

Les supraconducteurs de type II présentent ainsi deux champs critiques. Le premier, H_{c1}, en dessous duquel le matériau est dans un état Meissner. Au-dessus du second champ critique H_{c2} le matériau est dans son état normal. Entre ces deux champs, le matériau est dans un état mixte. Il reste supraconducteur mais devient en partie perméable au champ magnétique au travers de vortex. Les vortex sont des lignes de flux quantifié, portant le quantum de flux $\Phi_0 = h/2e$ = 2,07 T.m^2. Les vortex sont caractérisés par un centre de rayon ξ_{GL} autour duquel circulent des courants sans perte sur une distance λ_{GL}. Ces courants donnent lieu à des interactions répulsives entre les vortex. Afin de minimiser l'énergie du système, ils s'organisent en réseau carré ou triangulaire. Dans la plupart des cas, c'est la configuration

triangulaire qui est observée. Dans cette configuration, les vortex sont séparés d'une distance $a_\Delta = 1{,}075.(\Phi_0/B)^{1/2}$.

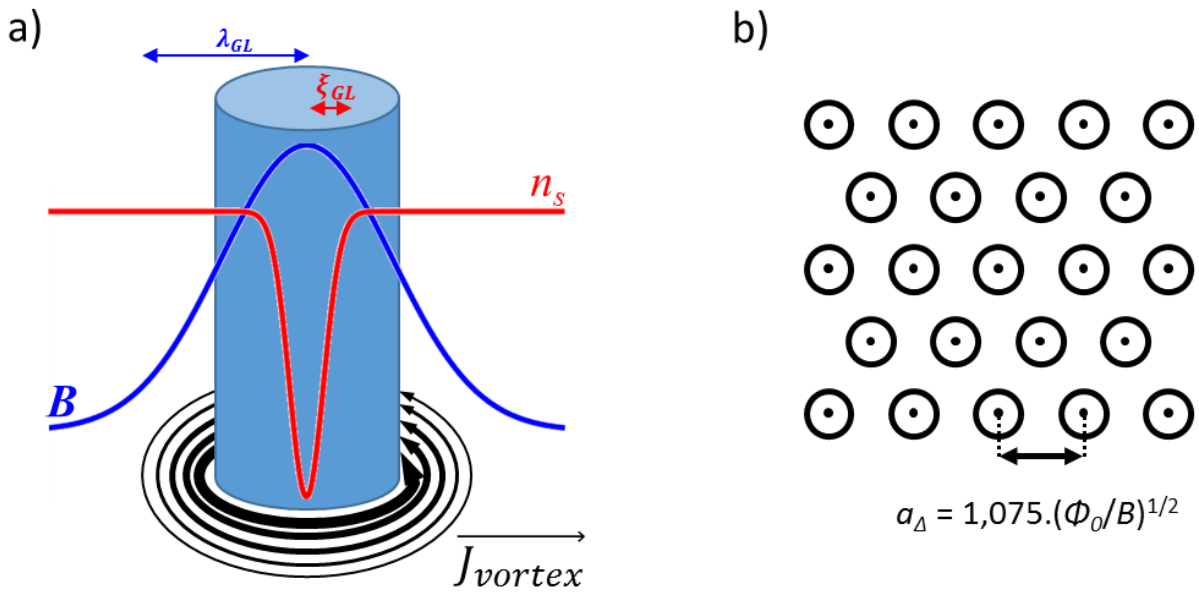

Figure I.11 : (a) Représentation schématique d'un vortex. Les courants maintenant le vortex décroissent sur une distance λ_{GL}. (b) Représentation d'un réseau triangulaire de vortex, la distance séparant deux vortex est : $a_\Delta = 1{,}075.(\Phi_0/B)^{1/2}$.

2. Dynamique des vortex

L'application d'une densité de courant $\boldsymbol{J}$, dans un supraconducteur de type II en état mixte, agit sur les vortex au travers de la force de Lorentz F_L, tel que :

$$\overrightarrow{F_L} = \vec{J} \times \vec{B} \qquad \text{Équation I.17}$$

La force ainsi produite, perpendiculaire au courant $\boldsymbol{J}$ et à l'induction magnétique $\boldsymbol{B}$, entraîne les vortex, provoquant une dissipation d'énergie. La propriété de résistance nulle est détruite même si le matériau reste dans l'état supraconducteur.

Une seconde force influencera la dynamique des vortex : la force de piégeage des vortex F_P dans le matériau. Les matériaux supraconducteurs présentent généralement des défauts ou impuretés, qui, de par l'affaiblissement local de la supraconductivité qu'ils induisent, sont propices à l'ancrage des vortex ou à leur formation. Ces puits de potentiel sont à l'origine des forces de piégeage. Tant que la force de piégeage est supérieure à la force de Lorentz au niveau d'un vortex, ce dernier restera immobile. Les vortex se mettent en mouvement dès que la force de Lorentz devient supérieure à celle de piégeage. On définit ainsi la densité de courant critique comme la densité de courant nécessaire à ce mouvement.

Le modèle de Bean permet de modéliser la densité de courant et l'induction magnétique à l'intérieur du matériau, dans le cas où la densité de courant critique est constante – indépendante du champ magnétique appliqué et du temps (Bean, 1962). La densité de courant critique est liée au champ magnétique appliqué à travers l'équation $\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J_c}$. Ceci implique (dans le cas d'une couche mince perpendiculaire au champ magnétique statique) un gradient de champ magnétique depuis le bord du matériau vers son centre. On définit ainsi le champ caractéristique, H^*, qui correspond à la pénétration totale du matériau par les vortex.

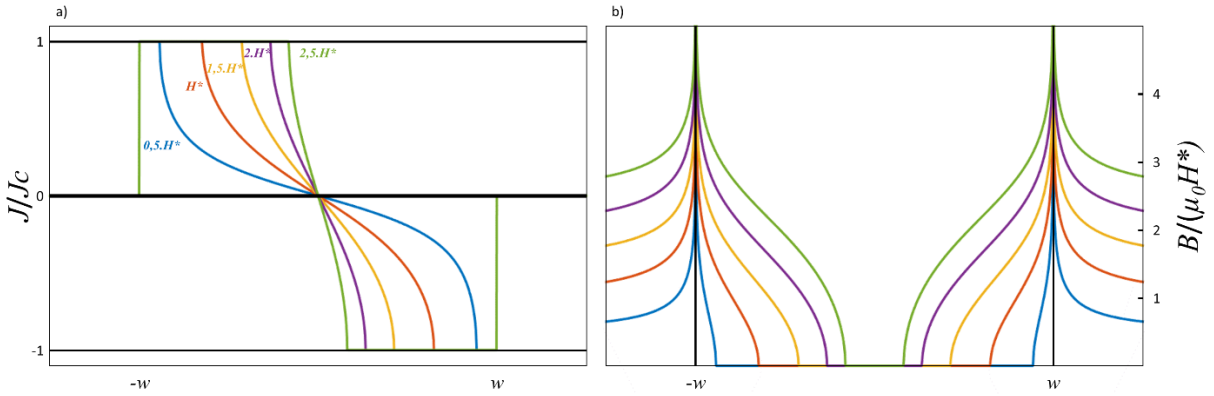

Figure I.12 : Les encarts (a) et (b) représentent respectivement la densité de courant et l'induction magnétique à l'intérieur d'une couche mince supraconductrice soumis à cinq champs différents (0,5.H, H*, 1,5.H*, 2.H*, 2,5.H*)*

Pour une couche mince (dans notre cas nous considérerons un pavé de longueur infini, d'épaisseur d et de largeur $2w$) soumis à un champ perpendiculaire B, la densité de courant et le champ magnétique dans le matériau supraconducteur sont donnés par les équations de Brandt et al. (Brandt et al., 1993). Le champ caractéristique vaut alors : $H^* = d.j_c/\pi.$, et les vortex ne pénètrent jamais l'intégralité du matériau supraconducteur. La Figure I.12 présente la densité de courant et le champ magnétique dans le cas des couches minces.

E. Problématique de thèse : le découplage d'antenne supraconductrice

Si on revient à la Figure I.8.b, en observant les valeurs de la résistance de l'antenne SHTC en fonction de la puissance mise en jeu (Figure I.8.b), on peut observer l'augmentation de quasiment 3 ordres de grandeurs sur des gammes de puissance rencontrées au cours d'une même expérience d'IRM (émission <10^{-6} W, réception ~10 W). L'idée à l'origine de

l'inactivation de l'antenne SHTC pendant la phase d'émission est de faire transiter le matériau supraconducteur dans un état dissipatif son état normal lors de la phase d'émission, en visant un facteur de qualité (Q<10), en utilisant les caractéristiques non linéaires intrinsèques au matériau.

Un des objectif de cette thèse est le développement d'une méthode, inspirée de celle développée par Olivier Girard pendants sa thèse (Girard et al., 2007), permettant une caractérisation complète de ces non-linéarités en fonction de la puissance transmise à l'antenne, de la température de fonctionnement, de la géométrie de l'antenne et des paramètres de la couche de matériau supraconducteur. Nous avons en parallèle exploré et caractériser le désordre microscopique dans des pistes SHTC afin de trouver la piste la plus efficace pour exacerber l'effet de non linéarité.

Chapitre II. Développement d'un cryostat pour la caractérisation d'antennes supraconductrices dédiées à l'IRM

L'évaluation de l'efficacité des nouveaux moyens de découplage de résonateurs supraconducteurs, décrits dans le chapitre suivant, ainsi que l'étude des mécanismes sous-jacents à cette désactivation, ont nécessité le développement d'un environnement cryogénique dédié, permettant le contrôle des puissances radiofréquence mises en jeux, de l'échauffement et de la température en général, et du vide.

Jusqu'à maintenant, le cryostat en utilisation à l'IR4M était un cryostat à azote liquide entièrement amagnétique et compatible avec l'environnement IRM. Il servait aussi bien pour la caractérisation d'antennes supraconductrices en champ magnétique nul (Lambert, 2011; Olivier GIRARD, 2008), qu'à l'imagerie sous champ magnétique (Jean-Christophe Ginefri, 1999; Laistler, 2010; Poirier-Quinot, 2004). Cependant, l'usage d'un tel cryostat rendait difficile les expériences à des températures différentes de celle de l'azote liquide, 77 K (Poirier-Quinot, 2004). Afin de s'affranchir des contraintes de température, il a été décidé de développer un cryostat fonctionnant sans liquide cryogénique.

Dans le cadre du projet ANR SupraSense, un cryostat destiné aux essais sous champ magnétique (IRM) est en construction. Son développement a été confié à Bertrand Baudouy et Gilles Authelet de l'équipe du CEA IRFU.

En parallèle, un cryostat pour la caractérisation - hors champ magnétique statique - d'antennes supraconductrices à différentes températures a été développé dans le cadre de la thèse. Une attention particulière a été portée à la limitation du couplage entre les antennes RF testées et le dispositif cryogénique lui-même, dans le souci d'éviter des artefacts expérimentaux sur les paramètres mesurées (Q, et f_0 essentiellement). Ainsi les parties métalliques (cuivre particulièrement) ont été éloignées du résonateur supraconducteur sous test, afin d'éviter les courants de Foucault dus aux champs radiofréquences des expériences. Nous avons également exclu la présence de matériaux conducteurs autour de l'antenne pour éviter les courts-circuits.

Afin de contrôler la partie thermique, le vide, et la mesure du coefficient de réflexion, une partie importante de l'électronique de mesure a été intégrée au cryostat. Afin d'augmenter la cinétique de réchauffement à la fin de chaque expérience, un système de chauffage a également été implémenté au sein du cryostat.

Le dispositif présenté dans la suite de ce chapitre est présenté dans la Figure II.1 et est composé :

- d'une enceinte à vide (parties apparaissant en bleu)
- d'un cryogénérateur – permettant de refroidir le résonateur sous test
- d'un doigt froid (il est vissé sur la tête froide du cryogénérateur)
- d'un dispositif de contrôle de la température, en différents points de l'enceinte.
- D'un dispositif de contrôle du vide (intégré à la pompe à vide)
- D'un dispositif de mesures RF

L'ensemble de ces points fait l'objet de la suite du chapitre.

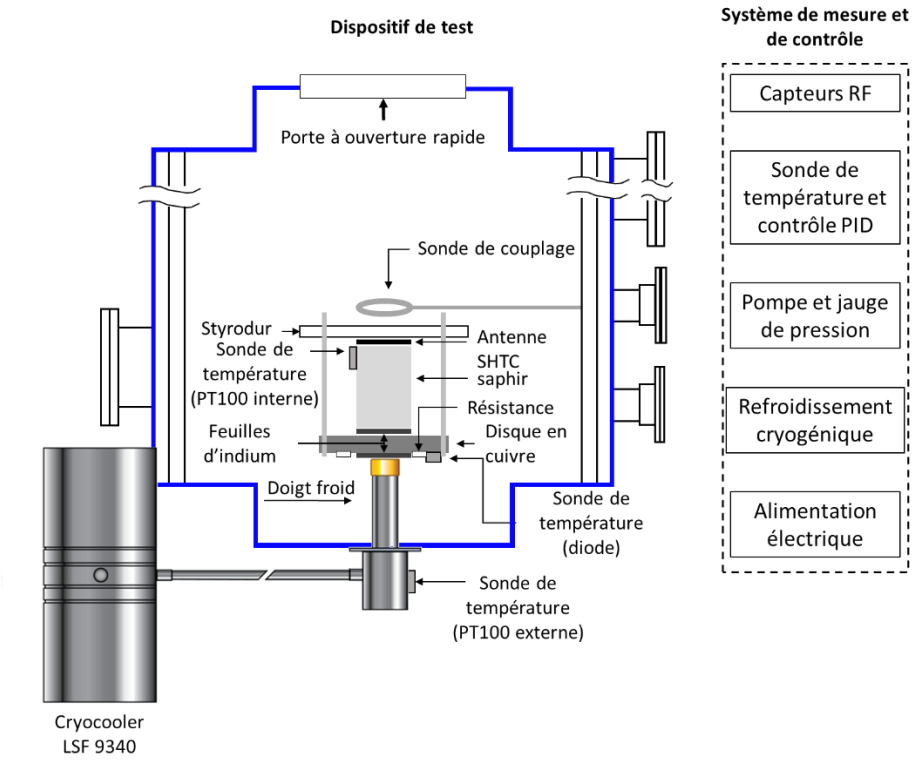

Figure II.1 : Schéma du cryostat avec l'enceinte (en bleu), le cryogénérateur et les différents éléments composant le doigt froid.

A. L'enceinte à vide

L'enceinte de vide choisie est une croix (CROIX 304L, CF160, Meca2000) de 273 mm de hauteur composée de quatre brides de 152,4 mm de diamètre (Figure II.2). La bride

supérieure est une porte à ouverture rapide facilitant la manipulation de la tête froide ainsi que le chargement et le déchargement des échantillons. Les brides latérales ont été conçues afin de permettre le branchement de la pompe à vide ainsi que les différentes connectiques électroniques pour les mesures des propriétés électriques de l'antenne[4], des sondes de température, ou encore le système de chauffage du doigt froid. De plus une vis micrométrique a été installée sur une des brides latérales pour permettre le mouvement de la sonde de couplage inductif, selon un axe, lorsque l'enceinte est hermétiquement close. La pompe est une pompe turbomoléculaire TSH 071 E Pfeiffer. Le vide mesuré à l'intérieur de l'enceinte est de 10^{-6} mBar. Ce dispositif modulable a été pensé pour faire évoluer le cryostat en fonction des exigences éventuelles des expériences à mener : les deux brides latérales peuvent être modifiées au besoin.

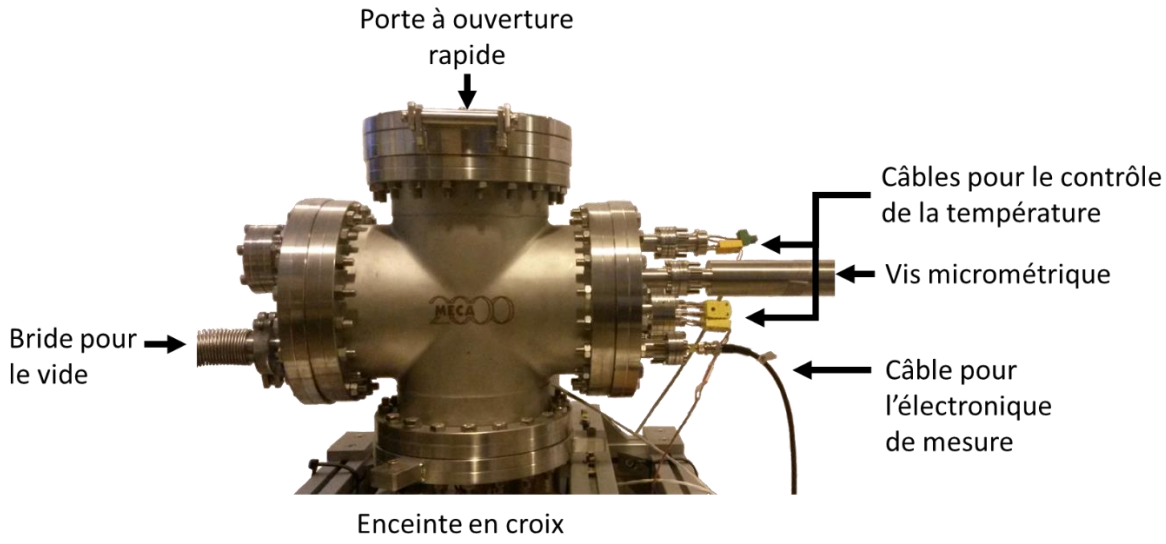

Figure II.2 : Enceinte du cryostat et les différentes brides.

Nous avons confirmé par une mesure dans le l'azote liquide, à différentes positions dans l'enceinte que cette dernière ne modifiait pas les propriétés électriques des résonateurs (le facteur de qualité Q et la fréquence de résonance f_0).

B. Le cryogénérateur

Le cryostat est composé d'un cryogénérateur LSF 9340 (THALES Cryogenic, Eindhoven, Holland) et d'une tête froide, insérée à l'intérieur de l'enceinte à travers une bride spécialement conçue à cet effet. Le cryogénérateur fonctionne sur le principe du cycle

[4] Une bride CF16 avec un connecteur SMA femelle sur chacune de ses faces est dédiée à la transmission du signal de mesure entre l'extérieur et l'intérieur du cryostat.

thermodynamique Stirling. Il est composé d'un compresseur (partie externe du cryostat) et d'une tête froide (partie interne). Un système de refroidissement est nécessaire pour dissiper la chaleur accumulée par la partie externe du cryogénérateur. Pour cela, un système de ventilateurs est disposé autour de la partie externe de la tête froide. En dépit de ces précautions, il convient de noter que les conditions climatiques de la salle d'expérimentation influencent le bon fonctionnement de ce système de refroidissement et risquent de compromettre le déroulement de l'expérience. La température à l'extérieur du cryostat est contrôlée au cours des expérimentations à l'aide d'une sonde Pt100 (Figure II.1). Le système de refroidissement permet de sonder des températures au-dessus de 56 K. Nous avons constaté, à certaines occasions, l'incapacité du système à atteindre une température de 60 K au bout de la tête froide, et ce, à cause de la température élevée régnant dans la salle d'expérimentation.

Un boitier électronique (XPCDE) relié au cryogénérateur permet de réguler les descentes en température (température consigne, vitesse de descente, gain proportionnel et intégral, etc.). Cet ensemble ne nécessite pas de système de chauffe pour la régulation de la température. Le cryostat est régulé par l'amplitude du signal envoyé par le XPCDE au cryogénérateur. Le boitier électronique (XPCDE) nécessite une alimentation continue de 48 V, 10 A pour un bon fonctionnement.

C. Le doigt froid

L'encart a) de la Figure II.3 présente une photographie du doigt froid, tandis que l'encart b) est un rendu schématique. Le doigt froid est composé d'un disque en cuivre vissé au sommet de la tête froide du cryogénérateur. Afin d'éviter les courants de Foucault ainsi que les courts-circuits, le résonateur est posé sur un cylindre en saphir de 2 cm de haut. Avec cette hauteur, le champ magnétique émis par le coupleur est divisée par 10 au niveau du disque en cuivre, on diminue ainsi fortement l'influence des courants de Foucault lors de l'étude des résonateurs. De plus, pour obtenir une conductivité thermique optimale, des films d'indium sont placés entre le doigt froid et le disque, ainsi qu'entre le disque et le saphir. L'antenne est maintenue entre le saphir et une plaque de Styrodur, à l'aide de deux tiges filetées liant le Styrodur au disque en cuivre. Les propriétés mécaniques du Styrodur ne sont pas altérées par une diminution de température jusqu'à 50 K ; ses propriétés diélectriques n'affectent pas les propriétés électriques de l'antenne. Nous avons également confirmé par

une mesure dans l'azote liquide que ni le Styrodur, ni le disque en cuivre ne modifiaient les propriétés électriques des résonateurs (et, notamment, le facteur de qualité Q et la fréquence de résonance f_0).

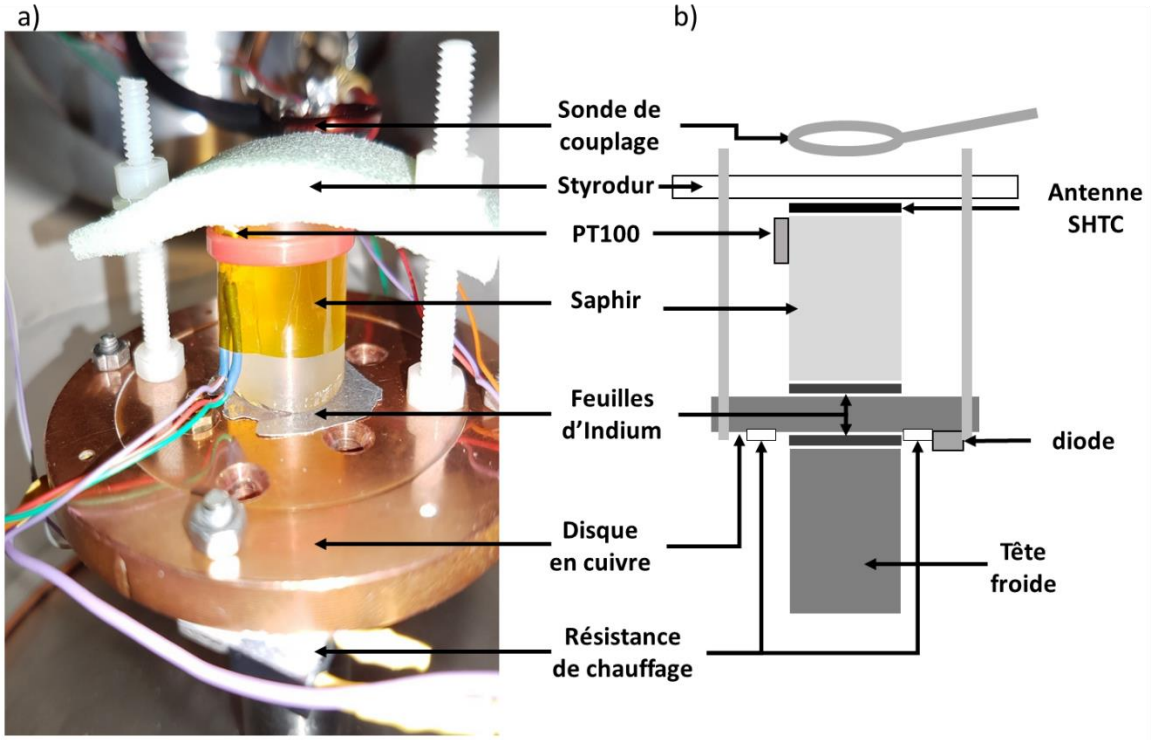

Figure II.3 : Photo (a) et schéma (b) du doigt froid. Ce doigt froid est composé d'un empilement d'une feuille d'induim, un disque en cuivre, une seconde feuille d'induim, un cylindre en saphir, l'antenne à tester et une plaque de Styrodur. Une sonde de température (Pt100) est fixée au cylindre en saphir. La seconde sonde, ainsi que quatre résistances de 100 Ω, sont vissées au disque en cuivre.

D. Contrôle de la température

Comme on peut l'observer sur la Figure II.1, le cryostat comporte 3 sondes pour la mesure de la température. Une sonde Pt100 est installée sur la partie externe de la tête froide, pour contrôler la température du cryogénérateur et s'assurer que ses variations restent dans l'intervalle conseillé par le constructeur. Deux sondes sont situées à l'intérieur :

- une diode[5] (réf : 2N5195) vissée sous le disque en cuivre, est utilisée comme référence par le système de régulation de la température du cryogénérateur ;
- une résistance platine (Pt100, de classe 1/3 de DIN) fixée sur le saphir à l'aide d'un collier de serrage et d'un ruban adhésif Kapton, permet de mesurer la température au plus proche du résonateur testé.

[5] Cette diode est un transistor PNP 2N5195 dont on utilise les connexions émetteur et base.

Le courant utilisé pour le contrôle des deux sondes de température est de 1 mA, le pouvoir de dissipation de la Pt100 par effet Joule est donc de $1{,}5 \times 10^{-5}$ W et celui de la diode de 1×10^{-3} W lorsqu'elles sont à une température de 60 K. La puissance minimum de refroidissement du cryogénérateur, à une température externe de 23°C, pour atteindre 60 K au niveau de la tête froide est de 4 W. Les pertes par effet Joule des deux résistances sont donc considérées comme étant négligeables.

Enfin, une sonde de température est installée à l'intérieur du XPCDE, par le constructeur, pour s'assurer que le système ne surchauffe pas.

1. Caractérisation des capteurs de température

Au vu des expériences que nous souhaitons mener, la précision (< 1 K) et la précision de la mesure effectuée moyennant les sondes de température au sein du cryogénérateur sont primordiales. Les deux capteurs à l'intérieur du cryostat, ont été calibrés avec une sonde servant d'étalon de mesure : une résistance Cernox (modèle : CX-1030-AA-1.4L). Sachant que les expériences que nous allons mener avec ce cryostat seront effectuées à des températures supérieures à 50 K, cette calibration a été faite entre 38 et 290 K. La résistance Cernox présente une incertitude de mesure de 14 mK à 50 K, 22 mK à 100 K et 60 mK à 300 K.

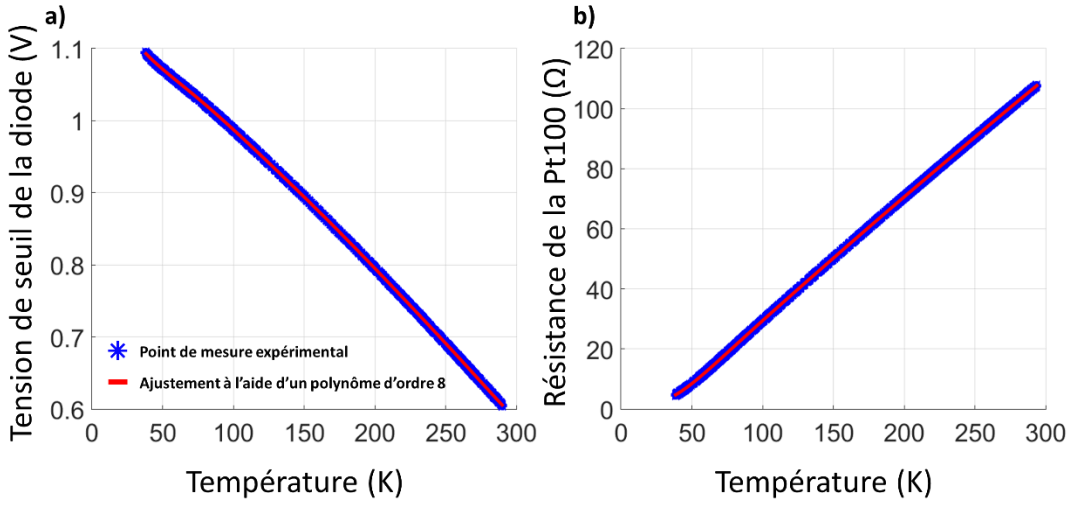

Figure II.4 : Etalonnages de la tension de seuil de la diode (a) et de la résistance de la Pt100 (b) en fonction de la température mesurée à l'aide de la résistance Cernox.

L'étalonnage de la diode et de la Pt100 a permis de déterminer deux polynômes d'ordre 8 reliant la température à la tension de seuil de la diode et à la résistance de la Pt100. La Figure II.4 présente le résultat des expériences d'étalonnage, les points de données

expérimentales sont indiqués en bleu, la courbe rouge représente le polynôme utilisé pour relier la caractéristique physique du capteur à la température.

D'autre part, pour estimer la précision des deux capteurs nous avons relevé la mesure aux bornes de chaque capteur, plongé dans l'azote liquide[6], avec un courant de 1 mA. La diode et la Pt100 utilisées présentent respectivement des écarts-types de 0,04 mV et 0,02 Ω, pour des valeurs moyennes de 1026,98 mV et 19,92 Ω, ce qui correspond, en termes de température, respectivement à des écarts de 50 mK et 100 mK. La sonde Cernox présente une incertitude de 14 mK à 50 K et de 22 mK à 100 K.

Lorsque le cryostat régule à une température de 60 K, on observe une variation de 2 mK pour la diode et de 33 mK pour la Pt100, autour du point de consigne, une fois le système stabilisé autour de son équilibre thermique. A 70 K on observe une variation de 3 mK pour la diode et de 37 mK pour la Pt100.

Enfin, un écart de température entre les deux sondes, Pt100 et diode, est mesuré. Cet écart varie, selon les expériences, de 4 à 6 K. Ceci peut s'expliquer par la distance et le nombre d'interfaces et de composants (disque en cuivre, feuille d'indium, cylindre en saphir) entre les deux capteurs de température. D'autre part la fixation de la sonde Pt100 est assurée par un collier de serrage (polyamide 6.6) qui a tendance à se distendre avec les descentes en température. Le contact thermique entre la Pt100 et le saphir en est affaibli, ce qui crée une résistance thermique parasite et contribue à la différence de température.

Il a été nécessaire, dans la phase d'amélioration du cryostat, de fiabiliser ce montage afin que la fixation mécanique de la Pt100 n'altère pas la mesure de température.

2. L'interface graphique permettant le contrôle du cryostat

Afin d'intégrer l'ensemble des mesures des capteurs de températures et pour faciliter leur analyse, une interface graphique a été développée avec Matlab. Cette interface repose sur les codes de commande du XPCDE, fournis par THALES Cryogenics. Elle permet le contrôle de la température, l'affichage des mesures des températures mesurées par la diode mais aussi

[6] La température de l'azote liquide est une des seules températures de référence facilement accessible au sein du laboratoire.

par les Pt100, ainsi que la sauvegarde des données acquises par le XPCDE. Elle permet en outre de modifier les gains intégral et proportionnel du contrôleur de température.

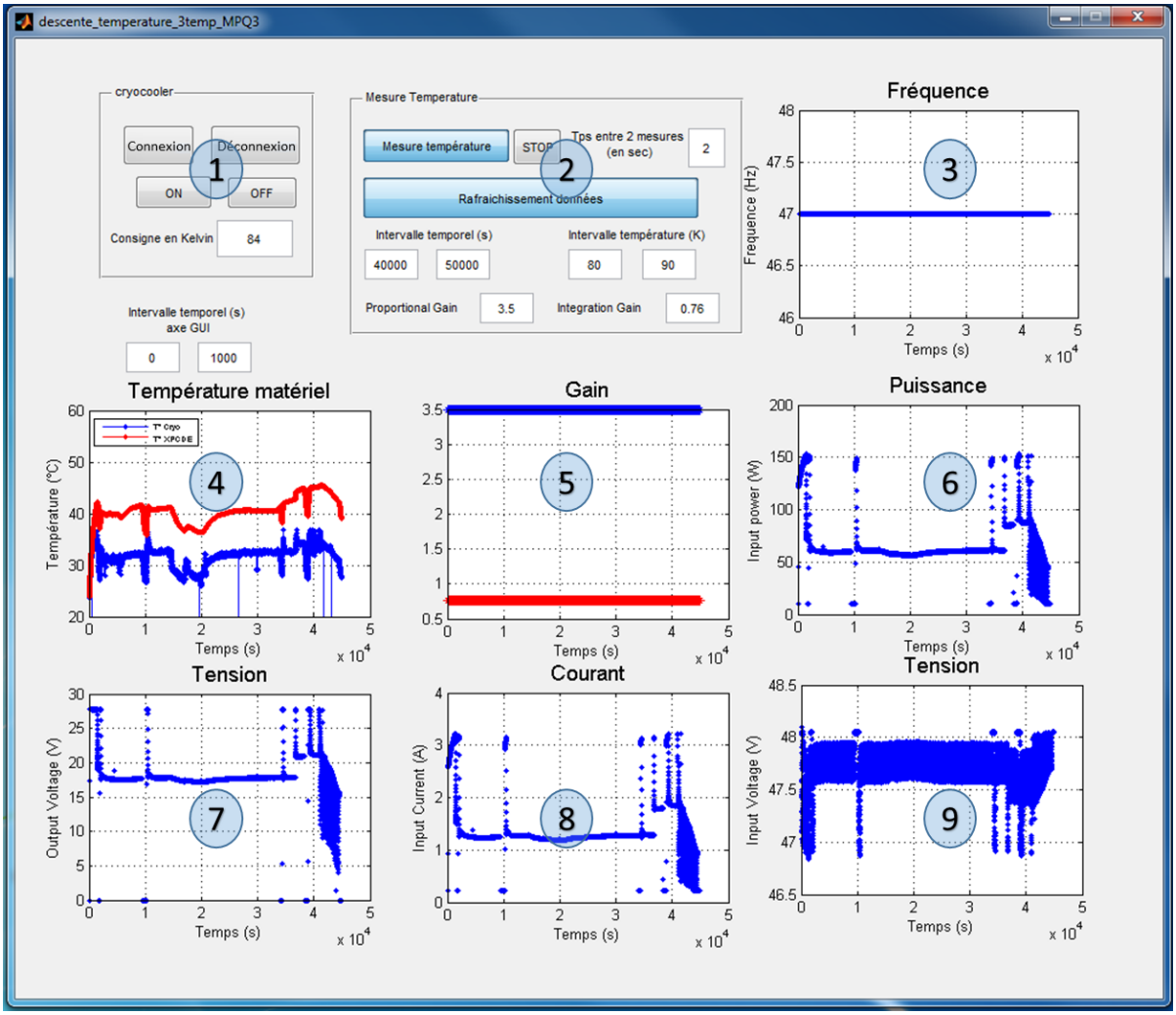

Figure II.5 : Interface graphique développée pour contrôler les mesures du cryostat et les traiter, avec les différentes parties numérotées décrites dans le texte.

La Figure II.5 présente la fenêtre de l'interface développée. Les boutons de « Connexion » et de « Déconnexion » de la **partie 1** entraînent respectivement l'ouverture et la fermeture d'un canal de communication avec le XPCDE. Une fois le canal ouvert, les boutons « ON » et « OFF » de la même section entraînent la mise en marche ou l'arrêt du cryogénérateur. Dans cette partie, on trouve également la zone de saisie de la température consigne. Les boutons « Mesure de température » et « STOP », de la **partie 2**, entraînent respectivement le début et la fin de l'acquisition des données. Une fois l'acquisition des données enclenchée, une seconde fenêtre s'ouvre, affichant les températures de la diode, de la Pt100 à l'intérieur du cryostat, et de la consigne (Figure II.6). Trois autres paramètres peuvent être renseignés dans la partie 2 : le temps de pause entre deux mesures - ici deux

secondes[7] - ainsi que les gains intégral et proportionnel. Ces deux derniers paramètres étant affichés dans la **partie 5**, en bleu pour le gain proportionnel et en rouge pour le gain intégral. Afin de s'assurer de la saisie de données applicables, l'ensemble des données saisies n'est pris en compte par le programme que si le bouton « Rafraichissement des données » est enclenché. La **partie 3** indique la fréquence de travail du cryogénérateur, la **partie 4** la température externe de la tête froide ainsi que celle du XPCDE. Les **parties 6, 8 et 9** montrent respectivement la puissance, le courant et la tension reçus par le XPCDE. La section 7 indique la tension à laquelle le cryogénérateur est soumis.

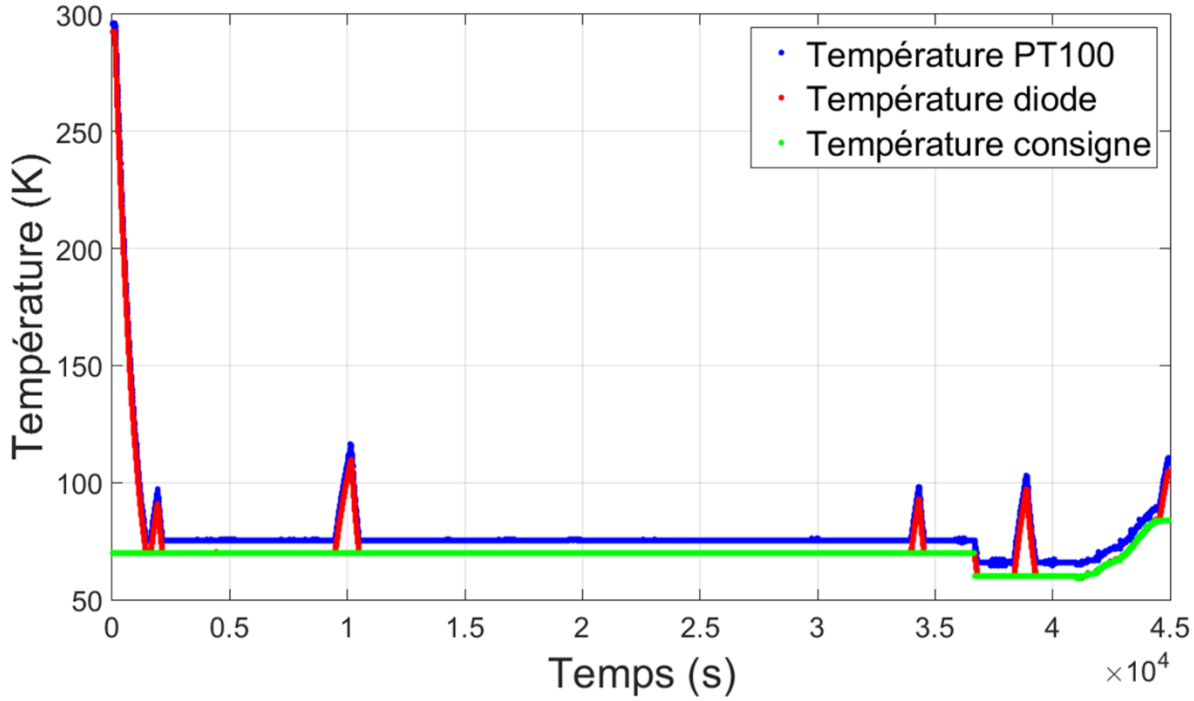

Figure II.6 : Fenêtre d'affichage de la température mesurée par la diode située sur le disque et de la PT100 située sur le saphir et de la consigne renseignée dans la section 1 de l'interface graphique.

Les figures II.5 et II.6 présentent typiquement les deux fenêtres obtenues à la fin d'une journée d'expérience. L'échelle de temps est donnée en secondes. Dans les 1500 premières secondes (environ 25 minutes), on observe la descente en température. On voit, en rouge et bleu respectivement, les températures relevées au niveau de la diode et de la PT100, et, en vert, la température consigne. Au cours de l'expérience, on voit les remontées en température nécessaire à la calibration du système lorsque le résonateur SHTC est désactivé (au-dessus de sa température critique). Il y a une correspondance entre l'affichage de la température (Figure

[7] Lorsque le temps renseigné dans cette section est 0, l'intervalle de temps entre deux mesures est de 1 secondes, c'est le temps nécessaire à Matlab pour exécuter l'ensemble des instructions qui gère l'interface.

II.6) et l'interface de commande du cryostat (Figure II.5) lors de l'arrêt ou de la remise en marche du cryogénérateur. Toutes les valeurs indiquées dans les deux fenêtres de mesure sont sauvegardées. Cette sauvegarde systématique permet de relier les changements du système de régulation (température, puissance…) aux expérimentations radiofréquences menées à l'intérieur du cryostat, décrites dans le chapitre suivant.

Le cryostat utilisé précédemment au laboratoire nécessitait l'intervention d'une personne formée à la manipulation de liquide cryogénique, pour chaque descente en température. De plus, le temps de descente en température était important et aléatoire (entre 45 minutes et 2 heures). Dans le cas du cryostat développé au cours de ce travail, la descente à une température de 70 K depuis la température ambiante s'effectue en moins de 25 minutes (Figure II.7). En outre, l'absence de liquide cryogénique facilite grandement la prise en main.

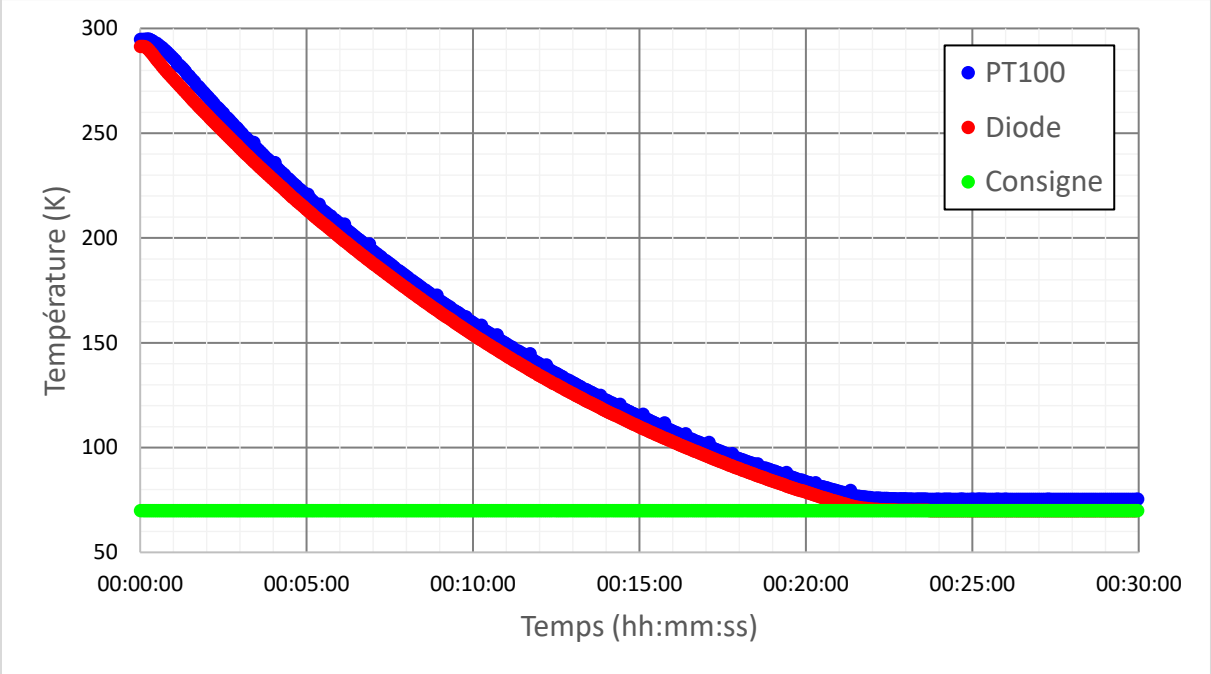

Figure II.7 : Exemple d'une expérience de descente en température. La température consigne de 70 K est atteinte en 23 minutes.

Pour optimiser la durée des expériences, et diminuer la durée de retour à la température ambiante, un système de chauffe a été inclut sur le doigt froid. Il est composé de quatre résistances de chauffe de 100 Ω, vissées sur le disque en cuivre. Ces résistances sont disposées de manière à présenter une résistance équivalente de 100 Ω. Pour réchauffer le système, une tension continue de 30 V est appliquée aux bornes de la résistance équivalente.

Ce système de chauffe permet de délivrer une puissance de 9 W sur l'ensemble du disque en cuivre. La pression à l'intérieur du cryostat est de l'ordre de 10^{-6} mBar, la dissipation de la chaleur ne se fait donc que dans les câbles soudés aux résistances et dans le disque en cuivre. Pour favoriser la dissipation dans le disque en cuivre, chaque résistance est vissée et le contact thermique est assuré par la graisse thermique Keratherm KP12. Ces chaufferettes permettent de réduire le temps de retour à la température ambiante à moins de 50 minutes, comparées à une durée de 3h30 sans chaufferettes, comme nous pouvons l'observer sur la Figure II.8 (en orange système de chaufferette allumée, en bleu, système éteint).

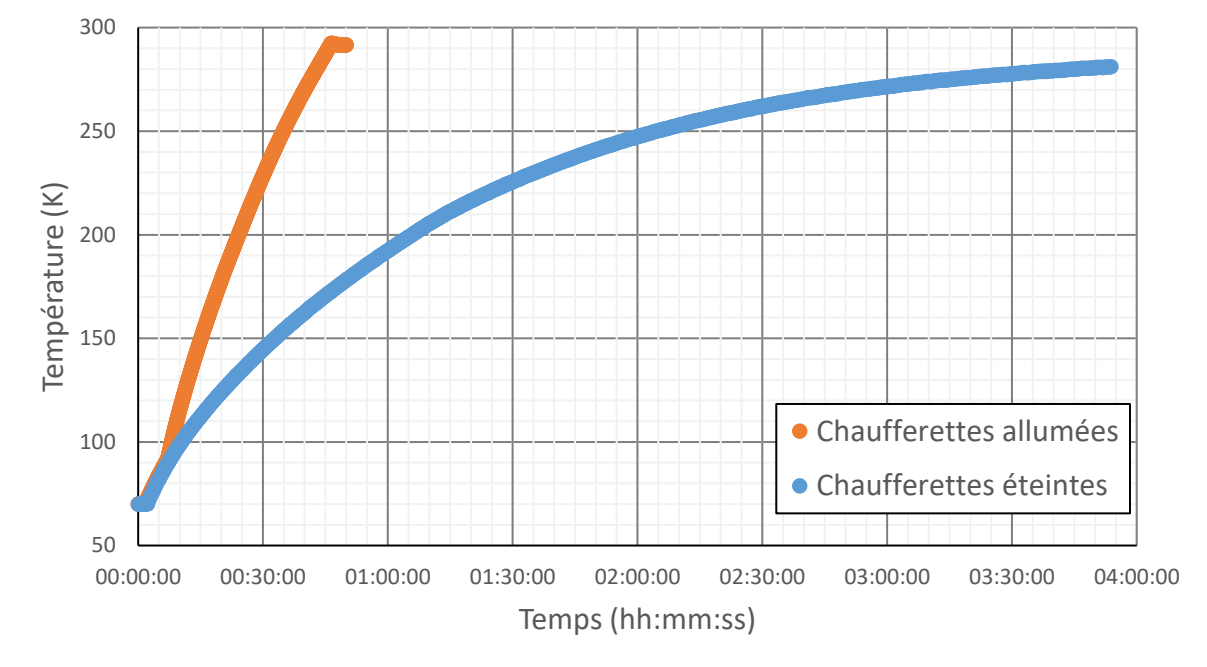

Figure II.8 : Comparaison du retour à la température ambiante avec les chauferettes actives (orange) ou inactives (bleu). Le système de chauffe est activé à partir de la 5ème minute.

Les temps nécessaires au refroidissement et au retour à la température ambiante sont ainsi suffisamment optimisés pour permettre l'étude de plusieurs échantillons dans la même journée.

E. Chaîne RF

L'ensemble de la chaîne de mesure RF est modélisée dans la Figure II.9. La partie sonde de couplage et antenne RF se trouvent à l'intérieur de l'enceinte cryogénique (Figure II.3). L'Antenne RF (c'est-à-dire, les antennes SHTC étudiées), et son coupleur (paramètres d'indice A et S respectivement) sont représentés par deux circuits résonants RLC accordés à la

pulsation ω_0 (i.e. $L_A.C_A.\omega_A^2$ = 1 et $L_S.C_S.\omega_S^2$ = 1), et couplés magnétiquement. Cette chaîne de mesure sera décrite plus en détail dans le chapitre suivant.

