

Supraconductivité

Projet expérimental



Lors de ce TP, vous aurez à faire (selon ce qui vous aura été indiqué):

Supra Option 1 : Transition Supraconductrice : lire les parties A et B

ou

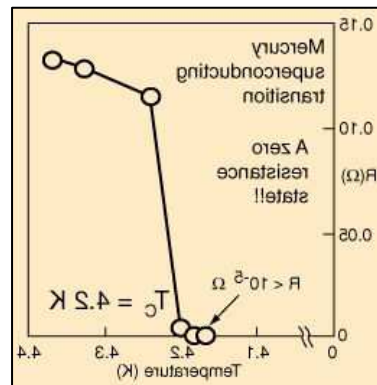
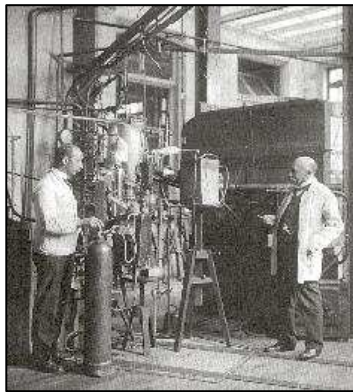
Supra Option 2 : Lévitacion magnétique : lire les parties A et C

A. Une introduction à la supraconductivité

Ces très brefs rappels ne sauraient en aucun cas se substituer à une étude complète et rigoureuse du phénomène de la supraconductivité.

1. La découverte de la supraconductivité

Une caractéristique des supraconducteurs (observée pour la première fois en 1911 par Onnes sur un échantillon de mercure) est que leur résistance s'annule en dessous d'une *température critique* T_C . Jusque dans les années 1980, le record de température pour un supraconducteur était de 23 K.



K. Onnes (à gauche dans son laboratoire) découvre en 1911 la supraconductivité dans le mercure (à droite, l'expérience d'origine)

Possible High T_c Superconductivity in the Ba – La – Cu – O System

J.G. Bednorz and K.A. Müller
IBM Zürich Research Laboratory, Rüschlikon, Switzerland

Received April 17, 1986



Metallic, oxygen-deficient compounds in the Ba – La – Cu – O system, with the composition $Ba_xLa_{5-x}Cu_5O_{5(3-x)}$ have been prepared in polycrystalline form. Samples with $x=1$ and 0.75 , $y>0$, annealed below 900°C under reducing conditions, consist of three phases, one of them a perovskite-like mixed-valent copper compound. Upon cooling, the samples show a linear decrease in resistivity, then an approximately logarithmic increase, interpreted as a beginning of localization. Finally an abrupt decrease by up to three orders of magnitude occurs, reminiscent of the onset of percolative superconductivity. The highest onset temperature is observed in the 30 K range. It is markedly reduced by high current densities. Thus, it results partially from the percolative nature, but possibly also from 2D superconducting fluctuations of double perovskite layers of one of the phases present.

Bednorz et Muller découvrent en 1986 de nouveaux supraconducteurs, dont la résistance s'annule à des T_C (un extrait du premier article qui leur vaut le Prix Nobel en 1987)

En 1986, un nouveau supraconducteur, une céramique, a été découvert par J.G. Bednorz et K.A. Muller avec une température critique de l'ordre de 35 K. Dès les mois qui suivirent cette découverte, de nombreux autres matériaux analogues ont été découverts, dont les températures critiques peuvent aller jusqu'à 150 K. Ces matériaux, dits *supraconducteurs à haute température critique* ont l'énorme avantage d'avoir une température de transition pouvant être accessible avec

de l'azote liquide (77.3 K à pression atmosphérique), et non plus uniquement avec de l'hélium liquide (4.2 K). De plus, ils remettent en cause notre compréhension de la supraconductivité qu'on pensait acquise jusque là.

2. Effet Meissner

Une autre propriété importante des supraconducteurs (découverte par Meissner et Ochsenfeld en 1933) est que, dans l'état supraconducteur, un matériau placé dans un champ magnétique extérieur exclu toutes les lignes de champ, si le champ extérieur est inférieur à un *champ critique*. Il devient alors un corps diamagnétique parfait.

Pour une grande partie des supraconducteurs, il existe également une zone de champ intermédiaire où le champ pénètre sous forme de colonnes de flux (appelées *vortex*). C'est le cas pour les supraconducteurs à haute température critique. Une des conséquences frappantes de cet effet est la lévitation d'un aimant sur un supraconducteur (voir photo sur la première page du polycopié).