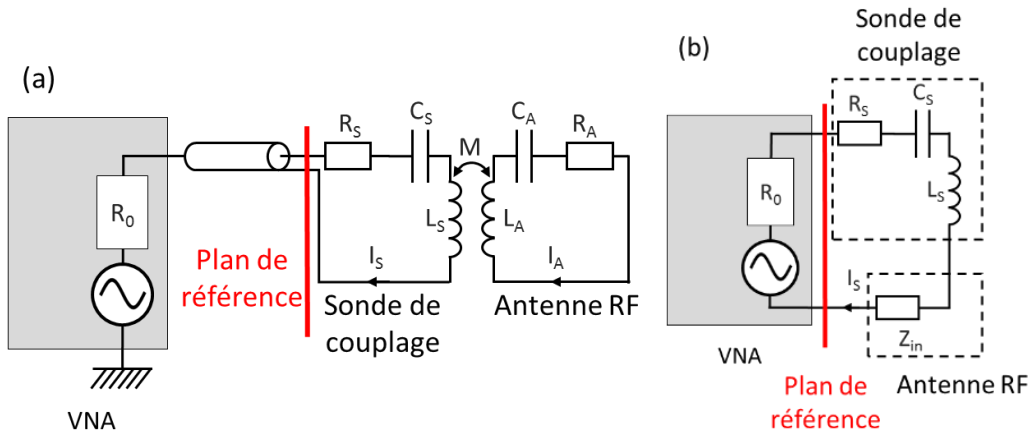

Figure II.9 : Modélisation du banc de mesure (a). R_0 représente la charge du générateur d'onde radiofréquences (un VNA) et M la mutuelle de couplage des deux circuits. Les composants de la sonde de couplage sont identifiés par l'indice S et ceux de l'antenne RF par l'indice A.

La sonde de couplage, encore appelée coupleur, est placée en vis-à-vis de l'antenne supraconductrice, c'est-à-dire, à proximité du capteur de température Pt100. Nous reviendrons sur ce point important dans la partie F.2.

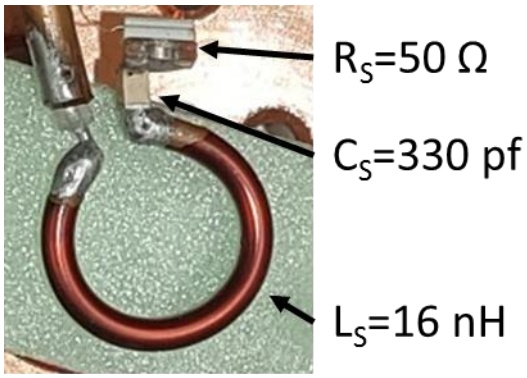

Figure II.10 : Sonde de couplage utilisée pour l'étude des antennes supraconductrices.

Le coupleur a été développé pour maximiser la puissance transmise aux antennes supraconductrices (et donc minimiser le coefficient de réflexion autour de leur fréquence de résonance). Le coupleur est composé d'une boucle en cuivre de 1,2 cm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, avec une inductance L_S = 16,0 nH (obtenue par calcul) ; la boucle est montée en série avec une résistance R_S = 50 Ω, et un condensateur C_S = 330 pF, afin d'accorder la sonde de couplage à 69,3±0.2 MHz. La résistance de la sonde, développée pour des expérimentations en puissance, peut supporter une puissance incidente maximale de 10 W.

En ce qui concerne le couplage magnétique, l'antenne est représentée au niveau du plan de référence par une impédance équivalente Z_{in} induite en série avec l'inductance *LC* du coupleur (modèle *b* de la Figure II.9).

On mesurera cette impédance à partir de mesures du coefficient de réflexion *ρ,* effectuées en fonction de la fréquence, de la puissance du champ électromagnétique incident, et de la température. Le coefficient de réflexion ρ est défini comme le rapport de l'onde réfléchie sur l'onde incidente au niveau du plan de référence indiqué Figure II.9. ρ est un paramètre complexe dont l'amplitude est directement reliée aux puissances incidente et réfléchie (respectivement P_{INC} et P_{REFL}) par : $|\rho| = \sqrt{P_{REFL}/P_{INC}}$.

F. Interaction entre le système de cryogénie et la mesure radiofréquence

Lors des différentes mesures effectuées, des complications liées au système de cryogénie ont été observées. Le premier problème est une modulation d'amplitude du signal mesuré (le coefficient de réflexion, ρ) lorsque le cryogénérateur est en fonctionnement. Nous avons également constaté des variations de température anormalement élevées (au-delà de 200 K en moins de 10 msec) dans les mesures relevées par la sonde Pt100 pendant les expérimentations RF.

1. Les vibrations

Lors des mesures de réflectométrie, nous avons observé une oscillation du coefficient de réflexion ρ. La composante la plus sensible à ces variations est la phase du signal. Après observation avec le cryogénérateur allumé et éteint (Figure II.11, rouge cryostat allumé, noir, cryostat éteint), nous en avons déduit que les vibrations mécaniques du cryostat (liées à son fonctionnement) entrainaient une modification du couplage entre l'antenne SHTC et la sonde de couplage. Le cryogénérateur fonctionne à une fréquence de 47 Hz, qui est, précisément, la fréquence des oscillations mesurées lors des expériences avec le cryostat en marche. Ceci confirme notre hypothèse.

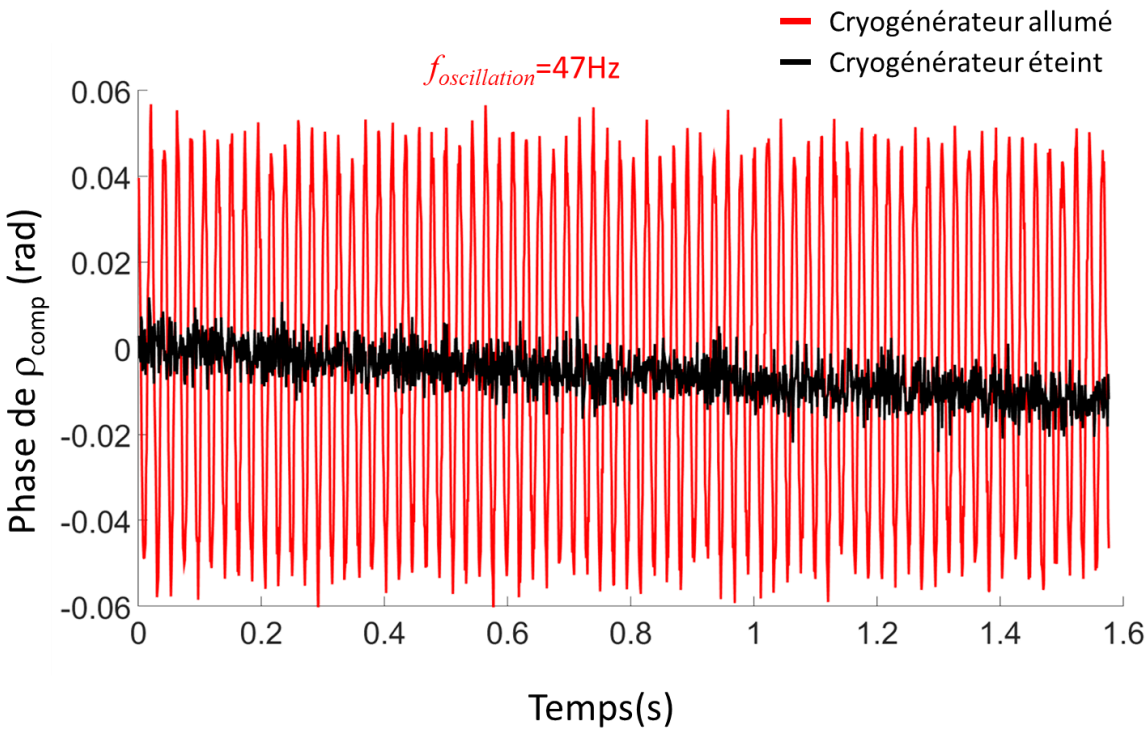

Figure II.11 : Effet du fonctionnement du cryogénérateur sur la mesure de la phase de ρ_{comp}.

On observe, sur la Figure II.11, que cette modulation de la phase entraîne une incertitude sur la phase bien plus importante en condition d'expérimentation avec le cryogénérateur en fonctionnement. Cette l'incertitude est de 5.10^{-3} rad (~0.3°) lorsque le cryogénérateur est éteint et de 35.10^{-3} rad (~2°) lorsque le cryogénérateur est en fonctionnement. Malgré une incertitude plus faible avec le cryogénérateur éteint, on remarque une diminution de la valeur de la phase pendant la seconde et demi que dure l'expérience. Ceci est dû à la cinétique lente du réchauffement du résonateur. Compte tenu des conditions d'expérimentation, qui seront présentées dans le chapitre suivant, l'inconvénient lié aux variations de température est plus pénalisant que celui engendré par les vibrations mécaniques. Nous avons donc pris le parti de réaliser les mesures avec le cryogénérateur en marche, et d'intégrer ce bruit dans nos résultats finaux.

Une façon d'améliorer le cryostat actuel serait le découplage mécanique entre le cryogénérateur et le reste du cryostat. Des tresses liant la tête froide du cryogénérateur au doigt froid pourraient permettre le refroidissement des résonateurs tout en s'affranchissant des vibrations mécaniques.

2. L'influence de l'excitation RF sur la sonde Pt100

La motivation principale de placer la sonde de température (Pt100) au plus proche de l'antenne RF testée est de pouvoir mesurer l'augmentation de sa température sous l'effet de la puissance RF, comme cela est observé depuis de nombreuses années (Kermorvant et al., 2009; Wosik et al., 1997b). Au cours des expériences menées, on a pu mesurer des variations de la température au niveau de la Pt100 supérieure, à 200 K, avec un retour à la température d'équilibre en moins de 10 msec. Ces changements de température ne peuvent être induits par une modification de la température du matériau supraconducteur ; elles sont dues au couplage de la sonde Pt100 avec l'antenne supraconductrice et le coupleur.

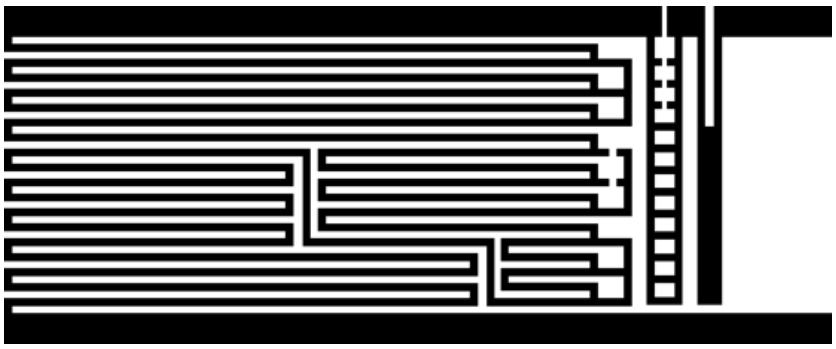

Figure II.12 : Schéma de la piste d'une sonde Pt100.

En s'intéressant de plus près au composant Pt100, il s'avère que ce dernier présente le motif illustré dans la Figure II.12. On observe la présence de plusieurs boucles supportant l'induction de courants de Foucault sous l'influence du champ magnétique généré par le coupleur et le résonateur supraconducteur. Ainsi, la mesure relevée par la sonde Pt100 ne reflète pas seulement le changement de température, mais également les champs magnétiques émis par le coupleur et par l'antenne supraconductrice. Une façon simple de s'affranchir de ce biais de mesure est d'intégrer un filtre passe-bas en amont de la mesure de la tension aux bornes de la Pt100, et de filtrer ainsi le signal RF. La Figure II.13 présente la résistance relevée aux bornes de la PT100 dans différentes conditions expérimentales. L'encart (a) présente ces variations à 90 K, donc au-dessus de la température critique de l'YBCO, pour trois puissances RF incidentes[8] : 100 mW, 160 mW et 250 mW. L'encart (b) présente ces variations aux mêmes puissances incidentes à 70 K sans (en bleu) et avec le filtre

[8] Comme indiqué dans le Chapitre III le résonateur supraconducteur testé est excité à différentes puissances à l'aide du coupleur.

(en rouge). Dans le premier cas, on observe uniquement l'influence du coupleur : la résistance augmente de 0.57 % à 250 mW. En dessous de la température critique de l'YBCO, le rayonnement du résonateur s'ajoute à celui du coupleur, la résistance augmente de 26 % à la même puissance. Cette variation dans la mesure est donc un indicateur du champ RF de l'antenne supraconductrice. La sonde Pt100 s'est révélé un outil utile et complémentaire, pour sonder le niveau d'extinction des antennes. En revanche, ces mesures de champ réémis ne sont pas des mesures absolues dans la mesure où elles sont très dépendantes de la position relative de la sonde Pt100, du coupleur et des antennes RF. On note cependant que l'ajout du filtre dans la chaine de mesure entraîne un décalage de la résistance mesurée. Il est donc nécessaire de calibrer à nouveau la chaine de mesure de la sonde Pt100 avec le filtre.

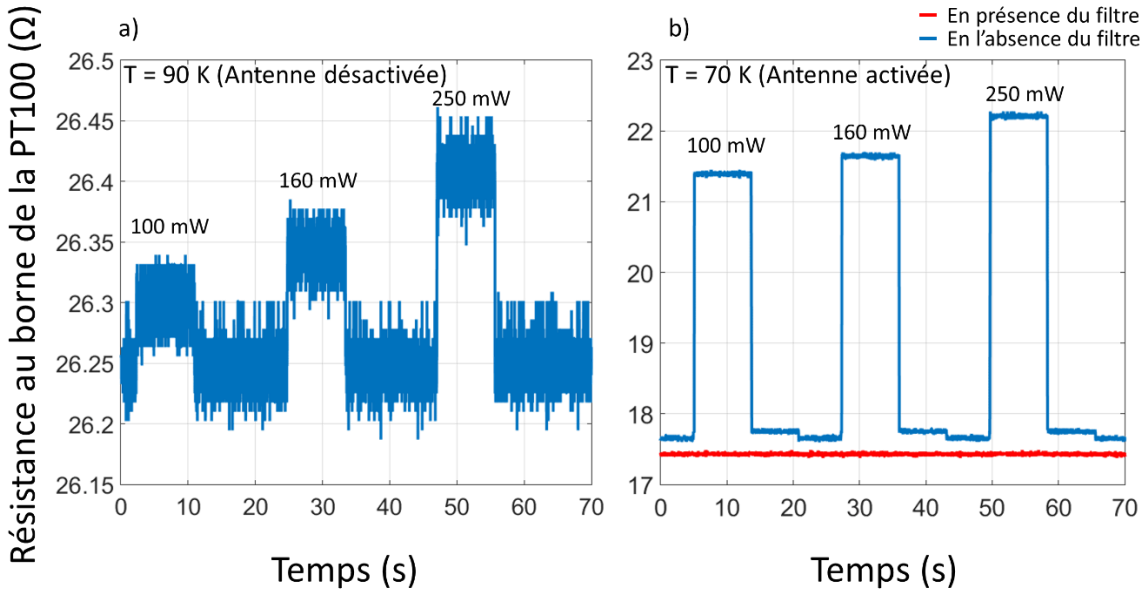

Figure II.13 : Modification la résistance relevée aux bornes de la sonde Pt100 pour différents niveaux de puissance RF incidente à 90 K (a) et à 70 K (b). Les courbes acquises en l'absence du filtre sont indiquées en bleu, et celle acquise avec le filtre en rouge.

G. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un cryostat permettant la caractérisation d'antennes supraconductrices en absence de champ magnétique statique appliqué. Par rapport au cryostat utilisé précédemment, ce cryostat permet d'étudier les antennes supraconductrices à des températures différentes de celle de l'azote liquide. De plus, il présente un net avantage en termes de temps de refroidissement et d'enchainement des expériences (descente 20 min, remonté 50 min). Sa prise en main est facilitée par l'absence

de liquide cryogénique et par une interface graphique simple d'utilisation. De plus, sa structure repose sur une croix fermée par quatre brides, ce qui lui confère une modularité importante. Ce dispositif adaptatif permet de réaliser d'autre type d'expérience (comme un système d'accord et d'adaptation automatique (Li et al., 2016)) dans des conditions proches de celle d'expérimentation IRM. Le cryostat a été développé en complément d'un autre, destiné à l'utilisation de ces antennes lors d'expériences d'IRM. Même s'il a permis de mener les expériences à bien, ce cryostat peut être amélioré. La première amélioration serait l'utilisation d'une diode comme capteur de champ magnétique RF. Une seconde optimisation du système serait de rendre indépendant le système de mesure des vibrations générées par le cryogénérateur.

Chapitre III. Réponse électromagnétique non-linéaire de résonateurs en matériaux supraconducteurs à haute température critique

A. Introduction

Dans ce chapitre, nous étudions les modifications géométriques susceptibles d'être apportées aux résonateurs supraconducteurs pour accentuer leur comportement non-linéaire et permettre d'atteindre des états très fortement résistifs d'une part, et d'évaluer le temps de transition entre l'état non résistif et l'état résistif d'autre part. Deux approches seront suivies pour exacerber leur résistance : modifier l'épaisseur du matériau et/ou introduire une constriction locale de la piste. La modification de l'épaisseur du matériau supraconducteur entraîne la modification du champ caractéristique H^* (Brandt et al., 1993). Dans les résonateurs plus minces, le matériau est d'avantage pénétré par les vortex, tandis que l'ajout d'une constriction sur la piste de l'antenne augmente la densité de vortex dans les coins concaves de celle-ci (Schuster et al., 1996) ainsi que la densité de courant locale.

Ce chapitre présente, dans un premier temps, le banc expérimental mis en place, la méthodologie suivie, ainsi que le modèle permettant de quantifier les paramètres caractérisant la réponse radiofréquence des résonateurs SHTC, c'est-à-dire, sa fréquence f_0 et son facteur de qualité Q. Les premiers résultats illustrent les mesures de Q et f_0 en fonction de la température. Une deuxième étude a consisté à développer une « séquence d'IRM » sur table, afin d'étudier le temps de transition des antennes entre l'état résistif et l'état de résistance nulle[9], en fonction de la température et de la puissance du champ radiofréquence incident. Enfin, pour comprendre les mécanismes physiques mis en jeu lors de l'effondrement du facteur de qualité, l'étude précédente est complétée par la mesure du coefficient de réflexion compensé en fonction de la fréquence à différents niveaux de puissance et pour différentes températures.

[9] En régime alternatif la résistance n'est jamais nulle comme nous l'avons vu dans le chapitre I. Nous nous autoriserons cependant cet abus de langage pour désigner le régime de puissance ou la résistance du matériau est constante en fonction de la puissance.

B. Les résonateurs étudiés

Pour simplifier la suite de la lecture et afin d'éviter certaines lourdeurs de style, nous utiliserons indifféremment les termes de résonateurs et d'antennes pour discuter des circuits résonants étudiés.

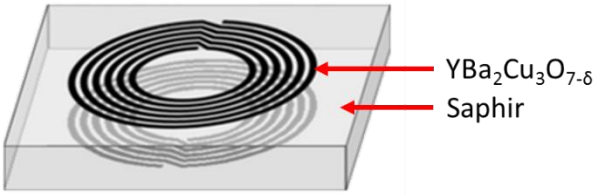

Figure III.1 : Modèle de résonateur à ligne de transmission multi-tour

Ici, les antennes sont des résonateurs à ligne de transmission multi-tour (Serfaty et al., 1997) fabriqués à partir d'une couche mince type M de $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ déposée sur un substrat en saphir de 500 µm d'épaisseur. Les couches sont préparées par CERACO (anciennement THEVA) par co-évaporation thermique (Utz et al., 1997). Leurs paramètres géométriques (nombre de piste, épaisseur de Saphir, largeur des pistes etc…) sont déterminés afin d'obtenir une fréquence d'accord (Gonord et al., 1988) de 64 MHz (fréquence de résonance du noyau 1H à 1,5 T).

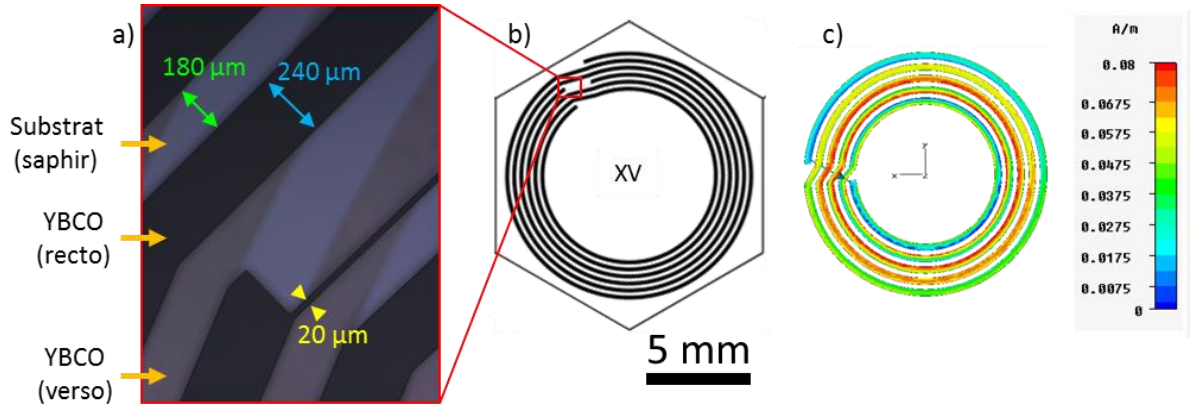

Figure III.2 : Exemple de résonateur étudié. a) acquisition en microscopie optique d'une constriction b) masque d'une face d'un résonateur avec une constriction de la piste (20×1600 µm²) c)carte des courants de surface d'un résonateur à 5 tours (Lambert, 2011).

Pour exacerber le comportement non-linéaire des résonateurs, nous avons choisi la modification de leurs géométries au travers de l'épaisseur de la piste supraconductrice et/ou de sa largeur. Une constriction est introduite à l'emplacement où le courant électrique dans la piste est maximal. Ceci est vérifié analytiquement (Gonord et al., 1988) et numériquement comme le montre la Figure III.2.c (Lambert, 2011).

La Figure III.2 présente un exemple de résonateur étudié, avec une constriction de 20×1600 µm^2 (le reste du résonateur ayant une largeur de piste de 240 µm). Le Tableau III-1 regroupe les résonateurs qui ont été étudiés. La fente et l'épaisseur de matériau supraconducteur exceptés, tous les paramètres restent identiques (épaisseur de Saphir, largeur de l'ensemble des pistes, nombre de pistes, rayons moyens…). Pour simplifier la lecture du manuscrit, nous parlerons de résonateurs 300 nm ou 50 nm quand nous ferons référence à l'épaisseur de l'YBaCuO.

Tableau III-1 : Liste des résonateurs étudiés

Epaisseur :	300 nm	50 nm
Intacte, aucune constriction	2007- I	2015- I
Constriction III : Fente de 20×100 µm^2	2007- III	2015- III
Constriction XV : Fente de 20×1600 µm^2	2007- XV	
Densité de courant critiques[10]	3,2.10^{10} A/m²	3,7.10^{10} A/m²
Température critique	87,5 K	85,3 K

On constate que température critique et densité de courant critique sont sensiblement identiques pour les deux épaisseurs d'YBaCuO. Les faibles variations qui pourraient être observées ne sont pas significatives pour notre étude, et sont liées au processus de fabrication[11].

C. Dispositif expérimental

La Figure III.3 décrit le dispositif expérimental utilisé pour étudier les résonateurs supraconducteurs.

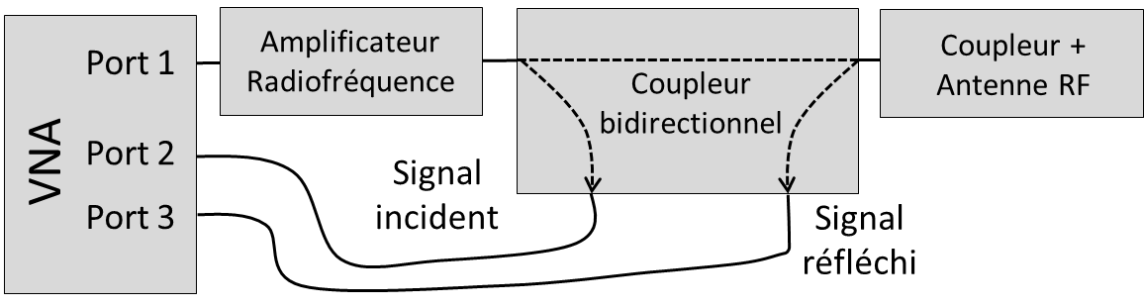

Figure III.3 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation des résonateurs supraconducteurs.

[10] Les mesures de densité de courant critique ont été acquises à 77,3 K dans l'azote liquide.
[11] L'augmentation de la densité de courant critique avec la diminution de l'épaisseur pourrait s'expliquer par une porosité du matériau plus importante dans les couches de 300 nm (Kim et al., 2006).

L'ensemble de ce banc de mesure est modélisé dans la figure suivante Figure II.9 :

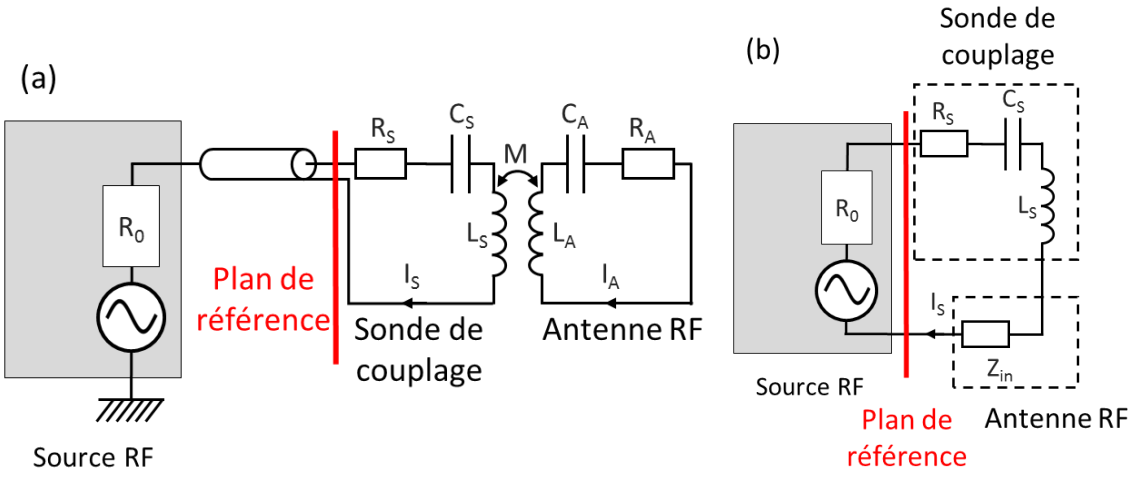

Figure III.4 : Modélisation du banc de mesure (a). R_0 représente la charge du générateur d'onde radiofréquences et M la mutuelle de couplage des deux circuits. Les composants de la sonde de couplage sont identifiés par l'indice S et ceux de l'antenne supraconductrice par l'indice A. Modèle équivalent vu depuis le circuit de mesure (b). Z_{in} représente l'antenne supraconductrice ramenée dans le circuit de mesure.

La source d'onde radiofréquence incidente est un analyseur de réseaux (Keysight E5071C, ENA Series Network Analyser). Cet analyseur permet l'étude de résonateurs supraconducteurs pour des puissances variant de -55 à 10 dBm (de 3.10^{-9} W à 10^{-2} W). Afin d'atteindre des puissances plus élevées[12], un **amplificateur radiofréquence 40 dB** (ENI 503L RF Power Amplifier, 3 Watts Linear) est ajouté sur le port 1 de l'analyseur de réseaux.

Deux configurations sont ainsi mises en place :

- la première sans amplificateur radiofréquence, pour une étude entre -55 dBm et 10 dBm
- la seconde avec amplificateur, pour une étude entre -15 dBm et 30 dBm

L'ajout de l'amplificateur interdit la mesure directe du paramètre S_{11}. **Un coupleur bidirectionnel** (ou pont de réflectométrie) placé en sortie d'amplificateur permet d'obtenir cette mesure de manière indirecte : les signaux incidents et réfléchis sont mesurés avec les ports 2 et 3 de l'analyseur de réseau. Ainsi, à partir de la mesure des paramètres S_{21} et S_{31}, on peut déterminer le coefficient de réflexion $\rho = S_{31}/S_{21}$.

Pour chaque expérience, nous nous sommes assurés de la bonne correspondance entre les données acquises en fonction de la puissance incidente, dans les deux. La Figure III.5 présente les valeurs du coefficient de réflexion compensé ρ_{comp} en module et en phase

[12] Au vu de la géométrie du coupleur, il faut 1,27 W pour atteindre un champ de $5.9\ 10^{-6}$ T au centre du résonateur SHTC.

(encart), dans le cas particulier d'une mesure sur le résonateur 2015- III, avec (en rouge) et sans (en bleu) amplificateur. On observe une bonne concordance des acquisitions dans les deux configurations d'expérimentations, ce qui valide bien notre approche. Cette correspondance a été systématiquement validée pour toutes les études présentées par la suite.

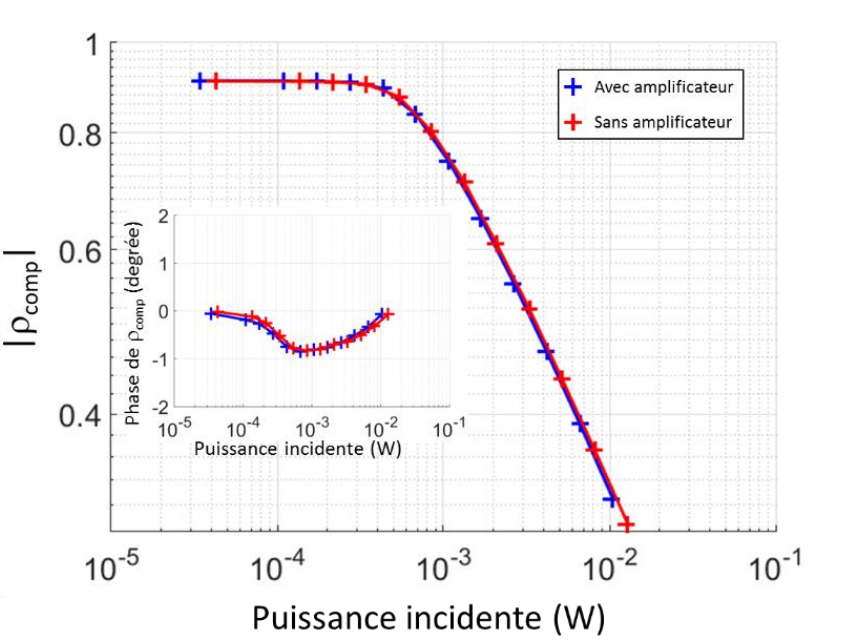

Figure III.5 : Comparaison de l'acquisition de ρ_{comp} en module (figure principale) et en phase (encart) avec (en rouge) et sans (en bleu) amplificateur pour le résonateur 2015- III.

D. Modélisation des propriétés électromagnétiques des résonateurs

On cherche à remonter aux propriétés électriques des antennes, caractérisé par leur impédance. Les mesures seront réalisées (figures III.3 et II.9) en fonction de la fréquence, pour différentes valeurs de champ RF incident, et différentes températures de fonctionnement.

Le coupleur et le résonateur SHTC sont tous deux décrits comme des circuits RLC en série (voir Figure II.9) Dans ce qui suit, les éléments de la sonde de couplage sont identifiés par l'indice S et ceux de l'antenne supraconductrice par l'indice A. L'impédance de l'antenne Z_A et celle du coupleur Z_S sont définies par :

$$Z_A = R_A + jL_A\omega\left(1 - \left(\frac{\omega_A}{\omega}\right)^2\right) \qquad \omega_A = \frac{1}{\sqrt{L_A C_A}} \qquad \text{Équation III.1}$$

avec

$$Z_S = R_S + jL_S\omega\left(1 - \left(\frac{\omega_S}{\omega}\right)^2\right) \qquad \omega_S = \frac{1}{\sqrt{L_S C_S}}$$ *Équation III.2*

avec R la résistance, L l'inductance, C la capacité, ω la pulsation, ω_A et ω_S les fréquences de résonance respectives de l'antenne testée et du coupleur.

On définira le facteur de qualité, Q, comme :

$$Q = \frac{\omega_0 L}{R}$$ *Équation III.3*

où ω_0 est la pulsation, L l'inductance et R la résistance du circuit considéré.

Afin de simplifier les calculs, l'impédance Z_A peut être représentée par l'impédance équivalente Z_{in} induite en série avec l'inductance de la sonde (Ginefri et al., 1999a) (cf. Figure II.9).

$$Z_{in} = M^2\,\omega^2 / Z_A$$ *Équation III.4*

où M est l'inductance mutuelle reliant les deux circuits. On définit par ailleurs le coefficient de couplage magnétique k entre l'antenne et le coupleur tel que :

$$k = \frac{M}{\sqrt{L_A L_S}}$$ *Équation III.5*

C'est un facteur géométrique sans dimension compris entre 0 et 1. Il caractérise l'intensité du couplage magnétique entre les deux circuits. On définit de même un coefficient de couplage critique k_c correspondant à l'agencement du système où la puissance de réception est autant dissipée dans l'antenne que dans le coupleur. Il dépend des facteurs de qualité de l'antenne et du coupleur :

$$k_c = \frac{1}{\sqrt{Q_A Q_S}}$$ *Équation III.6*

On définit ainsi trois situations. Le sous-couplage, $k < k_c$, et le sur-couplage $k > k_c$ l'adaptation n'est pas atteinte. Le couplage critique $k = k_c$, l'adaptation est atteinte.

Dans le modèle équivalent de la Figure II.9.b, le coefficient de réflexion du système s'exprime comme :

$$\rho(\omega) = \frac{Z_S + Z_{in}(\omega) - R_0}{Z_S + Z_{in}(\omega) + R_0}$$ *Équation III.7*

0n retrouve très classiquement les 3 cas qui permettent de calibrer la ligne de transmission :

Lorsque la charge Z_S+Z_{in} en bout de ligne est adaptée à celle du générateur R_0, ρ est nul : il n'y a pas de signal réfléchi. Lorsque la charge Z_S+Z_{in} n'est pas adaptée, une partie de la puissance est réfléchie. Pour améliorer la sensibilité de la mesure on utilise la méthode de réflectométrie compensée développée par Ginefri et al.(Ginefri et al., 1999a). Cela nécessite la mesure du coefficient de réflexion de référence, ρ_0, (i.e. « sans l'antenne radiofréquence résonante »). Dans notre cas cette mesure sera effectuée à T=90°K supérieure à la température critique du matériau supraconducteur, dans ce cas le résonateur devient un très mauvais conducteur et son effet peut être négligé et ρ_0, s'écrit alors :

$$\rho_0 = \frac{Z_S - R_0}{Z_S + R_0} \qquad \textit{Équation III.8}$$

Le coefficient de réflexion compensé est alors calculé à partir de ces deux coefficients de réflexion :

$$\rho_{comp} = \rho - \rho_0. \qquad \textit{Équation III.9}$$

Les équations 3, 4 et 6, permettent d'exprimer Z_{in} en fonction du coefficient de réflexion compensé et de la charge du générateur R_0 :

$$Z_{in} = \frac{\rho_{comp}(\omega).(R_0 + Z_S)^2}{2R_0 - \rho_{comp}(\omega).(R_0 + Z_S)} \approx \frac{2R_0\rho_{comp}(\omega)}{1 - \rho_{comp}(\omega)} \qquad \textit{Équation III.10}$$

où $L_S C_S \omega_0^2 = 1$. Dans cette seconde égalité, on considère qu'autour de la fréquence de résonance, la partie imaginaire de Z_S est nulle ($Z_S \approx 50 - j \times 0{,}14$ à 65 MHz) et donc que $Z_S = R_S = R_0$.

Le coefficient de réflexion compensé dépend de la puissance dissipée dans le complexe coupleur/antenne. La puissance dissipée dans l'antenne seule peut être définie par $P=R_A I_A^2$ où I_A représente la valeur efficace du courant circulant effectivement dans l'antenne. Elle peut être évaluée en utilisant le modèle équivalent décrivant la charge vue depuis le coupleur (Girard et al., 2007) :

$$P(\omega) = 2P_{inc}\left|\rho_{comp}(\omega)\right|\left(cos\left[\angle\rho_{comp}(\omega)\right] - \left|\rho_{comp}(\omega)\right|\right) \qquad \textit{Équation III.11}$$

où $\angle\rho(\omega)$ est la phase de $\rho_{comp} = |\rho_{comp}|e^{i\angle\rho_{comp}(\omega)}$

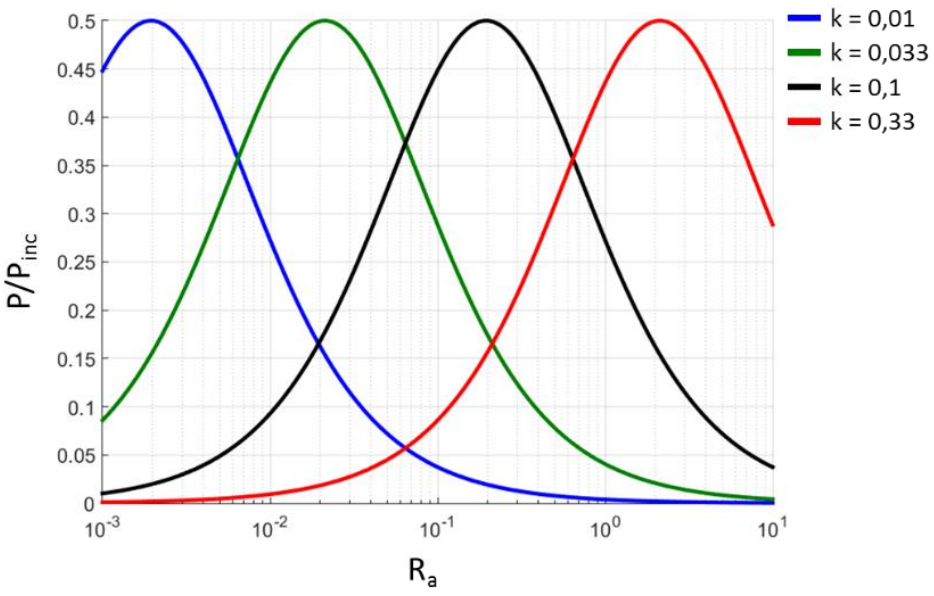

Figure III.6 : Rapport de la puissance dissipée sur la puissance incidente dans l'antenne, en fonction de la résistance de l'antenne, pour différents niveaux de couplage en prenant Q = 30 000.

Le rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente, à ω fixée, peut s'écrire en fonction de ρ_{comp}, donc en fonction de R_A. La résistance de l'antenne augmente avec la puissance incidente. Cette modification de la valeur de la résistance, donc du facteur de qualité induit un changement de couplage critique, ce qu'on observe sur la Figure III.6, qui représente le rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente, en fonction de R_A pour différents niveaux de couplage : k = 0,01, k = 0,033, k = 0,1, k = 0,1. Chaque condition de couplage définit une valeur particulière de R_A pour laquelle le transfert de puissance est maximal. Pour notre expérimentation, on souhaite une valeur la plus élevée possible du rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente. On voit bien ici l'intérêt du fort couplage, permettant de mesurer des valeurs de résistance élevées.

Dans ces expériences, le paramètre électrique principal à déterminer est le facteur de qualité, Q, des résonateurs. La manière la plus efficace pour déterminer le facteur de qualité est l'ajustement de la réponse en fréquence du coefficient de réflexion à une fonction lorentzienne (Petersan and Anlage, 1998).

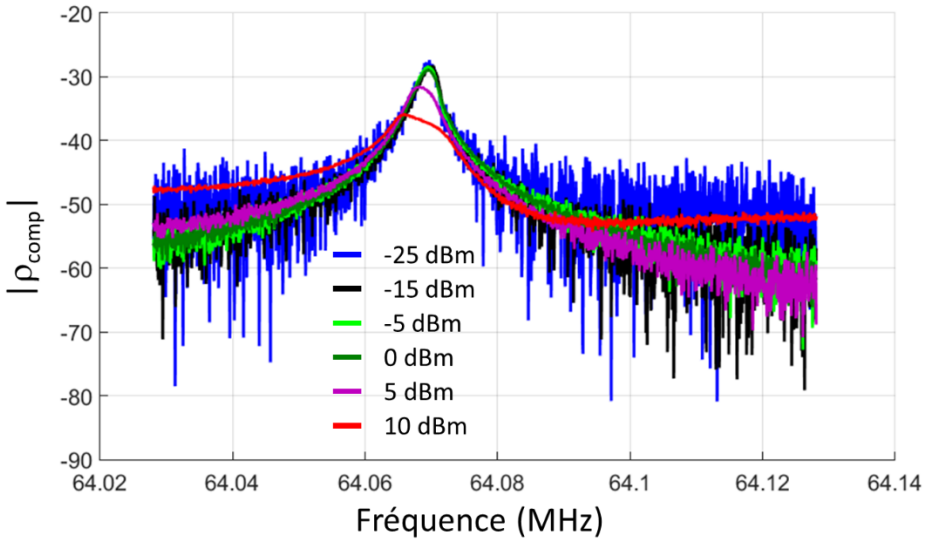

Figure III.7 : Réponse en fréquence de l'antenne 2015- I, obtenue en couplage critique, à différents niveaux de puissance, à 70 K.

La Figure III.7 présente le coefficient de réflexion compensé en fonction de la fréquence, pour différentes puissances incidentes (-25 dBm, -15 dBm, -5 dBm, 0 dBm, 5 dBm et 10 dBm). En basse puissance, le facteur de qualité de l'antenne est d'environ 30 000. Lorsque la puissance augmente, on observe une déformation du coefficient de réflexion compensé autour de la fréquence de résonance qui n'est plus décrite par une courbe lorentzienne. A partir d'une puissance de -5 dBm, la déformation de la courbe est telle que la détermination formelle du facteur de qualité n'a plus de sens. Cette méthode classique d'évaluation du facteur de qualité des résonateurs supraconducteurs montre ainsi ses limites, au-delà d'une certaine puissance.

C'est pour cette raison que nous travaillons avec l'approche mono fréquentielle, développée par Girard *et al*, dont les principales étapes sont décrites ici. L'idée générale de cette méthode est qu'à partir de la mesure du coefficient de réflexion compensé nous allons extraire les valeurs de F_0, R_A et X_A.

- *Etape 1 :* Une mesure de Q est effectuée à **faible niveau de puissance** et au **couplage critique** (Figure III.7 courbe à -15 dBm).
- *Etape 2 :* Des mesures **mono-fréquentielles à F_0** (la fréquence de résonance de l'antenne testée) du coefficient de réflexion compensé ρ_{comp}, à fort niveau de couplage sont réalisées à différents niveaux de puissance. Ces mesures permettent d'évaluer Q à ces différents niveaux de puissance.

Dans notre cas on suppose que l'inductance (dont dépend Q) et la fréquence sont indépendantes de la puissance. Cette hypothèse, basée sur la quasi constance de l'inductance cinétique, est validée dans la suite du chapitre (cf. Figure III.14). Cette hypothèse nous permet de simplifier les équations. On peut ainsi transformer l'Équation III.3 en produit de paramètres dépendant de mesures à basse puissance et à forte puissance. Le tilde exprime ici les paramètres acquis à faibles niveaux de puissances dans le régime linéaire (<10^{-4} W dans les expériences que nous avons menées), alors que les paramètres sans tilde sont ceux acquis aux puissances étudiées. La résistance du résonateur supraconducteur s'exprime notamment par la relation :

$$\frac{1}{R_A} = \frac{1}{M^2\omega^2}\frac{|Z_{in}|^2}{R_{in}} = \frac{1}{M^2\omega^2} \times \frac{2R_0|\rho_{comp}|}{cos\left(\angle\rho_{comp}(\omega)\right) - |\rho_{comp}|} \qquad \textit{Équation III.12}$$

On écrit donc :

$$Q_A = \frac{\omega L_A}{\widetilde{R_A}}\frac{\widetilde{R_A}}{M^2\omega^2}\frac{2R_0|\rho_{comp}|}{cos\left(\angle\rho_{comp}(\omega)\right) - |\rho_{comp}|} = \widetilde{Q_A}\frac{\widetilde{R_{in}}}{|\widetilde{Z_{in}}|^2}\frac{2R_0|\rho_{comp}|}{cos\left(\angle\rho_{comp}(\omega)\right) - |\rho_{comp}|} \qquad \textit{Équation III.13}$$

où $R_{in} = Re(Z_{in})$

On peut de la même façon exprimer la partie réactive de l'impédance de l'antenne par :

$$X_A(\omega) = -M^2\omega^2\frac{sin\left[\angle\rho_{comp}(\omega)\right]}{2R_0\left|\rho_{comp}(\omega)\right|} \qquad \textit{Équation III.14}$$

E. Mesure de la résistance en fonction de la température

Comme détaillé dans le chapitre précédent, le cryostat développé au sein de l'IR4M est équipé de deux sondes pour la mesure de la température : une diode vissée sur le disque en cuivre pour contrôler la température, et une résistance Pt100 fixée sur le saphir, au plus proche du résonateur étudié. Ce système permet la mesure de ρ_{comp} à la fréquence de résonance de l'antenne et pour différentes températures. Ces mesures sont effectuées à faible puissance (<10^{-4} W) et on reste ainsi dans le régime linéaire des antennes supraconductrices.

1. Caractérisation à bas niveau de puissance

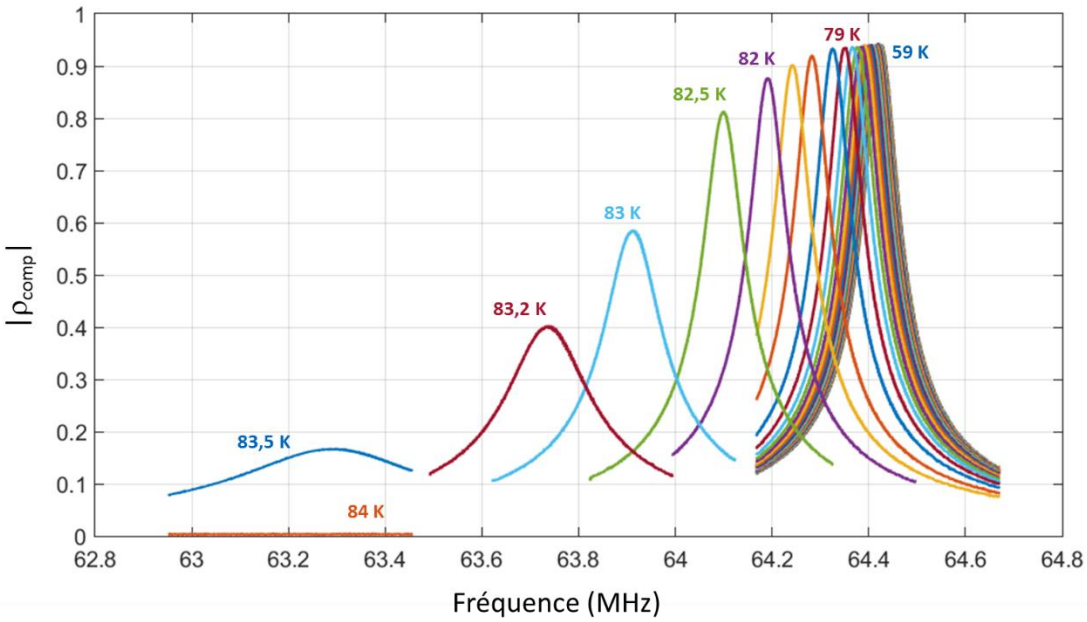

Figure III.8 : Module du coefficient de réflexion compensé en fonction de la fréquence, à des températures variant de 59 à 84 K, pour le résonateur 2007- III (300 nm d'épaisseur et une constriction de 20×100 µm²), à 3.10⁻⁶ W.

La Figure III.8 présente les variations de $|\rho_{comp}|$ en fonction de la fréquence, à différentes températures du résonateur 2007- III (300 nm d'épaisseur et une constriction de 20×100 µm²). Ces résultats ont été obtenus en utilisant le banc décrit précédemment, à fort niveau de couplage et à bas niveau de puissance (3.10^{-6} W) Les températures indiquées sont les températures consignes relevées par la diode.

Un premier élément remarquable est la réponse en fréquence qui reste identique, à la fréquence centrale près, entre 59 K et 79 K. Ce comportement est également observé pour les autres résonateurs (dont nous ne présentons pas les résultats ici).

A partir de 82 K, on observe un élargissement de cette réponse en fréquence, ce qui correspond à une modification du facteur de qualité, liée à l'augmentation de la résistance propre du résonateur. Ce résultat concorde bien avec ceux observés par Lambert *et al.*(Lambert et al., 2013) et bien connu de la littérature des supraconducteurs. En effet, les paramètres électriques des matériaux supraconducteurs dépendent de leur température, résistance et inductance cinétique, nous revenons sur ce point dans la suite de ce paragraphe.