3. La théorie BCS

La théorie BCS (du nom de ses auteurs Bardeen, Cooper et Schrieffer qui l'ont établie en 1957) donne un cadre théorique à la supraconductivité. Elle peut qualitativement se résumer ainsi :

- Une interaction entre les électrons et les vibrations du réseau (les *phonons*) engendre une attraction effective entre les électrons. Si la température est suffisamment basse, cette attraction sera dominante et les électrons vont s'assembler en *paires de Cooper*.
- Dans l'état supraconducteur, la fonction d'onde de toutes les paires de Cooper a la même phase et peut être décrite par une unique fonction d'onde. Ce qui serait impossible pour des électrons de spin demi-entier obéissant à la statistique de Fermi-Dirac devient possible pour des paires d'électrons de spin entier obéissant à la statistique de Bose-Einstein. Les valeurs de la fonction d'onde à deux endroits quelconques d'un supraconducteur sont reliées par un simple changement de phase, l'amplitude restant constante. Le supraconducteur se comporte donc comme un objet quantique macroscopique.

Cette théorie BCS ne semble pas expliquer la supraconductivité à haute température critique, où ce ne sont pas les vibrations de réseau qui sont responsables de l'existence de paires. Mais l'existence de ces paires de Cooper et d'une fonction d'onde unique restent vraies et ont été vérifiées expérimentalement. On ne sait pas encore ce qui joue le rôle du ciment pour les supraconducteurs à haute température critique.

De même qu'il existe un champ critique pour l'effet Meissner, il existe un *courant critique*, c'est à dire un courant maximum au delà duquel une résistance apparaît à nouveau dans le supraconducteur.

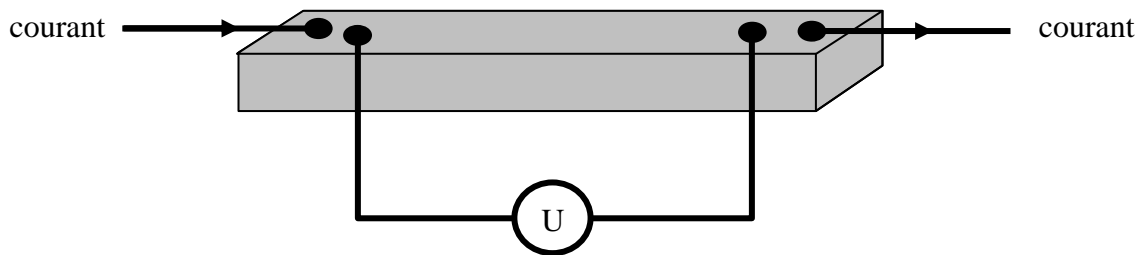
B. Etude des propriétés électriques des supraconducteurs

On étudie ici la supraconductivité dans les cuprates (dits « supraconducteurs à haute température critique ») à travers leurs propriétés électriques, qu'on mesure via la résistance électrique. Ces mesures permettent d'observer l'apparition de la supraconductivité, mais aussi de mesurer les propriétés métalliques du matériau, avant qu'il ne devienne supraconducteur, pour les comparer à celles d'un métal conventionnel comme le cuivre.

1. Résistance d'un métal conventionnel

Pour se familiariser avec les techniques de mesure de résistance électrique et les problèmes associés, nous vous proposons de d'abord mesurer la résistance d'un métal, le cuivre.

La résistance du métal étant faible, il faut avoir recours à une mesure « 4 points » : deux fils servent au passage du courant, tandis que deux autres servent à mesurer la chute de potentiel dans l'échantillon. On élimine ainsi le problème de la chute de potentiel dans les fils qui portent le courant.



Effectuez la mesure de résistance d'un fil de cuivre en utilisant cette technique et en utilisant la carte d'acquisition et labview pour mesurer la tension U . Vérifier la loi d'Ohm $U=RI$ et en déduire la résistivité ρ du cuivre à température ambiante. Menez la même mesure à la température de l'azote liquide ($T=77.4K$). Comparez ces valeurs et le comportement observé pour ρ avec les valeurs connues dans la littérature.