A partir de ces mesures de $|\rho_{comp}|$, nous avons extrait la fréquence centrale et la valeur du facteur de qualité pour l'ensemble des résonateurs étudiés.

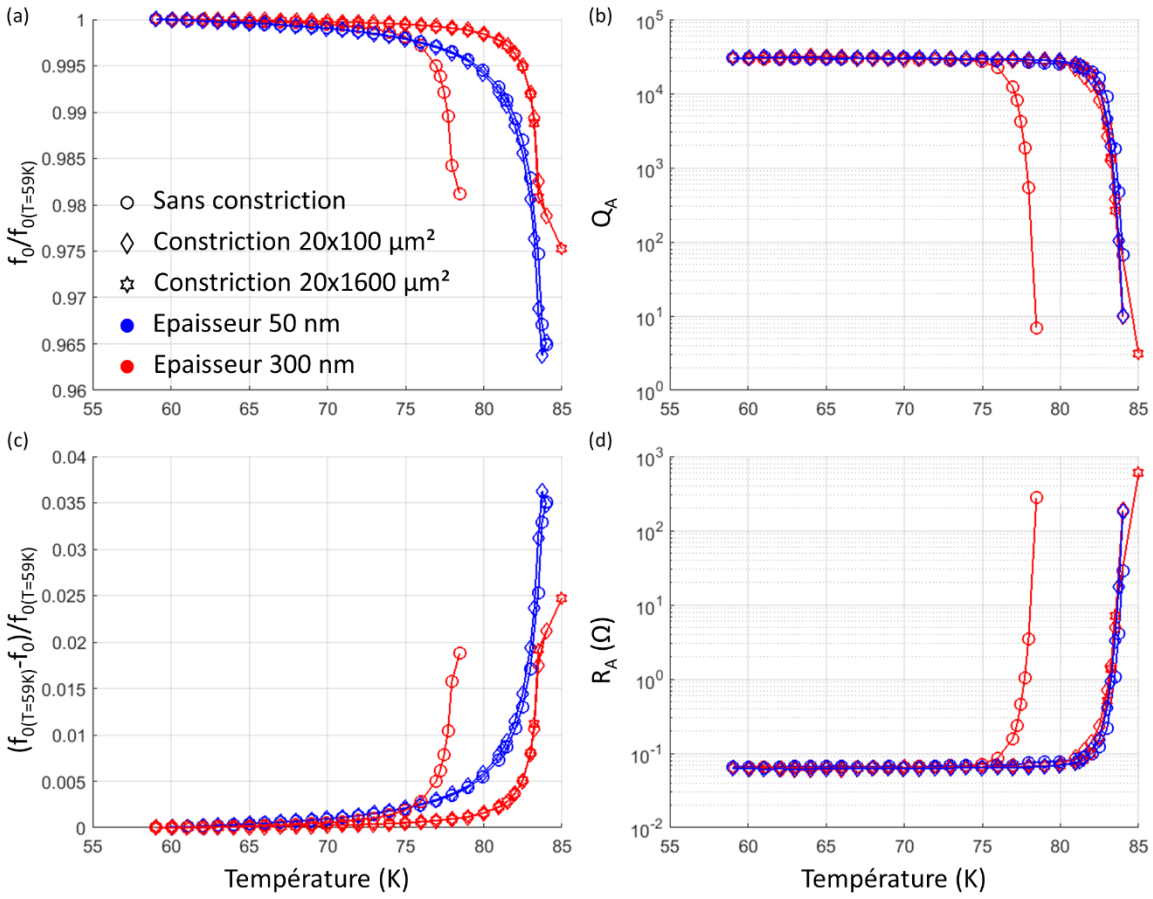

Figure III.9 : Evolution de la fréquence de résonance normalisée par celle mesurée à 59K (a), du facteur de qualité (b), de la longueur de pénétration dans le supraconducteur (c) et de la résistance (d) en fonction de la température, à 3.10⁻⁶ W.

Dans la Figure III.9, les encarts (a), (b) et (d) indiquent, respectivement, l'effet de la température sur la fréquence de résonance (normalisée par celle mesurée à 59 K), sur le facteur de qualité et sur la résistance[13]. La Figure III.9 (c) présente les variations de la longueur de pénétration magnétique de London, $\Delta\lambda \propto \frac{\Delta f_0}{f_{0(T=59K)}}$, au sein du supraconducteur pour ces mêmes géométries (van der Beek, 2009).

Le comportement du résonateur 2007- I (rond rouge) est systématiquement différent de celui des résonateur de même épaisseur (300 nm) tant par sa variation en fréquence que pour celle de son facteur de qualité. Ce comportement atypique est expliqué par des défauts liés au matériau. Nous analyserons ce résonateur à part et ne l'intégrerons pas dans le modèle que nous développerons plus tard sur le comportement des résonateurs.

[13]. Ce travail se situe à l'interface entre étude des antennes (caractérisé par leur facteur de qualité) et études des matériaux supraconducteurs (caractérisé par leur résistance). Afin de garder à l'esprit ces deux thèmes nous indiquerons constamment les valeurs du facteur de qualité et de la résistance des résonateurs, bien qu'elles portent la même information ici (les variations de l'inductance cinétique sont négligeables).

Une première observation est le comportement « similaire » de la résistance de l'ensemble de ces résonateurs à bas niveau de puissance. Quel que soit l'épaisseur et la constriction des résonateur, la résistance varie de la même manière : il varie peu avec l'augmentation de la température puis augmente à 82K (environs 5 K en deçà de la T_c). A l'approche de la température critique, la densité d'électrons supraconducteurs diminue ce qui provoque une augmentation de la résistance AC du matériau. On observe par conséquent également une chute du facteur de qualité à la même température et un comportement identique pour tous les résonateurs.

Il n'en va pas de même en ce qui concerne la fréquence, où deux tendances se distinguent clairement. Pour des résonateurs d'épaisseur 50 nm, la décroissance de la fréquence de résonance se fait graduellement et pour des températures autour de 75 K. En revanche la constriction semble ne jouer aucun rôle dans cette évolution. Pour des résonateurs d'épaisseur 300 nm la modification en fréquence est plus brutale quand on s'approche de 82 K. L'épaisseur des résonateurs 50 nm est au moins vingt fois inférieure à la longueur de pénétration magnétique, λ ($\lambda_a \approx 1850$ nm et $\lambda_b \approx 1190$ nm à 60 K (Zhang et al., 1994)). Leur longueur de pénétration efficace vaut alors $\lambda_{eff} = \lambda^2/d$ (Pearl, 1964; Tinkham, 2004). La couche supraconductrice est donc relativement plus pénétrée par le champ magnétique lorsque son épaisseur est plus faible. La densité de quasiparticule augmente ce qui entraîne une augmentation de l'inductance du résonateur et donc une diminution de sa fréquence de résonance. A l'inverse pour les résonateurs de 300 nm d'épaisseur, la pénétration de l'induction magnétique est beaucoup plus brutale comme le montre la chute de leur fréquence de résonance. A l'approche de la température critique la densité d'électrons supraconducteurs diminue ce qui entraîne une augmentation de l'induction cinétique et ainsi de l'induction totale du résonateur.

2. Mesures 4 points de la résistance

Pour valider les mesures en température, nous avons réalisé la mesure de la température critique avec une méthode de référence : la mesure 4 points de la résistance (cette mesure est réalisée avec un courant continu et permet de remonter à la résistance en régime continu, contrairement à nos mesures en régime RF, mais l'idée ici est de connaître la T_c et non pas la valeur absolue de la résistance). Cela permet la détermination de la résistance électrique de la piste. Ces mesures ont été faites en plongeant progressivement le matériau supraconducteur dans de l'azote liquide.

La Figure III.10 présente la mesure de la résistance électrique DC de l'antenne 2007- III par la méthode à quatre points (en noir) et la mesure avec le banc de caractérisation des résonateurs SHTC (bleu – diode, rouge- PT100). La différence de mesure entre les deux sondes de température placées au sein du cryostat est décrite dans le chapitre précédent. L'encart présente le montage expérimental utilisé pour réaliser cette mesure. Les pistes du résonateur sont reliées aux instruments de mesure à l'aide de microsoudures.

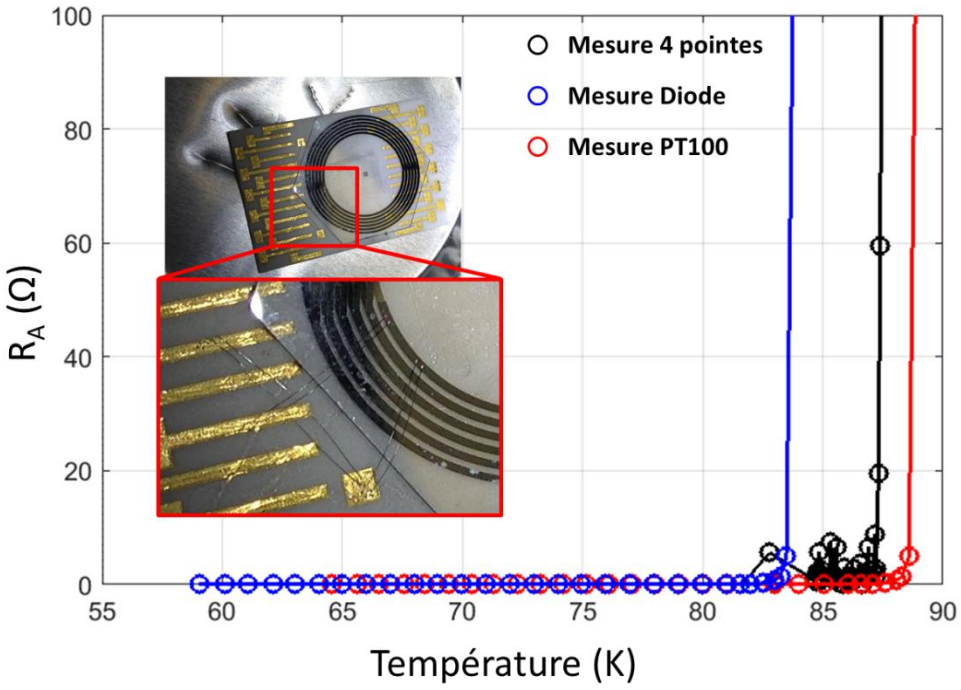

Figure III.10 : Résistance de l'antenne 2007- III mesurée en fonction de la température avec le banc de caractérisation des résonateurs SHTC, mesure diode et PT100, ou avec la mesure quatre points. L'encart présente le montage utilisé pour obtenir la mesure 4 points.

F. Etude mono-fréquentielle des résonateurs SHTC

Le but de cette partie est d'évaluer le temps de commutation des résonateurs entre leur état dissipatif et leur état « non résistif ». Pour simuler la succession des étapes d'émission et de réception d'une séquence IRM nous avons développé avec le VNA un « segment », qui reproduit un pulse hard, illustré Figure III.11. Ce segment consiste en 10 points de mesure pris à basse puissance (étape de référence). Ces dix premiers points sont utilisés pour caractériser le comportement linéaire de l'antenne à basse puissance, et servent de référence pour la suite. Ils sont suivis de 900 points mesurés à la puissance étudiée (simulation de l'émission), terminé par 691 points supplémentaires (un segment de VNA ne pouvant contenir que 1601 points de mesure). Ces derniers points permettent l'étude du retour à l'équilibre de l'antenne SHTC.

Cette expérience permet l'observation du changement d'état de l'antenne SHTC lors d'une séquence IRM modèle : passage d'une résistance quasi-nulle à un état dissipatif, puis retour à une résistance quasi-nulle.

L'avantage d'un tel protocole est de permettre la variation du temps d'excitation. Il est ainsi possible d'observer l'effet du temps d'application d'une onde électromagnétique sur d'éventuels temps de transition entre l'état de résistance nulle et l'état dissipatif (nous avons pu observer sur certain résonateur un comportement différent pour des temps d'excitation long et court). Le protocole a été développé sans et avec amplificateur radiofréquence, afin d'explorer des gammes de puissance de 3.10^{-9} W à 1 W.

Afin d'étudier l'influence de la durée d'excitation, deux séquences (dont le schéma général est présenté dans la Figure III.11) sont développées, de durées d'émission Δ_e de 86,4 sec (séquence dite longue) et 10,51 ms (séquence courte). Dans le cas de la séquence dite courte, la résolution temporelle est de **12 µs**. Elle est de **96 ms** pour la séquence longue. Les mesures sont certes plus bruitées car les points sont acquis plus rapidement, mais avec une résolution temporelle 10 000 fois supérieure. Le Tableau III-2 présente les paramètres de ces deux types de séquence.

Tableau III-2 : Paramètre des séquences utilisées pour l'étude des résonateurs SHTC

	Séquence longue			Séquence courte		
	Durée	Puissances		Durée	Puissances	
		Sans ampli	Avec ampli		Sans ampli	Avec ampli
Référence	0,96 s	3.10^{-9} W	4.10^{-5} W	0,12 ms	3.10^{-9} W	4.10^{-5} W
Emission (Δ_e)	86,4 s	3.10^{-9} W à 10^{-2} W	4.10^{-5} W à 1 W	10,51 ms	3.10^{-9} W à 10^{-2} W	4.10^{-5} W à 1 W
Réception	66,3 s	3.10^{-9} W	4.10^{-5} W	8,07 ms	3.10^{-9} W	4.10^{-5} W

La Figure III.11 présente un exemple de simulation de séquence IRM, avec une émission mono-fréquentielle de 10,51 ms pour une résolution temporelle de 12 µs. Ce protocole a été appliqué à l'ensemble des résonateurs, pour des températures de 60 K et 70 K, et des puissances allant de 3.10^{-9} jusqu'à 1 W.

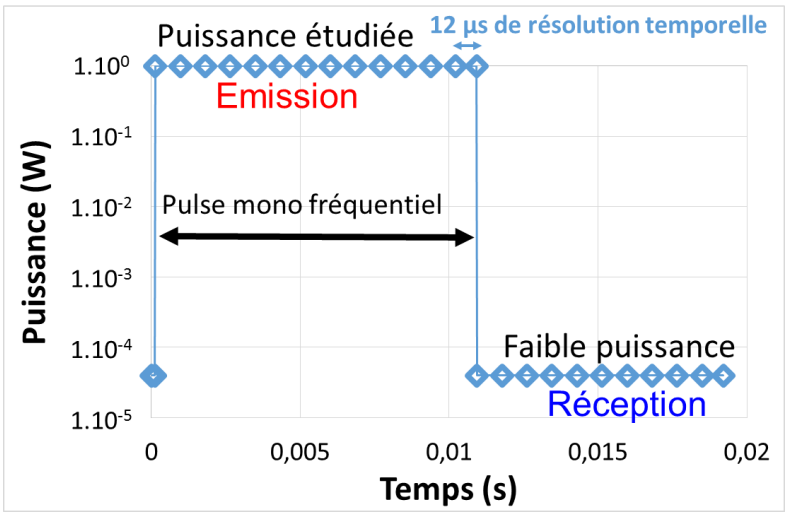

Figure III.11 : Puissance émise en fonction du temps pour une simulation de séquence IRM avec une impulsion de 10,51 ms avec amplificateur.

La Figure III.12 représente les ρ_{comp} en module et en phase, pour les séquences longue (a et c) et courte (b et d), pour l'antenne 300 nm avec une constriction de 20×100 µm^2 (2007- III, en rouge) et l'antenne 50 nm avec la même constriction (2015- III, en bleu), à 70 K et pour des puissances de 4,3×10^{-5} W, 4×10^{-2} W, 1,3×10^{-1} W et 4×10^{-1} W.

Sur cette figure, nous constatons une diminution nette du module du coefficient de réflexion compensé lorsque l'on passe de l'étape de référence à l'étape d'émission. Cette diminution correspond à une désadaptation du résonateur SHTC, c'est-à-dire, à un changement de son impédance. Afin de donner plus de lisibilité à ces graphiques, tous les résultats obtenus sur les différents résonateurs n'ont pas été présentés mais les tendances observées sont les mêmes.

Pour un temps de mesure court (Δ_e=10,51 ms), la durée sur laquelle s'effectuent les changements du coefficient de réflexion est inférieure à la résolution temporelle et n'est donc pas mesurable (< 12 µs). On observe de plus une bonne correspondance entre les données acquises avec un temps d'émission long et celles acquises avec un temps court, et ce pour les deux résonateurs. On note également l'augmentation du bruit de la mesure due à l'augmentation de la résolution temporelle. On remarque que $|\rho_{comp}|$ est plus faible pour le résonateur 50 nm que pour le 300 nm, pour des puissances équivalentes.

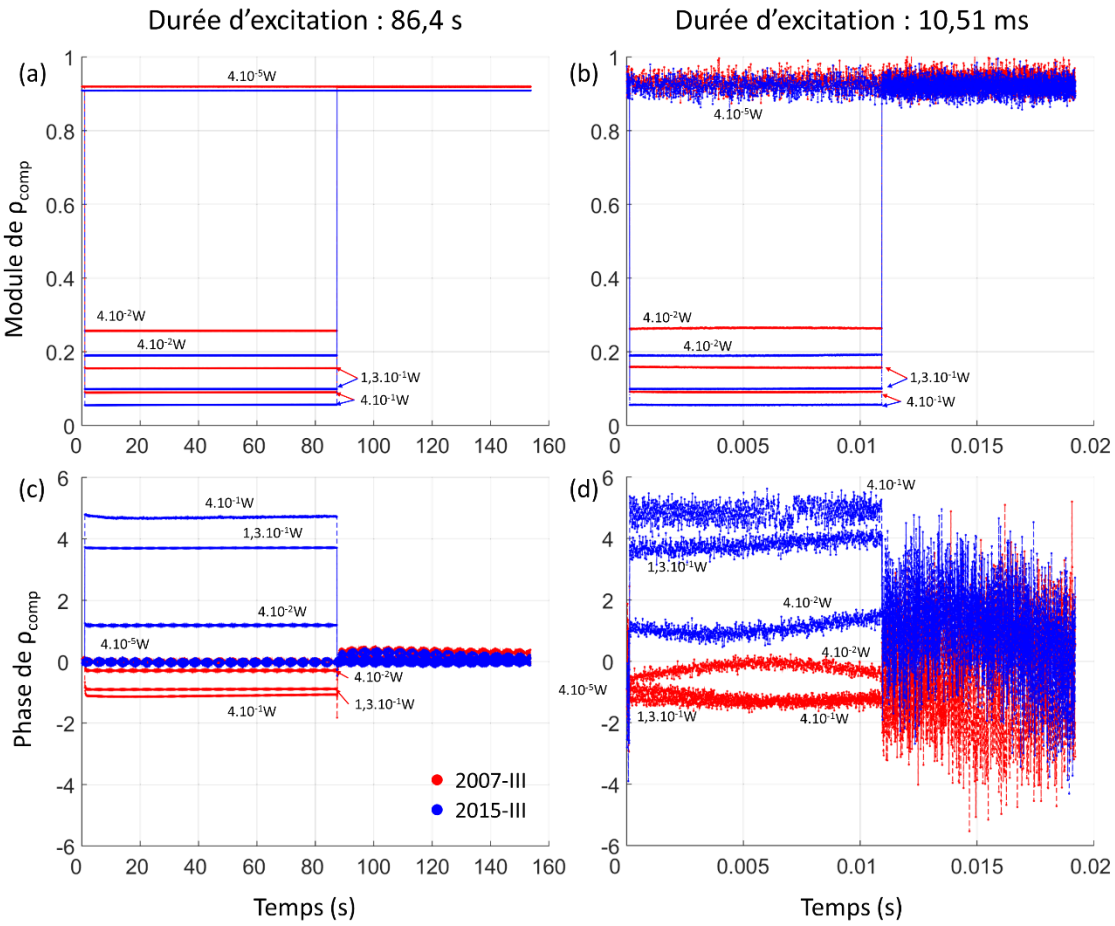

Figure III.12 : Coefficients de réflexion compensés pour les antennes 2007- III (300 nm d'épaisseur sans constriction en rouge) et 2015- III (50 nm d'épaisseur sans constriction en bleu) observés à quatre puissances incidentes : 4,3.10^{-5} W, 4.10^{-2} W, 1,3.10^{-1} W et 4.10^{-1} W à 70 K. Les figures supérieures (a) et (b) représentent la variation du module dans le temps et les figures au-dessous (c) et (d) celle de la phase. Les figures de gauche présentent l'effet d'un temps d'excitation long et celles de droite l'effet d'un temps d'excitation court. Dans un souci de lisibilité, la phase n'est pas indiquée pour les puissances faibles dans l'encart (d).

En revanche si on s'attarde sur les variations de la phase de ρ_{comp}, cette dernière augmente de quelques degrés pour le résonateur 50 nm alors qu'elle diminue pour le résonateur 300 nm. Toujours concernant la phase, on observe, pour les deux temps d'émission, les vibrations du cryostat présentées dans le Chapitre II.F.1. Ces variations mises à part on note pour les temps d'émission long et pour des puissances élevées (1,3.10^{-1} W et 4.10^{-1} W) des temps de transitions (inférieurs à la seconde). Ces variations n'ont pas été prises en compte pour le traitement des données. On peut cependant mentionner que ce comportement est également visible sur les autres résonateurs 300 nm.

A partir des données ainsi acquises, on moyenne le module et la phase de ρ_{comp} sur la durée d'excitation pour chaque puissance étudiée. Afin de prendre en considération les variations possibles de ρ_{comp} - observées pour les résonateurs 300 nm – ces moyennes sont calculées lorsque la phase et le module de ρ_{comp} sont stabilisés.

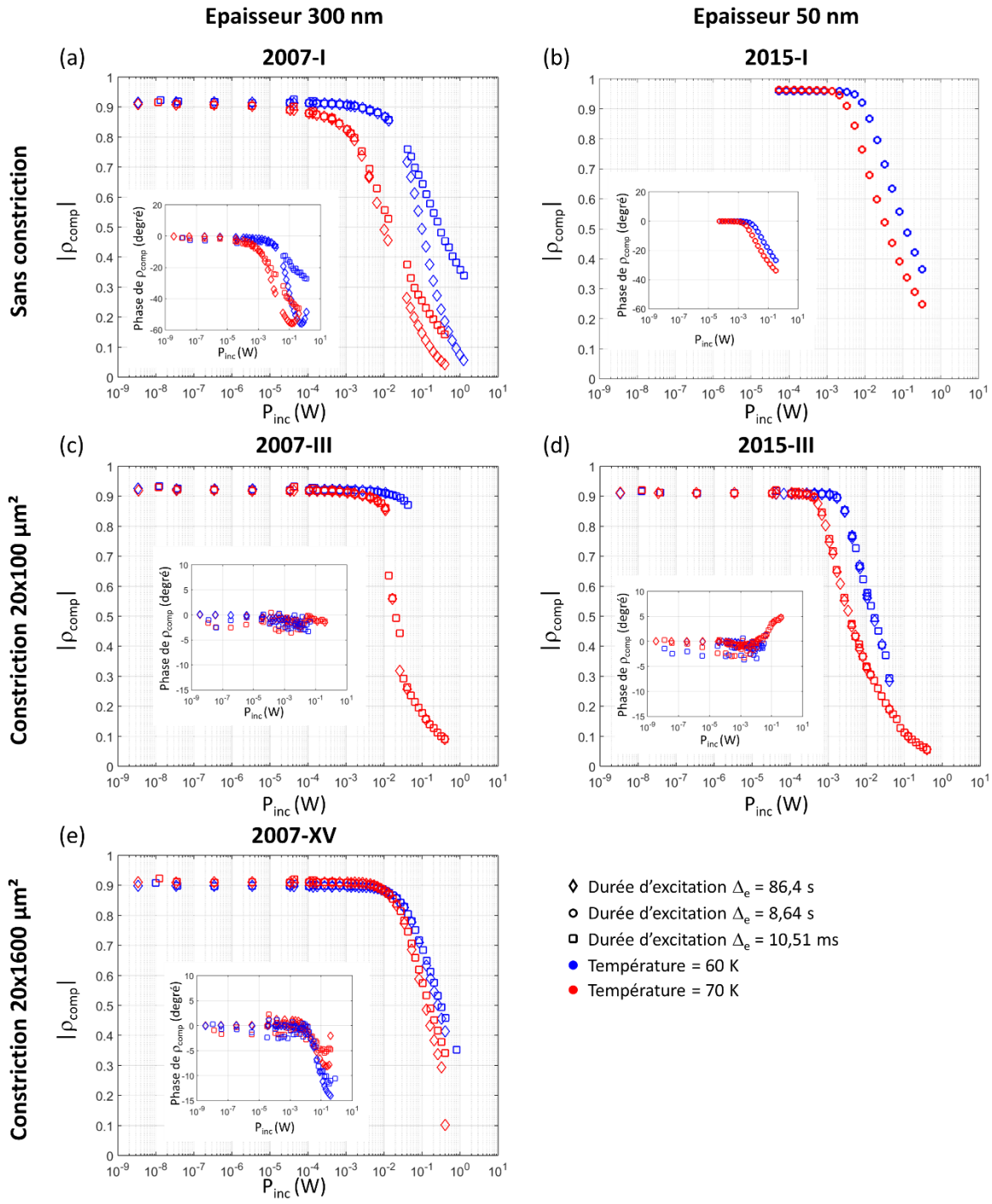

Figure III.13 : Module du coefficient de réflexion compensé des différentes antennes testées. Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. Les graphiques présentent le module de ρ_{comp} pour les antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm ((a) (c) et (e), à gauche) et 50 nm ((b) et (d), à droite). Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20 × 100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20×1600 µm².

Les modules et les phases ainsi extraits pour chaque résonateur sont tracés en fonction de la puissance incidente (voir Figure III.13). Les graphiques de gauche (a, c, e) présentent les coefficients de réflexion pour les antennes avec une épaisseur de 300 nm d'YBCO, et ceux de droite (b, d) ceux des antennes avec une épaisseur de 50 nm. Pour chaque encart, la figure

principale représente le module du coefficient de réflexion et l'encart sa phase. Ces mesures sont représentées en bleue pour les températures de 60 K, en rouge à 70 K, en losange pour la séquence longue (Δ_e = 86,4 s) et en carré pour la séquence courte (Δ_e = 10,51 ms).

Pour l'ensemble des résonateurs étudiés, la résolution temporelle accessible n'est pas suffisante pour mettre en évidence la transition entre les forts et bas niveaux de puissance. La transition se fait donc en moins de 12 µsec. Les courbes du module et de la phase de ρ_{comp} ne dépendent pas du protocole séquence courte ou longue et sont confondues.

ρ_{comp} est le paramètre qui est directement mesuré lors des expériences, il nous permettra de déduire les autres paramètres (résistance, facteur de qualité etc.). Pour tous les résonateurs et aux deux températures, on peut distinguer deux dynamiques. Pour des puissances inférieures à 10^{-4} W, ρ_{comp} est « constant » (en module et en phase). Au-delà d'une certaine puissance, propre à chaque résonateur (ces puissances seuils sont présentées dans la Figure III.19), on observe une chute du module de ρ_{comp}. La variation de sa phase dépend du résonateur. Elle augmente légèrement pour le résonateur 2015- III (50 nm d'épaisseur, constriction de 20×100 µm^2), augmentation inférieure à 10°. En revanche la phase de ρ_{comp} diminue pour les autres, de 15° pour une constriction de 20×1600 µm^2 et une épaisseur de 300 nm (2007- XV). Cette diminution n'est presque pas observable pour 2007- III (300 nm d'épaisseur, constriction de 20×100 µm^2). Pour le résonateur 50 nm sans constriction (2015- I), on observe une diminution de la phase de presque 40° à 70 K. Pour ce résonateur les résultats ont été acquis avec un temps d'excitation Δ_e = 8,64 s. On considérera ces résultats comparables à ceux acquis avec un temps d'excitation long. Comme mentionné précédemment le résonateur 2007- I, se comporte différemment tant par le module que par la phase de ρ_{comp}. Entre les deux temps d'excitation, et ceci au-dessus de 4 mW à 70 K et 40 mW à 60 K, la variation de sa phase de ρ_{comp}, est beaucoup plus importante que pour les autres résonateurs. Un comportement comparable, bien qu'atténué, est observé pour le résonateur 2007- XV (300 nm d'épaisseur, avec une constriction de 20×100 µm^2) à partir d'une puissance de 50 mW à 70 K et 160 mW à 60 K (Figure III.12.e).

1. Extraction des paramètres électriques

Après la mesure du coefficient de réflexion compensé, les paramètres électriques R_A, Q et f_0 (présentés dans la partie D) sont extraits pour tous les résonateurs en employant les

équations III.11 et III.13. Revenons rapidement sur la validité de l'hypothèse forte de l'inductance indépendante de la puissance. Si on représente, pour toutes les données, le rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente en fonction des valeurs de R_A extraites (Figure III.14), on peut observer que les mesures (rouge – 300nm et bleue - 50 nm) sont en accord avec la courbe théorique (noire - pour un couplage de 0,19) et quel que soit la température.

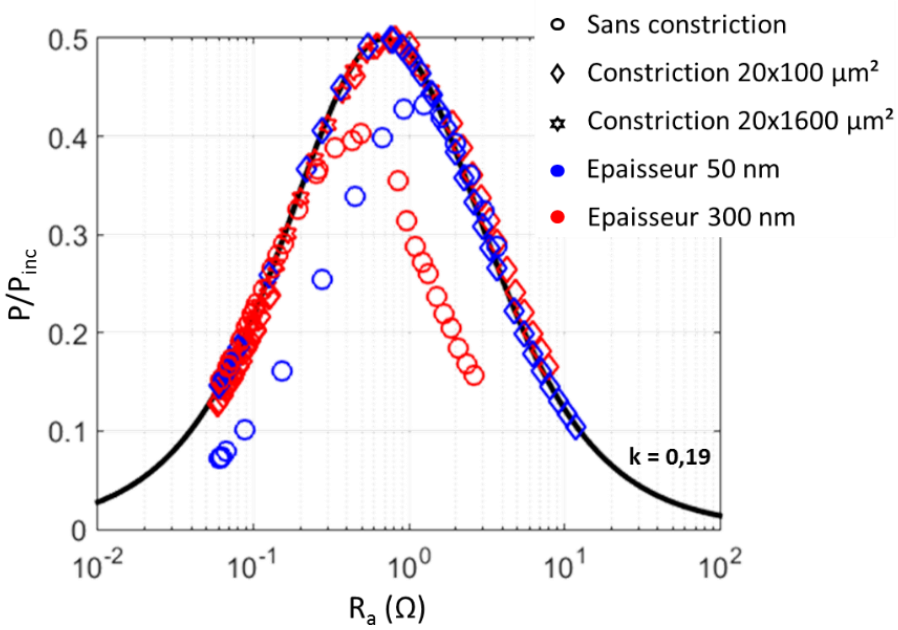

Figure III.14 : Variation expérimentale du rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente. La courbe en noir représente cette variation théorique pour un couplage de 0,19.

Ce résultat permet de valider l'hypothèse d'une inductance constante à différents niveaux de puissance. On observe cependant, que deux des résonateurs présentent des résultats différents. Une fois de plus le résonateur 2007- I fait exception. On peut alors supposer que, pour ce résonateur, l'inductance est suffisamment modifiée pour influencer les résultats. Pour le résonateur 2015- I ce résultat semble lié au changement de sa phase avec la puissance. Les résultats pour ce résonateur ont été acquis pendant une seconde session d'expérimentation. On peut supposer que ces variations sont dues au couplage et non au matériau.

Maintenant que nos hypothèses sont bien validées, nous pouvons extraire les variations de Q en fonction de la puissance incidente, pour différentes valeurs de température (Figure III.15). Les données sont représentées en rouge pour mesures réalisées à 70 K, en bleu pour celles faites à 60 K, sous forme de losange pour la séquence longue (Δ_e = 86,4 s) et de carré pour la séquence courte (Δ_e = 10,51 ms).

Pour tous les résonateurs, le facteur de qualité diminue avec l'augmentation de la température. On distingue clairement deux tendances systématiques :

- une région dans laquelle le facteur de qualité reste à peu près constant – il n'est pas dépendant de la puissance incidente

- suivi d'une décroissance du facteur de qualité. Cette décroissance est d'autant plus accentuée que la température est élevée et dépend également de la géométrie (épaisseur et constriction du résonateur). Nous reviendrons sur ce point dans la suite de ce chapitre.

L'augmentation de la température de 60 K à 70 K pourrait entraîner une diminution de la densité de courant critique. Cette diminution entraînerait, à puissance égale (et donc à densité de courant égale), une pénétration plus importante des vortex au sein du matériau supraconducteur. Cela, associé à l'augmentation de la densité de quasi-particule (qui augmente également avec la température), entraîne une augmentation de la résistance AC – et donc la diminution du facteur de qualité.

Nous pouvons également déterminer à partir de quelle puissance incidente l'antenne SHTC sort de son régime linéaire (de la même manière, la valeur de la puissance seuil est intrinsèquement liée à la température de fonctionnement et aux paramètres géométriques du résonateur). La Figure III.16 présente les variations de la résistance des antennes SHTC en fonction de la puissance incidente. On observe, comme pour l'évolution du facteur de qualité, un régime linéaire où la résistance est quasiment nulle, suivi d'une augmentation de la résistance de l'antenne.

Enfin, l'effet de la durée d'excitation Δ_e n'est pas observable, à l'exception des résonateurs 2007- I et 2007- XV dont nous avons montré au cours des différentes expériences le comportement clairement atypique.

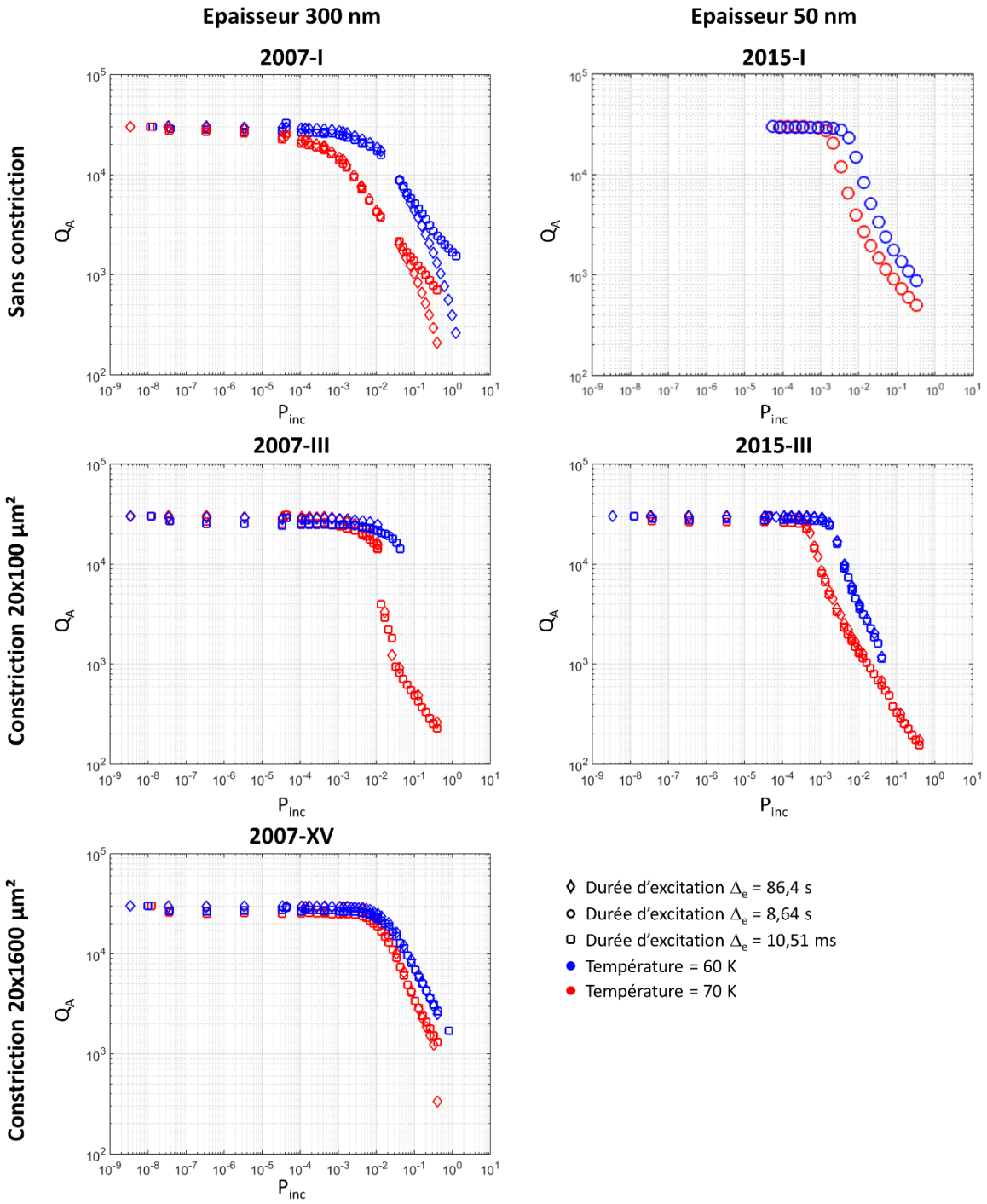

Figure III.15 : Facteur de qualité des différentes antennes testées. Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. Les graphiques présentent les facteurs de qualité pour les antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm - (a) (c) et (e), à gauche - et de 50 nm - (b) et (d), à droite. Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20×100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20×1600 µm².

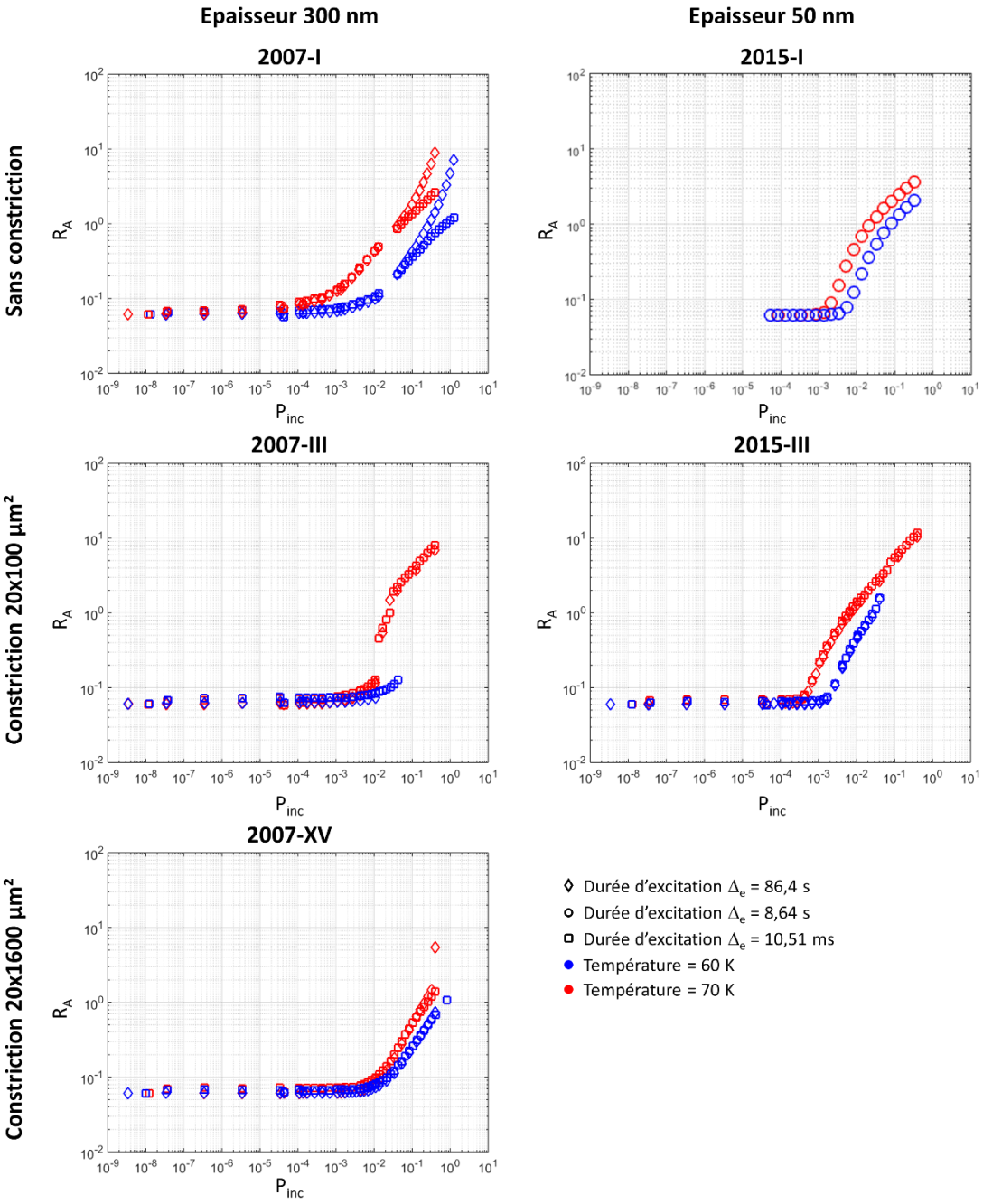

Figure III.16 : Résistance des différentes antennes testées .Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. La résistance est obtenue à partir du facteur de qualité. Les graphiques présentent la résistance des antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm (a, c, e, à gauche) et de 50 nm (b, d, à droite). Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20 × 100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20 × 1600 µm².

Plusieurs des résonateurs analysés n'ont pas résisté à la montée en puissance du champ électromagnétique. Le résonateur 2007- III a cessé de fonctionner à sa fréquence de résonance initiale après une émission à 43 mW à 60 K et résonne maintenant à 96,6 MHz ce qui laisse supposer qu'il y a eu un claquage au niveau de la constriction. Cette hypothèse a été validée par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage (MEB). Le même phénomène a été observé pour le résonateur 2007- XV à 300 mW à 60 K (résonne à présent à

98 MHz). L'encart (b) de la Figure III.17 est une image de MEB de la constriction de l'antenne 2007- XV après son changement de fréquence. On observe très distinctement la rupture dans le matériau supraconducteur.

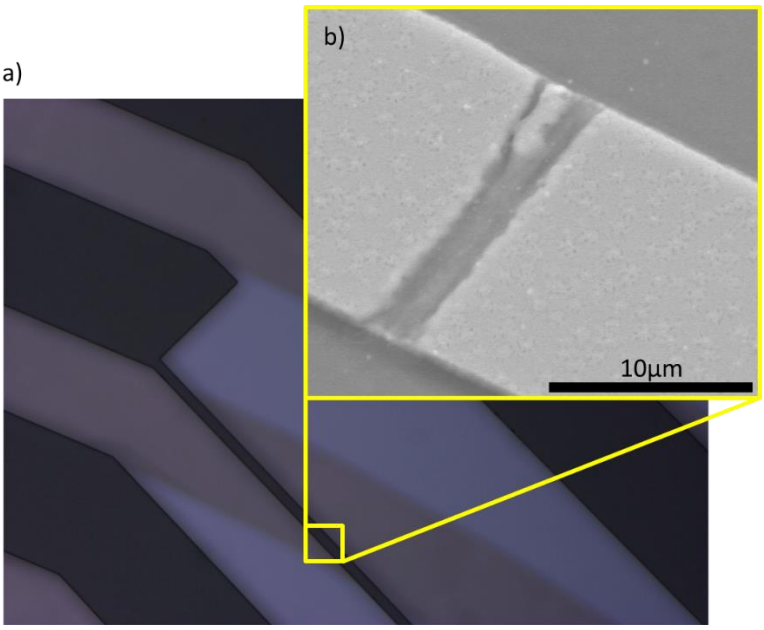

Figure III.17 : L'image (a) est acquise en microscopie optique, l'image (b) en microscopie électronique à balayage, elle représente la constriction de l'antenne 2007- XV après le claquage.

Afin de faciliter l'analyse de l'ensemble des résultats (présentés sur les figures III.16 et III.17), la Figure III.18 regroupe les facteurs de qualité et les résistances obtenus pour tous les résonateurs, dans les conditions d'expérimentation Δe courte (les plus proches des expériences IRM que nous souhaitons mener à terme).

Si nous nous intéressons à l'effet de la température, à 60 K, la variation de la résistance dépend essentiellement de l'épaisseur du résonateur. Les résonateurs 50 nm (bleu) ont une résistance qui augmente à partir d'une puissance de 1×10^{-3} W, tandis que pour les résonateurs 300 nm (en rouge), la résistance augmente une décade plus tard, $P_{inc} = 10^{-2}$ W. A 60 K, l'effet de la constriction est peu marquée pour les résonateurs 300 nm. Il devient plus important avec l'augmentation de la température. Ce n'est pas le cas des résonateurs 50 nm, pour lesquels l'effet de la constriction est visible dès 60 K. Le facteur de qualité du résonateurs 2015- III est inférieur à celui de l'antenne de même épaisseur mais sans constriction.

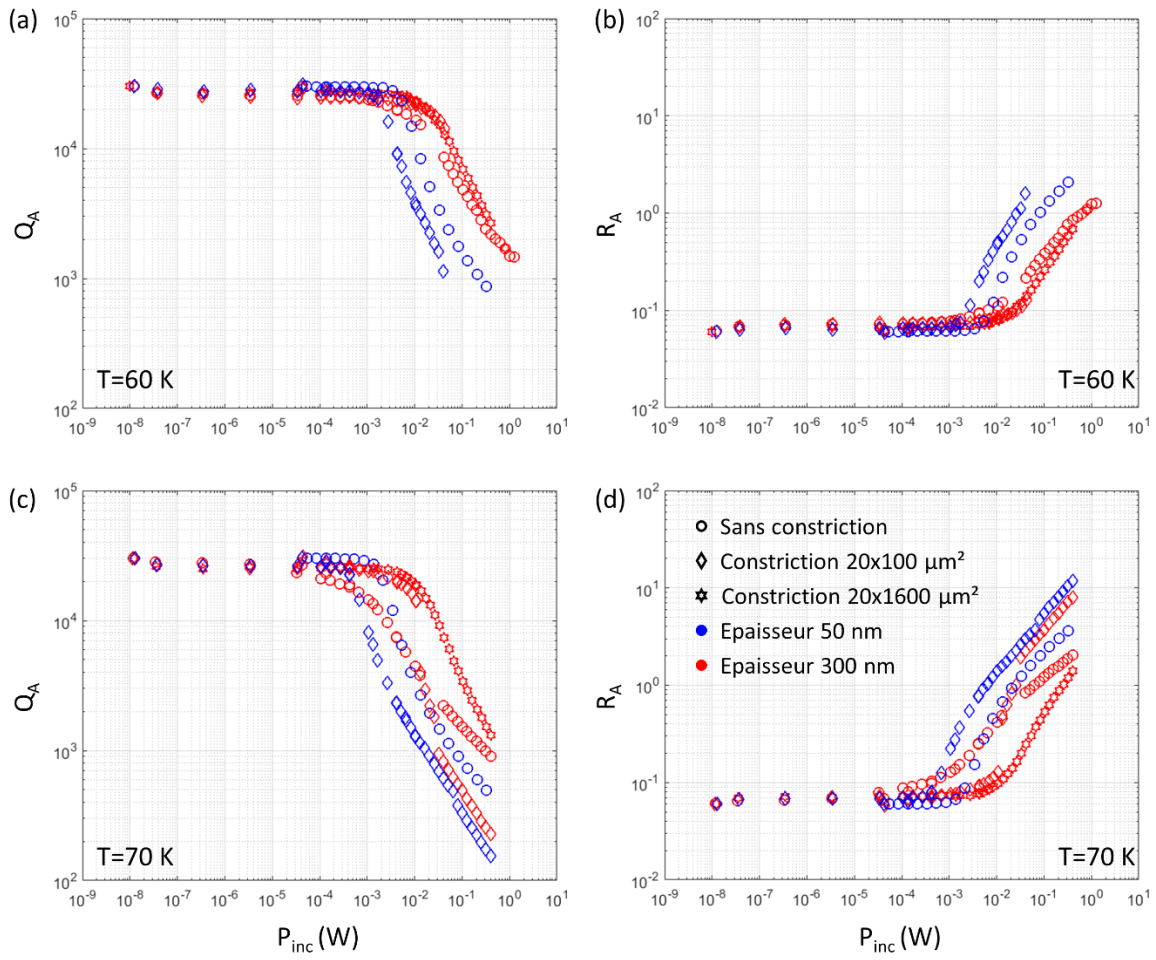

Figure III.18 : Facteur de qualité (a, c) et résistance (b, d) de l'antenne supraconductrice pour les cinq antennes étudiées. Les résultats sont présentés à deux températures : 60 K (a, b) et 70 K (c, d).

A 70 K les observations sont identiques. Les facteurs de qualité des deux résonateurs 300 nm avec une constriction (2007- III et 2007- XV), évoluent de la même manière jusqu'à une puissance de 10 mW. Au-dessus de cette puissance, on constate une diminution brutale du facteur de qualité du résonateur avec la constriction la plus courte, 2007- III.

On observe que la résistance de l'antenne 2007- I est légèrement supérieure à celles de 2007- III et 2007- XV. Une explication possible est liée à la Tc plus faible pour ce résonateur que pour les autres et donc à l'augmentation de sa résistance (Partie E). Mais nous n'excluons pas ce comportement atypique qui peut s'expliquer par d'autres mécanismes que nous n'avons pas pu identifier dans le cadre de cette thèse.

De manière générale, les résonateurs les plus sensibles à l'augmentation de la puissance incidente, en termes d'augmentation de R_A, sont les résonateurs 50 nm. La diminution de l'épaisseur des couches minces supraconductrices d'YBCO diminue le champ caractéristique H^* (Brandt et al., 1993) et facilite la pénétration des vortex dans la couche.

Ceci expliquerait l'augmentation de R_A, plus importante dans les résonateurs 50 nm que 300 nm, causé par la plus grande densité de vortex dans la couche la plus mince.

L'idée derrière la constriction est de créer une augmentation locale de la densité de courant. Leur présence accentue l'augmentation de R_A, pour les antennes de 50 nm même à des températures de l'ordre de 60 K, tandis que leur effet n'est visible que pour des températures relativement proches de la T_c pour les résonateurs 300 nm (à 70 K). A cette température c'est l'antenne avec la constriction la plus courte (2007- III) qui présente l'augmentation de R_A la plus importante. Sa résistance a été multipliée par 130 alors que celle de 2007- XV a été multipliée par 23.

Un autre élément responsable de l'augmentation de la densité de courant (complémentaire à la diminution de la section de la piste) est l'augmentation de la densité de courant aux extrémités de la constriction due à la forme des constrictions (concave) et au comportement diamagnétique du supraconducteur (Schuster et al., 1996). L'effet de la concavité de la constriction est d'autant plus important que la constriction est courte. L'angle droit de la constriction provoque une augmentation du champ à cet endroit, cette augmentation locale du champ induit une densité de courant plus élevée. Si la constriction est courte on peut supposer que ces augmentations locales de densité de courant vont se sommer. A 70 K le résonateur 2007- III (300 nm d'épaisseur, constriction de 20×**100** µm^2) présente une augmentation de R_A beaucoup plus important que le résonateur 2007- XV (300 nm d'épaisseur, constriction de 20×**1600** µm^2). A 60 K, le résonateur 2007- III « claque », avant l'observation d'un décalage entre la résistance des résonateurs 2007- III et 2007- XV.

On s'intéresse maintenant de manière plus systématique aux valeurs de P_{seuil}, les puissances à partir desquelles les résonateurs sortent du régime linéaire. La Figure III.19 rassemble leurs valeurs, pour l'ensemble des résonateurs étudiés. Le P_{seuil} des résonateurs 300 nm avec une constriction (2007- III et 2007- XV) est de 2 mW à 60 K et de 1 mW à 70 K. Le résonateur 2007- I (300 nm d'épaisseur, sans constriction) présente, une nouvelle fois, un comportement différent des autres résonateurs de 300 nm, avec une P_{seuil} de de 2 mW à 60 K et de 0,1 mW à 70 K. Les résonateurs de 50 nm d'épaisseur (2015- I et 2015- III) ont des P_{seuil} de 0,3 mW à 60 K et environs 0,09 mW à 70 K, soit en moyenne un ordre de grandeur plus faible que pour les résonateurs 300 nm et ceci indépendamment de la température de travail. On peut supposer que l'augmentation de la résistance (diminution du facteur de qualité) est due au mouvement des vortex dans le matériau supraconducteur. Leur mise en mouvement

dépend de la densité de courant critique et de manière générale, des forces de piégeage qui ancrent ces vortex. Ces forces de piégeage dépendent également des défauts présents dans le volume du matériau supraconducteur (van der Beek et al., 2002). La diminution de l'épaisseur provoque a priori une augmentation de la densité de courant dans le supraconducteur ainsi qu'une diminution du piégeage. Cela irait dans le sens d'une P_{seuil} plus faible, pour les résonateurs les plus minces.

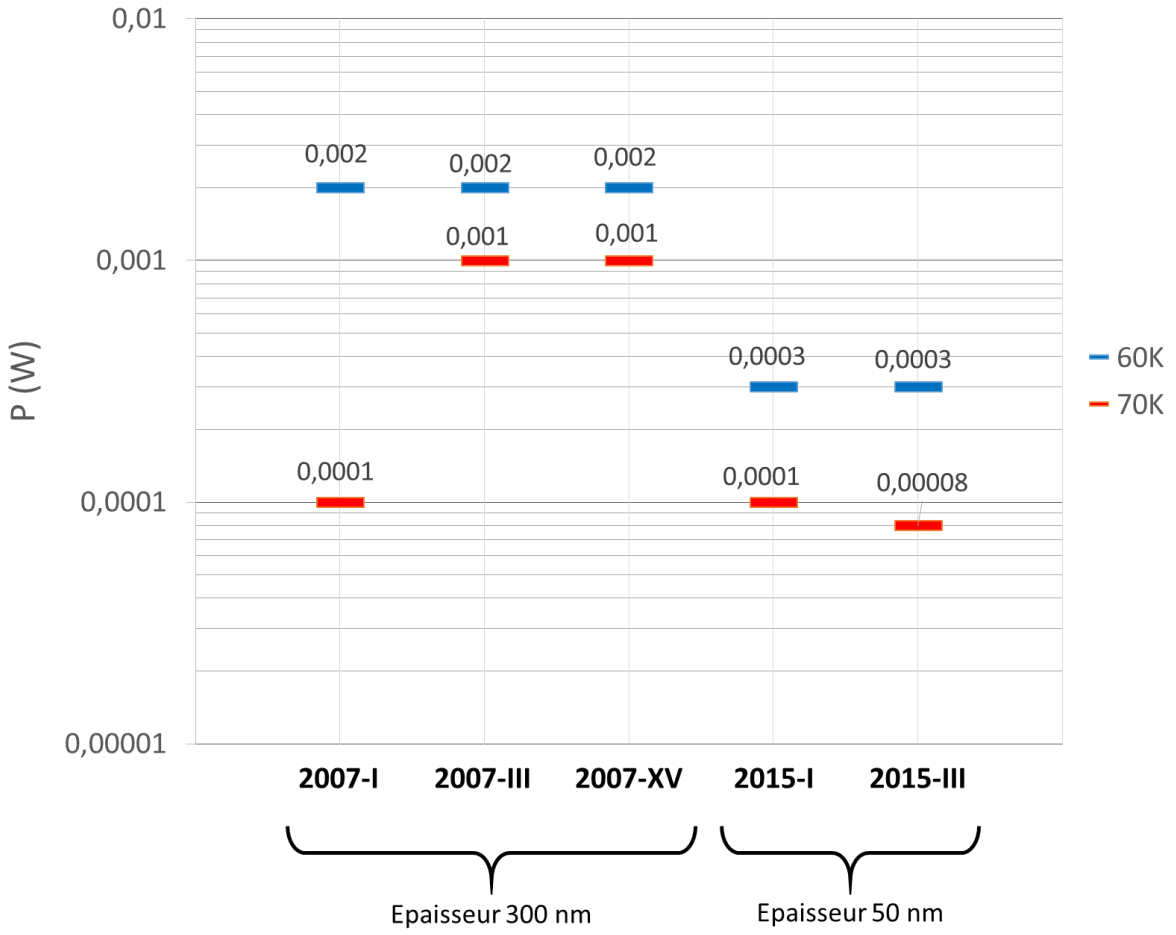

Figure III.19 : Puissances seuil à partir desquelles les résonateurs supraconducteurs sortent de leur régime linéaire.

2. Changement de température des résonateurs

En parallèle des mesures RF réalisées dans les expériences présentées ci-dessus, l'ensemble des paramètres de fonctionnement ont été systématiquement relevés (on parle ici de la tension de régulation du cryogénérateur). Pour mémoire, les mesures de température sont rendues impossibles, du fait des interactions entre la Pt100 et le rayonnement des antennes qui perturbent ces mesures. La température de la diode vissée sous le disque en cuivre, reste quasiment constante au long de l'expérience, puisque c'est cette température qui donne la consigne de régulation en température du système.

La Figure III.20 illustre la variation de la tension de régulation pendant des simulations de séquences IRM (Figure III.12 (a) et (c)) dans le cas des résonateurs 2007- III et 2015- III. La tension reste constante pour des puissances faibles (4.10^{-5} et 4.10^{-2} W). A partir de $1{,}3.10^{-1}$ W, la tension se met à augmenter. Nous supposons que cette augmentation en tension permet d'apporter le froid nécessaire pour compenser l'élévation de température du supraconducteur. Ces augmentations de tension correspondent coïncide avec les étapes d'excitation des simulations de séquences. Les variations de tension ne sont observables que pour des séquences dont le temps d'excitation à forte puissance est long, le banc d'expérimentation développé dans le cadre de cette thèse ne permet pas d'accéder aux paramètres du cryogénérateur avec un échantillonnage de l'ordre de la µsec.

Après la mise en place du filtre (Chapitre II.F.2), nous avons mis en évidence la correspondance entre l'échauffement au niveau de la Pt100 et l'augmentation de la tension de régulation. Cela a permis une estimation de l'augmentation de la température : à une augmentation de température de 0,2 V correspond une augmentation de température de 0,06 K au niveau de la Pt100.

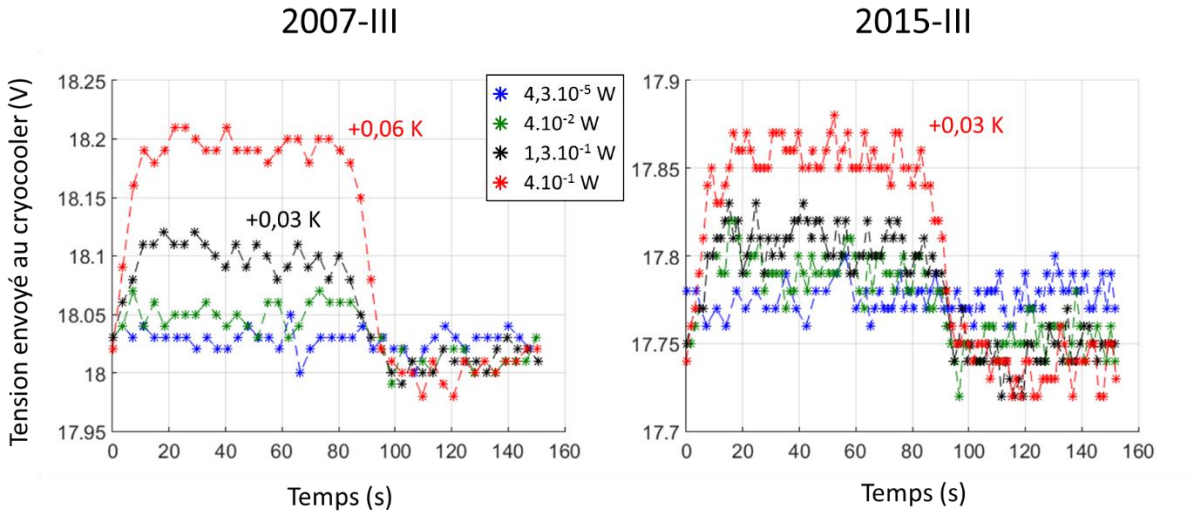

Figure III.20 : Evolution de la tension envoyée au cryocooler, lors d'une simulation de séquence IRM pour différentes puissances radiofréquences à 70 K pour les résonateurs 2007- III et 2015- III (résonateurs constriction de 20×100 µm², respectivement d'épaisseur 300 et 50 nm).

Le Tableau III-3 regroupe les puissances radiofréquences à partir desquelles la tension envoyée au cryocooler augmente. On constate que les résonateurs 50 nm présentent des signes d'échauffement à des puissances plus faibles à 60 K qu'à 70 K. Mis à part le résonateur 2007- III, tous les autres résonateurs de 300 nm d'épaisseur commencent à chauffer à partir de P_{inc}= 0,04 W, aux deux températures de 60 K et 70 K. Mais on suppose que l'expérience à

70 K sur ce résonateur a du altérer ses propriétés (ce qui tendrait à être confirmé par le fait qu'il est claqué au cours de l'expérience à 60 K, réalisé juste après). Nous ne considérerons donc pas cette valeur pour la suite de notre exploitation des résultats.

Tableau III-3 : Puissances radiofréquences à partir desquelles, la régulation du cryocooler commence à compenser l'augmentation de température du résonateur sous test.

		Constriction				
		I	III	XV		
Epaisseur	50 nm	0,017 W	0,017 W		60 K	Température
		0,04 W	0,04 W		70 K	
	300 nm	0,04 W	Pas de variation avant claquage[14]	0,04 W	60 K	
		0,04 W	0,017 W	0,04 W	70 K	

Les phénomènes de transition observés dans la partie F, n'apparaissent que pour deux résonateurs et à des puissances qui dépendent de la température. Bien que l'échauffement soit un phénomène présent lors des expériences, il ne peut pas expliquer à lui seul le comportement différent des résonateurs 2007- I (300 nm d'épaisseur, sans une constriction) et 2007- XV (300 nm d'épaisseur, avec une constriction de de 20×100 µm^2).

G. Analyse fréquentielle

Afin de comprendre les mécanismes de pertes résistives liées à l'augmentation de la puissance incidente, nous sommes revenus à des expériences plus classiques, en balayant la réponse en fréquence des résonateurs, pour différentes valeur de P_{inc}, et différentes températures. La Figure III.21 présente la mesure de $|\rho_{comp}|$ autour de la fréquence de résonance en fonction de la fréquence de toutes les antennes, à 70 et 60 K.

Deux phénomènes sont mis en évidence. Le décalage de la fréquence centrale quand la température augmente, et l'effondrement de la réponse en fréquence en fonction de la puissance incidente.

[14]Le résonateur 2007-III (300 nm d'épaisseur avec une constriction de 20x100 µm^2) a cessé de fonctionner avant de pouvoir observer un échauffement à 60 K. Puissance max observé : 0.011 W

Le décalage en fréquence observé dans la Figure III.9 est en bonne adéquation avec l'évolution de la fréquence en fonction de la température, mesurée dans la partie E.1 (figures III.9 et III.10).

A propos de l'effondrement de la réponse en fréquence (présenté Figure III.8), nous retrouvons naturellement le phénomène ici, exacerbé par l'augmentation de la température d'une part et l'amincissement de la couche d'YBaCuO. Ces résultats, qui ont motivé les mesures mono-fréquentielles, sont en accord avec ceux obtenus lors de l'étude mono-fréquentielle, avec un effondrement du coefficient de réflexion plus marqué pour les résonateurs minces (d'épaisseur de 50 nm).

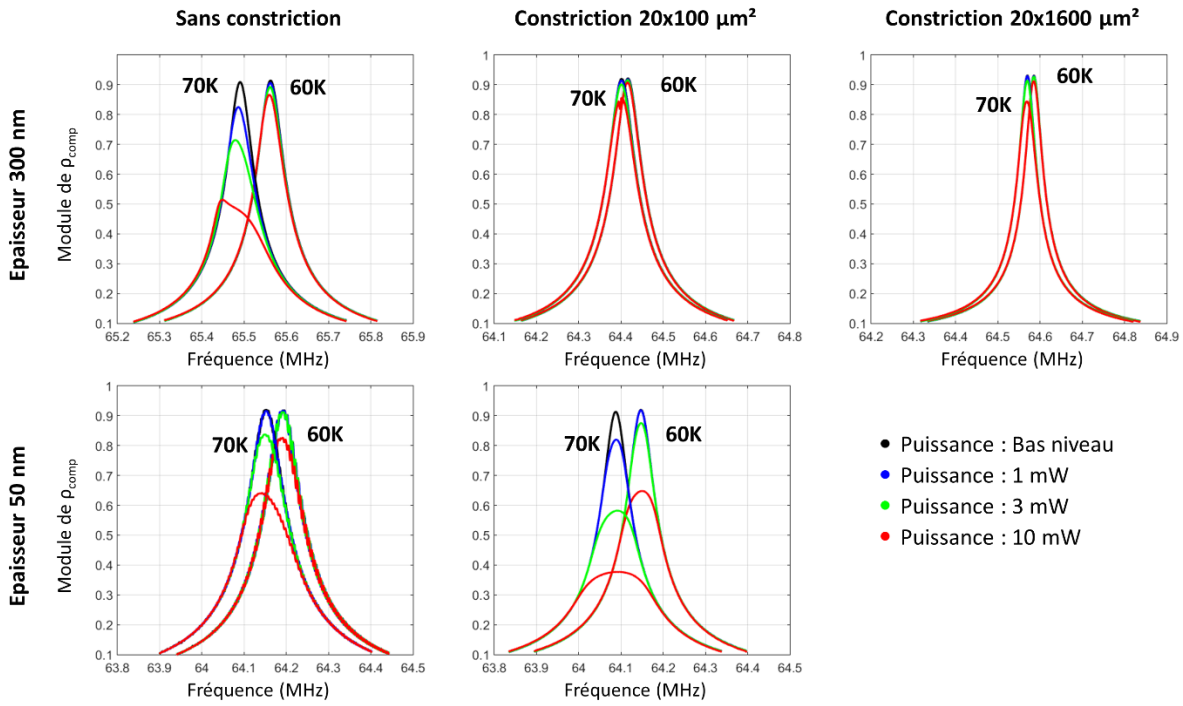

Figure III.21 : Analyse fréquentielle expérimentale des antennes supraconductrices étudiées. Le résonateur de 50 nm d'épaisseur sans constriction est le résonateur 2015- I A.

Dans ces gammes de puissance, l'effet de la constriction - entre les résonateurs 2007- III et 2007- XV est peu marqué. Pour le résonateur 2007- I (300 nm d'épaisseur, sans constriction), on retrouve le décalage important de la fréquence de résonance (Figure III.9.a) entre 60 et 70 K (bien expliqué par sa Tc plus élevée, 78,5 K vs 84 K pour les autres). Pour les résonateurs de 50 nm d'épaisseur on note une nette influence de la constriction sur l'effondrement de $|\rho_{comp}|$ entre les deux températures. De manière générale ces figures permettent d'avoir une perspective plus globale des modifications de ρ_{comp} (Figure III.13) autour de la fréquence de résonance de l'antenne et d'y associer des mécanismes de perte.

Pour illustrer cela, voici, Figure III.22, les résultats pour deux résonateurs a priori identiques, notés 2015-I A et 2015-I B.

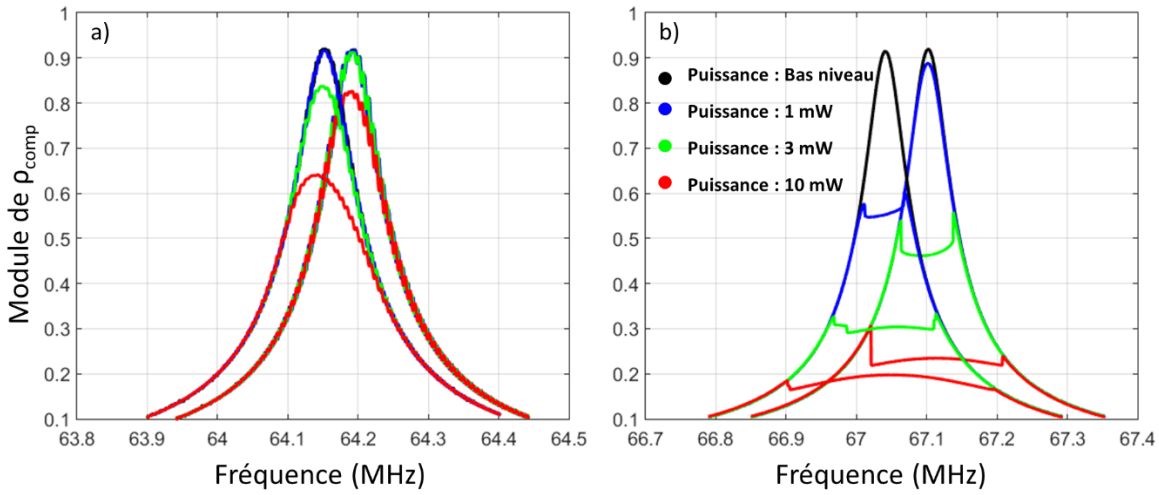

Figure III.22 : Analyse fréquentielle d'une antenne 2015- I (50 nm d'épaisseur, sans constriction) à sa première utilisation2015- I A (a) et après plusieurs expérimentations 2015- I A (b)

On observe une rupture marquée dans la réponse en fréquence. Ces ruptures apparaissent à des puissances faibles. La cause supposée de cette rupture est la présence de défauts accidentels. Cette rupture est légèrement visible sur deux autres résonateurs : 2007- III et 2015- III à des puissances plus élevées ; à partir de 10 mW pour 2007- III. On peut faire l'hypothèse que cette rupture est due à une pénétration de vortex à travers le défaut que nous avons induit dans ces résonateurs : ici la constriction de $20\times100\mu m^2$. On peut supposer que ce phénomène est visible pour les résonateurs avec des constrictions de $20\times100\ \mu m^2$, à des puissances plus faibles que pour d'autres tailles de constrictions. En effet comme nous l'avons présenté plus haut, la constriction la plus petite favorise l'augmentation locale de la densité de courant, combiné à une couche de 300 nm, 6 fois plus épaisses que son homologue le 2015-III, renforce la densité de flux magnétique autour de la constriction.

H. Discussion

Reprenons l'ensemble des observations faites précédemment. Nous ne considérerons pas par la suite le résonateur 2007-I dont nous n'avons que trop dit qu'il avait un comportement atypique, et ne peut donc pas rentrer dans le modèle physique expliquant les mécanismes observés.

L'évolution de la ρ_{comp} en fonction de la puissance incidente se caractérise par un palier à basse puissance < P_{seuil}, qu'on appelle régime linéaire. Au-delà de P_{seuil}, (0,3 mW < P_{seuil} à 60 K et 0,05 mW < P_{seuil} à 70 K), on observe une évolution de de ρ_{comp}, tant pour son module, que pour sa phase.

En régime linéaire, nous avons mesuré la valeur de la résistance R_A de l'ordre de 0,06 Ω, ce qui correspond à une résistance de surface du matériau supraconducteur R_{surf} ($R_{surf} = R_A.l/w$, (Ginefri et al., 1999b)). On obtient donc une résistance de surface d'environ 31 µΩ, à bas niveaux de puissance. Ces valeurs sont plus élevées que celles obtenues par Ginefri et al. à 77 K à 52 MHz. Cependant elles semblent être en accord avec celles obtenues pour des résonateurs ayant été fabriqués par co-évaporation (comme ceux utilisés dans cette thèse) (Oates et al., 1990).

Au-delà de P_{seuil}, (0,3 mW<P_{seuil} à 60 K et 0,05 mW<P_{seuil} à 70 K), l'évolution de ρ_{comp} implique une modification de R_A et X_A.

X_A est proportionnelle au sinus de la phase de ρ_{comp} (Équation III.14) et modélise les variations de la capacité et de l'inductance de l'antenne. La capacité de l'antenne ne dépendant pas du comportement non-linéaire du matériau supraconducteur (Girard et al., 2007), les variations de la réactance de l'antenne sont donc directement liées aux variations de l'inductance de l'antenne. A l'aide de l'Équation III.14, nous avons pu estimer une variation de l'inductance inférieure à 0,1 % pour l'ensemble des résonateurs.

En augmentant la puissance, le courant augmente dans les pistes supraconductrices, favorisant ainsi la pénétration de vortex. L'augmentation de la densité de vortex cause un réarrangement du courant qui se traduit par une modification de l'inductance, on parle classiquement d'inductance cinétique. La variation d'inductance est plus importante pour les pistes de 300 nm d'épaisseur que pour celle de 50 nm, à cause du plus grand nombre de possibilités de réarrangement du courant. On note, de plus, que l'inductance des résonateurs de 50 nm diminue là ou ceux de 300 nm augmente. Ce sont des effets différents qui modifient l'inductance pour les deux épaisseurs. D'après la Figure III.9, l'augmentation de la température entraîne une diminution de la fréquence de résonance. Ainsi la pénétration des vortex dans les couches minces (liée à l'augmentation de la température) devrait entraîner une augmentation de l'inductance (diminution de la fréquence). Pour les couches de 50 nm d'épaisseur, la pénétration des vortex n'est pas le phénomène responsable de la modification

de l'inductance. Le décalage de la fréquence de résonance mesuré Figure III.9, Δf < 20 kHz à 60 K et Δf < 30 kHz à70 K, met en évidence que l'inductance L_A n'est a priori pas constante. En revanche ses variations sont suffisamment faibles pour les considérer comme négligeables (Figure III.14 et hypothèse de travail).

L'augmentation de R_A avec la puissance est un phénomène observé par de nombreuses équipes depuis plus de vingt ans dans le domaine des micro-ondes (Clem and Sanchez, 1994; Kermorvant et al., 2009; Nguyen et al., 1995; Wosik et al., 1997b) et peut être attribué à au moins quatre phénomènes :

(i) la brisure de paires de Cooper lorsque la fréquence en jeu approche celle du gap supraconducteur,

(ii) les pertes hystérétiques dues à la présence de « weak-links », agissant comme des jonctions tunnel, dans la couche mince,

(iii) l'augmentation de la température de l'antenne suite à la dissipation d'énergie sous l'effet de la puissance (Kermorvant et al., 2009; Wosik et al., 1997b),

(iv) les pertes hystérétiques dues à la pénétration de vortex dans le supraconducteur.

On peut écarter la brisure des paires de Cooper par approche du gap, nous travaillons à une fréquence de 64 MHz et le gap de l'YBaCuO est à une fréquence de l'ordre du THz (Friedl et al., 1990), soit plus de quatre ordres de grandeurs au-dessus de la fréquence mis en jeu lors des expériences. La présence de « weak links » est mise de côté pour l'instant, en effet l'imagerie magnéto-optique des résonateurs ne révèle pas de pénétration de vortex ailleurs que depuis les bords des pistes (en régime statique). Cette hypothèse n'est toutefois pas totalement exclue, elle pourrait expliquer la rupture de la réponse en fréquence observé Figure III.22 pour le résonateur 2015- I B typiquement.

Nous avons observé, pour le résonateur 50 nm 2015- I, Un modification importante de sa phase, ainsi qu'un rapport P_{inc}/P différent des autres résonateurs. Ce résonateur n'a pas été testé au même moment que les autres, et les conditions expérimentales ont pu être légèrement modifiées. Il présente en revanche des résultats cohérents avec les autres résonateurs en ce qui concerne son facteur de qualité et son étude en fréquence. On peut supposer que les variations observées pour ce résonateur dans la Figure III.13 sont dues aux

conditions d'expérimentation. Quant au résonateur 300 nm 2007- I, ses résultats ne sont similaires à aucun autre résonateur. On supposera que cette différence de résultat est plus due aux propriétés dégradées du matériau supraconducteur de cette antenne.

Sous l'effet de la puissance, la température de l'antenne va augmenter (Kermorvant et al., 2009; Wosik et al., 1997a). D'après le Tableau III-3, tous les résonateurs sont concernés par l'augmentation de leur température avec celle de la puissance. Cette variation de température de l'antenne pourrait expliquer l'augmentation de la résistance de l'antenne et la diminution de son facteur de qualité. D'après la Figure III.9, la résistance et le facteur de qualité sont quasiment constant jusqu'à 75 K pour le résonateur 2007- I et 80 K pour les autres résonateurs. La température de l'antenne lors des simulations de séquence IRM varie, mais ces variations de température restent inférieures à 0,25 K. Ainsi les variations de température ne sont pas suffisantes pour expliquer à elle seule la sortie du régime linéaire.

Le dernier phénomène pouvant être responsable de l'augmentation de la résistance de l'antenne est la pénétration des vortex au sein du supraconducteur. D'après le modèle de Clem & Sanchez (Clem and Sanchez, 1994), basé sur la pénétration des vortex selon le modèle de Bean, la résistance d'une couche mince supraconductrice présente deux comportements dépendant de la valeur de l'amplitude du champ magnétique appliqué h_0 par rapport au champ caractéristique H^*. Dans notre cas, le champ caractéristique vaut, pour les résonateurs 300 nm $\mu_0 H^*_{300}$=3,6 mT et pour les résonateurs 50 nm $\mu_0 H^*_{50}$=0,6 mT, à 77 K.

-$h_0 < H^*$, $R_A \propto h_0^2$, i.e. proportionnel puissance.

-$h_0 > H^*$, $R_A \propto 1/h_0$.

Dans notre configuration, les champs magnétiques mis en jeu lors des expérimentations menées sont inférieurs à ces champs caractéristiques ($\mu_0 H_{max}$=5,9 µT). On peut faire l'hypothèse d'une relation de proportionnalité entre la résistance de l'antenne et la puissance dissipée dans l'antenne.

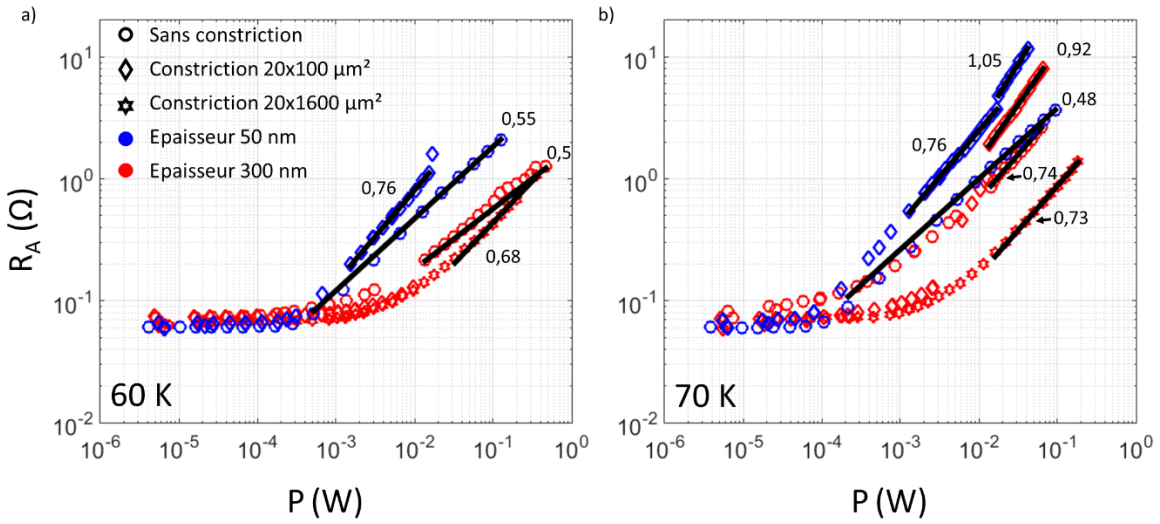

Figure III.23 : Résistance de l'antenne en fonction de la puissance dissipée (Équation III.11) à 60 K (a) et à 70 K (b). Les exposants m indiqués sur les courbes sont ceux obtenus après un ajustement en loi de puissance : $R_A=k \times P^m$.

La Figure III.23 présente la résistance de l'antenne supraconductrice en fonction de la puissance dissipée (Équation III.11). Pour $P > P_{seuil}$, nous avons extrait de ces courbes, une loi de puissance $R_A=k \times P^m$, avec à un ajustement de la partie non-linéaire. Cet ajustement est représentée par des segments noirs et la valeur indiquée représente l'exposant m. Les résultats obtenus donnent un exposant compris entre 0,48 et 1,05. D'après Clem *et al.* (Clem and Sanchez, 1994) l'exposant m devrait être égale à 1. Nous avons émis deux hypothèses pour expliquer cette différence :

-la variation du courant le long des pistes de l'antenne

-l'hétérogénéité du champ délivré par le coupleur.

Le résonateur supraconducteur est excité à sa fréquence de résonance, il y a donc un courant induit au sein des pistes. Ce courant n'est pas constant sur toute la longueur de la piste, il a été simulé par élément fini dans le cadre de la thèse de Simon Lambert pour des géométries similaires (résonateur à ligne de transmission de 5 tours). Le courant est nul aux extrémités des pistes et est maximum au centre de la piste, la Figure III.24 présente la distribution du courant dans les résonateurs supraconducteurs utilisés (Lambert, 2011).

Ceci étant, on remarque que les résonateurs 2007- III et 2015- III présentent des résultats proches du modèle de Clem & Sanchez. Ils possèdent tous deux une constriction de 20×100 µm^2. Les constrictions ont été placées aux emplacements de la piste où le courant est maximal. Dans ces deux cas, la dissipation dans les résonateurs est décrite par la pénétration

des vortex au sein du matériau selon le modèle de Bean. On en déduit que pour des constrictions de cette longueur, le phénomène de dissipation et donc d'augmentation de la résistance, est dominé par la constriction (cette hypothèse est intuitive si on considère la piste comme une succession de résistance en série). La constriction qui a été dessiné présente deux angles droits et la présence d'angle droit dans le motif d'un matériau supraconducteur entraîne une augmentation du courant en ce point (Kermorvant, Julien, 2010; Schuster et al., 1996). L'effet de la constriction est donc d'autant plus important que cette constriction est courte. Pour les autres résonateurs (2007- I, 2007- XV et 2015- I), on peut supposer que la pénétration des vortex à l'intérieur des autres résonateurs ne suit pas le modèle de Bean (Bean, 1962) – sur lequel celui de Clem & Sanchez s'appuie.

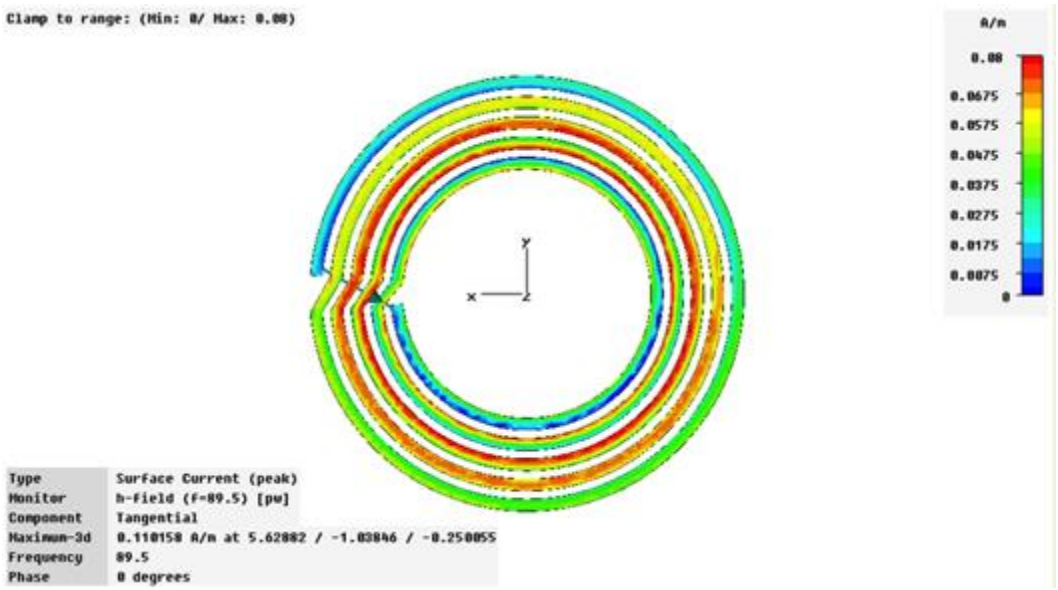

Figure III.24 : Courant de surface pour un résonateur à ligne de transmission de 5 tours. Les nuances de rouge indiquent un fort courant et celles de bleu un faible courant.

De plus, on remarque des ruptures de la continuité pour les courbes de la résistance en fonction de la puissance pour les résonateurs avec des constrictions (phénomène très marqué sur le résonateur 2007- III à 70 K, aux puissances transmises de 3 mW et 10 mW, Figure III.23).

Des études magnéto-optiques (stage de M1, Gaétan Galisot), en champ statique ont permis d'observer un bouclage du courant au-dessus d'un certain champ magnétique appliqué au niveau des constrictions. La Figure III.25 présente la densité de courant observé, avec le banc de magnéto-optique décrit dans le chapitre Chapitre IV, sur un résonateur supraconducteur de 300 nm d'épaisseur avec une constriction de 20×500 µm^2 pour un champ statique de 43 mT. L'encart a) présente l'image originale obtenue, les encarts b) et c)

présentent respectivement les composantes du courant parallèle et perpendiculaire à la piste. Les densités de courants sont obtenues à partir de la pénétration du estimée dans l'image magnéto-optique. Le bouclage du courant au niveau des constrictions expliquerait les sauts de résistance observés : au-dessus d'une certaine puissance, une partie du courant est réfléchie au niveau de la constriction entraînant la réflexion d'une partie de la puissance incidente à une fréquence différente de celle du signal incident. Le résonateur SHTC résonnerait alors à deux fréquences de résonance à 64 MHZ (sa première fréquence de résonance) et à 98 MHz (la fréquence des résonateurs dont la constriction a cédé). Par conséquent, ρ_{comp} à la fréquence (fixe) de mesure est modifié et une nouvelle fréquence de résonance apparait.

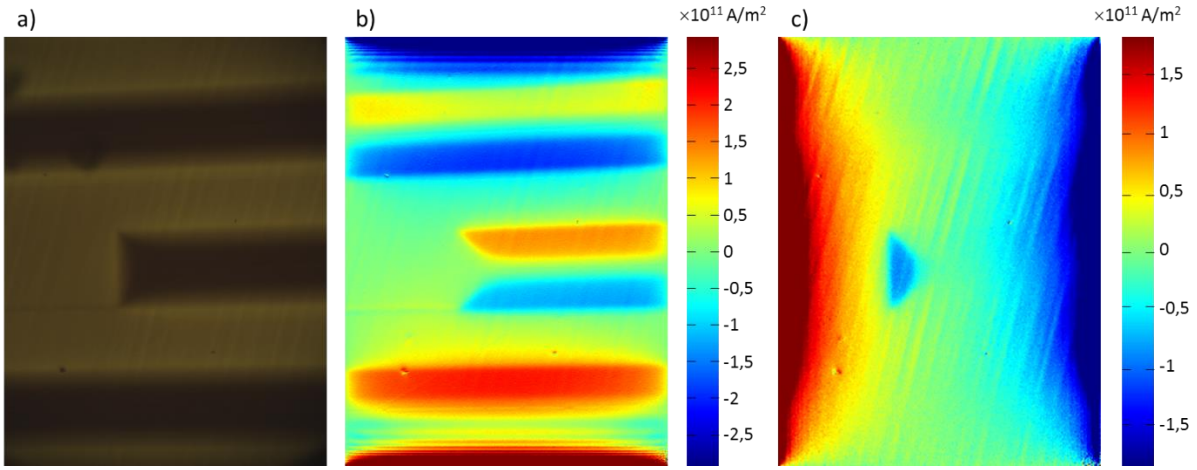

Figure III.25 : (a) Imagerie magnéto-optique de la constriction d'un résonateur SHTC sous un champ de 43 mT à une température de 25 K. L'intensité lumineuse représente l'intensité du champ magnétique au niveau du résonateur. Les parties lumineuses (perméables au champ magnétique) représente le substrat. La piste supraconductrice est en noir (champ magnétique nul : déviation du champ magnétique due à l'effet Meissner), Le rehaussement du signal lumineux autour de la piste est dû au diamagnétisme du supraconducteur. (b) Composante parallèle à la piste de la densité de courant obtenue à partir de l'image de magnéto-optique. Les nuances de rouge et de bleu représentent le courant traversant la piste exposée en (a) horizontalement. (c) Composante parallèle à la piste de la densité de courant obtenue à partir de l'image de magnéto-optique. Les nuances de rouge et de bleu représentent le courant traversant la piste exposée en (a) verticalement.

Revenons à la seconde hypothèse, la sonde de couplage décrite dans la partie C, est une boucle de 1,2 cm de diamètre. En supposant que le coupleur est parcouru par un courant continu de 160 mA équivalent à P_{inc}=1,28 W, nous avons simulé (Jackson, 1975) les composantes cylindriques du champ magnétique (B_r et B_z, B_φ étant nulle) vu par le résonateur supraconducteur situé 6 mm en dessous de la boucle. Nous faisons ici l'approximation d'un régime quasi-stationnaire, la longueur d'onde mise en jeu pour une fréquence de 64 MHz étant bien supérieure à la taille du résonateur, de plus nous considérons la boucle de couplage

et le résonateur supraconducteur sont coaxiaux. La Figure III.26 représente la répartition du champ dans la piste supérieur du résonateur supraconducteur.

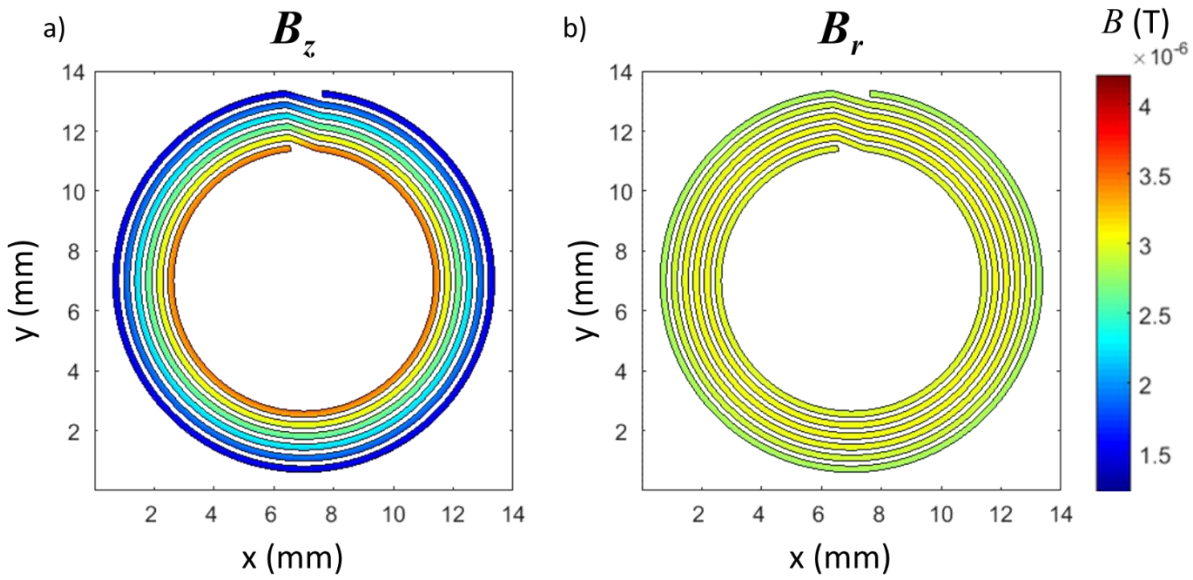

Figure III.26 : Modélisation du champ magnétique créé par le coupleur, parcouru par un courant de 160 mA, au niveau du résonateur supraconducteur, a) composante B_z du champ magnétique, b) composante B_r.

La non-homogénéité du champ magnétique perçu par les résonateurs testés provoque une pénétration hétérogène des vortex le long de la piste. De plus, dans les expériences menées, les champs magnétiques - calculés au centre de l'antenne - mis en jeu varient entre 6.10^{-10} T et $5{,}9.10^{-6}$ T. D'après Brandt *et al*. (Brandt et al., 1993), à $5{,}9.10^{-6}$ T, la pénétration du champ à l'intérieur d'une piste de 240 µm de large et 300 nm d'épaisseur est de 0,14 nm. Pour une piste épaisse de 50 nm, elle est de 3,8 nm. D'après van der Beek *et al.* (van der Beek et al., 1993), les vortex oscillent avec une amplitude de 3,85 nm dans les couches de 300 nm d'épaisseur et pour celles de 50 nm l'amplitude est de 23 nm. Le résonateur est refroidi en présence d'un champ parasite de 115 mT. Ce champ parasite va déterminer la distance séparant deux vortex, qui sera de 144 µm. Dans tous les cas, les vortex sont suffisamment éloignés les uns des autres et leurs mouvements suffisamment faibles, pour qu'on puisse considérer leurs interactions comme nulles. En prenant en compte ces paramètres, on comprend pourquoi le modèle de Bean ne peut pas être utilisé pour décrire la pénétration du flux magnétique au sein des antennes supraconductrices (2007- I, 2007- XV et 2015- I) et donc les pertes provoquées.

En nous appuyant sur nos conditions expérimentales, nous avons tenté d'établir un modèle décrivant les pertes observées dans les résonateurs présentés. Ce modèle s'appuie

sur le mouvement d'un vortex à l'intérieur d'une piste supraconductrice sous l'effet de la variation de champ.

Le premier modèle imaginé repose sur l'hypothèse du déplacement du vortex dans la couche supraconductrice. Le vortex présent à l'intérieur du matériau supraconducteur (refroidit en présence d'un champ parasite) est soumis à la force créée par la densité de courant Meissner générée sous l'influence du champ radiofréquence. En utilisant l'hypothèse d'un régime quasi-stationnaire, le champ radiofréquence est considéré comme un champ magnétique statique variant de manière sinusoïdale. Une fois la densité de courant critique, I_c, atteinte au niveau du vortex, celui-ci se mettra en mouvement. Pour chaque intensité de champ appliqué nous pouvons donc définir deux zones sur les pistes supraconductrices. La limite entre ces deux zones sera l'emplacement où la densité de courant sera atteinte pour le champ maximum appliqué (H_a), qui constituera l'avancée maximum des vortex depuis le bord du matériau supraconducteur sous l'influence du champ radiofréquence. Au-delà de cette limite et jusqu'au centre de l'antenne, les vortex présents se sont pas soumis à une densité de courant suffisamment importante pour se déplacer. L'aimantation induite par la présence des vortex dépendant de leurs positions, leurs mouvements influencent l'aimantation globale de l'antenne. On s'attend alors à observer une hystérésis au gré des cycles du champ radiofréquence. La Figure III.27 décrit le déplacement d'un vortex sous l'effet d'un champ magnétique oscillant. Pendant le premier quart de l'oscillation, le vortex pénètre à l'intérieur du matériau supraconducteur sous l'effet de la force exercée par le courant Meissner sur le vortex (encart (a) et (b)) – le vortex se trouve à la position $J = J_c$. (où J représente la densité de courant dû à l'effet Meissner et J_c la densité de courant critique du matériau supraconducteur). Le vortex trouve une position d'équilibre au maximum de l'oscillation (encart (c)). Entre le maximum et le minimum de l'oscillation de vortex ne se déplace plus (encart (d) et (e)), la densité de courant restant constamment inférieur à la densité de courant critique. Lorsque le champ appliqué est à son minimum ($-H_a$) la densité de courant est l'opposé de celle observé pour H_a ainsi le vortex est entrainé vers l'extérieur du supraconducteur (encart (f)). Embon *et al.* (Embon et al., 2015) ont étudié l'effet d'un champ oscillant sur la trajectoire d'un vortex dans un film de plomb. Ils ont mis en évidence le comportement hystérétique du mouvement de ce vortex (fonction du champ croissant ou décroissant), en soulignant le lien entre sa trajectoire et les puits de potentiel présents dans le film. En s'appuyant sur ce modèle on observe que pour le champ maximal au centre du résonateur

supraconducteur (6 µT), le vortex ne pénètre pas plus loin que 0,5 nm. Cette distance est plus faible que la longueur de cohérence ξ du vortex. Ce modèle ne peut donc pas être appliqué à nos expériences.