Conseils techniques :

Pour la production de courant électrique, on pourra utiliser la carte NI. Celle-ci délivre une tension de $-10V$ à $10V$ correspondant à un courant entre $-5mA$ et $5mA$ sur la sortie 22-55. Attention, on ne peut pas directement alimenter le fil de cuivre, de résistance trop faible, car cela correspondrait pour $10V$ à un courant trop élevé délivré par la carte. On utilisera donc un montage diviseur de tension permettant de limiter le courant dans le montage à $5mA$ pour $10V$, via une résistance en série de $2000\ \Omega$:

Attention : bien prendre garde à brancher ces deux résistances dans l'ordre indiqué, c'est à dire la résistance de $2\ k\Omega$ du côté de la sortie 22 et la résistance inconnue (supra ou cuivre) du côté de la masse de la carte NI, donc de la sortie 55. En effet si ensuite vous faites des erreurs de montage, notamment de court-circuits au niveau de la résistance inconnue, il faut éviter qu'un fort courant circule alors directement vers la carte NI en entrée.

Pour vérifier sa mesure, on pourra aussi utiliser au lieu de la carte NI une source de courant une alimentation $1\ mA$ elle même alimentée par une tension $5\ V$ prise sur le porte module fournie par

l'enseignant.

Attention, dans ces mesures, il faudra tenir compte des effets thermoélectriques qui peuvent fausser la mesure de U et qu'on observe notamment à courant i nul.

2. Résistance d'un supraconducteur

Un supraconducteur est un métal dont la résistance chute soudainement sous une température critique T_C . Pour mesurer les propriétés du supraconducteur, on va procéder comme pour le cuivre. Par contre, on voudra cette fois pouvoir contrôler finement la température du matériau pendant la mesure.

Contrôle du refroidissement (cryogénie)

La façon traditionnelle de produire des basses températures est d'utiliser des liquides cryogéniques (azote liquide ou hélium liquide). Ces liquides ont l'inconvénient de ne pas être facile à manipuler. On utilise ici une méthode basée sur un réfrigérateur en circuit fermé. Le principe est simple : on comprime de l'hélium gazeux qui est ensuite détendu dans une tête froide pour produire des basses températures (cycle de Gifford-Mc Mahon). On peut ainsi produire des températures de l'ordre de 10 K pour des têtes froides à deux étages de compression, et de l'ordre de 30 K pour les têtes à un seul étage.

La tête froide utilisée (Leybold RGS 20) est connectée à un compresseur à hélium par des tubes flexibles. La pression d'opération est typiquement 16 bar. Dans la tête froide, une synchronisation ouvre et ferme la vanne qui régule le débit de gaz dans le cylindre (cf figure). L'échantillon supraconducteur est monté sur une plaque en cuivre au dessus du cylindre d'expansion de la tête froide, dans un cryostat. L'ensemble du cryostat est pompé en vide primaire, pour assurer une bonne isolation thermique entre l'échantillon et l'extérieur. Un passage étanche permet de sortir de l'enceinte les signaux électriques.

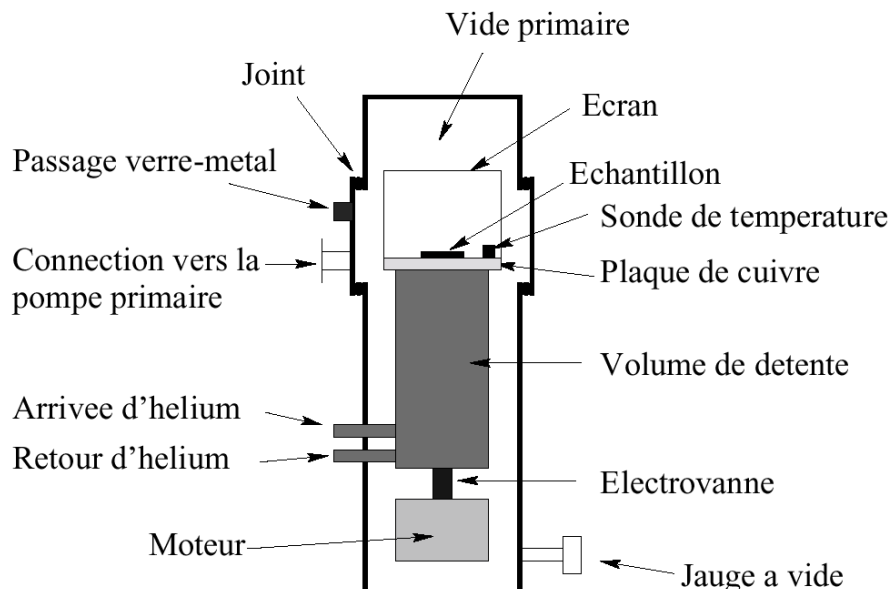


Figure 8. Schéma de la tête froide à un étage RGS20

Le compresseur à hélium et la pompe primaire sont communs aux deux têtes froides de la salle (cf figure 9). Le compresseur nécessite un refroidissement permanent à l'eau pour pouvoir fonctionner. Un boîtier de commande électrique permet de démarrer ou d'arrêter individuellement les deux têtes froides. **Consulter la notice en salle pour l'opération de l'appareillage.**