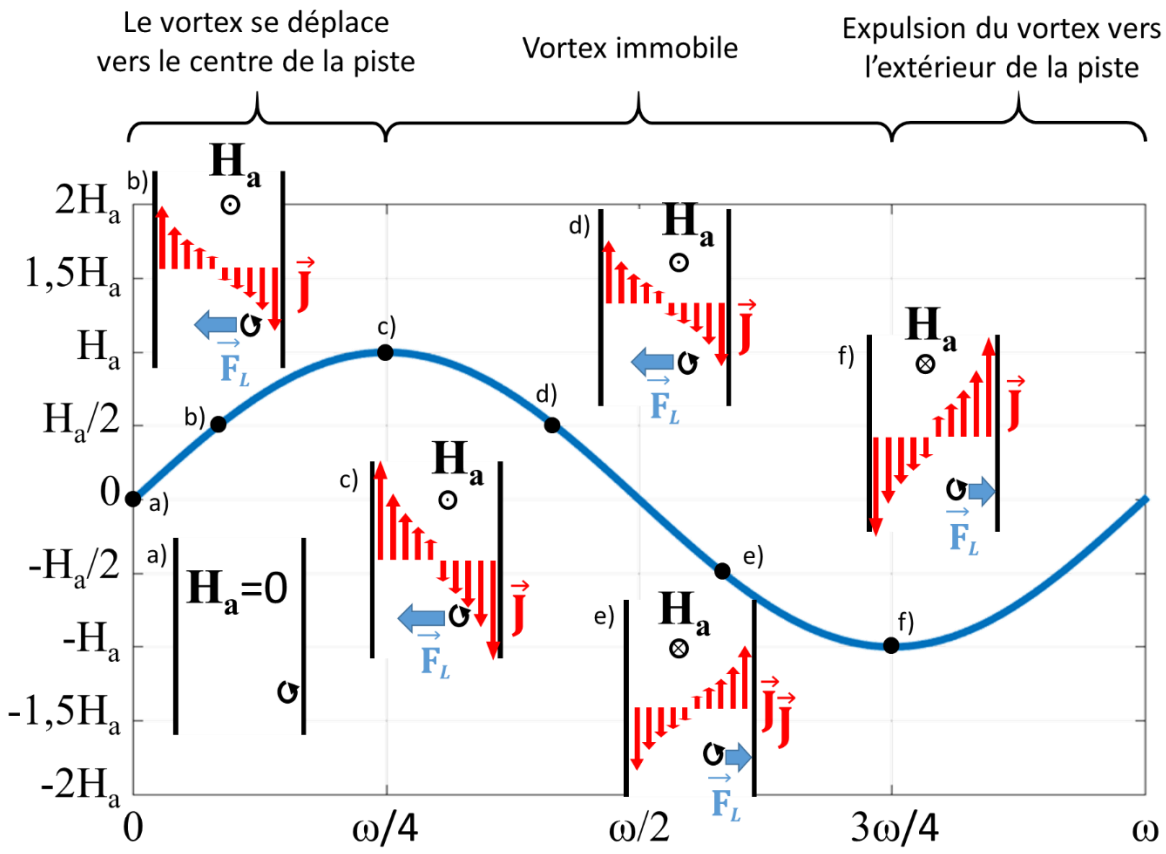

Figure III.27 : Déplacement du vortex pendant un cycle du champ radiofréquence H_a. Pendant le premier quart du cycle le vortex est entrainé vers l'intérieur de la piste supraconductrice (a, b et c). Pendant le deuxième et le troisième quart du cycle le vortex est immobile (d et e). Pendant le dernier quart le vortex est expulsé de la piste supraconductrice (f).

Le modèle précédent ne s'étant pas révélé concluant, on se tourne à présent vers un modèle ou le mouvement des vortex se limiterait au défaut les piégeant. Kawamura *et al.* (Kawamura et al., 2017) se sont intéressé à la tension en fonction d'un courant alternatif dans un cristal de NbS_2. Dans leur étude, ils font le lien entre la fréquence, l'intensité du signal (donc celles de l'oscillation des vortex dans leur puits de potentiel), le régime de non linéarité et la taille des défauts piégeant les vortex. Ils identifient un phénomène non-linéaire dû aux oscillations du courant (absent pour un courant continu), l'évolution de la résistance dépendant de la fréquence à laquelle les expériences sont menées. Ils attribuent ces variations de résistances aux oscillations des vortex dans les défauts dans lesquelles ils sont piégés. L'évolution de la résistance devient à nouveau linéaire avec l'augmentation du courant, lorsque les vortex sortent de leurs défauts. Cette hypothèse semble en accord avec ce que

nous avons étudié jusqu'à présent. Dans nos expériences, le champ appliqué est insuffisant pour faire sortir les vortex de leurs défauts mais l'oscillation de ceux-ci à l'intérieur de leur défaut provoque une augmentation non linéaire de la résistance. Il faut néanmoins noter que les conditions expérimentales des deux expériences diffèrent sur quelques points : ils travaillent sur un cristal de NbS_2 pour des fréquences variantes de 2 kHz à 250 kHz alors que nous étudions des couches minces d'YBCO à 64 MHz.

De manière générale, on observe que la puissance seuil des résonateurs de 300 nm est plus élevée que celle des résonateurs de 50 nm. Le champ caractéristique, H^*, introduit par Brandt *et al.* (Brandt et al., 1993), diminue avec l'épaisseur du matériau supraconducteur. Ainsi les résonateurs de 50 nm d'épaisseur présentent une densité de vortex plus importante que ceux de 300 nm. C'est ce champ caractéristique H^* qui va déterminer la puissance incidente à laquelle les résonateurs vont sortir du régime linéaire.

I. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons développé une expérience qui permet d'évaluer les non linéarités des antennes RF SHTC en fonction de la température de fonctionnement et de la puissance transmise à l'antenne. Cette expérience a été menée sur des antennes de différentes géométries et avec des épaisseurs de matériau supraconducteur de 50 et 300 nm. Nous avons pu apprécier que l'élément le plus efficace pour exacerber cet effet non linéaire est l'épaisseur du matériau. A 70 K, pour P=0,4 W et pour la géométrie avec une fente de 300 µm, la valeur de R_{50nm} = 12 Ω quand celle pour une épaisseur de 300nm est de 8 Ω (Figure III.28.a). L'effet de la géométrie (constriction) quant à lui est moins efficace pour diminuer le facteur de qualité de l'antenne à fort niveau de puissance (R vaut respectivement 10 Ω et 3,8 Ω, pour des résonateurs de 50 nm d'épaisseur avec et sans constriction à 70 K et à une puissance de 325 mW) (Figure III.28.b). Finalement l'effet de la température, en s'approchant de la température critique est également un bon moyen d'atteindre notre objectif (Figure III.28.c). Nous avons également effectué des mesures, non présentées dans ce travail de thèse, à 80 K, proche de la T_C (84 K). A 80 K, l'effet de non linéarité est clairement exacerbé, à partir d'un $Pseuil$ de l'ordre de 10^{-6} W ($Pseuil@60\ K \approx 3.10^{-4}$ W et $Pseuil@70\ K \approx 1.10^{-4}$ W) et permet d'atteindre des Q de 50 à des niveaux de puissance de 1 W.

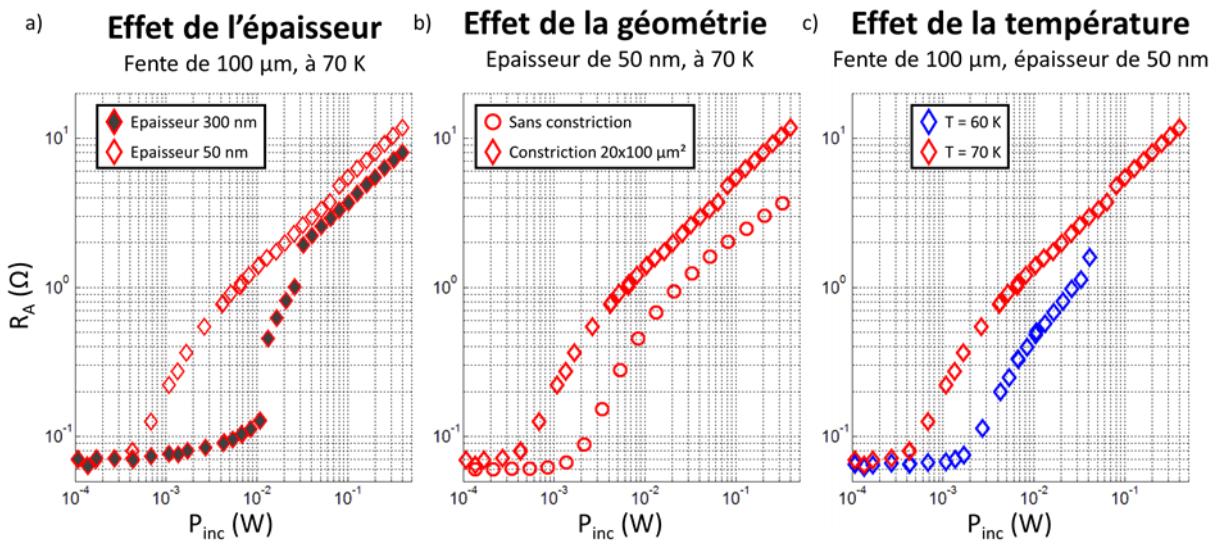

*Figure III.28 : (a) comparaison de l'évolution de la résistance de résonateurs d'épaisseur différentes (300 nm - losange plein, 50 nm - losange vide) avec une constriction (**20x100 µm²**), à 70 K. (b) comparaison de l'évolution de la résistance de résonateurs de géométries différentes (sans constriction - cercle, constriction (**20x100 µm²**) - losange) d'épaisseur 50 nm, à 70 K. (c) comparaison de l'évolution de la résistance du même résonateur (50 nm d'épaisseur ; constriction : **20x100 µm²**) à deux températures différentes (60 K en bleu, 70 K en rouge).*

Une deuxième étape était d'évaluer le temps de transition entre les états dissipatif (puissance élevée) et Meissner (puissance faible). Nous avons pour cela développé un protocole d'acquisition type « séquence d'IRM » (Figure III.11). Compte tenu de ce protocole, dans la configuration temps d'excitation de 10 msec et une acquisition toutes les 12 µsec, nous ne sommes pas capable d'observer ces transitions. Nous en concluons que du point de vue commutation, cette approche de découplage est compatible avec des séquences d'IRM standard.

D'autre part, nous avons cherché à isoler le phénomène responsable des pertes dans les résonateurs supraconducteurs. Il semblerait que l'augmentation de la température due à la puissance RF soit insuffisante pour être responsable de l'augmentation de la résistance observée. Nous avons mesuré l'évolution de la température proche de l'antenne RF (sur le disque en Saphir, support, et nous n'avons pas relevé de modification notable de température).

A priori le phénomène à l'origine de ces pertes serait le mouvement des vortex. Les puissances misent en jeu dans ces expériences étant trop faibles pour pouvoir utiliser le modèle de Bean (la distance entre les vortex est supérieure à la longueur de pénétration λ), nous avons cherché à comprendre quels types de mouvement des vortex pouvaient entraîner une telle diminution du facteur de qualité. Le modèle le plus adapté aux résultats obtenus

serait celui se basant sur le mouvement d'un vortex à l'intérieur du défaut dans lequel il serait piégé.

Afin de confirmer le modèle développé, il serait également intéressant d'observer le mouvement des vortex sous l'influence d'un champ radiofréquence grâce à l'imagerie magnéto-optique en champ et hors champ magnétique statique. La présence d'un champ magnétique statique entraînera une modification importante du comportement des résonateurs avec l'augmentation de la densité de vortex.

Enfin pour reprendre notre question liée au découplage, nous nous sommes fixés un facteur de qualité d'environs 10. Pour le moment, en champ terrestre, le facteur de qualité le plus bas est obtenu pour une puissance incidente de 0,4 W est de 155±35 pour le résonateur 50 nm avec une constriction de 20×100 µm^2. Cette puissance correspond à un champ moyen de 3,3 µT au centre du résonateur. Si on considère que la tendance reste la même, pour atteindre un Q de 10 il faudrait un champ B_1 de 35 µT. Comme cela a été indiqué dans le premier chapitre le champ nécessaire à la bascule de l'aimantation d'un angle est inversement proportionnelle au temps d'application du pulse. Ainsi pour avoir une bascule de 90° de l'aimantation avec un B_1 de 35 µT, le temps de l'impulsion sera de 170 µs.

Gardons en tête que le champ magnétique B_1 a été évalué pour un coupleur de surface, générant un champ hétérogène contrairement à l'antenne volumique qui sera utilisé pendant la phase d'excitation. Cette configuration devrait être plus efficace pour la désactivation du résonateur SHTC.

Ceci étant, les puissances supérieures à celles présentées ici sont difficiles à explorer avec nos antennes, deux des trois antennes possédant une constriction ont cessé de fonctionner pendant les expérimentations : 2007- III à 43 mW à 60 K et 2007- XV à 300 mW à 60 K. En revanche les expériences ont été menées « hors champ », ou plutôt en champ terrestre. On peut imaginer que travailler en champ statique B_0 va « protéger » les résonateurs de ces claquages, le champ statique entraînera une résistance plus élevée sur l'ensemble du résonateur.

Enfin, si l'on se réfère aux travaux d'Olivier Girard (Olivier GIRARD, 2008), qui a étudié l'effet des non linéarité d'un résonateur SHTC de même géométrie que les nôtres (300 nm d'épaisseur, sans constriction), hors champ et à 1,5 T, à 80 K, il met en évidence que le rapport des résistances sous un champ magnétique statique de 1,5 T et Hors Champ (HC)

$R_{A@1,5T}$ = 1,3 × $R_{A@HC}$, à peu près constant pour des puissances transmises variant de 10^{-3}W au W. Considérant cela, nous pouvons extrapoler que dans le cas présenté plus haut, le Q atteint serait de 130 à 1,5 T pour une impulsion RF de 3,3 µT.

L'utilisation de fente rectangulaire pour augmenter la densité de courant au sein du résonateur supraconducteur s'est révélée efficace dans la diminution du facteur de qualité. L'utilisation de géométrie différente pour favoriser la pénétration du flux magnétique utilisant le même phénomène de concavité (Schuster et al., 1996) serait une piste à suivre. La prochaine étape de cette étude serait la mise en œuvre du découplage lors d'une acquisition IRM sur un fantôme quantitatif.

Chapitre IV. Etude magnéto-optique de la progression de vortex

A. Introduction

L'objectif de ce travail de thèse est de définir puis de mettre en œuvre des méthodes pour diminuer le facteur de qualité des résonateurs supraconducteurs lors de la phase d'émission d'une séquence IRM. Le chapitre précédent présente une technique permettant de diminuer le facteur de qualité des résonateurs supraconducteurs en modifiant leur géométrie. Dans ce chapitre nous nous intéressons à une nouvelle voie qui explore la modification des propriétés du matériau supraconducteur. Nous avons ainsi étudié l'effet - sur la pénétration des vortex au sein de l'YBaCuO - du type de gravure lors du façonnage des bords de l'échantillon. Sachant que l'irradiation d'ions lourds provoque une augmentation de la résistance de surface dans les supraconducteurs (Wosik et al., 1999), nous nous sommes également intéressés à l'effet de l'irradiation aux ions lourds ($^{207}Pb^{56+}$) sur la pénétration du flux magnétique.

La diffusion non-linéaire des vortex magnétiques dans les supraconducteurs de type II limite le courant critique dans les films et les câbles supraconducteurs, ainsi que du bruit électromagnétique dans les couches minces supraconductrices. De ce fait, cette diffusion a été étudiée depuis plusieurs dizaines d'années (Anderson and Kim, 1964; Beasley et al., 1969; Gilchrist and van der Beek, 1994; Hagen et al., 1989; Schnack et al., 1993; Yeshurun and Malozemoff, 1988). L'évolution temporelle de la densité de vortex, accompagnée de celle de la densité de courant d'écrantage locale, renseigne sur le mécanisme de dépiégeage thermique et, de façon plus générale, sur le type de piégeage de flux à l'origine du courant critique (Geshkenbein and Larkin, 1989; Vinokur et al., 1991). L'hypothèse avancée est que le mouvement thermiquement activé du système de vortex à travers le désordre trempé présent dans le matériau supraconducteur détermine l'allure des caractéristiques courant-tension du supraconducteur (Feigel'man et al., 1989; Fisher et al., 1991). La non-linéarité de ces caractéristiques mène à un mode de pénétration du flux magnétique particulier, propre aux matériaux supraconducteurs, décrit par le modèle de Bean (Bean, 1962). En présence de piégeage, la densité de vortex est telle que la densité de courant électrique (du courant d'écrantage) est constante dans les régions pénétrées par le flux magnétique, et égale à la

densité de courant critique j_c. Les zones pénétrées par le flux magnétique sont séparées de la zone dans l'état Meissner par un front de flux bien défini. Celui-ci correspond à l'avancée maximale des lignes de flux dans le matériau supraconducteur. En général, le front de flux est , tout comme les vortex eux-mêmes, « rugueux », c'est-à-dire que, soumis au désordre du matériau sous-jacent, il comporte de nombreux écarts aléatoires par rapport à sa position moyenne (Surdeanu et al., 1999). L'ampleur de ces écarts est déterminée par les caractéristiques du désordre dans lequel les vortex progressent, ainsi que par les interactions entre vortex et entre les vortex et le courant d'écrantage. La rugosité du front de flux déterminera, *in fine*, le premier transit de vortex à travers des dispositifs mésoscopiques façonnés à partir de couches minces supraconductrices, et donc le bruit dû au flux. C'est le cas des antennes utilisées dans ce travail.

La progression du front de flux magnétique porté par les vortex à l'intérieur des matériaux supraconducteurs présente des similitudes importantes avec les phénomènes de mouillage (Bonn et al., 2009), de propagation des parois de domaine (Guyonnet et al., 2012; Lemerle et al., 1998), et de criticalité auto-organisée de systèmes aussi divers que les feux de forêt (Chen and Bak, 2000), les amoncellements de grains sable ou de riz (Aegerter, 2003) ou les réseaux fluviaux ramifiés (Bassler et al., 1999). La ramification de toutes ces structures est généralement décrite par des équations de diffusion non linéaires, adaptées à la description de la progression du front dans le système particulier étudié. Surdeanu *et al.* (Surdeanu et al., 1999) ont été les premiers à montrer, qu'en fonction de la distance (ou hauteur h) de pénétration du front de pénétration de vortex dans des couches minces supraconductrices d'$YBa_2Cu_3O_7$, l'évolution pouvait être décrite soit par le modèle DPD (Directed Percolation Depinning), soit par l'équation KPZ (Kardar-Parisis-Zhang) (Kardar et al., 1986) :

$$\frac{\partial h}{\partial t} = \nu \nabla^2 h + \mu(\nabla h)^2 + \eta(x,h;t) + F \qquad \textit{Équation IV.1}$$

Dans le modèle KPZ, la diffusion est modifiée par une composante de croissance, perpendiculaire à l'interface, et représentée par le terme $\mu(\nabla h)^2$, qui, dans les supraconducteurs, peut être considérée comme la conséquence de la nature vectorielle de la force de Lorentz sur les vortex. Les corrélations du terme de bruit stochastique $\eta(x,h;t)$ sont considérées gaussiennes, avec $\langle \eta(x,h;\ t)\eta(x',h';t')\rangle = 2D\ \delta\ (x - x')(h - h')\delta(t - t')$, ce qui correspond à un désordre ponctuel non corrélé. Dans les supraconducteurs, le terme de bruit traduit le désordre trempé présent dans l'échantillon ; il est considéré comme indépendant

du temps, d'où $\eta = \eta(x;h)$. On parle alors de l'équation KPZ « trempée » (Quenched KPZ equation). En revanche, la prise en compte d'un désordre thermique « recuit » (« annealed ») à l'origine du dépiégeage thermique est décrit par $\eta = \eta(t)$. Des travaux plus récents (C.M. Aegerter et al., 2005) révèlent que l'équation d'Edwards-Wilkinson (EW) est la plus adaptée pour décrire les fluctuations spatiales et temporelles d'un ensemble bidimensionnels de vortex progressant dans le potentiel du désordre. Ce modèle se réduit à l'Équation IV.1, mais en ignorant le deuxième terme à droite. Les différents modèles de diffusion correspondent à différentes classes d'universalité de la dynamique. Par conséquent, le choix d'un modèle particulier pour la description des propriétés physiques sous-jacentes au mouvement des vortex, et, notamment des termes directionnels et dissipatifs, ainsi que des corrélations du désordre, peuvent en principe être déduits du comportement d'échelle de la fonction décrivant les corrélations du front :

$$C^2(x,t) = \langle [\delta h(x',\tau) - \delta h(x'+x,\tau+t)]^2 \rangle_{x',\tau} ; \qquad \textit{Équation IV.2}$$

ici $\delta h(x,t) = h(x,t) - \langle h(x,t) \rangle_x$ correspond aux écarts de h par rapport à sa position moyenne $\langle h(x,t) \rangle_x$ et $\langle ... \rangle_{x',\tau}$ représente la moyenne sur les coordonnées spatiale x' et temporelle τ. On s'attend à ce que :

$$C(x,0) \propto x^{\alpha} \qquad (x << l_{sat}) \qquad \textit{Équation IV.3}$$

$$C(0,t) \propto t^{\beta} \qquad (t << t_{sat}), \qquad \textit{Équation IV.4}$$

où l_{sat} et t_{sat} représentent, respectivement, la longueur et le temps de saturation au-delà desquels une déformation du front de flux n'a pas d'impact sur les déformations voisines. Dans notre cas, les coordonnées temporelles correspondent aux valeurs successives du champ magnétique appliqué H (C.M. Aegerter et al., 2005; Grisolia et al., 2013). Les exposants de rugosité α et de croissance β caractérisent les classes d'universalité et donc la dynamique sous-jacente. Le Tableau IV-1 regroupe les valeurs de α et β pour différentes classes d'universalité.

Malgré la pertinence des relations d'échelle (Équation IV.3, Tableau IV-2), il a été récemment souligné que celles-ci ne rendent pas complétement compte du processus de pénétration de flux, ni des phénomènes de rugosité de manière générale (Grisolia et al., 2013; Guyonnet et al., 2012; Mandal et al., 2013; Myllys et al., 2001). En particulier, les caractéristiques du désordre (Myllys et al., 2001), provenant de la présence de défauts

étendus dans le volume du supraconducteur, ou le long de ses bords, peuvent modifier significativement le terme de bruit $\eta(x,h)$.

Tableau IV-1 : Valeurs des exposants de rugosité α et de croissance β, pour différents modèles. d est la dimension de l'interface rugueuse. (q)KPZ et (a)KPZ représentent les modèles KPZ respectivement trempé (quenched) et recuit (annealed), DPD est le modèle de Dépiégeage par Percolation Dirigée (Directed Percolation Depinning), et (q)EW et (a)EW représentent les modèles EW respectivement trempé (quenched) et recuit (annealed).

Classe d'universalité	Exposant de rugosité, α	$\alpha(d=1)$	Exposant de croissance, β	$\beta(d=1)$
KPZ (Barabasi and Stanley, 1995)	1/2	1/2	1/3	1/3
DPD (Barabasi and Stanley, 1995)	0,63	0,63	0,63	0,63
aDPD (Amaral et al., 1995)	0,5	0,5	0,25	0,3
qKPZ (Barness et al., 2012)	(4-*d*)/4	3/4	(4-*d*)/(4+*d*)	3/5
EW (Barabasi and Stanley, 1995)	(2- *d*)/2	1/2	(2- *d*)/4	1/4
qEW (2d) (C.M. Aegerter et al., 2005)	0,75	0,75	0,5	0,5
aEW (Amaral et al., 1995)	0,48	0,48	0,25	0,25
2d Oslo model (Aegerter, 2003)	0,38	0,38	0,5	0,5

Les variations de la position des vortex et de la progression du front de pénétration du flux peuvent être affectées par le désordre entre différentes positions x. Le terme de bruit développe ainsi une dépendance fonctionnelle différente selon x, c'est-à-dire que sa valeur est fonction de la position où est faite la mesure, dans le supraconducteur. De plus, la fusion de portions de front soumises à différents types de désordre, comme cela peut se produire dans une dynamique d'avalanche de flux magnétiques incidents, ou lors de la présence d'« évènements rares » tels que des défauts de bord ou des défauts étendus (Brisbois et al., 2016; Guyonnet et al., 2012), peut donner naissance à un front multi-affine (Grisolia et al., 2013). Enfin, le fait que le front soit déterminé par la superposition de flux issus de lignes de vortex individuelles, signifie qu'on observe expérimentalement une fonction enveloppe multifractale, plutôt que le front lui-même (Duplantier, 1999; Grisolia et al., 2013). Chacune de ces situations donnera lieu à l'observation de lois d'échelle « multiples » (ou « multiscaling ») particulières, dépendant de l'ordre q de la fonction de corrélation :

$$C_q(x,t) = \langle [\delta h(x',\tau) - \delta h(x'+x,\tau+t)]^q \rangle_{x',\tau}^{1/q} ; \qquad \text{Équation IV.5}$$

On a alors $C_q(x,0) \propto x^{Hq}$, où H_q est l'exposant généralisé de Hurst. Un tel comportement a été observé dans des cristaux supraconducteurs de $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ montrant un ancrage fort de vortex (Grisolia et al., 2013), ainsi que pour des avalanches de flux dans des couches minces de Nb (Aranson et al., 2005; Grisolia et al., 2013; Wijngaarden et al., 2006), dans les parois de domaine des couches minces du ferro-électrique $Pb(Zr_{0.2}Ti_{0.8})O_3$ (Guyonnet et al., 2012), dans la combustion du papier (Myllys et al., 2001), ainsi que dans la fracture de matériaux géologiques (Santucci et al., 2007). Plusieurs possibilités sur l'origine physique du « multiscaling » ont été avancées (Grisolia et al., 2013), mais aucune n'a pu être confirmée. On note que les modèles KPZ, DPD et EW aboutissent tous les trois à un exposant de Hurst - où exposant de rugosité α- indépendant de q, dont les valeurs sont indiquées dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-2 : Résultats de l'analyse d'échelle des corrélations spatiale et temporelle de la pénétration du front de flux magnétique (vortex) dans différents matériaux supraconducteurs.

Supraconducteur	Epaisseur	Substrat	Référence	d	α	β	Interprétation
YBa2Cu3O7	80 nm	$NdGaO_3$	Surdeanu *et al.* (Surdeanu et al., 1999)	1	0,64 0,46	0,65	DPD KPZ
$YBa_2Cu_3O_7$	80 nm	$NdGaO_3$	Welling *et al.* (Welling et al., 2003)	1	0,4	0,5	Modèle d'Oslo (pile de riz)
$YBa_2Cu_3O_7$	80 nm	$NdGaO_3$	Aegerter *et al.* (C.M. Aegerter et al., 2005)	2	0,8	0,6	qEW (2D)
MgB_2 (400 nm)	400 nm	Al_2O_3	Lucarelli *et al.* (Lucarelli et al., 2007)		0,58	-	DPD
Nb		Si	Vlasko-Vlasov *et al.* (Vlasko-Vlasov et al., 2004)		0,7		
$YBa_2Cu_3O_7$	80 nm	$NdGaO_3$	Wijngaarden et al. (Wijngaarden et al., 2006)	2	0,7	0,5	Analyse d'avalanche
$Ba(Fe_{0.93}Co_{0.07})_2As_2$	30 μm	-	Grisolia et al. (Grisolia et al., 2013)	1	0,5	0,33	KPZ + « multiscaling »
$Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$		-	Barness et al. (Barness et al., 2012)		0,75	0,6	qKPZ

Dans la suite du chapitre, on étudiera l'effet de différents types de désordre contrôlé, sur les propriétés d'échelle des fronts de flux dans des couches minces d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Trois échantillons ont été irradiés avec des ions lourds de haute énergie, à différentes fluences, pour introduire un désordre dans le volume du supraconducteur, avec un quatrième échantillon vierge comme témoin. Plusieurs énergies du faisceau d'ions ont été utilisées ; toutes correspondent à des valeurs d'énergie déposées par excitation électronique supérieures au seuil (S_e ~ 20 keV/nm) nécessaire pour la création de défauts colonnaires amorphes dans le volume du matériau (Alejandro LEGRIS, 1994; Rullier-Albenque et al., 1991). Trois doses ont été étudiées afin de faire varier la densité de défauts au sein du matériau supraconducteur. Pour étudier le désordre provenant des bords de l'échantillon, deux types de défauts ont été introduits, sur chacun des quatre échantillons précédents, en mettant en œuvre deux techniques de gravure : la gravure chimique et la gravure ionique (en utilisant des ions Ar de faible énergie). La pénétration du flux de vortex dans les films a ensuite été analysée en utilisant la méthode de Grisolia *et al.* (Grisolia et al., 2013). On constate que pour l'échantillon vierge, les fronts progressant depuis les bords définis par gravure ionique reproduisent le comportement décrit par Surdeanu *et al*. (Surdeanu et al., 1999) dans le régime KPZ. Pour les quatre échantillons, l'introduction d'un fort désordre de bord par gravure chimique, ou d'un fort désordre au sein du matériau par irradiation provoque des fronts de flux multi-affines ainsi que du « multiscaling ».

B. Echantillons étudiés

Quatre échantillons (couches minces) d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ de dimension 10×10 mm² et de 670 nm d'épaisseur, issus du même wafer fabriqué par l'entreprise THEVA (aujourd'hui CERACO), ont été étudiés. Ces échantillons sont des couches de type M, déposées sur un substrat de $LaAlO_3$. Ces couches ont été fabriqués par co-évaporation réactive (Utz et al., 1997). Trois échantillons ont été bombardés avec des ions Pb de haute énergie au GANIL (Grand Accélérateur National d'Ions Lourds) à Caen. L'échantillon Y0T n'a subi aucune irradiation et est utilisé comme référence. Les échantillons Y2T et Y6T ont été irradiés avec des ions $^{207}Pb^{56+}$ d'énergie 1 GeV, à des fluences respectives de 1×10^{11} cm^{-2} et 3×10^{11} cm^{-2}. L'échantillon Y10T a été irradié avec des ions $^{207}Pb^{56+}$ d'énergie 130 MeV à une fluence 5×10^{11} cm^{-2}. Le Tableau IV-3 rappelle les caractéristiques des échantillons étudiés.

Ces irradiations créent des défauts colonnaires amorphes dans le matériau supraconducteur, ainsi que dans le substrat. Cependant la microscopie électronique à transmission (MET) sur les échantillons a permis d'observer que pour l'irradiation avec une énergie de 130 MeV, les défauts ont un diamètre inférieur à 5 nm, tandis que l'irradiation à 1 GeV donne lieu à des défauts au diamètre compris entre 6 et 12 nm. Chaque impact d'ion est supposé provoquer un défaut colonnaire, de sorte que la densité de défauts *n* corresponde à la fluence ionique et au champ de dose équivalent $B_\phi \equiv n.\phi_0$, soit 2 et 6 T respectivement pour les échantillons Y2T et Y6T ($\phi_0 = h/2e$ étant le quantum de flux magnétique). Les densités de défaut observées au MET étaient de $6{,}1 \times 10^{10}$ cm^{-2} pour le film Y2T et $2{,}0 \times 10^{11}$ cm^{-2} pour Y6T, soit un rendement d'environ 66% (deux ions sur trois provoquent un défaut colonnaire).

Tableau IV-3 : Récapitulatif des différents échantillons utilisés et des conditions de leur irradiation aux ions plomb (énergie et champ de dose équivalente).

Echantillon	Y0T	Y2T	Y6T	Y10T
Fluence en ion Plomb (cm^{-2})	0	1×10^{11}	3×10^{11}	5×10^{11}
Champ de dose équivalente $B\phi$ (T)	0	2	6	10
Energie (GeV)	-	1,0	1,0	0,130
Température critique T_c après irradiation (K)		87,1	85,6	89,3
Densité de courant critique à 46 K j_c (A.m^{-2})	$1{,}35.10^{11}$	$1{,}2.10^{11}$	$5{,}4.10^{10}$	$9{,}5.10^{10}$

Après l'irradiation, les échantillons ont été soumis aux deux types de gravure de façon à définir des rubans rectangulaires d'environ 4×1 mm^2. Pour chaque échantillon, l'un des bords, dans la longueur du ruban, était défini en utilisant la technique de gravure chimique alors que le bord opposé était obtenu par gravure ionique. Chaque échantillon a été nettoyé tout d'abord avec de l'acétone, puis avec de l'isopropanol. Les parties de l'échantillon qui ne devaient pas être gravées ont été protégées avec de la résine synthétique S1813 (Microposit S1813 G2 Positive Photoresist). La solution utilisée pour la gravure chimique était l'ANPE, un mélange d'acides acétique, nitrique et phosphorique et d'eau, disponible chez MicroChemicals, et conservée à 6°C, mélange spécialement développé pour l'attaque de ce type de couche mince.

C. Le montage pour l'imagerie magnéto-optique

Les expériences ont été effectuées à 46 K. Un cryostat à hélium a été utilisé pour refroidir les échantillons. Le champ magnétique appliqué (jusqu'à 70 mT) est généré par deux bobines résistives en cuivre montées en série à l'extérieur du cryostat. La répartition de la densité de champ magnétique au sein des échantillons supraconducteurs a été visualisée par la technique d'imagerie magnéto-optique (présenté Figure IV.1).

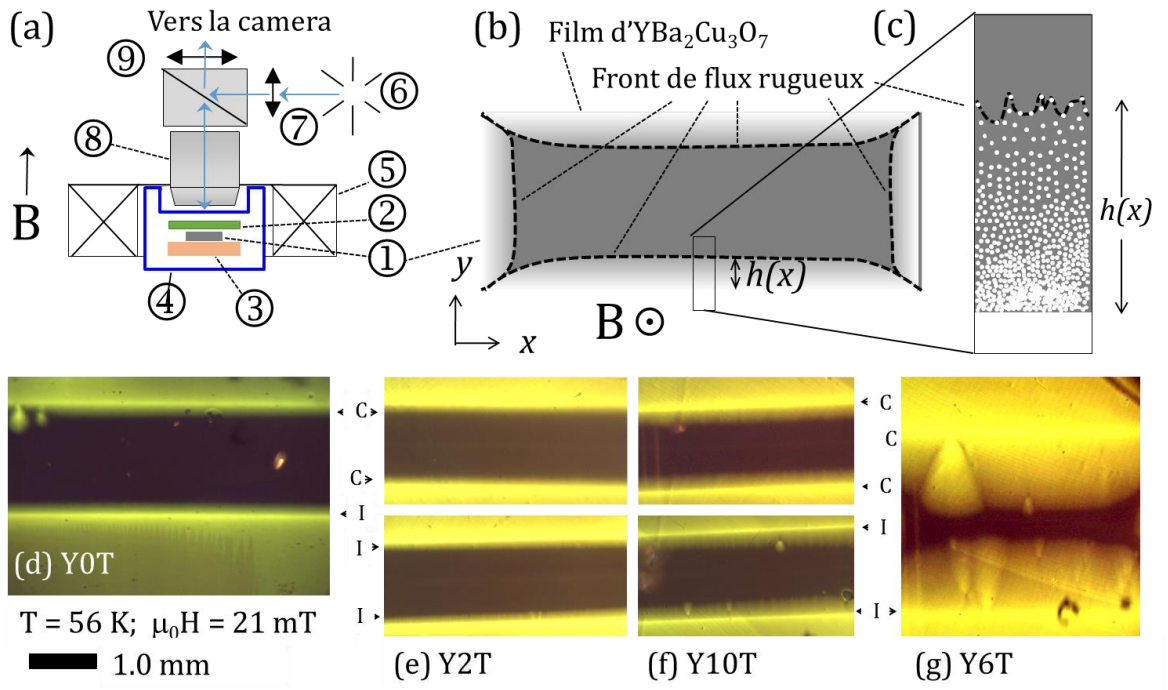

Figure IV.1 : (a) Schéma du dispositif expérimental (coupe transversale). L'échantillon supraconducteur (1) est placé sur un doigt froid en cuivre (3) et est recouvert par un grenat ferrimagnétique (2). L'ensemble est refroidi dans un cryostat (4). Un champ magnétique est appliqué perpendiculairement au plan de l'échantillon et du grenat, au moyen de deux bobines résistives (5). La pénétration du flux magnétique est observée en imagerie magnéto-optique, à travers un microscope optique polarisé. La lumière blanche émise par la source (6) est polarisée avec le polariseur (7). L'objectif (8) permet l'observation de l'échantillon à différentes échelles. La lumière est réfléchie sur un film en aluminium déposé à l'arrière du grenat. L'analyseur (9) placé en fin de chemin optique permet de filtrer la lumière dont la polarisation n'a pas été modifiée par le grenat. (b) Schéma de la pénétration du flux magnétique à l'intérieur d'une couche mince rectangulaire supraconductrice d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (vue en plan avec un champ magnétique appliqué perpendiculairement au plan. Les vortex, dont le diamètre est trop faible pour être observable à l'échelle de l'échantillon, pénètrent dans l'échantillon depuis ses quatre bords. La densité de flux B, proportionnelle à la densité de vortex, est exprimée en nuance de gris, le blanc indique un B élevé et le gris foncé au centre du supraconducteur correspond au B nul de l'état Meissner. Les lignes en pointillé représentent l'avancée maximale de la ligne de vortex h(x). (c) Grossissement de la pénétration du flux magnétique, révélant comment un très grand nombre de vortex (représentés par des points blancs) contribue au flux magnétique total. (d-g) Image magnéto-optique à faible grossissement de la pénétration du flux magnétique dans les échantillons. (d) Y0T (couche de référence non-irradiée), (e) Y2T, (f) Y10T et (g) Y6T. Ce dernier échantillon présente d'importants défauts sur ses deux bords longs (en haut gravure chimique, en bas gravure ionique). Ces défauts servent de points d'entrée privilégiés pour la pénétration du flux et sont exclus de l'analyse. Toutes ces images (d-g) sont obtenues pour une température de 56 K et un champ appliqué est $\mu_0 H$ = 21 mT.

Cette méthode utilise comme indicateur un grenat ferrimagnétique (YIG) à anisotropie planaire (Dorosinskii et al., 1992; Uehara et al., 2010). Le grenat ferrimagnétique placé sur l'échantillon est une lame mince d'épaisseur 5 µm, déposée sur un substrat lui-même en Grenat de Gadolinium – Gallium (GGG). La composante de l'induction magnétique locale $B(\mathbf{r})$ perpendiculaire au grenat induit une rotation Faraday de la polarisation de la lumière à travers le grenat. Un miroir d'aluminium déposé par évaporation à l'arrière du grenat réfléchit la lumière incidente, que l'on observe avec un microscope à lumière polarisée, le polariseur et l'analyseur étant en position presque croisée. Les régions à induction magnétique B non-nulle apparaissent alors lumineuses quand on les observe à travers l'analyseur : une intensité lumineuse plus importante traduit une densité de flux magnétique locale plus élevée. Les mesures ont été effectuées à température constante, en augmentant le champ magnétique de 0 à 67,2 mT avec un pas de 1,5 mT. Pour l'échantillon Y10T, plusieurs paramètres ont été utilisés pour optimiser l'acquisition à faible (0 – 29,8 mT) et à fort (29,8 mT - 59,7 mT) champs.

D. Le traitement des images

Les images obtenues sont calibrées en mesurant, pixel par pixel, la réponse magnéto-optique du grenat, c'est-à-dire, l'intensité lumineuse en fonction du champ magnétique appliqué, au-dessus de la température critique du supraconducteur. Toutes les données ont été traitées avec Matlab (R2014a, The Mathworks). Une calibration et une correction pixel par pixel des images permettent d'évaluer la densité de flux magnétique B pour chaque point de l'image puis de corriger les effets d'un éclairage hétérogène. Si l'on considère qu'une image est composée de N pixels et que la calibration a été effectuée à M champs magnétiques différents, on peut définir un polynôme du second degré $I_{ij} = a_i H_j^2 + b_i H_j + c_i$, liant l'intensité I_{ij} dans le $i^{ème}$ des N pixels de l'image au $j^{ième}$ champ appliqué, H_j, dans la séquence de calibration. L'intensité de l'image peut alors être exprimée par la relation $\mathbf{I} = \mathbf{H} \cdot \mathbf{C}$, où $\mathbf{I}$ est le vecteur image, de longueur N, et $\mathbf{H}$ une matrice de dimension $(M \times 3)$, qui représente le champ magnétique :

$$\mathbf{H} = \begin{pmatrix} H_1^2 & H_1 & 1 \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ H_M^2 & H_M & 1 \end{pmatrix}$$

$\mathbf{C} = [a_i, b_i, c_i]$, est la matrice (de dimension : $3 \times N$) des coefficients du polynôme, avec i variant de 1 à N. Les coefficients a_i, b_i et c_i ont été obtenus par une inversion de matrice, avec

$\mathbf{C} = (\mathbf{H}^{-1} \cdot \mathbf{I})$. La densité de flux B dans chaque pixel a été obtenue en résolvant le polynôme du second degré.

L'étude de la progression des fronts de flux magnétique dans le matériau supraconducteur a été restreinte aux zones de l'image qui n'étaient pas influencées par des facteurs extrinsèques comme des défauts sur l'indicateur magnéto-optique ou la proximité des arêtes latérales du matériau supraconducteur, qui provoquent une courbure du front de flux. De plus, pour éviter tout effet parasite lié à une source de lumière hétérogène, deux bandes de 200 µm de largeur de part et d'autre de l'extrémité des images ont été exclues de l'analyse des données. Les images ont donc été acquises au centre de l'échantillon. La Figure IV.2 regroupe les différentes étapes de traitement pour la détermination du front de flux.

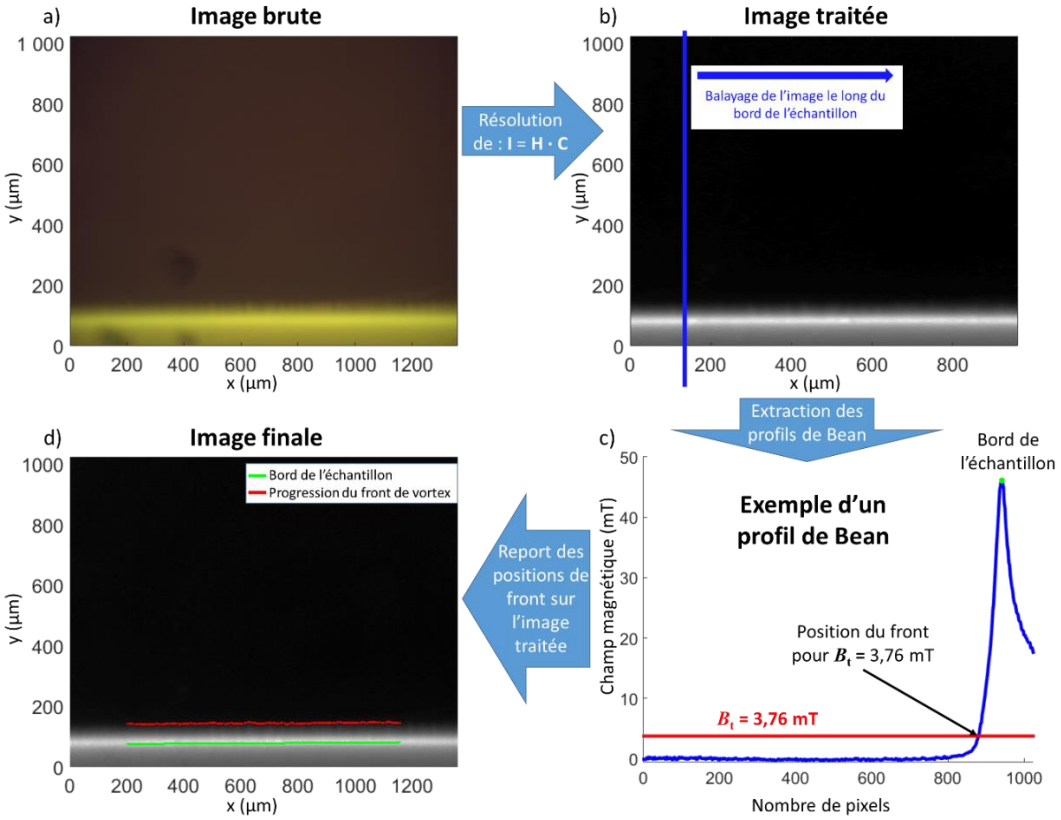

Figure IV.2 : Différentes étapes menant à la détermination de l'avancement du front de flux. (a) Image originale. (b) Image traitée. (c) Profil de Bean extrait de l'image traitée. (d) Ajout des positions du bord de l'échantillon et du front de vortex à l'image traitée.

Chaque image a été balayée dans la direction de l'axe matérialisant le bord de l'échantillon, afin de déterminer les profils de Bean en fonction de la coordonée x (Figure IV.2.c). Pour chaque balayage, la valeur d'intensité relevée d'un pixel (x_i, y_j) a été moyennée avec celles des pixels voisins (x_{i-2}, y_j), (x_{i-1}, y_j), (x_{i+1}, y_j), (x_{i-2}, y_j) le long du même axe. L'intensité parasite au centre du film a été mesurée et soustraite des profils de B, de manière à ce que l'état Meissner corresponde à $B = 0$. On peut alors déterminer la position des fronts de flux

pour différentes valeurs seuil B_t de l'induction, en déterminant la coordonnée y qui coïncide avec la première intersection du profil de Bean avec le seuil (en partant du centre du film). Pour une valeur B_t voisine de 0, le front ainsi déterminé correspond à la frontière entre l'état Meissner (les parties noires dans la Figure IV.2), et l'état mixte. Cependant le choix d'un seuil trop faible (inférieur à 1,27 mT) est préjudiciable au rapport signal à bruit des données. Plutôt que la progression des vortex, c'est le bruit de la caméra qui devient l'élément prédominant pour la détermination du front. Dans toutes les expérimentations, le front de flux magnétique a été extrait pour B_t compris entre 1,5 et 15 mT. Pour chaque image, le bord de la piste supraconductrice a été identifié comme étant la position où le profil de densité de flux est maximal. Cette position correspond au pic dû au champ démagnétisant.

E. Résultats

1. Etude de l'effet de la gravure

La Figure IV.3 illustre la progression de la densité de flux magnétique dans l'échantillon de référence non-irradié Y0T à 46 K soumis à deux champs magnétiques différents. Ces images permettent de déduire la densité de courant critique $j_c = 1{,}4 \times 10^{11}$ Am^{-2}, en appliquant la méthode de van der Beek *et al.* (van der Beek et al., 2002). La position du front de flux, calculée par rapport au bord du film, est donnée par la distance h, entre le front de flux magnétique et le bord du film précédemment défini.

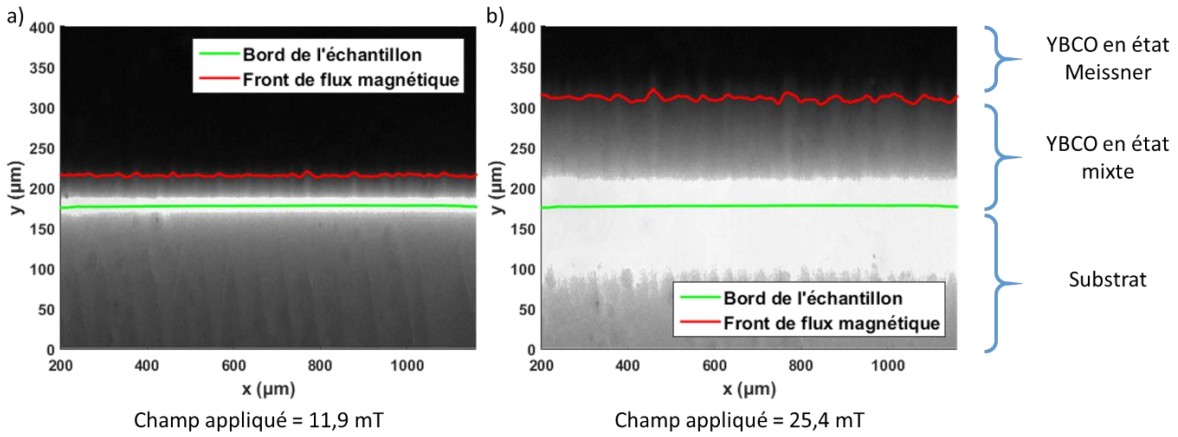

Figure IV.3 : Images magnéto-optiques de la pénétration du flux magnétique dans l'échantillon Y0T (échantillon de référence non-irradié, à 46 K). Les images (a) et (b) montrent la progression du front de flux aux champs magnétiques respectifs $\mu_0 H$ = 11,9 mT et 25,4 mT. La ligne verte indique le bord de la piste supraconductrice et la ligne rouge représente la position du front de flux magnétique pour un seuil de 7,5 mT

La Figure IV.4 montre la progression du flux magnétique depuis les bords longs de l'échantillon Y0T (avec $j_c(46\ K) = 1{,}35 \times 10^{11}\ Am^{-2}$), soumis à un champ magnétique $\mu_0 H$ = 25,4 mT.

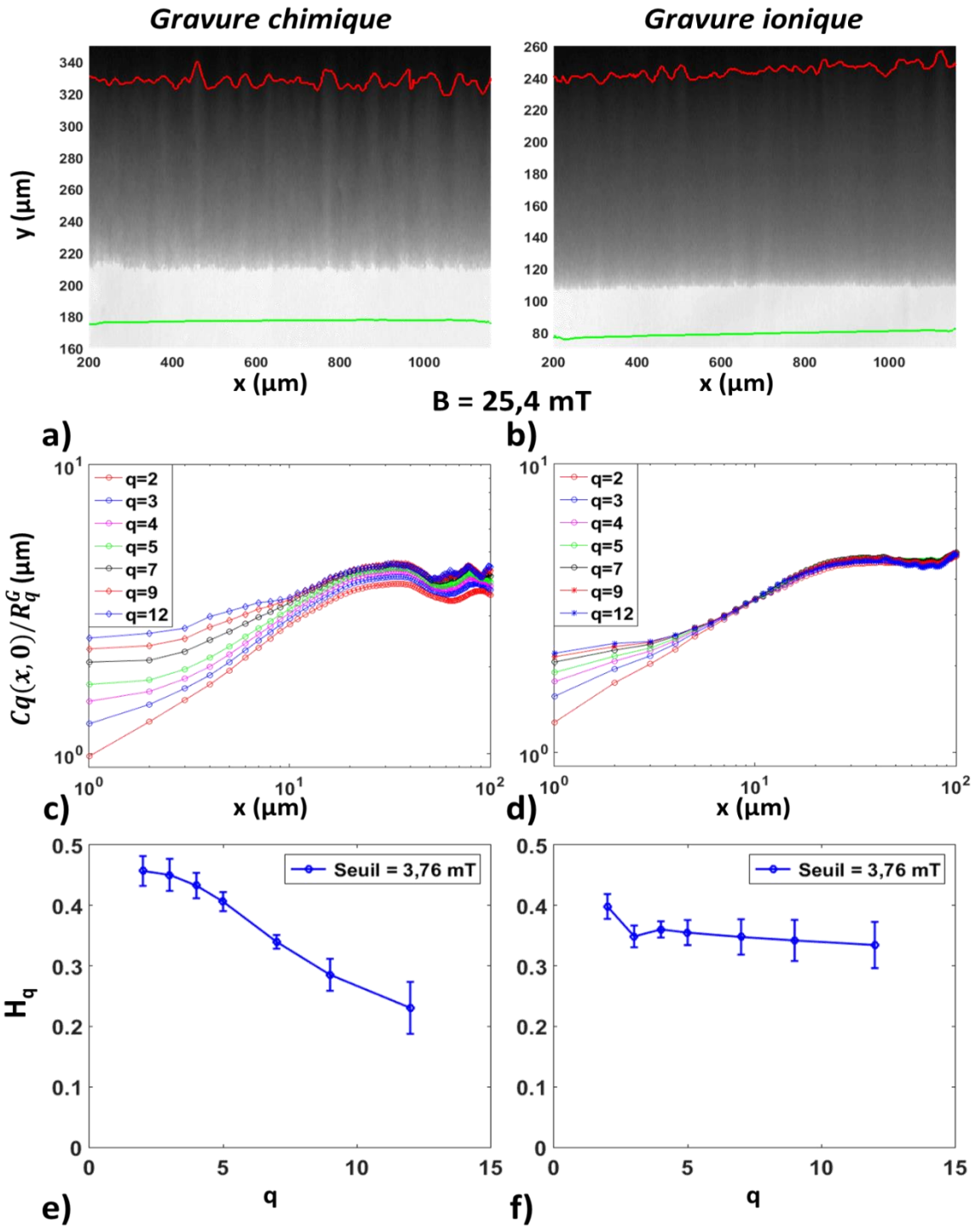

Figure IV.4 : Comparaison des effets des gravures chimique (a, c et e) et ionique (b d et f) sur la pénetration du flux magnétique dans la couche mince $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Y0T. Images magnéto-optiques de la pénétration du flux, respectivement à travers les bords définis par gravure chimique (a) et ionique (b) pour un champ appliqué de 25,4 mT. La ligne rouge indique le front de flux pour une valeur de seuil fixée à B_t = 3,76 mT. La ligne verte représente le bord de l'échantillon. Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres $C_q(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens R_q^G (Guyonnet et al., 2012; Santucci et al., 2007) avec q = 2, 3, 4, 5, 7, 9, 12, respectivement pour la gravure chimique (c) et ionique (d). Exposant de rugosité H_q tracé en fonction de q pour la gravure chimique (e) et la gravure ionique (f).

Les résultats relatifs au bord défini par gravure chimique sont présentés dans les encarts de gauche (a, c, e) et ceux relatifs au bord défini par gravure ionique à droite (b, d, f). Dans les deux cas, le front est défini par B_t = 3,7 mT. Les encarts (c) et (d) présentent les fonctions de corrélation spatiale C_q (Équation IV.4), pour q compris entre 2 et 12. Ces fonctions sont normalisées par les facteurs gaussiens $\mathrm{R_q^G} \equiv \mathrm{C_q^G}(x,0)/\mathrm{C_2^G}(x,0)$ (Guyonnet et al., 2012; Santucci et al., 2007) ; ici, $\mathrm{C_q^G}(x,0)$ est la valeur que C_q aurait pour une interface dont les déplacements locaux serait régis par une densité de probabilité gaussienne (Grisolia et al., 2013). Les résultats montrent clairement une loi de puissance, qui se maintient jusqu'à une longueur de saturation $l_{sat} \approx$ 30 µm. Cette loi de puissance n'est toutefois pas valable pour les courtes distances (< 2 µm), en dessous desquelles le bruit prime sur les corrélations.

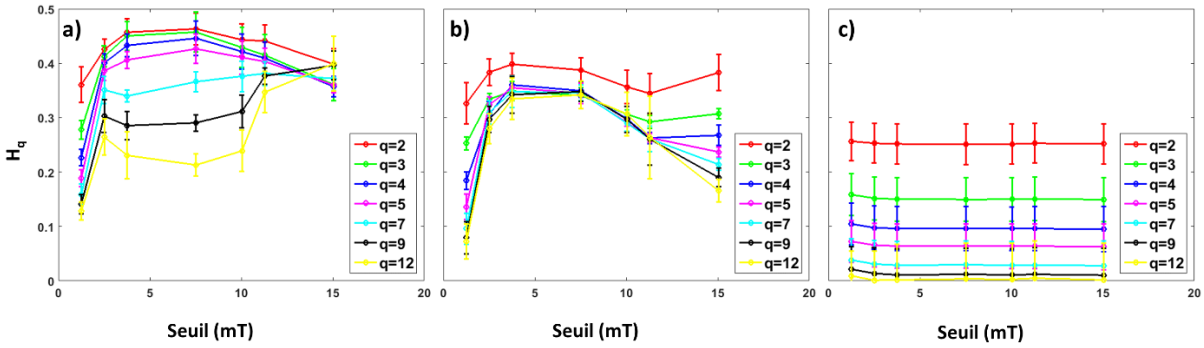

Figure IV.5 : Variation de l'exposant de rugosité (H_q) en fonction de la valeur de seuil (B_t), comprise entre 1,5 et 15 mT, utilisée pour définir le front de progression, pour les mêmes ordres q que ceux de la Figure IV.4. Les résultats présentés sont obtenus pour les bords définis par gravure chimique (a) et ionique (b) pour l'échantillon de référence non-irradié Y0T. (c) présente les résultats obtenus pour le front de flux progressant à partir du bord gravé ioniquement de l'échantillon Y2T.

Lors de l'étude de la progression du front de flux depuis l'extrémité gravée chimiquement, on observe une nette dispersion de la fonction de corrélation spatiale pour q croissant, pour des distances inférieures à une longueur de transition $l_\times$ = 12 µm. Ce comportement est caractéristique d'un « multiscaling ». Entre $l_\times$ et l_{sat} toutes les courbes sont parallèles : les moments C_q suivent toutes la même loi de puissance. Le « multiscaling » est négligeable pour des valeurs de seuil (B_t) supérieures (Figure IV.5.a). En revanche, pour le front progressant depuis le bord défini par gravure ionique, la dispersion des courbes de $C_q(x,0)$ est moins perceptible et intervient pour une longueur inférieure à $l_\times$ = 8 µm. L'exposant de Hurst H_q extrait des données est tracé en fonction de l'ordre q dans les encarts (e) et (f). Alors que le front progressant depuis le bord défini par gravure chimique présente un H_q décroissant en fonction de q, depuis $H_q \approx$ 0,45 jusqu'à $H_q \approx$ 0,2, le front avançant à partir du bord défini par gravure ionique est caractérisé par un $H_q \approx$ 0,35, indépendant de q. Si on exclut la plus faible

valeur de seuil, les résultats sont indépendants de B_t (Figure IV.5.b). Ainsi, les résultats obtenus pour l'échantillon vierge Y0T mettent clairement en avant l'effet du traitement des bords de l'échantillon sur la rugosité du front de flux.

2. Etude de l'effet de l'irradiation

La Figure IV.6 présente la pénétration du flux magnétique, dans les échantillons irradiés avec des ions lourds de haute énergie, depuis le bord défini par gravure chimique. Comme précédemment, on observe un « multiscaling » pour les ordres supérieurs de la fonction de corrélation (Équation IV.4).

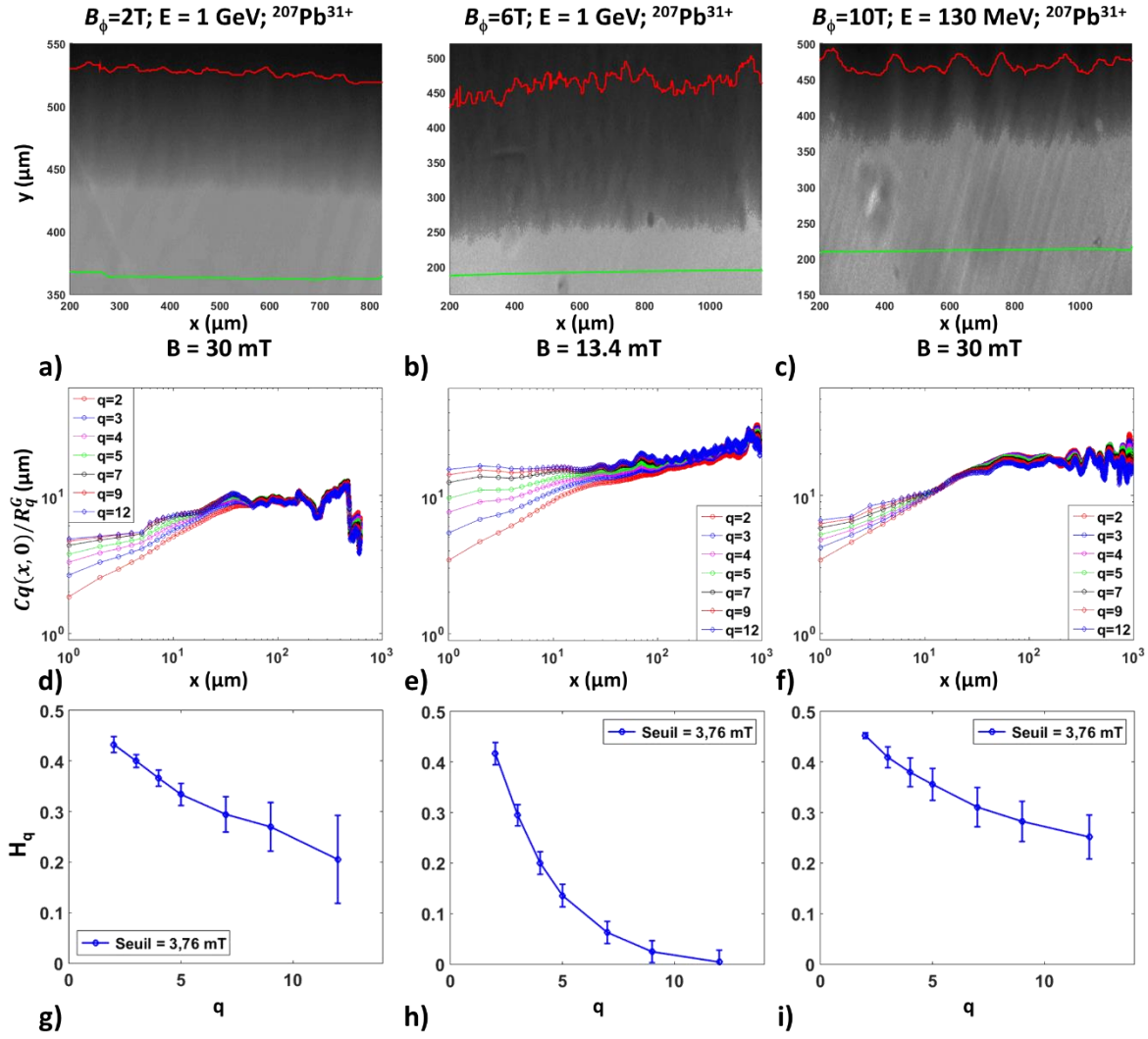

Figure IV.6 : Résultats obtenus pour la progression du front de flux depuis les bords définis par gravure chimique sur les échantillons Y2T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de gauche :a, d, g), Y6T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 3×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 13,4 mT, colonne centrale : b, e, h) et Y10T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 5×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 130 MeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de droite : c, f, i). (a-c) Images magnéto-optiques de la pénétration du flux. (d-f) Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres (Équation IV.4) $C_q(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens R_q^G (Santucci et al., 2007; Surdeanu et al., 1999) (g-i) Exposant de rugosité (ou exposant de Hurst) H_q en fonction de l'ordre q pour une valeur de seuil B_t=3,76 mT.

Pour les deux échantillons présentant le moins de désordre, c'est-à-dire, Y2T irradié avec des ions Pb de 1 GeV, à une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} (et caractérisé par j_c(46 K) = 1,2 $\times$ 10^{11} Am^{-2}), et Y10T irradié avec des ions Pb de 130 MeV à une fluence de 5×10^{11} cm^{-2} (j_c(46 K) = 9,5$\pm$0,05 $\times$ 10^{10} Am^{-2}), le comportement à petites distances de $C_q(x,0)$, l'évolution de l'exposant de Hurst $H_q(q)$, ainsi que les valeurs de $l_\times$ et l_{sat} sont très similaires à celles obtenues pour l'échantillon non-irradié Y0T. Ceci indique que le désordre dans l'ensemble des vortex et la rugosité du front de flux sont principalement introduits par le bord de la piste supraconductrice.

Le dernier échantillon, Y6T, irradié avec des ions Pb d'1 GeV à une fluence de 3×10^{11} cm^{-2}, présente une fonction C_q dont la dispersion sur de faibles distances est plus prononcée. La longueur de saturation $l_{sat} \approx 20$ µm est légèrement plus faible, aucun régime de transition n'est observé et la chute de $H_q(q)$ de 0,45 à 0, est plus brutale. On remarque également que la densité de courant critique j_c(46 K) = (5,4$\pm$0,3) $\times$ 10^{10} Am^{-2} pour ce film est bien plus faible que pour les autres films, vraisemblablement à cause des contraintes plus importantes induites par les ions lourds implantés dans le substrat de LAO.

Une irradiation par des ions Pb avec une fluence de 5$\times$$10^{11}$ cm^{-2} et une énergie de 130MeV (Y10T) conduit à un « multiscaling » très faible des fronts de flux progressant depuis un bord défini par gravure ionique (Figure IV.7), et à une très légère dépendance de H_q en fonction de q. Par contre, une irradiation à une énergie de 1 GeV produit une dispersion prononcée de C_q sur de petites distances. Pour l'échantillon Y6T, irradié par des ions Pb avec une fluence de 3$\times$$10^{11}$ cm^{-2} et une énergie de 1GeV, la progression de front depuis le bord défini par gravure ionique présente, comme pour la gravure chimique, un exposant de Hurst $H_q(q)$ qui décroit rapidement de 0,4 à 0. Cela laisse penser que l'irradiation à 130 MeV introduit un désordre comparable à celui dans l'échantillon vierge. D'autre part, le désordre introduit par l'irradiation à 1 GeV prime sur celui induit par les défauts natifs (dus à la croissance par co-évaporation). La longueur de saturation décroit, de la même façon, avec l'augmentation du niveau de désordre.

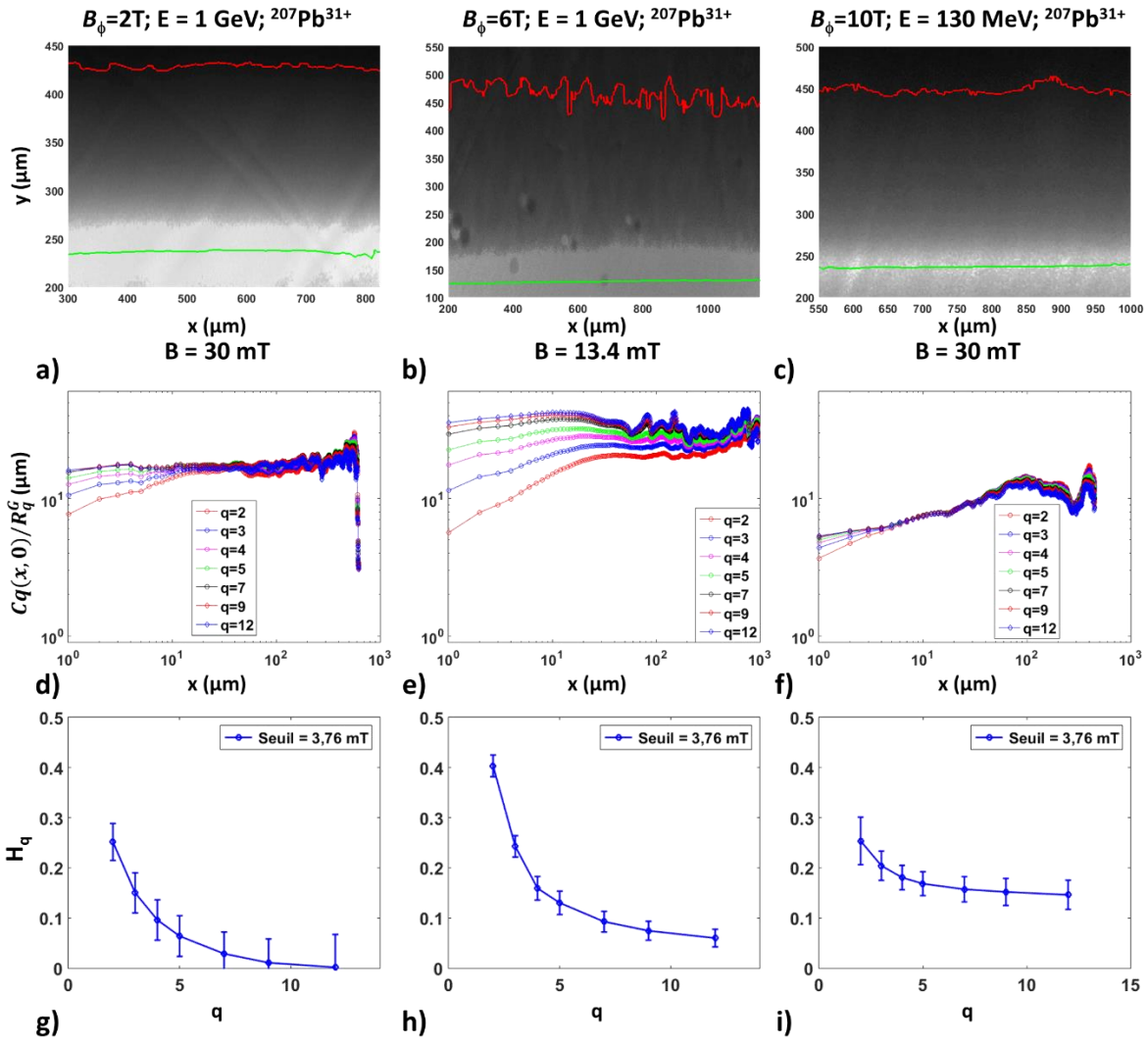

Figure IV.7 : Résultats obtenus pour la progression du front de flux depuis les bords définis par gravure ionique sur les échantillons Y2T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de gauche :a, d, g), Y6T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 3×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 13,4 mT, colonne centrale : b, e, h) et Y10T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 5×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 130 MeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de droite : c, f, i). (a-c) Images magnéto-optiques de la pénétration du flux. (d-f) Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres (Équation IV.4) $C_q(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens R_q^G (Santucci et al., 2007; Surdeanu et al., 1999) (g-i) Exposant de rugosité (ou exposant de Hurst) H_q en fonction de l'ordre q pour un seuil B_t=3,76 mT.

On s'intéresse maintenant à l'analyse des fonctions de corrélation « temporelle », $C_q(0,t)$ (où l'évolution de la variable t est remplacée par celle du champ magnétique auquel est soumis l'échantillon). La Figure IV.8 présente différents ordres q de $C_q(0,t)$ pour des fronts de flux progressant depuis les bords définis par gravure chimique. Un faible « multiscaling » est observée pour les trois couches présentant le désordre le plus faible (Y0T, Y2T et Y10T). Les valeurs du coefficient de croissance β, obtenues à partir d'un ajustement de $C_q(0,t)$ par une loi de puissance, sont comprises entre 0,2 (Y2T) et 0,6.

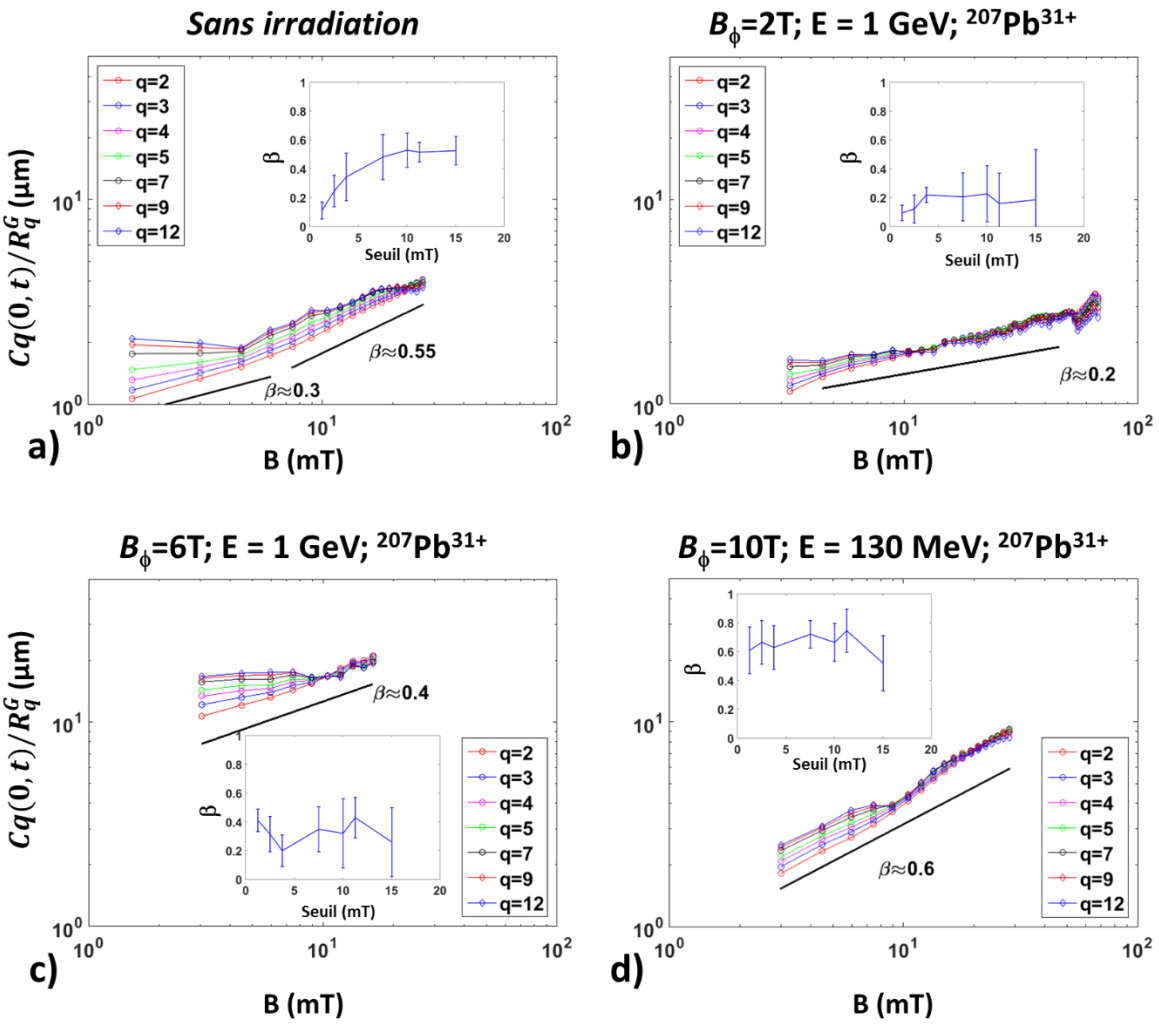

Figure IV.8 : Figures principales : fonctions de corrélation « temporelle » $C_q(0,t)$ décrivant les caractéristiques de la croissance de fronts de flux progressant depuis le bord gravé chimiquement des échantillons Y0T (a), Y2T (b), Y6T (c), et Y10T (d). Les encarts montrent l'évolution de l'exposant de croissance β extrait de $C_2(0,t)$ en fonction de B_t.

L'échantillon fortement désordonné Y6T présente une valeur intermédiaire $\beta \approx 0{,}4$. Des résultats similaires sont obtenus pour les fronts de flux provenant d'un bord défini par gravure ionique (Figure IV.9).

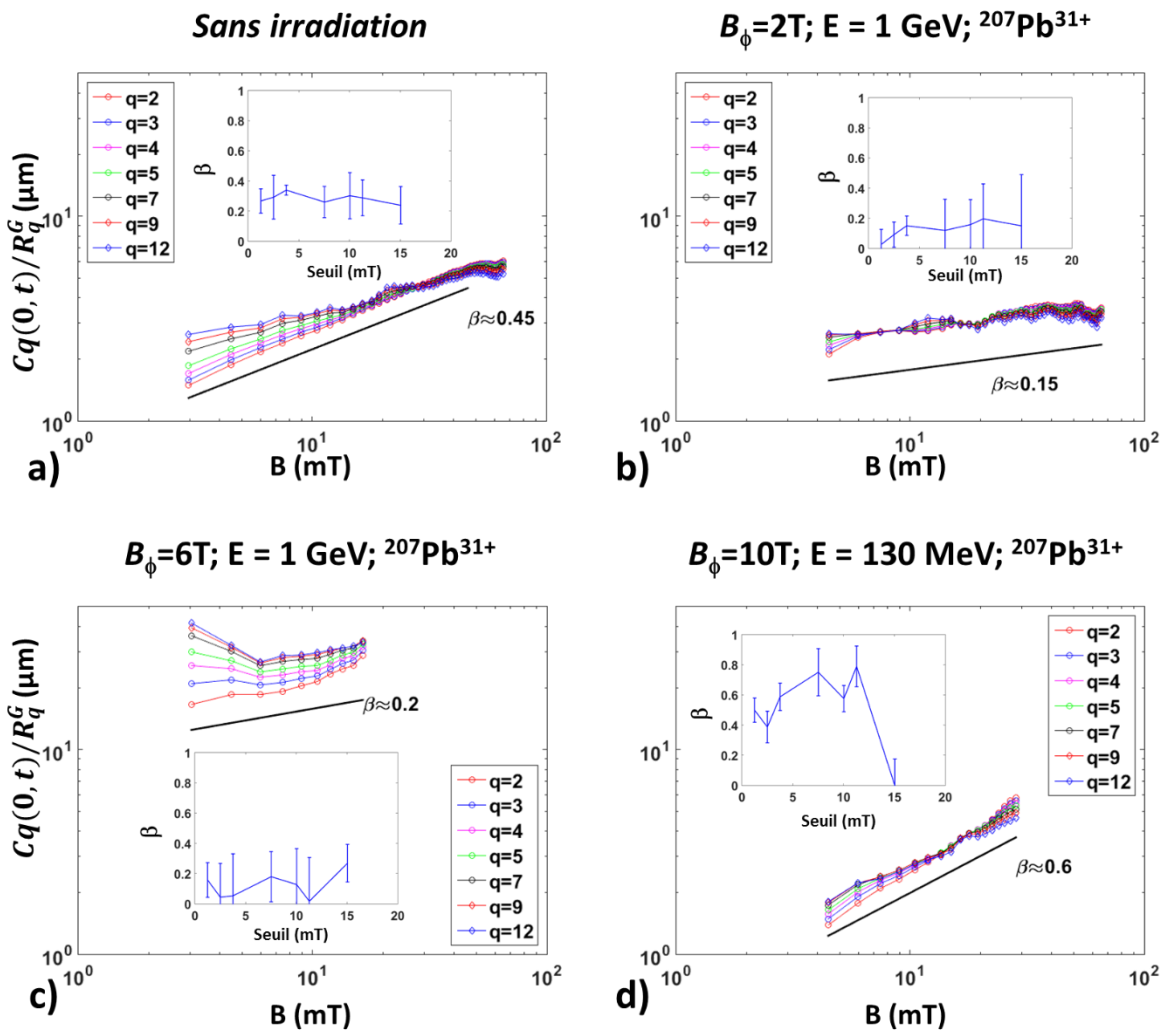

Figure IV.9 : Figures principales : fonctions de corrélation « temporelle » $C_q(0,t)$ décrivant les caractéristiques de la croissance de fronts de flux progressant depuis le bord gravé ioniquement des échantillons Y0T (a), Y2T (b), Y6T (c), and Y10T (d). Les encarts montrent l'évolution de l'exposant de croissance β extrait de $C_2(0,t)$ en fonction de B_t

F. Interprétation

Les résultats montrent une différence nette entre les fronts de flux progressant depuis les bords définis par gravure chimique et ceux progressant depuis les bords définis par gravure ionique. Dans le premier cas, le calcul donne, systématiquement, un exposant de rugosité $\alpha \approx 0{,}45$ et un exposant de croissance $\beta \approx 0{,}3$. Ces résultats sont très similaires à ceux obtenus pour les supraconducteur à base de fer $Ba(Fe_{0.925}Co_{0.075})_2As_2$ (Grisolia et al., 2013), et sont cohérents avec ceux prévus par le modèle KPZ. Les fonctions de corrélation spatiale à différents ordres font apparaître trois régimes différents : pour des distance faibles $x < l_\times$, on observe un « multiscaling » avec une dispersion nette des courbes $C_q(x,0)$ pour q croissant. L'exposant de Hurst décroit de $H_q \approx 0{,}45$ à $H_q \approx 0{,}2$. Pour des distances intermédiaires $l_{sat} > x > l_\times$, les courbes $C_q(x,0)$ sont parallèles sur une échelle log-log, avec $\alpha \approx 0{,}45 \approx \alpha_{KPZ}$.

Pour $x > l_{sat} \approx 30$ µm, les fonctions de corrélation saturent. Le comportement d'échelle est très peu influencé par l'introduction de désordre additionnel, par irradiation aux ions lourds. L'effet de l'irradiation est observableseulement pour l'échantillon Y6T, où la forte fluence (3×10^{11} cm^{-2}) pour une énergie de 1 GeV provoque des dommages significatifs au film supraconducteur et au substrat. Dans ce cas, le comportement de $C_q(x,0)$ est modifié. On note une augmentation de la longueur en dessous de laquelle le « multiscaling » apparaît (régime des petites distances), la disparition du régime intermédiaire, et des longueurs de saturation plus petites.

Les fronts de flux progressant depuis le bord défini par gravure ionique de l'échantillon non-irradié Y0T sont caractérisés par un régime de « multiscaling » réduit à faible distance, et par des exposants quasi-constants : $\alpha \approx \beta \approx 0{,}35 - 0{,}45$. Cela est plus en adéquation avec le modèle d'Oslo proposé par Welling *et al.* (Welling et al., 2003). Dans ce cas, l'effet de l'introduction d'un désordre dans le volume du supraconducteur par le bombardement aux ions lourds est bien plus prononcé que pour le cas des bords définis par gravure chimique. Alors que l'exposition de l'échantillon à des ions de 130 MeV génère un léger « multiscaling », l'irradiation avec des ions Pb de 1 GeV avec une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} provoque un « multiscaling » prononcé, avec un exposant de Husrt H_q tombant rapidement de 0,3 à 0. Ce comportement est aussi observé pour l'échantillon Y6T, exposé à des ions Pb de 1 GeV avec une fluence de 3×10^{11} cm^{-2}. Par conséquent, le désordre interne introduit par l'irradiation d'ions de 1 GeV l'emporte sur celui créé par gravure ionique.

Pour des faibles niveaux de désordre, les propriétés statistiques des fronts de flux sont liées au traitement du bord à partir duquel ils progressent, et non au piégeage dans le volume du supraconducteur. Bien que le piégeage et la densité de courant critique qui en résulte soient les mêmes dans les figures IV.6 et IV.7 - ces figures présentent le même échantillon - les fronts de flux se comportent de façon différente. Ceci met en évidence que la rugosité des fronts de flux est, pour les échantillons Y0T, Y2T et Y10T, principalement déterminée par les défauts de bord introduits par le procédé de gravure chimique. On peut également remarquer que l'exposant de croissance est, dans tous les cas, indépendant du type de traitement subi par les bords. Ceci montre que le piégeage dans le volume influence de manière comparable la rugosité des fronts de flux progressant depuis les bords de l'échantillon. L'importance croissante du désordre dans le volume est démontrée par la décroissance rapide de H_q (q) à 0.

L'aspect général du comportement d'échelle des fonctions de corrélation, avec trois régimes $x < l_{\times}$, $l_{\times} < x < l_{sat}$, et $x > l_{sat}$ souligne l'importance de ce que l'on peut appeler des « évènements rares » (Barabasi and Stanley, 1995). Dans les expériences présentées, ces « évènements rares » correspondraient à la présence de défauts particulièrement importants sur les bords des films supraconducteurs, qui favoriseraient la pénétration du flux magnétique (Brisbois et al., 2016). Le lien de ces « évènements rares » avec la pénétration de flux par avalanche, à basse température, reste à établir (Altshuler et al., 2004; Aranson et al., 2005; Baruch-El et al., 2015; Biswal et al., 2008; Brisbois et al., 2016; Embon et al., 2017; Leiderer et al., 1993; Motta et al., 2014; Wijngaarden et al., 2006). Les simulations menées dans (Barabasi and Stanley, 1995) mettent en évidence que le régime des faibles distances $x < l_{\times}$ correspond à un comportement multi-affine, découlant de la superposition des fronts issus de différents « évènements rares », alors que dans le régime de distances intermédiaires $l_{\times} < x < l_{sat}$ on retrouve un front auto-affine déterminé par la progression des vortex à travers le désordre interne au supraconducteur. Cette hypothèse est validée en isolant un « évènement rare », ou défaut, particulièrement prononcé sur le bord gravé chimiquement de l'échantillon Y2T (Figure IV.10). La prise en compte du défaut - dans le traitement des données - fait ressortir un « multiscaling ». Celui-ci est fortement réduit lorsque le défaut est exclu de l'analyse. On peut supposer que la longueur de transition $l_{\times}$ précédemment définie est directement liée à la taille de ce type de défaut.

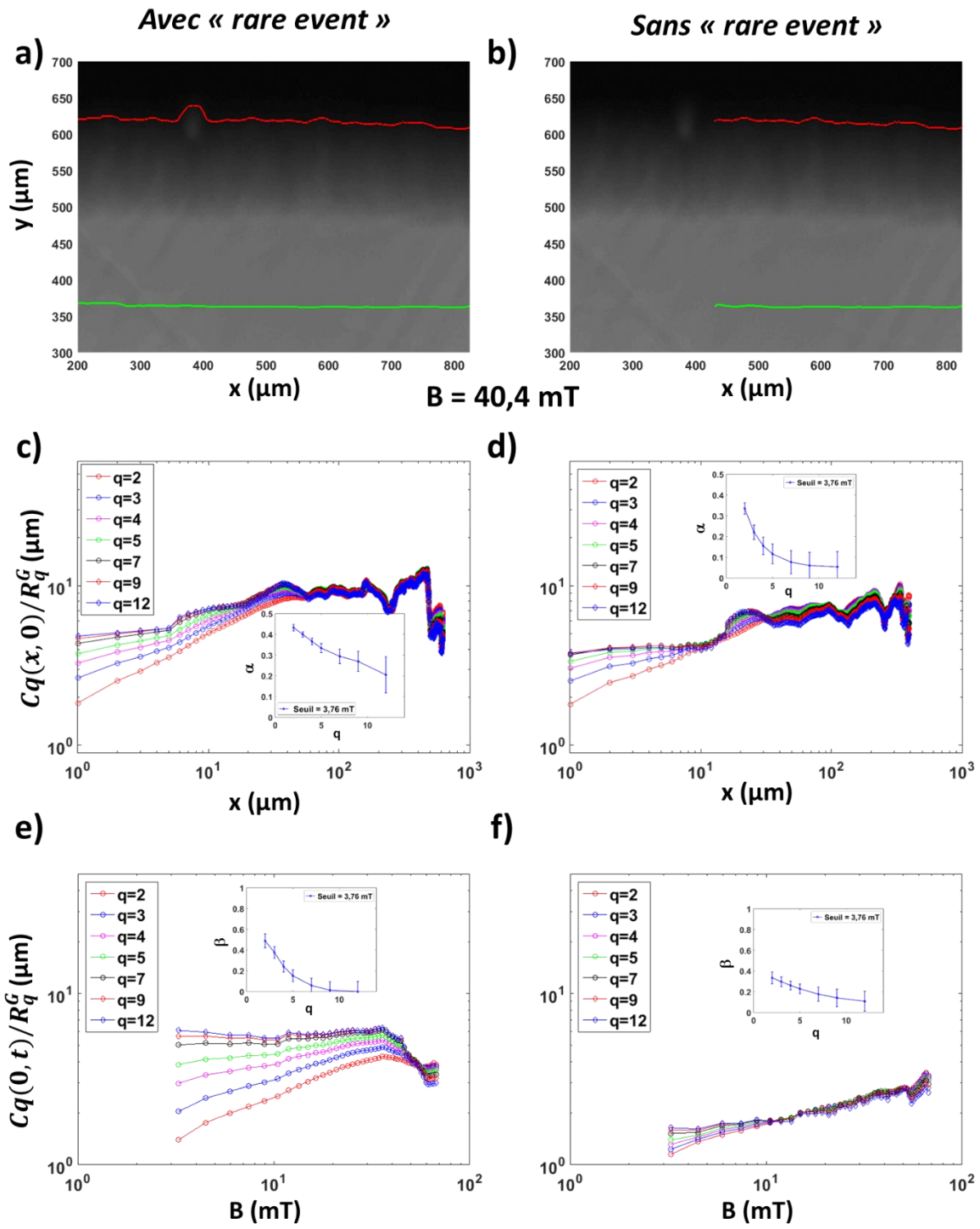

Figure IV.10 : Pénetration du flux depuis le bord gravé chimiquement de l'échantillon Y2T, dans une partie qui comprend un défaut particulièrement prononcé ou ''évènement rare''. Ce défaut induit un renflement sur la partie gauche du front de flux (a, b). La prise en compte du ''évènement rare'', induit un « multiscaling » de la fonction de corrélation spatiale $C_q(x,0)$, alors que le « multiscaling » est fortement réduit lorsque le ''évènement rare'' est exlu de l'analyse (c, d). Les courbes (e) et (f) présentent les exposants de croissance correspondants. Les évolutions des exposants de rugosité et de croissance en fonction de l'ordre q sont représentées dans les encarts.

On s'intéresse à présent à l'effet du désordre au sein même de la couche provoqué par les irradiations auxquelles ont été soumis les films. L'étude des images de MET, Figure IV.11, révèle des défauts colonnaires occupant respectivement environ 10% et 23% du volume des

échantillons Y2T et Y6T. Pour un échantillon d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bombardé avec des ions de Pb de 130 MeV à une fluence $n = 1 \times 10^{12}$ cm^{-2}, les défauts occupent 29% de l'échantillon. On s'attend donc à une proportion de défauts d'au moins 15%, pour Y10T (fluence $n = 5\times10^{11}$ cm^{-2}, B_ϕ=10 T), alors qu'on obtient pour cet échantillon une température critique plus élevée et un désordre moins important que pour l'échantillon Y2T (B_ϕ=2 T). Ceci s'explique si l'on se souvient que - lors de l'irradiation avec des ions d'1 GeV - des électrons secondaires sont émis pendant le passage de l'ion, qui endommagent les régions autour des défauts colonnaires (Biswal et al., 2008). Pour l'échantillon Y6T, 23% du matériau supraconducteur est rendu amorphe par l'irradiation. Dans cet échantillon, les défauts se chevauchent et créent des régions amorphes aux contours irréguliers. On suppose que ces groupements fortuits de défauts donnent naissance à des « événement rares » qui facilitent la pénétration du flux et ainsi la rugosification du front et le « multiscaling ». La présence de « multiscaling » dans le front de flux progressant depuis le bord défini par gravure ionique de l'échantillon Y2T laisse penser que de tels groupements de défauts sont déjà présents à des fluences plus faibles.

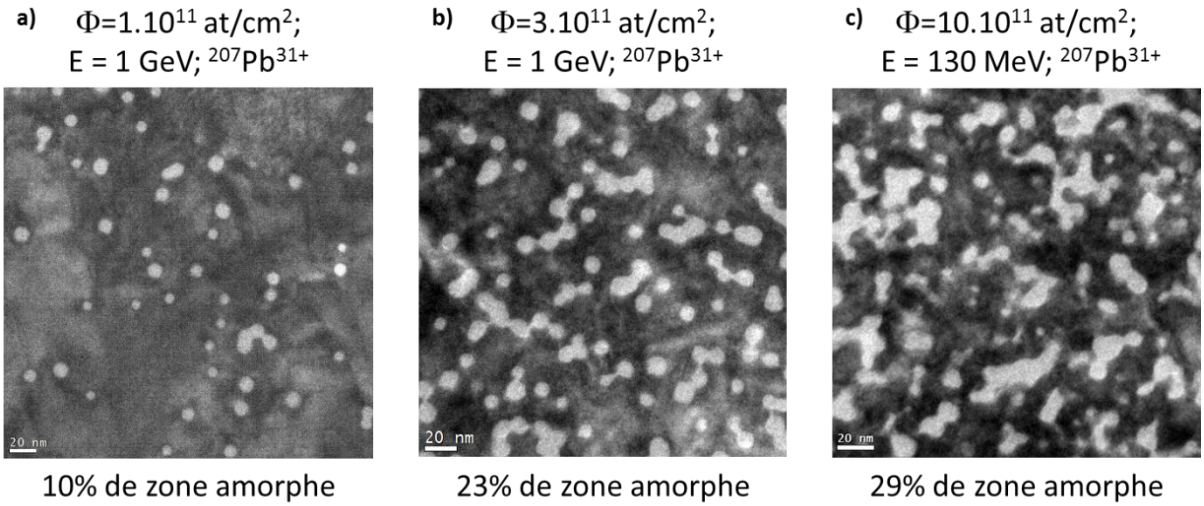

Figure IV.11 : Image – par microscopie électronique à transmission - des couches minces irradiées avec des ions plomb à respectivement des fluences de 1 $\times 10^{11}$ cm^{-2} (a) et 3 $\times 10^{11}$ cm^{-2} (b) et une énergie de 1 GeV et une fluence de 10 $\times 10^{11}$ cm^{-2} et une énergie de 130 MeV (c)

G. Conclusion

Ce chapitre présente une étude de la rugosité des fronts de flux magnétique, formés par les vortex pénétrant dans des couches minces d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ présentant différents types de désordre. Nous avons d'abord étudié un désordre sur les bords des couches, créé par deux types de gravure. La définition des bords des couches minces par gravure ionique donne lieu

à un désordre faible ; par contre, une gravure chimique introduit un désordre fort. Par ailleurs, une irradiation avec des ions lourds de haute énergie augmente le désordre en volume. Nous avons étudié en parallèle une couche témoin, non irradiée, une couche irradiée avec des ions de Pb d'énergie 130 MeV à une fluence de 5×10^{11} cm^{-2}, et deux couches irradiées avec des ions Pb d'énergie 1 GeV à des fluences respectives de 1×10^{11} cm^{-2} et 3×10^{11} cm^{-2}. Le fort désordre au sein du matériau supraconducteur – obtenu par gravure chimique et irradiation à fortes doses - donne lieu à l'apparition « d'évenements rares », constitués de défauts particulièrement marqués ou de regroupements fortuits de défauts. Ces événements rares entraînent un front de flux multi-affine ainsi qu'une loi d'échelle fonction de l'ordre q de la fonction de corrélation spatio-temporelle, ou « multiscaling ». Ce « multiscaling » est caractérisée par la dépendance en q l'exposant généralisé de Hurst H_q (ou exposant de rugosité). Un désordre fort sur les bords, introduit par gravure chimique, donne lieu à une chute de H_q depuis la valeur prédite par le modèle KPZ, $H_{q=2} = 0{,}5$ jusqu'à $H_{q=15} \sim 0{,}2$ environ. Ce comportement est très similaire à celui trouvé dans des cristaux supraconducteurs de $Ba(Fe_{0,93}Co_{0,07})_2As_2$ (Grisolia et al., 2013). Un désordre en volume relativement faible, tel que rencontré dans les couches d'$YBa_2Cu_3O_7$ brutes de croissance, ou irradiées avec des ions Pb de 130 MeV, donne lieu à l'observation d'un comportement décrit par le modèle KPZ, ou encore par le modèle d'Oslo préconisé par Welling *et al.* (Welling et al., 2003). Le fort désordre en volume, introduit par une forte dose d'ions Pb d'1 GeV, engendre un « multiscaling » ce qui se traduit par une valeur de H_q qui décroit rapidement jusqu'à 0 en fonction de q.

La rugosité des fronts de flux est un paramètre important pour les résonateurs supraconducteurs dédiés à l'IRM, en particulier en prévision de leurs interactions futures avec des champs magnétiques intenses. Le facteur de qualité de ces résonateurs est diminué avec les pénétrations de flux dans le matériau supraconducteur et en particulier, par le transit de vortex. Cette pénétration est facilitée par la rugosification du front de flux et notamment par la présence de défauts prononcés, agissant comme « évènements rares ».

Nous avons identifié dans ce chapitre l'origine des différents comportements d'échelle des fronts de flux rugosifiés. Il nous a également été permis de mettre en évidence certains procédés entrant dans la fabrication de dispositifs supraconducteurs qui permettront d'adapter leurs propriétés électriques, en fonction de l'usage qui en est attendu.

Les résonateurs supraconducteurs de la société Ceraco étudiés dans le chapitre 3 ont également été fabriqués, par co-évaporation. Le motif de ces résonateurs a été obtenu par

gravure ionique. Le comportement du front de flux progressant depuis le bord de l'échantillon Y0T défini par gravure ionique est donc celui qui se rapproche le plus des échantillons étudiés dans le chapitre 3 et plus particulièrement des résonateurs dont l'épaisseur de 300 nm est du même ordre de grandeur que celle des échantillons étudiés dans ce chapitre.

L'augmentation du désordre dans les résonateurs utilisables en IRM est un autre moyen d'obtenir une diminution de leur facteur de qualité lors de l'étape d'émission. Cette méthode mérite d'être testée pour compléter celle présentée dans le chapitre 3. Il faut toutefois rappeler que la gravure ionique permet une meilleure définition des bords que la gravure chimique qui sera plus difficile à implémenter quand il s'agira de combiner un désordre de bord important et les constrictions présentées dans le chapitre précédent.

L'étude présentée dans ce chapitre a été effectuée sous un champ magnétique statique. Les comportements étudiés ne sont donc pas directement transposables à l'application RF qui est faite des matériaux supraconducteurs en IRM. Le banc expérimental de magnéto-optique devra pour cela être modifié pour permettre l'observation du mouvement des vortex soumis à des champs RF.

Conclusion générale et perspectives

L'utilisation des antennes supraconductrices en IRM entraîne une amélioration manifeste de la qualité des images acquises en imagerie par résonance magnétique. En effet ces antennes permettent de multiplier le rapport signal à bruit d'un facteur compris entre 2 et 10 (ce facteur dépend de l'intensité du champ B_0, de la taille de l'antenne, de la charge de l'échantillon et des applications) par rapport aux antennes en cuivre et d'obtenir de meilleures résolutions dans des temps d'acquisition plus courts et d'améliorer ainsi la qualité des images.

Cependant, l'utilisation de ces antennes présente un problème important : lors de l'étape d'émission, elles concentrent le champ RF utilisé pour la bascule du moment magnétique formé par les spins des noyaux (ceux d'hydrogène dans la plupart des cas). Afin d'acquérir des images quantitatives, il est nécessaire de désactiver l'antenne de réception pendant la phase d'émission. On appelle cette désactivation le découplage.