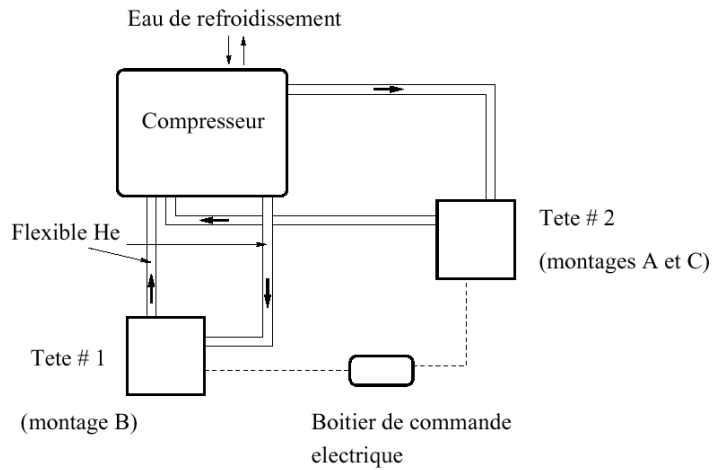
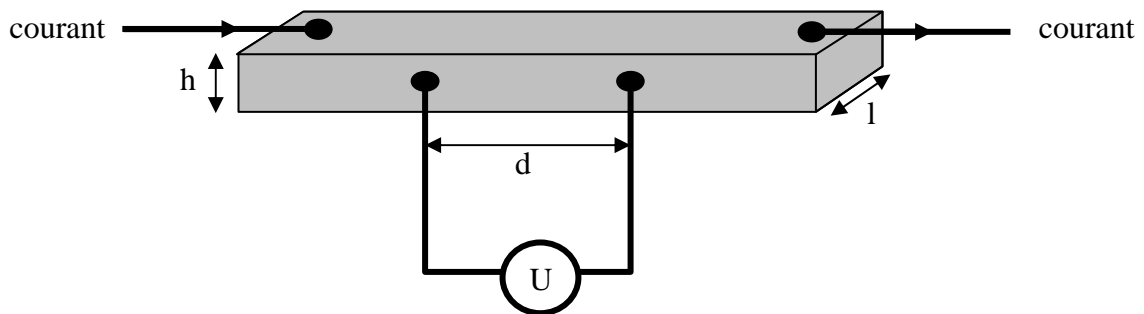


Figure 9. Schéma de l'appareillage commun aux deux têtes froides

Les échantillons supraconducteurs

Les échantillons supraconducteurs sont des céramiques cuprates BiSrCaCuO , proposés sous forme de barreaux rectangulaires noirs de dimensions variables. Quatre fils de mesure sont collés à l'aide d'une résine conductrice comme indiqué sur la figure. Le schéma de câblage de l'échantillon utilisé se trouve dans la documentation en salle.



L'échantillon supraconducteur et ses électrodes

Une sonde « platine » est installée pour chaque montage sur la plaque porte-échantillon, à quelques centimètres de l'échantillon supraconducteur. La résistance du platine peut être convertie en température à l'aide d'une calibration connue. On mesure cette résistance par la même méthode que le cuivre.

Le travail à effectuer

Développer un programme permettant de mesurer la résistance en fonction de la température du supraconducteur et permettant de sauver cette mesure au fur et à mesure.

Vérifier vos mesures à température ambiante (mesure de la température et de la loi d'Ohm $U=RI$).
Mesurer la résistance $R(T)$.

Au dessus de T_C , comparer la résistance du cuprate au comportement d'un métal conventionnel (type de loi, valeur...).

En dessous de T_C , vérifier si ce que vaut la résistance du cuprate correspond à vos attentes et déterminez la température critique T_c du supraconducteur en choisissant différentes méthodes graphiques que vous imaginerez vous même. Pour chaque méthode envisagée, déterminez la barre d'erreur associée à cette détermination graphique.