La question principale autour de laquelle tourne ces travaux de thèse est celle du découplage des antennes SHTC avec l'antenne d'émission RF, et leur « réactivation » lors de la phase de réception ; ceci dans l'optique d'acquérir des images quantitatives d'IRM. Nous avons traduit cette question par le schéma de la Figure I.8 du chapitre I. Une autre façon de formuler cela est de diminuer son facteur de qualité à une valeur avoisinant 10 pendant la phase d'émission, et de retrouver un Q de l'ordre de 10000 pendant la phase de réception, le tout dans des temps compatibles avec les séquences IRM. Afin de remplir cet objectif, nous avons suivi deux voies, qui exploitent chacune les propriétés des matériaux supraconducteurs. Nous avons modifié la géométrie des antennes SHTC pour exacerber les propriétés non-linéaires des matériaux supraconducteurs en fonction de la puissance RF. En parallèle, nous avons étudié l'effet de différents désordres structuraux introduits dans des films supraconducteurs, sur leurs propriétés.

Afin de mener à bien l'étude de la non-linéarité de la résistance de l'antenne SHTC en fonction de sa géométrie et de l'épaisseur du matériau supraconducteur, nous avons développé un cryostat permettant de caractériser ces antennes en fonction de leur température de fonctionnement et de la puissance RF incidente.

Les deux modifications apportées aux antennes (l'épaisseur et l'introduction d'une constriction) se sont avérées efficaces pour diminuer la valeur du facteur de qualité pour de

forts niveaux de puissance. Cette diminution du facteur de qualité Q est d'autant plus importante que la température de fonctionnement est proche de T_c. Cependant l'effet de l'épaisseur de la couche est plus important que celui de la constriction. Cette différence s'explique en partie par un champ caractéristique qui diminue avec l'épaisseur de la couche supraconductrice. Ce champ représente le champ magnétique nécessaire pour une pénétration totale des vortex pour un matériau supraconducteur épais, ce paramètre est fonction de l'épaisseur de la couche de matériau. Un des points clés de notre étude est le temps de transition des antennes supraconductrices entre les états résistif et non-résistif. Dans des conditions reproduisant celles prévues lors d'une séquence IRM, le temps de transition des antennes était inférieur à la résolution instrumentale, c'est-à-dire 12 µs, bien inférieur au temps séparant l'émission de la réception (de l'ordre de la milliseconde dans les séquences d'IRM classique).

Nous avons rapproché nos résultats des modèles existants dans la littérature, et si à fortes puissances, les deux résonateurs avec une constriction courte (20×100 µm^2) suivent le modèle de Clem & Sanchez, ce n'est pas le cas pour les autres. Nous pensons que dans ces cas-là, les puissances mises en jeu ne sont pas suffisantes pour déplacer les vortex. Les pertes dans ces résonateurs s'expliqueraient par l'oscillation des vortex à l'intérieur des pièges de potentiel qui les ancrent.

On remarque que les puissances élevées se sont révélé difficiles à explorer en partie à cause du claquage des antennes présentant des constrictions. Cependant ce phénomène s'est produit dans des conditions particulières (à champ terrestre et à 60 K). Lors de ces expériences, en champ terrestre et à 70 K, le facteur de qualité le plus bas obtenu était de 155, pour une puissance de 400 mW (3,3 µT), soit un ordre de grandeur au-dessus de celui souhaité. Cependant, compte tenu des travaux précédemment réalisés, en intégrant l'effet de l'intensité du champ statique (1,5 T), aux niveaux de puissance explorés dans cette thèse, nous atteindrions un facteur de qualité de 100, et en augmentant la puissance incidente à 45 W (35 µT), nous devrions atteindre un Q de 10 lors de la phase d'émission (en vérifiant bien qu'à bas niveau de puissance les propriétés du matériau supraconducteur ne soient pas altérées par le champ statique).

La seconde voie explorée dans ce travail de thèse repose sur la modification des propriétés physiques du matériau supraconducteur. L'objectif ici était d'étudier l'influence d'un désordre structural induit à l'intérieur du matériau sur ses propriétés. Plusieurs types de

désordre ont été introduits dans le matériau. Un désordre de bord dû au type de gravure utilisée pour la définition des bords de la piste supraconductrice. Et un désordre de volume dû à l'irradiation aux ions lourds de la couche supraconductrice. Cette irradiation provoque des défauts colonnaires dans le volume du matériau.

Pour étudier l'effet des désordres introduits de ces façons, nous avons observé la pénétration des vortex à l'intérieur du matériau refroidi à champ nulle, puis soumis à un champ magnétique croissant. La progression des vortex a été caractérisée par la rugosité du front de flux. De cette manière, nous avons identifié la gravure chimique comme celle introduisant le désordre le plus important. Cependant cette gravure ne permet pas une définition nette des bords, elle ne pourra donc pas être utilisée pour la réalisation de constriction sur la piste supraconductrice. Au contraire l'irradiation aux ions lourds permet de jouer sur la densité de courant critique et le désordre à l'intérieur du matériau. L'augmentation du désordre à l'intérieur du matériau aurait également pour effet la diminution du facteur de qualité des antennes en dehors de l'étape d'émission. En prenant en compte ces deux facteurs, l'irradiation aux ions lourds serait un moyen d'accentuer la diminution du facteur de qualité.

Pour la suite de l'étude des résonateurs supraconducteurs, il serait intéressant d'observer leur comportement en magnéto-optique sous l'effet d'un champ RF. Cette étude permettrait de confirmer les hypothèses faites sur la dynamique des vortex aux puissances étudiées. Le cryostat modulable développé au cours de cette thèse pourrait accueillir les éléments nécessaires à un banc de magnéto-optique. De la même manière, nous pourrions étudier l'effet de l'irradiation aux ions lourds sur le facteur de qualité des résonateurs supraconducteurs à fortes puissances. Outre l'approfondissement des phénomènes sous-jacents à la désactivation des résonateurs supraconducteurs, le développement d'un cryostat IRM compatible est en cours. Ce cryostat associé à un système d'accord et d'adaptation automatique et sans-contact permettra la validation des hypothèses émises sur la désactivation des antennes.

Annexes

A. Principes de l'imagerie par résonance magnétique

1. Le temps de récupération longitudinale : T_1

Le temps T_1 est le temps caractéristique de récupération de l'aimantation longitudinale le long de B_0. Ce temps est spécifique au milieu, il dépend de l'interaction spins-réseau, il traduit la perte d'énergie par couplage entre les noyaux et leur environnement.

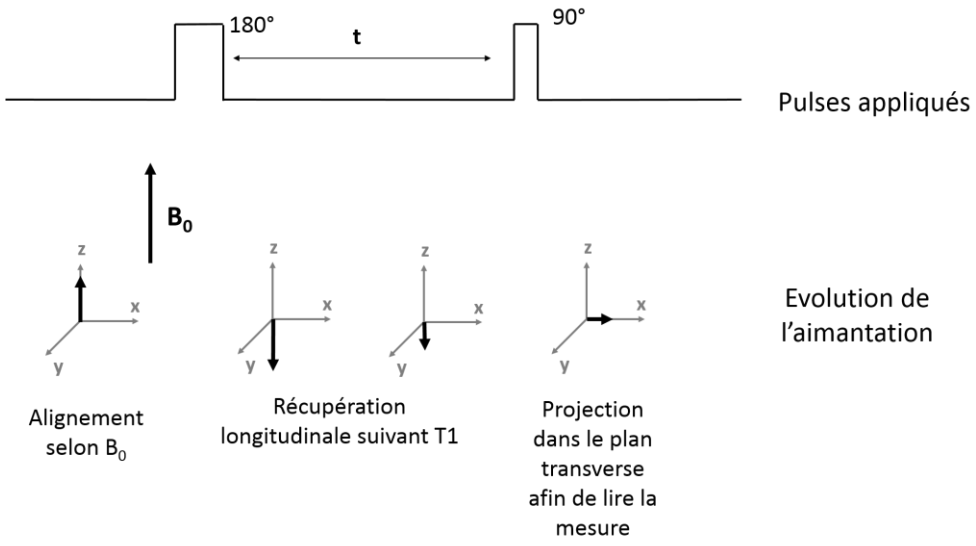

Figure A.1: Séquence d'inversion-récupération permettant de mesurer le T_1. Le « t » correspond au temps de repousse c'est-à-dire au temps entre la stimulation à 180° et celle à 90°.

Lors d'une expérience de RMN classique on mesure le T_1 avec une séquence d'inversion-récupération (Figure A.1). Dans un premier temps on va émettre un pulse à 180°, qui orientera l'aimantation selon l'axe –z. On observe alors la récupération longitudinale de l'aimantation selon z. L'aimantation ne pouvant être mesurée que dans le plan transverse, il est nécessaire de réaliser une impulsion de 90° afin de la basculer dans ce plan. On répète cette opération à des temps de repousse différents (« t ») afin d'extraire le T_1 des différentes valeurs de l'aimantation. Les différentes valeurs obtenues lors de ces inversions-récupérations nous permettent d'obtenir la courbe présentée Figure A.2.

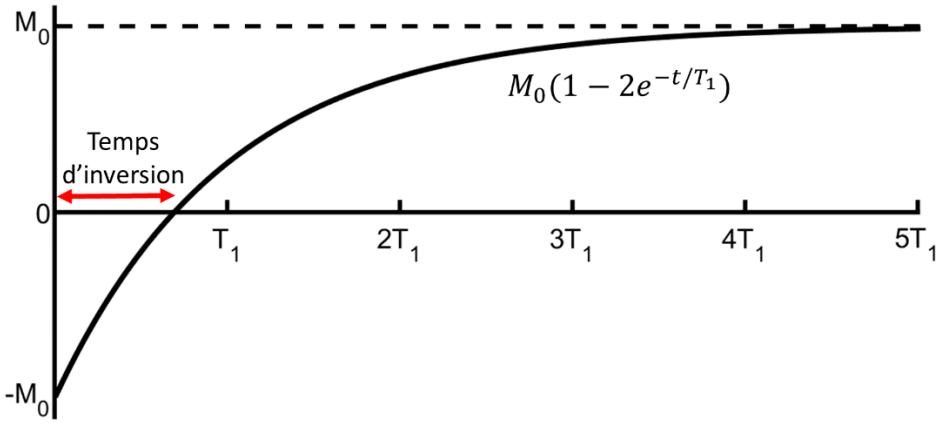

Figure A.2 : Représentation de l'évolution de l'aimantation M(t) après une inversion (pulse à 180°) en fonction du temps. La récupération de l'aimantation selon z va suivre la formule suivante : $M(t)=M_0(1-2e^{-t/T1})$. Le temps d'inversion, il correspond au temps au bout duquel l'aimantation selon l'axe z devient nul après une impulsion de 180°.

2. Le temps de relaxation transversale : T_2

Le temps de relaxation transversale, noté T_2, correspond au déphasage de l'aimantation après l'excitation RF. Le déphasage de l'aimantation dépend de deux types d'interaction :

- les interactions spins-spins, qui correspondent aux échanges d'énergie entre les spins eux-mêmes,
- les interactions avec les hétérogénéités locales de champ (indépendante de l'échantillon).

Si on prend en compte ces deux types d'interaction, le temps de déphasage de l'aimantation sera caractérisé par le temps T_2*. En revanche, si on s'affranchit des hétérogénéités du champ, il sera caractérisé par le temps T_2.

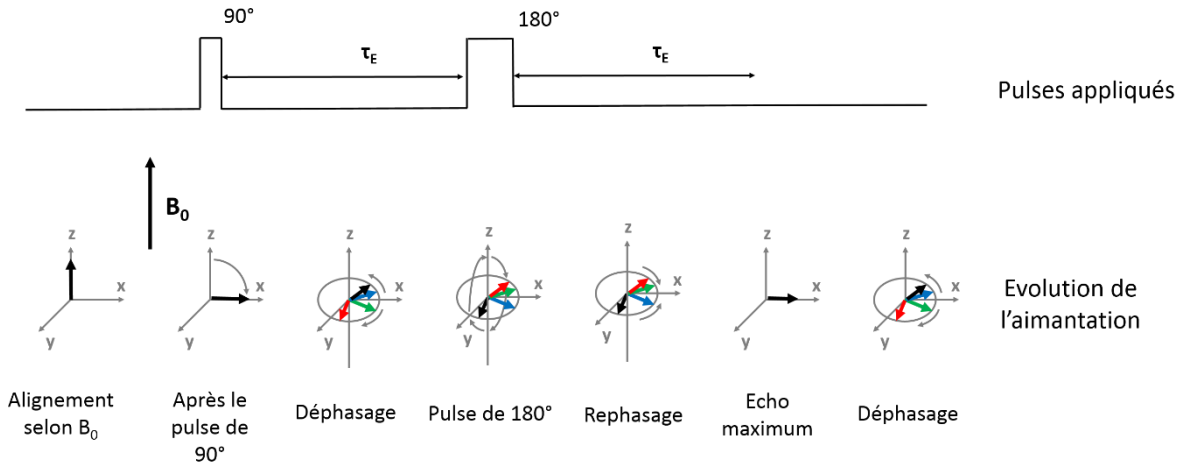

Figure A.3 : Séquence d'écho de spin permettant de mesurer le T2. Le « τ_E » correspond au temps d'écho : temps entre le pulse à 90° et celui à 180° ainsi que le temps entre le pulse à 180° et l'écho.

Lors d'une séquence simple de RMN (juste une impulsion 90°), le signal de précession libre fourni le T_2* de l'échantillon. Lors d'une séquence d'écho de spin l'antenne émet une impulsion 180° à la suite de l'impulsion de 90°. Ces deux excitations successives permettent de s'affranchir des hétérogénéités locales de champ magnétique. En effet, les spins en avance de phase seront en retard de phase suite au pulse à 180° et inversement pour les spins en retard de phase avant le pulse à 180°. Le déphasage dû à la relaxation spin-spin, est lui en revanche irréversible. Les mesures du signal pour différents temps d'écho vont donc permettre de déterminer la valeur de T_2. Les différentes valeurs obtenues lors de ces échos de spin permettent d'obtenir la courbe présentée Figure A.4.

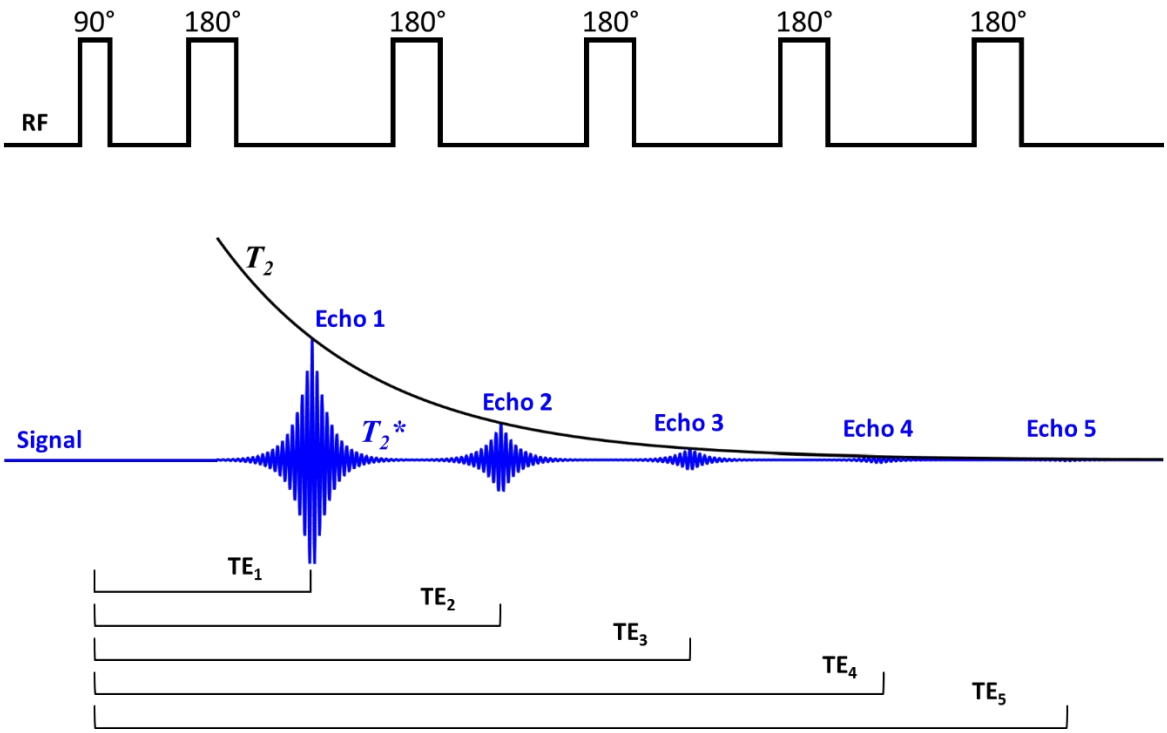

Figure A.4 : Représentation de la séquence d'écho spin permettant la mesure du T2. Elle est constituée d'un pulse à 90° suivi d'un pulse à 180° pour observer l'écho des spins. En répétant cette séquence à des temps d'écho différents on obtient une courbe sous forme d'exponentielle décroissante correspondant au T2, $M(TE)=M_0e^{-TE/T2}$.

3. Notion de gradient

La longueur d'onde mise en jeu lors d'expériences IRM sur des noyaux d'hydrogène avec un champ statique B_0 de 1,5 T est d'environ 4,7 m. La résolution autorisé par cette longueur d'onde est hautement insuffisante pour la résolution anatomique désirée. La localisation spatiale du signal nécessite une technique spécifique du codage spatial. Ce codage spatial repose sur la variation de la fréquence de résonance des spins (Lauterbur 1973). Cette

fréquence étant dépendante du champ magnétique appliqué, elle sera modifiée à l'aide de gradients de champ magnétique. Un gradient permet de localiser spatialement l'origine du signal RMN selon un axe. Par conséquent, il est nécessaire d'utiliser trois gradients afin d'obtenir une image en trois dimensions. Ces trois gradients sont les gradients de sélection de coupe, de phase et de lecture.

a) Gradient de sélection de coupe

Le signal RMN est basé sur l'excitation des spins du noyau à leur fréquence de résonance. En utilisant un gradient de champs magnétique perpendiculaire au plan d'intérêt, la fréquence de résonance des spins va varier selon l'axe z. En appliquant simultanément une onde RF à une fréquence donnée (égale à la fréquence de résonance des protons du plan d'intérêt) on pourra exciter uniquement les spins de la coupe choisie.

b) Gradient de phase

Lorsque des protons sont soumis à une excitation RF de 90°, ils tournent tous en phase et à la même fréquence. Si on introduit un gradient de phase selon l'axe *y*, les protons vont être soumis à différentes intensités de champs. Ils ne tourneront donc plus à la même fréquence ce qui va les déphaser les uns par rapport aux autres. Cette modulation en phase du signal est représentée par '*k*' :

$$k = \int_0^t \gamma \, \mathrm{G(t')} \, \mathrm{dt'} \qquad \textit{Équation A.1}$$

La valeur maximale de k dépend de la durée et de l'intensité du gradient appliqué. Lorsqu'on arrête le gradient de phase, les protons vont de nouveau tourner à la même fréquence tout en gardant leur déphasage. On parlera donc de gradient de phase.

c) Gradient de lecture (codage en fréquence)

Comme vu précédemment, si on introduit un gradient d'intensité de champs, les protons vont tourner à des fréquences différentes. Il s'agit du codage en fréquence aussi appelé gradient de lecture.

d) Combinaison des 3 gradients

On utilise d'abord le gradient de sélection de coupe afin de sélectionner le volume qui va être exploré. A l'intérieur de ce volume, la position de chaque élément sera codée en *x* et *y* grâce à l'application du gradient de codage par la phase et par la fréquence. Le gradient de

phase permet de discriminer la matrice en ligne et le gradient de lecture en colonne. L'application de ces trois gradients, à des moments distincts et selon des directions différentes, permet donc d'obtenir une matrice où chaque élément a une phase et une fréquence qui lui est propre (Figure 1).

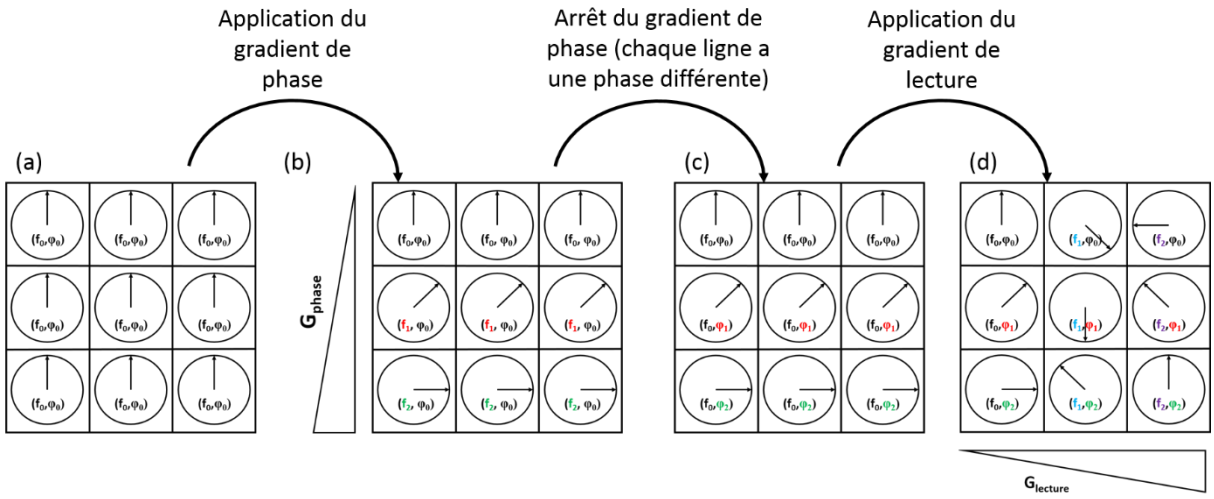

Figure A.5 : (a) Dans un premier temps, tous les éléments de la matrice ont la même phase (φ_0) et la même fréquence (f_0). (b) On applique un gradient de phase. Ceci entraîne une variation de la fréquence de résonance en fonction des lignes. (c) L'arrêt du gradient de phase entraîne un retour des éléments de la matrice à une même fréquence tout en conservant les retards et les avances de phases. (d) On applique alors le gradient de lecture ce qui modifie la fréquence de chaque élément de la matrice. On observe alors que chaque élément de la matrice à une couple de coordonnées (f_x, φ_x) qui lui est propre.

4. Formation d'image

Tout comme un son peut être caractérisé en fonction de son intensité (amplitude), sa fréquence et sa phase, une image peut être caractérisée en fonction des contrastes de gris (amplitude) et de la périodicité de ces contrastes (fréquence spatiale). La transformée de Fourier permet de représenter une image dans le domaine fréquentiel grâce aux caractéristiques décrites plus haut. Une transformée de Fourier inverse permet donc d'obtenir une image à partir d'un signal dans le domaine fréquentiel.

Le signal RMN « brut » est codé en fonction d'une amplitude, d'une fréquence et d'une phase. Il est alors stocké dans le domaine fréquentiel : une matrice appelée l'espace des k correspondant à un plan de Fourier. La transformée inverse de Fourier permet donc d'obtenir une image.

Dans l'espace k, on retrouve les faibles fréquences spatiales au centre et les fortes fréquences en périphérie. Une basse fréquence spatiale donne une information sur les contrastes de l'image et une forte fréquence spatiale sur les contours de l'image.

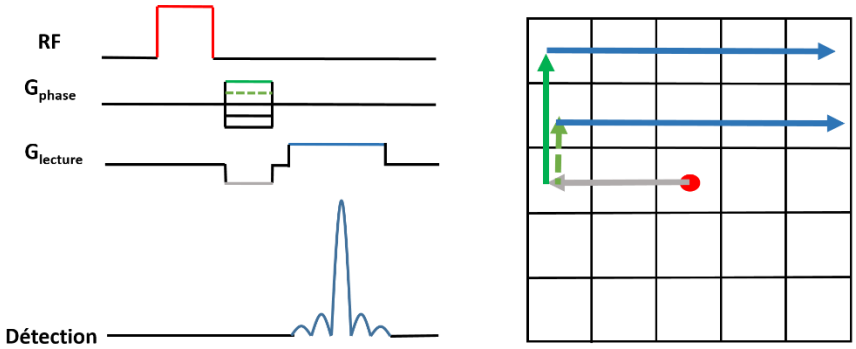

Figure A.6 : Représentation d'une séquence d'écho de gradient et remplissage de l'espace des k associés. Lors de l'excitation RF on se trouve au centre de l'espace des k. Le gradient de phase permet de se déplacer selon y de manière verticale et le gradient de lecture selon x dans l'espace des k. La lecture se fait lors de l'application du gradient de lecture, flèches bleues.

Nous avons vu précédemment la représentation d'une séquence d'écho de spin. La séquence d'écho de gradient est aussi très utilisée en IRM car elle présente l'avantage d'être plus rapide à réaliser. Par contre, elle ne nous permet pas de mesurer le T_2 mais le T_2*. La Figure A.6 présente l'analogie que l'on peut faire entre le chronogramme de cette séquence et la façon dont on remplira l'espace des k selon k_x et k_y. Chaque ligne de l'espace des k est alors remplie à l'aide d'une mesure (Figure 2). En ajoutant les mesures ligne par ligne on obtient alors l'espace k dans sa globalité. Grâce à la transformée de Fourrier on aura alors une image en trois dimensions.

Dans l'image, la résolution spatiale est déterminée en fonction de la largeur (Δx) et de la hauteur (Δy) du pixel. Ces valeurs dépendent de l'effet maximal du gradient employé mais aussi du nombre de codage en fréquence (N_F) et en phase (N_P) ainsi que de l'écartement des colonnes (Δ_{kx}) et des lignes (Δ_{ky}) de l'espace k. En effet, nous avons vu précédemment que le k correspond à la modulation de la phase donc le Δ_k correspond au plus petit pas de déphasage entre deux temps.

$$\Delta x = 2\pi/(N_F \times \Delta_{kx}) \qquad \Delta y = 2\pi/(NP * \Delta ky)$$

$$\Delta x = 2\pi/(k_{xmax}) \qquad \Delta y = 2\pi/(kymax)$$

$$\Delta x = 2\pi/(\gamma.G_x.t_x) \qquad \Delta y = \pi/(\gamma.G_y.t_y)$$

Les dimensions du champ de vue (FOV) sont définies de la manière suivante :

$$FOV_x = 1/\Delta_{kx} \qquad FOV_y = 1/\Delta_{ky}$$

B. Interface graphique Thales Cryogenics

Une interface de contrôle de la température développée par THALES Cryogenics a été fournie avec le cryogénérateur. Cette interface permet de contrôler la cryogénérateur et d'afficher la température du capteur de température (ici la diode). La Figure B.1 présente les deux onglets principaux de l'interface de contrôle. Le premier onglet indique les différents paramètres du boitier de commande du cryogénérateur (XPCDE) : la valeur de la diode, le courant qu'elle reçoit ou encore la température du XPCDE, etc. Le deuxième onglet présente les variations de la tension seuil de la diode dans le temps. D'autres onglets permettent de fixer la valeur consigne ainsi que l'intervalle de précision dans la régulation souhaitée ou encore de sauvegarder les mesures acquises. Cette interface simple d'utilisation a permis dans un premier de temps de prendre en main le cryogénérateur.

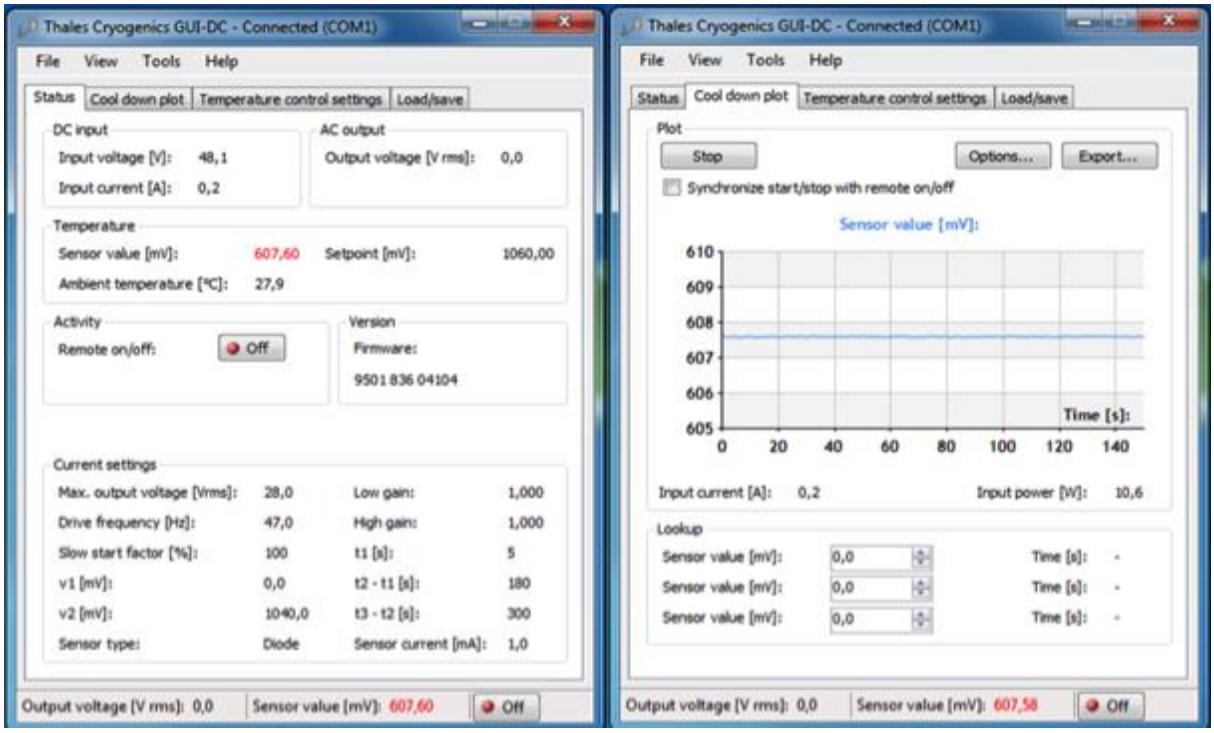

Figure B.1: Onglets « Status » et « Cool down plot » de l'interface graphique vendue par Thales Cryogenics.

C. Calcul de la fréquence de résonance des résonateurs à ligne de transmission

Prenons le cas simplifié d'un résonateur à ligne de transmission présentant un tour et un gap, représenté Figure C.1. La piste noire représente la piste du dessus du résonateur et la grise celle du dessous, ces deux pistes sont séparées par un diélectrique.

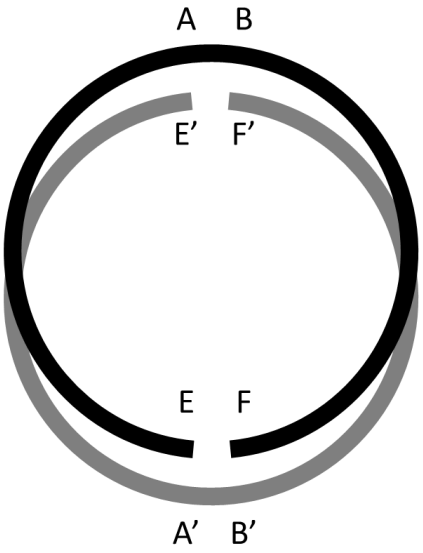

Figure C.1 : Résonateur à ligne de transmission présentant un tour et un gap

Ce résonateur peut être représenté sous une forme déroulée (Gonord, Kan, and Leroy-Willig 1988) représenté par la Figure C.2 :

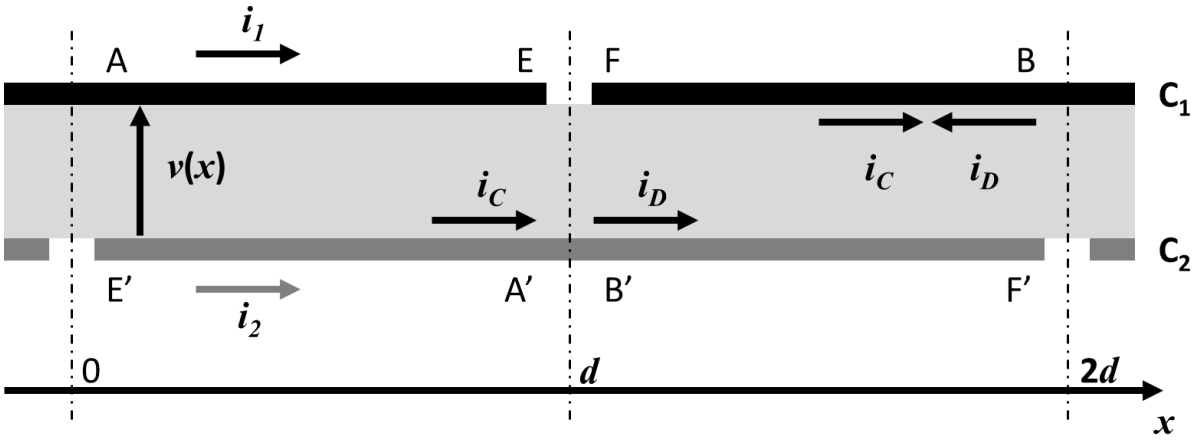

Figure C.2 : Représentation plane du résonateur à ligne de transmission

On définit les courants i_1 et i_2 comme les courants parcourant respectivement la piste du dessus (noire) et celle du dessous (grise). Ces deux courants permettent de définir le courant de mode commun i_C et celui de mode différentiel i_D, tel que :

$$i_C = (i_1 + i_2)/2$$ *Équation C.1*

$$i_D = (i_1 - i_2)/2$$ *Équation C.2*

Le courant de mode différentiel i_D crée un champ magnétique que l'on peut considérer comme négligeable à l'extérieur de la ligne. Dans le cas d'une ligne de transmission parfaite, ce courant n'interagit pas avec l'extérieur. Ce mode ne dépend que des propriétés intrinsèques à la ligne, comme son impédance caractéristique et la vitesse de propagation via la constante de propagation β. Sa valeur est fonction de la position dans la ligne.

Le courant de mode commun i_C représente les interactions de la ligne avec l'environnement. Ce courant est responsable de la création du champ magnétique à l'extérieur de la ligne. Aux fréquences auxquels nous travaillons, la longueur d'onde est grande devant les dimensions du circuit, ce courant sera décrit à l'aide du régime quasi-statique plutôt qu'avec les lois de rayonnement des antennes. De plus on le considérera constant sur l'ensemble de la ligne.

On peut relier ces deux modes avec les conditions aux limites du résonateur :

En x = 0 et x =2d, i_2 est nulle donc $i_{D4n} = i_C$.

A l'opposé en $x = d$, i_1 est nulle donc $i_{D4n+1} = -i_C$.

Mode différentiel

La tension dans la ligne à la position x est noté $v(x)$, de même $i_D(x)$ est le courant différentiel à l'abscisse x. Les équations des lignes sont :

$$Z_0 i_D(x) = Z_C i_D(0)\, cos(\beta x) - jv(0) sin(\beta x)$$ *Équation C.3*

$$v(x) = v(0)\, cos(\beta x) - jZ_0 i_D(0) sin(\beta x)$$ *Équation C.4*

Avec Z_0 l'impédance caractéristique de la ligne.

En respectant les conditions aux limites, on a en $x = d$:

$$Z_0 i_D = Z_C i_C\, cos(\beta d) - jv(0) sin(\beta d)$$ *Équation C.5*

Donc :

$$Z_0 i_C = Z_C i_C\, cos(\beta d) - jv(0) sin(\beta d)$$ *Équation C.6*

en posant : $v(0) = U$, on a :

$$U = -jZ_0 i_C \frac{1 + cos(\beta d)}{sin(\beta d)} = jZ_0 i_C \, cot\left(\frac{\beta d}{2}\right)$$ *Équation C.7*

En combinant ce résultat à l'Équation C.4 on a en d, $v(d) = U$.

Mode commun

Du point de vue de l'extérieur de la ligne, en mode commun, le résonateur peut schématiser comme le montre la Figure C.3 :

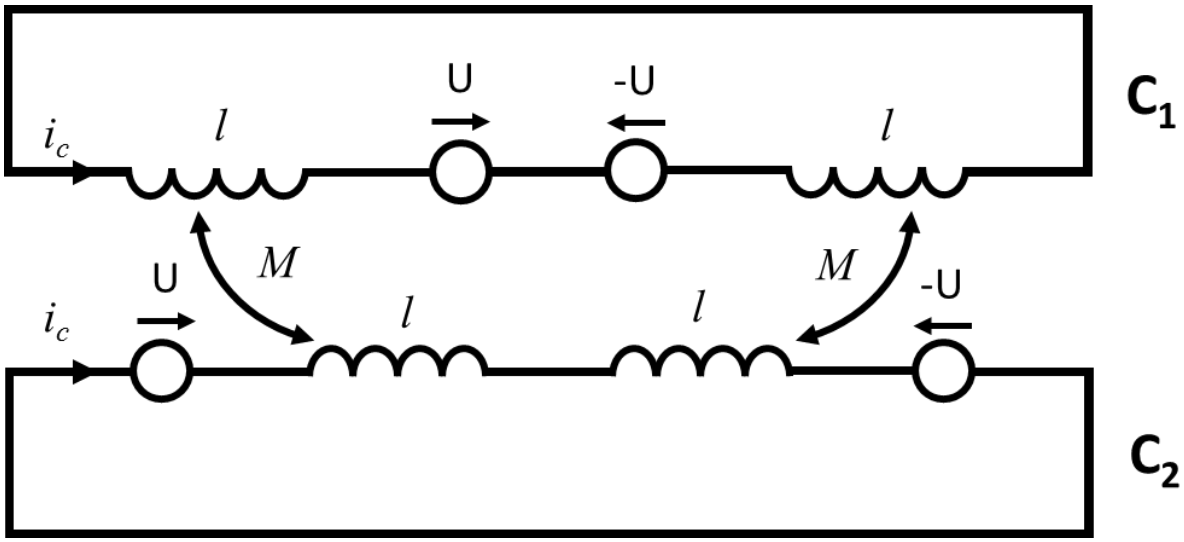

Figure C.3 : schéma électrique du résonateur à ligne de transmission.

$2l$ représente l'inductance de chacune des pistes C_1 et C_2, M représente l'inductance mutuelle entre ces inductances. On déduit de ce circuit un schéma équivalent série (Figure C.4) :

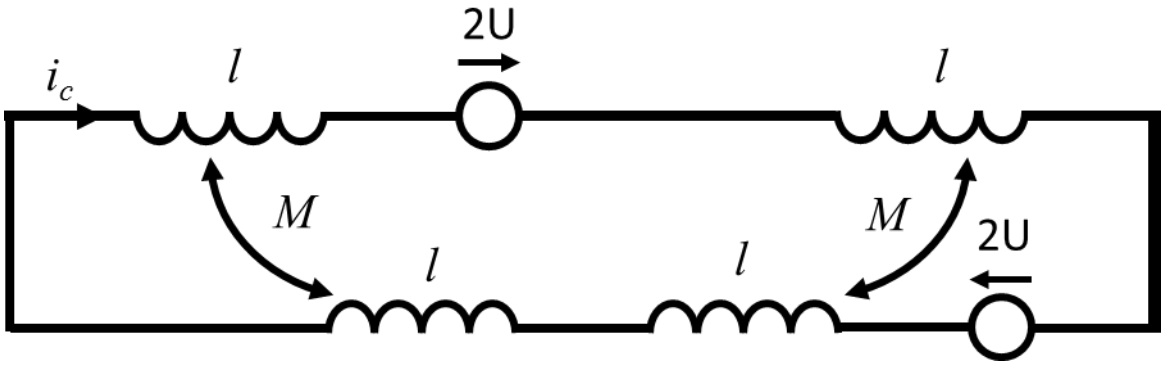

Figure C.4 : Schéma équivalent série du résonateur

L'inductance total L_{tot} du circuit est alors : $L_{tot} = 4l+M$. On a alors :.

$$jL_{tot}\omega i_C + 4U = 0$$ *Équation C.8*

En utilisant l'Équation C.7 on obtient :

$$ji_C\left(L_{tot}\omega - 4Z_0\, cot\left(\frac{\beta d}{2}\right)\right) = 0$$ *Équation C.9*

Pour qu'il y ait résonance, l'un des deux termes doit être nul et dans notre cas i_C ne peut être nul, on doit donc avoir :

$$\frac{L_{tot}\omega}{4Z_0\, cot\left(\frac{\beta d}{2}\right)} = 1$$ *Équation C.10*

Liste des figures

Figure I.1 : Mosaïque des unes de la revue « Magnetic Resonance in Medicine » de janvier 2017 à janvier 2018 (de gauche à droite et de haut en bas). 13

Figure I.2 : Image du cerveau d'un volontaire prise à 3 T, 7 T, et 9 T (Pohmann et al., 2016)..... 17

Figure I.3 : Domaine de prédominance des bruits. Les courbes en pointillé représentent $R_S T_S = R_C T_C$ pour des résonateurs en cuivre à température ambiante, à la température de l'azote liquide et à la température de l'hélium liquide. Les courbes en traits pleins représentent cette même limite avec et sans champ magnétique statique B_0 à la température de l'azote liquide (Darrasse and Ginefri, 2003). 20

Figure I.4 : Schéma équivalent du circuit de couplage inductif. Q_l et Q_{cc} sont respectivement les facteurs de qualité de l'antenne RF et du coupleur. Z_{out} est l'impédance de l'antenne RF vue à la sortie du circuit d'adaptation. Z_{in} est l'impédance d'entrée du préamplificateur (Poirier-Quinot et al., 2008) 23

Figure I.5 : Comparaison du bruit et du rapport signal à bruit pour différents types de capteurs IRM. (Myers et al., 2007). Les capteurs « conventional Faraday » sont les antennes accordé utilisé généralement en IRM. L'abscisse du bas des deux figures correspond à la fréquence des capteurs, celui du haut est le champ associé à cette fréquence pour la résonance des spins du noyau d'hydrogène. La comparaison menée par les auteurs s'arrête à 1,5 T, soit lorsque les SQUIDs perdent leur intérêt face aux antennes classique. 24

Figure I.6 : (a) Schéma d'un capteur mixte, le champ extérieur (flèche jaune) génère un courant sans perte dans le matériau (flèches blanches), créant à son tour une augmentation locale du champ au niveau des constrictions (flèches rouges). (b) Comparaison du niveau de bruit des capteurs mixtes et d'un capteur Faraday en fonction de la fréquence du capteur. (Herreros et al., 2013) 24

Figure I.7 : Comparaison d'images acquises avec des antennes en cuivre et des antennes en matériau supraconducteur (Hurlston et al., 1999; Laistler et al., 2013; Poirier-Quinot et al., 2008). 26

Figure I.8 : (a) Schéma d'une séquence classique d'IRM présentant les champs et les puissances mis en jeu au niveau d'une antenne surfacique lors de l'émission et de la réception. (b) Résistance d'une antenne supraconductrice en fonction de la puissance incidente. 27

Figure I.9 : Schéma illustrant le modèle à deux fluides. Le courant total est la somme des deux contributions : $J = J_S + J_n$. 30

Figure I.10 : Représentation de la variation de l'induction magnétique et de la densité d'électrons supraconducteurs en fonction du paramètre κ à l'interface normal (N)-supraconducteur (S). 31

Figure I.11 : (a) Représentation schématique d'un vortex. Les courants maintenant le vortex décroissent sur une distance λ_{GL}. (b) Représentation d'un réseau triangulaire de vortex, la distance séparant deux vortex est : $a_\Delta = 1{,}075.(\Phi_0/B)^{1/2}$. 32

Figure I.12 : Les encarts (a) et (b) représentent respectivement la densité de courant et l'induction magnétique à l'intérieur d'une couche mince supraconductrice soumis à cinq champs différents (0,5.H*, H*, 1,5.H*, 2.H*, 2,5.H*) 33

Figure II.1 : Schéma du cryostat avec l'enceinte (en bleu), le cryogénérateur et les différents éléments composant le doigt froid. 36

Figure II.2 : Enceinte du cryostat et les différentes brides..... 37

Figure II.3 : Photo (a) et schéma (b) du doigt froid. Ce doigt froid est composé d'un empilement d'une feuille d'induim, un disque en cuivre, une seconde feuille d'induim, un cylindre en saphir, l'antenne à tester et une plaque de Styrodur. Une sonde de température (Pt100) est fixée au cylindre en saphir. La seconde sonde, ainsi que quatre résistances de 100 Ω, sont vissées au disque en cuivre..... 39

Figure II.4 : Etalonnages de la tension de seuil de la diode (a) et de la résistance de la Pt100 (b) en fonction de la température mesurée à l'aide de la résistance Cernox. 40

Figure II.5 : Interface graphique développée pour contrôler les mesures du cryostat et les traiter, avec les différentes parties numérotées décrites dans le texte. 42

Figure II.6 : Fenêtre d'affichage de la température mesurée par la diode située sur le disque et de la PT100 située sur le saphir et de la consigne renseignée dans la section 1 de l'interface graphique. 43

Figure II.7 : Exemple d'une expérience de descente en température. La température consigne de 70 K est atteinte en 23 minutes. 44

Figure II.8 : Comparaison du retour à la température ambiante avec les chauferettes actives (orange) ou inactives (bleu). Le système de chauffe est activé à partir de la 5ème minute. 45

Figure II.9 : Modélisation du banc de mesure (a). R_0 représente la charge du générateur d'onde radiofréquences (un VNA) et M la mutuelle de couplage des deux circuits. Les composants de la sonde de couplage sont identifiés par l'indice S et ceux de l'antenne RF par l'indice A. 46

Figure II.10 : Sonde de couplage utilisée pour l'étude des antennes supraconductrices. 46

Figure II.11 : Effet du fonctionnement du cryogénérateur sur la mesure de la phase de ρ_{comp}. 48

Figure II.12 : Schéma de la piste d'une sonde Pt100. 49

Figure II.13 : Modification la résistance relevée aux bornes de la sonde Pt100 pour différents niveaux de puissance RF incidente à 90 K (a) et à 70 K (b). Les courbes acquises en l'absence du filtre sont indiquées en bleu, et celle acquise avec le filtre en rouge. 50

Figure III.1 : Modèle de résonateur à ligne de transmission multi-tour 54

Figure III.2 : Exemple de résonateur étudié. a) acquisition en microscopie optique d'une constriction b) masque d'une face d'un résonateur avec une constriction de la piste (20×1600 µm^2) c)carte des courants de surface d'un résonateur à 5 tours (Lambert, 2011). 54

Figure III.3 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation des résonateurs supraconducteurs. 55

Figure III.4 : Modélisation du banc de mesure (a). R_0 représente la charge du générateur d'onde radiofréquences et M la mutuelle de couplage des deux circuits. Les composants de la sonde de couplage sont identifiés par l'indice S et ceux de l'antenne supraconductrice par l'indice A. Modèle équivalent vu depuis le circuit de mesure (b). Z_{in} représente l'antenne supraconductrice ramenée dans le circuit de mesure. 56

Figure III.5 : Comparaison de l'acquisition de ρ_{comp} en module (figure principale) et en phase (encart) avec (en rouge) et sans (en bleu) amplificateur pour le résonateur 2015- III. 57

Figure III.6 : Rapport de la puissance dissipée sur la puissance incidente dans l'antenne, en fonction de la résistance de l'antenne, pour différents niveaux de couplage en prenant Q = 30 000. 60

Figure III.7 : Réponse en fréquence de l'antenne 2015- I, obtenue en couplage critique, à différents niveaux de puissance, à 70 K. 61

Figure III.8 : Module du coefficient de réflexion compensé en fonction de la fréquence, à des températures variant de 59 à 84 K, pour le résonateur 2007- III (300 nm d'épaisseur et une constriction de 20×100 µm²), à 3.10^{-6} W. 63

Figure III.9 : Evolution de la fréquence de résonance normalisée par celle mesurée à 59K (a), du facteur de qualité (b), de la longueur de pénétration dans le supraconducteur (c) et de la résistance (d) en fonction de la température, à 3.10^{-6} W..... 64

Figure III.10 : Résistance de l'antenne 2007- III mesurée en fonction de la température avec le banc de caractérisation des résonateurs SHTC, mesure diode et PT100, ou avec la mesure quatre points. L'encart présente le montage utilisé pour obtenir la mesure 4 points. 66

Figure III.11 : Puissance émise en fonction du temps pour une simulation de séquence IRM avec une impulsion de 10,51 ms avec amplificateur..... 68

Figure III.12 : Coefficients de réflexion compensés pour les antennes 2007- III (300 nm d'épaisseur sans constriction en rouge) et 2015- III (50 nm d'épaisseur sans constriction en bleu) observés à quatre puissances incidentes : $4{,}3.10^{-5}$ W, 4.10^{-2} W, $1{,}3.10^{-1}$ W et 4.10^{-1} W à 70 K. Les figures supérieures (a) et (b) représentent la variation du module dans le temps et les figures au-dessous (c) et (d) celle de la phase. Les figures de gauche présentent l'effet d'un temps d'excitation long et celles de droite l'effet d'un temps d'excitation court. Dans un souci de lisibilité, la phase n'est pas indiquée pour les puissances faibles dans l'encart (d). 69

Figure III.13 : Module du coefficient de réflexion compensé des différentes antennes testées. Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. Les graphiques présentent le module de ρ_{comp} pour

les antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm ((a) (c) et (e), à gauche) et 50 nm ((b) et (d), à droite). Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20 × 100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20×1600 µm². 70

Figure III.14 : Variation expérimentale du rapport de la puissance dissipée dans l'antenne sur la puissance incidente. La courbe en noir représente cette variation théorique pour un couplage de 0,19. 72

Figure III.15 : Facteur de qualité des différentes antennes testées. Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. Les graphiques présentent les facteurs de qualité pour les antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm - (a) (c) et (e), à gauche - et de 50 nm - (b) et (d), à droite. Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20×100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20×1600 µm². 74

Figure III.16 : Résistance des différentes antennes testées .Les figures présentent les résultats pour deux températures 60 K (bleu) et 70 K (rouge), et avec deux durées d'excitation. La résistance est obtenue à partir du facteur de qualité. Les graphiques présentent la résistance des antennes avec une épaisseur d'YBCO de 300 nm (a, c, e, à gauche) et de 50 nm (b, d, à droite). Les figures du haut indiquent les facteurs de qualité obtenus pour des résonateurs sans constriction, celles du milieu avec une constriction de 20 × 100 µm², et celle du bas avec une constriction de 20 × 1600 µm². 75

Figure III.17 : L'image (a) est acquise en microscopie optique, l'image (b) en microscopie électronique à balayage, elle représente la constriction de l'antenne 2007- XV après le claquage. 76

Figure III.18 : Facteur de qualité (a, c) et résistance (b, d) de l'antenne supraconductrice pour les cinq antennes étudiées. Les résultats sont présentés à deux températures : 60 K (a, b) et 70 K (c, d). 77

Figure III.19 : Puissances seuil à partir desquelles les résonateurs supraconducteurs sortent de leur régime linéaire. 79

Figure III.20 : Evolution de la tension envoyée au cryocooler, lors d'une simulation de séquence IRM pour différentes puissances radiofréquences à 70 K pour les résonateurs 2007- III et 2015- III (résonateurs constriction de 20×100 µm^2, respectivement d'épaisseur 300 et 50 nm). 80

Figure III.21 : Analyse fréquentielle expérimentale des antennes supraconductrices étudiées. Le résonateur de 50 nm d'épaisseur sans constriction est le résonateur 2015- I A.82

Figure III.22 : Analyse fréquentielle d'une antenne 2015- I (50 nm d'épaisseur, sans constriction) à sa première utilisation2015- I A (a) et après plusieurs expérimentations 2015- I A (b) 83

Figure III.23 : Résistance de l'antenne en fonction de la puissance dissipée (Équation III.11) à 60 K (a) et à 70 K (b). Les exposants m indiqués sur les courbes sont ceux obtenus après un ajustement en loi de puissance : $R_A=k \times P^m$. 87

Figure III.24 : Courant de surface pour un résonateur à ligne de transmission de 5 tours. Les nuances de rouge indiquent un fort courant et celles de bleu un faible courant. 88

Figure III.25 : (a) Imagerie magnéto-optique de la constriction d'un résonateur SHTC sous un champ de 43 mT à une température de 25 K. L'intensité lumineuse représente l'intensité du champ magnétique au niveau du résonateur. Les parties lumineuses (perméables au champ magnétique) représente le substrat. La piste supraconductrice est en noir (champ magnétique nul : déviation du champ magnétique due à l'effet Meissner), Le rehaussement du signal lumineux autour de la piste est dû au diamagnétisme du supraconducteur. (b) Composante parallèle à la piste de la densité de courant obtenue à partir de l'image de magnéto-optique. Les nuances de rouge et de bleu représentent le courant traversant la piste exposée en (a) horizontalement. (c) Composante parallèle à la piste de la densité de courant obtenue à partir de l'image de magnéto-optique. Les nuances de rouge et de bleu représentent le courant traversant la piste exposée en (a) verticalement. 89

Figure III.26 : Modélisation du champ magnétique créé par le coupleur, parcouru par un courant de 160 mA, au niveau du résonateur supraconducteur, a) composante B_z du champ magnétique, b) composante B_r. 90

Figure III.27 : Déplacement du vortex pendant un cycle du champ radiofréquence H_a. Pendant le premier quart du cycle le vortex est entrainé vers l'intérieur de la piste

supraconductrice (a, b et c). Pendant le deuxième et le troisième quart du cycle le vortex est immobile (d et e). Pendant le dernier quart le vortex est expulsé de la piste supraconductrice (f). 92

Figure III.28 : (a) comparaison de l'évolution de la résistance de résonateurs d'épaisseur différentes (300 nm - losange plein, 50 nm - losange vide) avec une constriction (**20x100 µm²**), à 70 K. (b) comparaison de l'évolution de la résistance de résonateurs de géométries différentes (sans constriction - cercle, constriction (**20x100 µm²**) - losange) d'épaisseur 50 nm, à 70 K. (c) comparaison de l'évolution de la résistance du même résonateur (50 nm d'épaisseur ; constriction : **20x100 µm²**) à deux températures différentes (60 K en bleu, 70 K en rouge). 94

Figure IV.1 : (a) Schéma du dispositif expérimental (coupe transversale). L'échantillon supraconducteur (1) est placé sur un doigt froid en cuivre (3) et est recouvert par un grenat ferrimagnétique (2). L'ensemble est refroidi dans un cryostat (4). Un champ magnétique est appliqué perpendiculairement au plan de l'échantillon et du grenat, au moyen de deux bobines résistives (5). La pénétration du flux magnétique est observée en imagerie magnéto-optique, à travers un microscope optique polarisé. La lumière blanche émise par la source (6) est polarisée avec le polariseur (7). L'objectif (8) permet l'observation de l'échantillon à différentes échelles. La lumière est réfléchie sur un film en aluminium déposé à l'arrière du grenat. L'analyseur (9) placé en fin de chemin optique permet de filtrer la lumière dont la polarisation n'a pas été modifiée par le grenat. (b) Schéma de la pénétration du flux magnétique à l'intérieur d'une couche mince rectangulaire supraconductrice d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (vue en plan avec un champ magnétique appliqué perpendiculairement au plan. Les vortex, dont le diamètre est trop faible pour être observable à l'échelle de l'échantillon, pénètrent dans l'échantillon depuis ses quatre bords. La densité de flux B, proportionnelle à la densité de vortex, est exprimée en nuance de gris, le blanc indique un B élevé et le gris foncé au centre du supraconducteur correspond au B nul de l'état Meissner. Les lignes en pointillé représentent l'avancée maximale de la ligne de vortex h(x). (c) Grossissement de la pénétration du flux magnétique, révélant comment un très grand nombre de vortex (représentés par des points blancs) contribue au flux magnétique total. (d-g) Image magnéto-optique à faible grossissement de la pénétration du flux magnétique dans les échantillons. (d) Y0T (couche de référence non-irradiée), (e) Y2T, (f) Y10T et (g) Y6T. Ce dernier échantillon

présente d'importants défauts sur ses deux bords longs (en haut gravure chimique, en bas gravure ionique). Ces défauts servent de points d'entrée privilégiés pour la pénétration du flux et sont exclus de l'analyse. Toutes ces images (d-g) sont obtenues pour une température de 56 K et un champ appliqué est $\mu_0 H$ = 21 mT. 104

Figure IV.2 : Différentes étapes menant à la détermination de l'avancement du front de flux. (a) Image originale. (b) Image traitée. (c) Profil de Bean extrait de l'image traitée. (d) Ajout des positions du bord de l'échantillon et du front de vortex à l'image traitée. 106

Figure IV.3 : Images magnéto-optiques de la pénétration du flux magnétique dans l'échantillon Y0T (échantillon de référence non-irradié, à 46 K). Les images (a) et (b) montrent la progression du front de flux aux champs magnétiques respectifs $\mu_0 H$ = 11,9 mT et 25,4 mT. La ligne verte indique le bord de la piste supraconductrice et la ligne rouge représente la position du front de flux magnétique pour un seuil de 7,5 mT 107

Figure IV.4 : Comparaison des effets des gravures chimique (a, c et e) et ionique (b d et f) sur la pénetration du flux magnétique dans la couche mince $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Y0T. Images magnéto-optiques de la pénétration du flux, respectivement à travers les bords définis par gravure chimique (a) et ionique (b) pour un champ appliqué de 25,4 mT. La ligne rouge indique le front de flux pour une valeur de seuil fixée à B_t = 3,76 mT. La ligne verte représente le bord de l'échantillon. Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres $Cq(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens RqG (Guyonnet et al., 2012; Santucci et al., 2007) avec q = 2, 3, 4, 5, 7, 9, 12, respectivement pour la gravure chimique (c) et ionique (d). Exposant de rugosité H_q tracé en fonction de q pour la gravure chimique (e) et la gravure ionique (f). .. 108

Figure IV.5 : Variation de l'exposant de rugosité (H_q) en fonction de la valeur de seuil (B_t), comprise entre 1,5 et 15 mT, utilisée pour définir le front de progression, pour les mêmes ordres q que ceux de la Figure IV.4. Les résultats présentés sont obtenus pour les bords définis par gravure chimique (a) et ionique (b) pour l'échantillon de référence non-irradié Y0T. (c) présente les résultats obtenus pour le front de flux progressant à partir du bord gravé ioniquement de l'échantillon Y2T. 109

Figure IV.6 : Résultats obtenus pour la progression du front de flux depuis les bords définis par gravure chimique sur les échantillons Y2T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de

gauche :a, d, g), Y6T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 3×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 13,4 mT, colonne centrale : b, e, h) et Y10T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 5×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 130 MeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de droite : c, f, i). (a-c) Images magnéto-optiques de la pénétration du flux. (d-f) Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres (Équation IV.4) $Cq(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens RqG (Santucci et al., 2007; Surdeanu et al., 1999) (g-i) Exposant de rugosité (ou exposant de Hurst) H_q en fonction de l'ordre q pour une valeur de seuil B_t=3,76 mT. 110

Figure IV.7 : Résultats obtenus pour la progression du front de flux depuis les bords définis par gravure ionique sur les échantillons Y2T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 1×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de gauche :a, d, g), Y6T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 3×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 1 GeV, sous un champ magnétique de 13,4 mT, colonne centrale : b, e, h) et Y10T (irradié par des ions Pb avec une fluence de 5×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 130 MeV, sous un champ magnétique de 30 mT, colonne de droite : c, f, i). (a-c) Images magnéto-optiques de la pénétration du flux. (d-f) Fonctions de corrélation spatiale à différents ordres (Équation IV.4) $Cq(x,t)$, normalisées par les facteurs gaussiens RqG (Santucci et al., 2007; Surdeanu et al., 1999) (g-i) Exposant de rugosité (ou exposant de Hurst) H_q en fonction de l'ordre q pour un seuil B_t=3,76 mT. 112

Figure IV.8 : Figures principales : fonctions de corrélation « temporelle » $C_q(0,t)$ décrivant les caractéristiques de la croissance de fronts de flux progressant depuis le bord gravé chimiquement des échantillons Y0T (a), Y2T (b), Y6T (c), et Y10T (d). Les encarts montrent l'évolution de l'exposant de croissance β extrait de $C_2(0,t)$ en fonction de B_t. 113

Figure IV.9 : Figures principales : fonctions de corrélation « temporelle » $C_q(0,t)$ décrivant les caractéristiques de la croissance de fronts de flux progressant depuis le bord gravé ioniquement des échantillons Y0T (a), Y2T (b), Y6T (c), and Y10T (d). Les encarts montrent l'évolution de l'exposant de croissance β extrait de $C_2(0,t)$ en fonction de B_t 114

Figure IV.10 : Pénetration du flux depuis le bord gravé chimiquement de l'échantillon Y2T, dans une partie qui comprend un défaut particulièrement prononcé ou ''évènement rare''. Ce défaut induit un renflement sur la partie gauche du front de flux (a, b). La prise en

compte du ‘‘évènement rare’’, induit un « multiscaling » de la fonction de corrélation spatiale $C_q(x,0)$, alors que le « multiscaling » est fortement réduit lorsque le ‘‘évènement rare’’ est exlu de l’analyse (c, d). Les courbes (e) et (f) présentent les exposants de croissance correspondants. Les évolutions des exposants de rugosité et de croissance en fonction de l’ordre q sont représentées dans les encarts. 117

Figure IV.11 : Image – par microscopie électronique à transmission - des couches minces irradiées avec des ions plomb à respectivement des fluences de 1×10^{11} cm^{-2} (a) et 3×10^{11} cm^{-2} (b) et une énergie de 1 GeV et une fluence de 10×10^{11} cm^{-2} et une énergie de 130 MeV (c) 118

Figure A.1: Séquence d’inversion-récupération permettant de mesurer le T_1. Le « t » correspond au temps de repousse c’est-à-dire au temps entre la stimulation à 180° et celle à 90°. 125

Figure A.2 : Représentation de l’évolution de l’aimantation M(t) après une inversion (pulse à 180°) en fonction du temps. La récupération de l’aimantation selon z va suivre la formule suivante : $M(t)=M_0(1-2e^{-t/T1})$. Le temps d’inversion, il correspond au temps au bout duquel l’aimantation selon l’axe z devient nul après une impulsion de 180°. 126

Figure A.3 : Séquence d’écho de spin permettant de mesurer le T2. Le « τ_E » correspond au temps d’écho : temps entre le pulse à 90° et celui à 180° ainsi que le temps entre le pulse à 180° et l’écho. 126

Figure A.4 : Représentation de la séquence d’écho spin permettant la mesure du T2. Elle est constituée d’un pulse à 90° suivi d’un pulse à 180° pour observer l’écho des spins. En répétant cette séquence à des temps d’écho différents on obtient une courbe sous forme d’exponentielle décroissante correspondant au T2, $M(TE)=M_0e^{-TE/T2}$. 127

Figure A.5 : (a) Dans un premier temps, tous les éléments de la matrice ont la même phase (ϕ_0) et la même fréquence (f_0). (b) On applique un gradient de phase. Ceci entraîne une variation de la fréquence de résonance en fonction des lignes. (c) L’arrêt du gradient de phase entraîne un retour des éléments de la matrice à une même fréquence tout en conservant les retards et les avances de phases. (d) On applique alors le gradient de lecture ce qui modifie la fréquence de chaque élément de la matrice. On observe alors que chaque élément de la matrice à une couple de coordonnées (f_x, ϕ_x) qui lui est propre. 129

Figure A.6 : Représentation d'une séquence d'écho de gradient et remplissage de l'espace des k associés. Lors de l'excitation RF on se trouve au centre de l'espace des k. Le gradient de phase permet de se déplacer selon y de manière verticale et le gradient de lecture selon x dans l'espace des k. La lecture se fait lors de l'application du gradient de lecture, flèches bleues. 130

Figure B.1: Onglets « Status » et « Cool down plot » de l'interface graphique vendue par Thales Cryogenics. 131

Figure C.1 : Résonateur à ligne de transmission présentant un tour et un gap 132

Figure C.2 : Représentation plane du résonateur à ligne de transmission 132

Figure C.3 : schéma électrique du résonateur à ligne de transmission. 134

Figure C.4 : Schéma équivalent série du résonateur 134

Références

Aegerter, C.M. (2003). A sandpile model for the distribution of rainfall? Phys. Stat. Mech. Its Appl. *319*, 1–10.

Alejandro LEGRIS (1994). Effets d'irradiation dans l'oxyde supraconducteur YBa2Cu3O7-δ. Ecole Polytechnique X.

Altshuler, E., Johansen, T.H., Paltiel, Y., Jin, P., Bassler, K.E., Ramos, O., Reiter, G.F., Zeldov, E., and Chu, C.W. (2004). Experiments in superconducting vortex avalanches. Phys. C Supercond. *408–410*, 501–504.

Amaral, L.A.N., Barabási, A.-L., Makse, H.A., and Stanley, H.E. (1995). Scaling properties of driven interfaces in disordered media. Phys. Rev. E *52*, 4087–4104.

Anderson, P.W., and Kim, Y.B. (1964). Hard Superconductivity: Theory of the Motion of Abrikosov Flux Lines. Rev. Mod. Phys. *36*, 39–43.

Aranson, I.S., Gurevich, A., Welling, M.S., Wijngaarden, R.J., Vlasko-Vlasov, V.K., Vinokur, V.M., and Welp, U. (2005). Dendritic Flux Avalanches and Nonlocal Electrodynamics in Thin Superconducting Films. Phys. Rev. Lett. *94*, 037002.

Barabasi, A.-L., and Stanley, H.E. (1995). Fractal Concepts in Surface Growth (Cambridge: Cambridge University Press).

Barness, D., Efraim, Y., Taitelbaum, H., Sinvani, M., Shaulov, A., and Yeshurun, Y. (2012). Kinetic roughening of magnetic flux fronts in Bi 2 Sr 2 CaCu 2 O 8 + δ crystals with columnar defects. Phys. Rev. B *85*, 174516.

Baruch-El, E., Baziljevich, M., Johansen, T.H., and Yeshurun, Y. (2015). Substrate Influence on Dendritic Flux Instability in YBCO Thin Films. J. Supercond. Nov. Magn. *28*, 379–382.

Bassler, K.E., Paczuski, M., and Reiter, G.F. (1999). Braided rivers and superconducting vortex avalanches. Phys. Rev. Lett. *83*, 3956.

Bean, C.P. (1962). Magnetization of Hard Superconductors. Phys. Rev. Lett. *8*, 250–253.

Beasley, M.R., Labusch, R., and Webb, W.W. (1969). Flux Creep in Type-II Superconductors. Phys. Rev. *181*, 682–700.

van der Beek, C.J. (2009). Thermodynamique des vortex dans les supraconducteurs désordonnés. Université Paris Sud-Paris XI.

van der Beek, C.J., Geshkenbein, V.B., and Vinokur, V.M. (1993). Linear and nonlinear ac response in the superconducting mixed state. Phys. Rev. B *48*, 3393.

van der Beek, C.J., Konczykowski, M., Abal'oshev, A., Abal'osheva, I., Gierlowski, P., Lewandowski, S.J., Indenbom, M.V., and Barbanera, S. (2002). Strong pinning in high-temperature superconducting films. Phys. Rev. B *66*, 024523.

Biswal, R., John, J., Behera, D., Mallick, P., Kumar, S., Kanjilal, D., Mohanty, T., Raychaudhuri, P., and Mishra, N.C. (2008). Point defect creation by low fluence swift heavy ion irradiation-induced low energy electrons in $YBa_2Cu_3O_{7-y}$. Supercond. Sci. Technol. *21*, 085016.

Black, R.D., Roemer, P.B., Mogro-Campero, A., Turner, L.G., and Rohling, K.W. (1993). High temperature superconducting resonator for use in nuclear magnetic resonance microscopy. Appl. Phys. Lett. *62*, 771–773.

Black, R.D., Early, T.A., and Johnson, G.A. (1995). Performance of a High-Temperature Superconducting Resonator for High-Field Imaging. J. Magn. Reson. A *113*, 74–80.

Bonn, D., Eggers, J., Indekeu, J., Meunier, J., and Rolley, E. (2009). Wetting and spreading. Rev. Mod. Phys. *81*, 739–805.

Boskamp, E.B. (1985). Improved surface coil imaging in MR: decoupling of the excitation and receiver coils. Radiology *157*, 449–452.

Brandt, E.H., Indenbom, M.V., and Forkl, A. (1993). Type-II Superconducting Strip in Perpendicular Magnetic Field. Europhys. Lett. EPL *22*, 735–740.

Brisbois, J., Adami, O.-A., Avila, J.I., Motta, M., Ortiz, W.A., Nguyen, N.D., Vanderbemden, P., Vanderheyden, B., Kramer, R.B.G., and Silhanek, A.V. (2016). Magnetic flux penetration in Nb superconducting films with lithographically defined microindentations. Phys. Rev. B *93*.

Caruso, M.J., Bratland, T., Smith, C.H., and Schneider, R. (1998). A new perspective on magnetic field sensing. Sens.-Peterb.- *15*, 34–47.

Chen, K., and Bak, P. (2000). Scale-dependent dimension in the forest fire model. Phys. Rev. E *62*, 1613.

Clarke, J., Hatridge, M., and Mößle, M. (2007). SQUID-Detected Magnetic Resonance Imaging in Microtesla Fields. Annu. Rev. Biomed. Eng. *9*, 389–413.

Clem, J.R., and Sanchez, A. (1994). Hysteretic ac losses and susceptibility of thin superconducting disks. Phys. Rev. B *50*, 9355.

C.M. Aegerter, Welling, M.S., and Wijngaarden, R.J. (2005). Dynamic roughening of the magnetic flux landscape in YBa2Cu3O7-x. Phys. Stat. Mech. Its Appl. *347*, 363–374.

Darrasse, L., and Ginefri, J.-C. (2003). Perspectives with cryogenic RF probes in biomedical MRI. Biochimie *85*, 915–937.

Diakova, G., Korb, J.-P., and Bryant, R.G. (2012). The magnetic field dependence of water T1 in tissues. Magn. Reson. Med. *68*, 272–277.

Dorosinskii, L.A., Indenbom, M.V., Nikitenko, V.I., Ossip'yan, Y.A., Polyanskii, A.A., and Vlasko-Vlasov, V.K. (1992). Studies of HTSC crystal magnetization features using indicator magnetooptic films with in-plane anisotropy. Phys. C Supercond. *203*, 149–156.

Duplantier, B. (1999). Two-dimensional copolymers and exact conformal multifractality. Phys. Rev. Lett. *82*, 880.

Edelstein, W.A., Hardy, C.J., and Mueller, O.M. (1986). Electronic decoupling of surface-coil receivers for NMR imaging and spectroscopy. J. Magn. Reson. 1969 *67*, 156–161.

Embon, L., Anahory, Y., Suhov, A., Halbertal, D., Cuppens, J., Yakovenko, A., Uri, A., Myasoedov, Y., Rappaport, M.L., Huber, M.E., et al. (2015). Probing dynamics and pinning of single vortices in superconductors at nanometer scales. Sci. Rep. *5*.

Embon, L., Anahory, Y., Jelić, ž. L., Lachman, E.O., Myasoedov, Y., Huber, M.E., Mikitik, G.P., Silhanek, A.V., Milošević, M.V., Gurevich, A., et al. (2017). Imaging of super-fast dynamics and flow instabilities of superconducting vortices. Nat. Commun. *8*.

Feigel'man, M.V., Geshkenbein, V.B., Larkin, A.I., and Vinokur, V.M. (1989). Theory of collective flux creep. Phys. Rev. Lett. *63*, 2303–2306.

Fischer, H.W., Rinck, P.A., van Haverbeke, Y., and Muller, R.N. (1990). Nuclear relaxation of human brain gray and white matter: analysis of field dependence and implications for MRI. Magn. Reson. Med. *16*, 317–334.

Fisher, D.S., Fisher, M.P.A., and Huse, D.A. (1991). Thermal fluctuations, quenched disorder, phase transitions, and transport in type-II superconductors. Phys. Rev. B *43*, 130–159.

Friedl, B., Thomsen, C., and Cardona, M. (1990). Determination of the superconducting gap in R Ba 2 Cu 3 O 7- δ. Phys. Rev. Lett. *65*, 915.

Gabriel, C., Gabriel, S., and Corthout, E. (1996). The dielectric properties of biological tissues: I. Literature survey. Phys. Med. Biol. *41*, 2231–2249.

Geshkenbein, V., and Larkin, A. (1989). Time dependence of the magnetic moment of high-temperature superconductors. Zhurnal Eksp. Teor. Fiz. *95*, 1108–1112.

Gilchrist, J., and van der Beek, C.J. (1994). Nonlinear diffusion in hard and soft superconductors. Phys. C Supercond. *231*, 147–156.

Ginefri, J.-C., Durand, E., and Darrasse, L. (1999a). Quick measurement of nuclear magnetic resonance coil sensitivity with a single-loop probe. Rev. Sci. Instrum. *70*, 4730.

Ginefri, J.-C., Darrasse, L., and Crozat, P. (1999b). Comparison of radio-frequency and microwave superconducting properties of YBaCuO dedicated to magnetic resonance imaging. IEEE Trans. Appl. Supercond. *9*, 4695–4701.

Ginefri, J.-C., Darrasse, L., and Crozat, P. (2001). High-temperature superconducting surface coil for in vivo microimaging of the human skin. Magn. Reson. Med. *45*, 376–382.

Girard, O., Ginefri, J.-C., Poirier-Quinot, M., and Darrasse, L. (2007). Method for nonlinear characterization of radio frequency coils made of high temperature superconducting material in view of magnetic resonance imaging applications. Rev. Sci. Instrum. *78*, 124703.

Gonord, P., Kan, S., and Leroy-Willig, A. (1988). Parallel-plate split-conductor surface coil: Analysis and design. Magn. Reson. Med. *6*, 353–358.

Gorter, C.J., and Casimir, H. (1934). On supraconductivity I. Physica *1*, 306–320.

Gras, V., Vignaud, A., Amadon, A., Mauconduit, F., Le Bihan, D., and Boulant, N. (2017). New method to characterize and correct with sub-µs precision gradient delays in bipolar multispoke RF pulses: Characterizing and Correcting for Gradient Delays with Sub-µs Precision. Magn. Reson. Med. *78*, 2194–2202.

Grisolia, M.N., van der Beek, C.J., Fasano, Y., Forget, A., and Colson, D. (2013). Multifractal scaling of flux penetration in the iron-based superconductor Ba(Fe 0.93 Co 0.07) 2 As 2. Phys. Rev. B *87*, 104517.

Guérin, B., Villena, J.F., Polimeridis, A.G., Adalsteinsson, E., Daniel, L., White, J.K., and Wald, L.L. (2017). The ultimate signal-to-noise ratio in realistic body models: The Ultimate Signal-to-Noise Ratio in Realistic Body Models. Magn. Reson. Med. *78*, 1969–1980.

Guyonnet, J., Agoritsas, E., Bustingorry, S., Giamarchi, T., and Paruch, P. (2012). Multiscaling Analysis of Ferroelectric Domain Wall Roughness. Phys. Rev. Lett. *109*, 147601.

Hagen, C.W., Griessen, R.P., and Salomons, E. (1989). Thermally activated flux motion in high-Tc superconductors: An analytical model. Phys. C Supercond. *157*, 199–208.

Hamilton, J.I., Jiang, Y., Chen, Y., Ma, D., Lo, W.-C., Griswold, M., and Seiberlich, N. (2017). MR fingerprinting for rapid quantification of myocardial T_1, T_2, and proton spin density: Cardiac MR Fingerprinting for T_1, T_2, and M_0 Mapping. Magn. Reson. Med. *77*, 1446–1458.

Hein, M. (1999). High-temperature superconductor thin films at microwave frequencies (Berlin: Springer).

Herreros, Q., Dyvorne, H., Campiglio, P., Jasmin-Lebras, G., Demonti, A., Pannetier-Lecoeur, M., and Fermon, C. (2013). Very low field magnetic resonance imaging with spintronic sensors. Rev. Sci. Instrum. *84*, 095116.

Hoult, D.., and Richards, R.. (1976). The signal-to-noise ratio of the nuclear magnetic resonance experiment. J. Magn. Reson. 1969 *24*, 71–85.

Hughes, E.J., Winchman, T., Padormo, F., Teixeira, R., Wurie, J., Sharma, M., Fox, M., Hutter, J., Cordero-Grande, L., Price, A.N., et al. (2017). A dedicated neonatal brain imaging system: A Dedicated Neonatal Brain Imaging System. Magn. Reson. Med. *78*, 794–804.

Hurlston, S.E., Brey, W.W., Suddarth, S.A., and Johnson, G.A. (1999). A high-temperature superconducting Helmholtz probe for microscopy at 9.4 T. Magn. Reson. Med. *41*, 1032–1038.

Ivanov, D., Poser, B.A., Huber, L., Pfeuffer, J., and Uludağ, K. (2017). Optimization of simultaneous multislice EPI for concurrent functional perfusion and BOLD signal measurements at 7T: SMS EPI for Functional Perfusion and BOLD Measurements at 7T. Magn. Reson. Med. *78*, 121–129.

Jackson, J.D. (1975). Classical electrodynamics (New York: Wiley).

Jean-Christophe Ginefri (1999). Antenne de surface supraconductrice miniature pour l'imagerie RMN à 1,5 tesla.

Johnson, J.B. (1928). Thermal agitation of electricity in conductors. Phys. Rev. *32*, 97.

Kardar, M., Parisi, G., and Zhang, Y.-C. (1986). Dynamic scaling of growing interfaces. Phys. Rev. Lett. *56*, 889.

Kasban, H., El-Bendary, M.A.M., and Salama, D.H. (2015). A Comparative Study of Medical Imaging Techniques. Int. J. Inf. Sci. Intell. Syst. *4*, 37–58.

Kautz, R.L. (1978). Picosecond pulses on superconducting striplines. J. Appl. Phys. *49*, 308–314.

Kawamura, Y., Moriya, S., Ienaga, K., Kaneko, S., and Okuma, S. (2017). Nonequilibrium depinning transition of ac driven vortices with random pinning. New J. Phys. *19*, 093001.

Kermorvant, J., van der Beek, V., Mage, J.-C., Marcilhac, B., Lemaître, Y., Briatico, J., Bernard, R., and Villegas, J. (2009). Joule heating and high frequency nonlinear effects in the surface impedance of high Tc superconductors. ArXiv Prepr. ArXiv09094206.

Kermorvant, Julien (2010). Dissipation par effet Joule en régime hyperfréquence dans les supraconducteurs à haute température critique. Ecole Polytechnique X.

Kim, S.I., Gurevich, A., Song, X., Li, X., Zhang, W., Kodenkandath, T., Rupich, M.W., Holesinger, T.G., and Larbalestier, D.C. (2006). Mechanisms of weak thickness dependence of the critical current density in strong-pinning *ex situ* metal–organic-deposition-route $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ coated conductors. Supercond. Sci. Technol. *19*, 968–979.

Laistler, E. (2010). Magnetic resonance micro-imaging of the human skin in vivo using miniature radio frequency coils.

Laistler, E., Poirier-Quinot, M., Lambert, S.A., Dubuisson, R.-M., Girard, O.M., Moser, E., Darrasse, L., and Ginefri, J.-C. (2013). In vivo MR imaging of the human skin at subnanoliter resolution using a superconducting surface coil at 1.5 tesla. J. Magn. Reson. Imaging *41*, 496–504.

Laistler, E., Dymerska, B., Sieg, J., Goluch, S., Frass-Kriegl, R., Kuehne, A., and Moser, E. (2018). In vivo MRI of the human finger at 7 T: In Vivo 7T Finger MRI. Magn. Reson. Med. *79*, 588–592.

Lambert, S. (2011). Modélisation, réalisation et caractérisation d'antennes supraconductrices pour la micro-IRM du cerveau de souris à 4, 7 T. Université Paris Sud-Paris XI.

Lambert, S., Ginefri, J.-C., Poirier-Quinot, M., and Darrasse, L. (2013). High-temperature superconducting radiofrequency probe for magnetic resonance imaging applications operated below ambient pressure in a simple liquid-nitrogen cryostat. Rev. Sci. Instrum. *84*, 054701.

Lampinen, B., Szczepankiewicz, F., van Westen, D., Englund, E., C Sundgren, P., Lätt, J., Ståhlberg, F., and Nilsson, M. (2017). Optimal experimental design for filter exchange imaging: Apparent exchange rate measurements in the healthy brain and in intracranial tumors: Optimal Experimental Design for Filter Exchange Imaging. Magn. Reson. Med. *77*, 1104–1114.

Leiderer, P., Boneberg, J., Brüll, P., Bujok, V., and Herminghaus, S. (1993). Nucleation and growth of a flux instability in superconducting YBa 2 Cu 3 O 7- x films. Phys. Rev. Lett. *71*, 2646.

Lemerle, S., Ferré, J., Chappert, C., Mathet, V., Giamarchi, T., and Le Doussal, P. (1998). Domain Wall Creep in an Ising Ultrathin Magnetic Film. Phys. Rev. Lett. *80*, 849–852.

Li, Z. (2016). Développement de réseaux d'antennes supraconductrices pour l'Imagerie par Résonance Magnétique haute résolution à champ intermédiaire. Université Paris Sud-Paris XI.

Li, Z., Willoquet, G., Guillot, G., Hosseinnezhadian, S., Jourdain, L., Poirier-quinot, M., Darrasse, L., and Ginefri, J.-C. (2016). Study of two contact-less tuning principles for small monolithic radiofrequency MRI coils and development of an automated system based on piezoelectric motor. Sens. Actuators Phys. *241*, 176–189.

Lin, I.-T., Yang, H.-C., and Chen, J.-H. (2012). Whole Body Screening Using High-Temperature Superconducting MR Volume Resonators: Mice Studies. PLoS ONE *7*, e33207.

London, F., and London, H. (1935). The electromagnetic equations of the supraconductor. In Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, (The Royal Society), pp. 71–88.

Lucarelli, A., Hümmert, S., Chaney, A., Lüpke, G., Moeckly, B., Zhao, Y., and Dou, S.X. (2007). Kinetic roughening of magnetic flux penetration in MgB[sub 2] thin films. Appl. Phys. Lett. *91*, 222505.

Ma, Q.., Chan, K.., Kacher, D.F., Gao, E., Chow, M.S., Wong, K.K., Xu, H., Yang, E.S., Young, G.S., Miller, J.R., et al. (2003). Superconducting RF coils for clinical MR imaging at low field1. Acad. Radiol. *10*, 978–987.

Mandal, P.K., Nath, P., and Jana, D. (2013). Experimental evidence of multiaffinity of pinned interfaces. Eur. Phys. J. B *86*, 132.

Meissner, W., and Ochsenfeld, R. (1933). Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit. Naturwissenschaften *21*, 787–788.

Miller, J.R., Hurlston, S.E., Ma, Q.Y., Face, D.W., Kountz, D.J., MacFall, J.R., Hedlund, L.W., and Johnson, G.A. (1999). Performance of a high-temperature superconducting probe for in vivo microscopy at 2.0 T. Magn. Reson. Med. *41*, 72–79.

Mispelter, J., and Lupu, M. (2008). Homogeneous resonators for magnetic resonance: A review. Comptes Rendus Chim. *11*, 340–355.

Mitsouras, D., Lee, T.C., Liacouras, P., Ionita, C.N., Pietilla, T., Maier, S.E., and Mulkern, R.V. (2017). Three-dimensional printing of MRI-visible phantoms and MR image-guided therapy simulation: 3D Printing of MRI-Visible Phantoms. Magn. Reson. Med. *77*, 613–622.

Motta, M., Colauto, F., Vestgården, J.I., Fritzsche, J., Timmermans, M., Cuppens, J., Attanasio, C., Cirillo, C., Moshchalkov, V.V., Van de Vondel, J., et al. (2014). Controllable morphology of flux avalanches in microstructured superconductors. Phys. Rev. B *89*.

Murbach, M., Neufeld, E., Samaras, T., Córcoles, J., Robb, F.J., Kainz, W., and Kuster, N. (2017). Pregnant women models analyzed for RF exposure and temperature increase in 3T RF shimmed birdcages. Magn. Reson. Med. *77*, 2048–2056.

Myers, W., Slichter, D., Hatridge, M., Busch, S., Mößle, M., McDermott, R., Trabesinger, A., and Clarke, J. (2007). Calculated signal-to-noise ratio of MRI detected with SQUIDs and Faraday detectors in fields from 10μT to 1.5T. J. Magn. Reson. *186*, 182–192.

Myllys, M., Maunuksela, J., Alava, M., Ala-Nissila, T., Merikoski, J., and Timonen, J. (2001). Kinetic roughening in slow combustion of paper. Phys. Rev. E *64*, 036101.

Nguyen, P.P., Oates, D.E., Dresselhaus, G., Dresselhaus, M.S., and Anderson, A.C. (1995). Microwave hysteretic losses in YBa 2 Cu 3 O 7- x and NbN thin films. Phys. Rev. B *51*, 6686.

Nyquist, H. (1928). Thermal agitation of electric charge in conductors. Phys. Rev. *32*, 110.

Oates, D.E., Anderson, A.C., and Mankiewich, P.M. (1990). Measurement of the surface resistance of Yba 2 Cu 3 O 7- x thin films using stripline resonators. J. Supercond. *3*, 251–259.

Oates, D.E., Nguyen, P.P., Dresselhaus, G., Dresselhaus, M.S., Lam, C.W., and Ali, S.M. (1992). Measurements and modeling of linear and nonlinear effects in striplines. J. Supercond. *5*, 361–369.

Olivier GIRARD (2008). Apport d'antennes miniatures en matériau supraconducteur en Imagerie par Résonance Magnétique du ciblage moléculaire et cellulaire chez le petit animal. Université Paris Sud-Paris XI.

Pannetier, M., Fermon, C., Legoff, G., Simola, J., Kerr, E., Welling, M., and Wijngaarden, R.J. (2005a). Ultra-Sensitive Field Sensors— An Alternative to SQUIDs. IEEE Trans. Appiled Supercond. *15*, 892–895.

Pannetier, M., Fermon, C., Le Goff, G., Simola, J., Kerr, E., and Coey, J.M.D. (2005b). Noise in small magnetic systems—applications to very sensitive magnetoresistive sensors. J. Magn. Magn. Mater. *290–291*, 1158–1160.

Pearl, J. (1964). CURRENT DISTRIBUTION IN SUPERCONDUCTING FILMS CARRYING QUANTIZED FLUXOIDS. Appl. Phys. Lett. *5*, 65–66.

Petersan, P.J., and Anlage, S.M. (1998). Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators: Comparison of methods. J. Appl. Phys. *84*, 3392–3402.

Pohmann, R., Speck, O., and Scheffler, K. (2016). Signal-to-noise ratio and MR tissue parameters in human brain imaging at 3, 7, and 9.4 tesla using current receive coil arrays: SNR at 9.4T. Magn. Reson. Med. *75*, 801–809.

Poirier-Quinot, M. (2004). Microscopie locale par résonance magnétique chez l'homme et le petit animal à l'aide d'antennes miniatures en cuivre ou en céramique supraconductrice. Université Paris Sud-Paris XI.

Poirier-Quinot, M., Ginefri, J.-C., Girard, O., Robert, P., and Darrasse, L. (2008). Performance of a miniature high-temperature superconducting (HTS) surface coil for in vivo microimaging of the mouse in a standard 1.5T clinical whole-body scanner. Magn. Reson. Med. *60*, 917–927.

Raad, A., and Darrasse, L. (1992). Optimization of NMR receiver bandwidth by inductive coupling. Magn. Reson. Imaging *10*, 55–65.

Rollin, B.V. (1949). Nuclear paramagnetism. Rep. Prog. Phys. *12*, 22.

Roy, C.W., Seed, M., and Macgowan, C.K. (2017). Accelerated MRI of the fetal heart using compressed sensing and metric optimized gating: Accelerated MRI of the Fetal Heart Using CS-MOG. Magn. Reson. Med. *77*, 2125–2135.

Rullier-Albenque, F., Legris, A., Bouffard, S., Paumier, E., and Lejay, P. (1991). Irradiation of YBa2Cu3O7- δ single crystals by 5.6 GeV xenon ions. Phys. C Supercond. *175*, 111–118.

Santucci, S., Måløy, K.J., Delaplace, A., Mathiesen, J., Hansen, A., Haavig Bakke, J.Ø., Schmittbuhl, J., Vanel, L., and Ray, P. (2007). Statistics of fracture surfaces. Phys. Rev. E *75*, 016104.

Schmid, F., Wachsmuth, L., Albers, F., Schwalm, M., Stroh, A., and Faber, C. (2017). True and apparent optogenetic BOLD fMRI signals. Magn. Reson. Med. *77*, 126–136.

Schnack, H.G., Griessen, R., Lensink, J.G., and Hai-Hu, W. (1993). Generalized inversion scheme for the determination of activation energies from flux-creep experiments in high-T c superconductors. Phys. Rev. B *48*, 13178.

Schuster, T., Kuhn, H., and Brandt, E.H. (1996). Flux penetration into flat superconductors of arbitrary shape: Patterns of magnetic and electric fields and current. Phys. Rev. B *54*, 3514.

Serfaty, S., Haziza, N., Darrasse, L., and Kan, S. (1997). Multi-turn split-conductor transmission-line resonators. Magn. Reson. Med. *38*, 687–689.

Smirnov, P., Poirier-Quinot, M., Wilhelm, C., Lavergne, E., Ginefri, J.-C., Combadière, B., Clément, O., Darrasse, L., and Gazeau, F. (2008). In vivo single cell detection of tumor-infiltrating lymphocytes with a clinical 1.5 Tesla MRI system. Magn. Reson. Med. *60*, 1292–1297.

Suits, B.H., Garroway, A.N., and Miller, J.B. (1998). Surface and Gradiometer Coils near a Conducting Body: The Lift-off Effect. J. Magn. Reson. *135*, 373–379.

Surdeanu, R., Wijngaarden, R.J., Visser, E., Huijbregtse, J.M., Rector, J.H., Dam, B., and Griessen, R. (1999). Kinetic roughening of penetrating flux fronts in high-T c thin film superconductors. Phys. Rev. Lett. *83*, 2054.

Terman, F.E. (1943). Radio engineers' handbook.

Tinkham, M. (2004). Introduction to superconductivity (Mineola, NY: Dover Publ).

Uehara, M., van der Beek, C.J., Gattacceca, J., Skidanov, V.A., and Quesnel, Y. (2010). Advances in magneto-optical imaging applied to rock magnetism and paleomagnetism: MAGNETO-OPTICAL IMAGING OF ROCKS. Geochem. Geophys. Geosystems *11*, Q05Y09.

Utz, B., Semerad, R., Bauer, M., Prusseit, W., Berberich, P., and Kinder, H. (1997). Deposition of YBCO and NBCO films on areas of 9 inches in diameter. IEEE Trans. Appl. Supercond. *7*, 1272–1277.

Vinokur, V.M., Feigel'man, M.V., and Geshkenbein, V.B. (1991). Exact solution for flux creep with logarithmic U (j) dependence: Self-organized critical state in high-T c superconductors. Phys. Rev. Lett. *67*, 915.

Vlasko-Vlasov, V.K., Welp, U., Metlushko, V., and Crabtree, G.W. (2004). Experimental test of the self-organized criticality of vortices in superconductors. Phys. Rev. B *69*, 140504.

Welling, M.S., Aegerter, C.M., and Wijngaarden, R.J. (2003). Structural similarity between the magnetic-flux profile in superconductors and the surface of a 2d rice pile. EPL Europhys. Lett. *61*, 473.

Wijngaarden, R.J., Welling, M.S., Aegerter, C.M., and Menghini, M. (2006). Avalanches and Self-Organized Criticality in superconductors. Eur. Phys. J. B *50*, 117–122.

Wosik, J., Xie, L.-M., Nesteruk, K., Li, D., Miller, J.H., and Long, S.A. (1997a). Power handling capabilities of superconducting YBCO thin films: Thermally induced nonlinearity effects. J. Supercond. *10*, 97–107.

Wosik, J., Xie, L.-M., Miller, J.H., Long, S.A., and Nesteruk, K. (1997b). Thermally-induced nonlinearities in the surface impedance of superconducting YBCO thin films. IEEE Trans. Appl. Supercond. *7*, 1470–1473.

Wosik, J., Xie, L.-M., Mazierska, J., and Grabovickic, R. (1999). Influence of columnar defects on surface resistance of YBa2Cu3Ox superconducting thin films; nonlinear effects. Appl. Phys. Lett. *75*, 1781–1783.

Wosik, J., Wang, F., Xie, L.-M., Strikovski, M., Kamel, M., Nesteruk, K., Bilgen, M., and Narayana, P.A. (2001). High-T/sub c/superconducting surface coil for 2 tesla magnetic resonance imaging of small animals. IEEE Trans. Appl. Supercond. *11*, 681–684.

Yeshurun, Y., and Malozemoff, A.P. (1988). Giant flux creep and irreversibility in an Y-Ba-Cu-O crystal: an alternative to the superconducting-glass model. Phys. Rev. Lett. *60*, 2202.

Zhang, H., Geng, J., Shen, B., Zhang, X., Baghdadi, M., and Coombs, T.A. (2016). Uniform Magnetic Field Mapping With HTS Coils: Conceptual Design and Optimization. IEEE Trans. Appl. Supercond. *26*, 1–5.

Zhang, K., Bonn, D.A., Kamal, S., Liang, R., Baar, D.J., Hardy, W.N., Basov, D., and Timusk, T. (1994). Measurement of the ab plane anisotropy of microwave surface impedance of untwinned YBa 2 Cu 3 O 6.95 single crystals. Phys. Rev. Lett. *73*, 2484.

ÉCOLE DOCTORALE
Physique en Île-de-France (EDPIF)

Titre : Découplage de détecteurs radiofréquence supraconducteurs à très haute sensibilité pour la micro-imagerie par résonance magnétique.

Mots clés : Supraconducteur à haute température critique, Antenne radiofréquence, micro-imagerie par résonance magnétique.

Résumé : Ce projet de thèse porte sur le développement d'un dispositif instrumental basé sur les propriétés de non linéarité intrinsèques au matériau supraconducteur $YBa_2Cu_3O_7$, qui restent jusqu'à présent peu explorées dans le régime radiofréquence (RF). Ceci, dans l'objectif de contrôler la commutation d'antennes supraconductrices ultrasensibles dédiées à l'Imagerie par Résonance Magnétique (IRM), de l'état supraconducteur à un état dissipatif. L'implémentation des antennes SHTC en imagerie permet d'atteindre les plus grandes sensibilités de détection observées actuellement en IRM à champ clinique, ce qui ouvre la voie au développement de l'imagerie moléculaire d'agents de contraste. Leur utilisation demeure cependant trop minoritaire et ce, entre autre, à cause de l'incompatibilité de la mise en œuvre des antennes $YBa_2Cu_3O_7$ avec les méthodes de détection quantitative actuellement implémentées en imagerie moléculaire. Comme les techniques habituelles de découplage d'antennes ne sont pas transposables aux matériaux supraconducteurs, l'inactivation des antennes $YBa_2Cu_3O_7$ à des échelles de temps compatibles avec une séquence IRM (< 1 msec) est un véritable défi, à la fois scientifique et technologique. Ce travail de recherche a pour but d'évaluer les performances de matériaux supraconducteurs à haute température critique tels que l' $YBa_2Cu_3O_7$ en champ magnétique et dans le domaine des RF, en fonction de leurs propriétés nano-structurales et géométriques, et de développer un système permettant une commutation ultra rapide (ms) de l'état supraconducteur à l'état dissipatif et réciproquement, afin d'éviter le phénomène de concentration du flux magnétique lors de la phase émission, et de préserver la sensibilité du résonateur supraconducteur lors de la phase détection.

Title : High temperature superconducting material for high sensitivity RF coil dedicated to micro MRI

Keywords : High temperature superconductor, radio frequency coil, Micro MRI

Abstract: The aim of this work is to develop an instrumental device based on the nonlinear behaviour of superconducting materials such as $YBa_2Cu_3O_7$ as a function of the emitted rf power, with the objective of controlling the switch between the zero resistance state and a dissipative state. This will then be applied to superconducting ultra-sensitive coils dedicated to magnetic resonance imaging (MRI). The implementation of HTS coils for biomedical imaging improves the sensitivity of the acquired images in standard clinical MRI devices. The superconducting coils are currently not implemented because of their incompatibility with quantitative detection methods used in molecular imaging today. As usual decoupling techniques for pick-up coils are not transferable to superconducting materials, the inactivation of superconducting $YBa_2Cu_3O_7$ coils is a technical and a scientific challenge. The overall objective of this research work is to evaluate the performance of HTS materials in non-zero magnetic fields, in the radiofrequency regime, as a function of the nanostructural and geometric attributes of the material. Based on this, I shall develop a system for ultra-fast switch (msec) from the superconducting state to the dissipative state and vice versa, to avoid the phenomenon of of magnetic flux concentration during the emission phase.

Université Paris-Saclay
Espace Technologique / Immeuble Discovery
Route de l'Orme aux Merisiers RD 128 / 91190 Saint-Aubin, France