Analysez, comparez, et commentez vos mesures dans les différents cas (descentes, montées, différents échantillons, différents courants...).

C. Etude de la force de lévitation

Lorsqu'on place un aimant au dessus d'un supraconducteur, celui-ci peut léviter dans certaines conditions. On observe de plus qu'il est en général stable. Cette lévitation et la stabilité mettent en jeux des forces que l'on se propose de mesurer et de comprendre dans ce TP. L'étude des forces de lévitation permettra d'aborder la physique du piégeage et de l'écrantage dans les supraconducteurs.

1. La force de lévitation et le piégeage

La lévitation d'un aimant au dessus d'un supraconducteur vient en premier lieu de l'effet Meissner : en présence d'un champ magnétique, il apparaît des boucles de supercourants à la surface du supraconducteur qui induisent un champ magnétique qui s'oppose à celui de l'aimant pour que le champ final au sein du supraconducteur soit nul. Ces boucles correspondent à une sorte d'aimantation interne dans le supraconducteur qu'on note M_{supra} . On a donc :

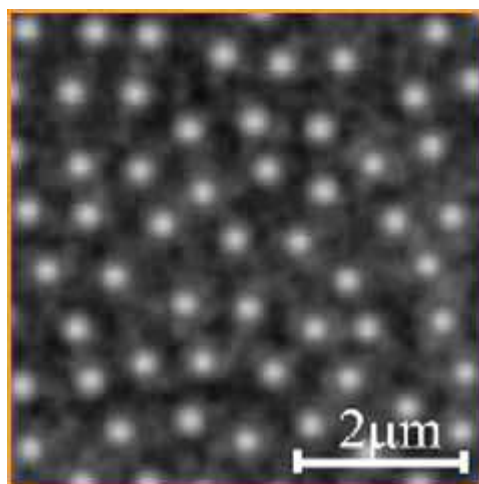
$$M_{\text{supra}} = -H_{\text{aimant}}$$

Cette aimantation du supraconducteur induit une force sur l'aimant qui s'écrit :

$$F_z = \mu_0 M_{\text{supra}} \frac{\partial H_{\text{aimant}}}{\partial z} V$$

où V est le volume de l'échantillon supraconducteur, M_{supra} son aimantation (pas celle de l'aimant), et H le champ créé par l'aimant dans l'axe vertical z . Cette force peut être suffisante pour compenser la gravité et faire donc flotter l'aimant.

Dans les supraconducteurs de type II, comme celui utilisé dans ce TP, il apparaît une complication : au delà d'un champ critique H_{C1} de l'ordre de la centaine de Gauss, l'échantillon n'est plus parfaitement diamagnétique et laisse pénétrer en son sein le champ magnétique sous forme de colonnes, appelées "vortex", portant chacune un flux $\Phi_0 = h/2e$ et autour de laquelle se développent également des supercourants. Lorsqu'on applique le champ magnétique, tant que $H < H_{C1}$, il y aura l'effet Meissner traditionnel. Quand $H > H_{C1}$, des vortex se mettent à apparaître dans l'échantillon. Cependant, à cause du désordre possible dans le matériau et de ses caractéristiques, les vortex ont plus ou moins de difficulté à pénétrer ou ressortir. On appelle force de piégeage la force qui retient les vortex (une fois entrés) ou s'oppose à leur entrée.



réseau de vortex dans du Nb

2. Montage expérimental

Le montage est représenté sur la figure ci-contre :

Le supraconducteur est refroidi par de l'azote liquide. L'aimant est placé au dessus d'une balance. La force exercée par le supraconducteur sur l'aimant est donc mesurée via le poids exercé sur la balance.

L'azote : Il est impératif de demander l'autorisation à l'enseignant avant toute manipulation impliquant l'azote liquide. Ne prenez pas d'initiative à ce sujet !

La balance : ne jamais approcher d'aimant trop près du plateau de la balance. Choisir la balance adaptée à votre mesure (deux balances disponibles). On vous fournit l'interface de dialogue avec labview.

Les pastilles : vous disposerez de pastilles de différents types ("faible", "modéré", "fort") toutes faites d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ mais de caractéristiques cristallographiques différentes. **Toujours sécher une pastille après refroidissement pour éviter qu'elle se givre ou soit humide. Ne jamais refroidir une pastille humide ou givrée.**

3. Nature du travail à effectuer

- **Lévitacion qualitative** : réaliser, avec l'aide de l'enseignant, des expériences de lévitation sur les deux pastilles, "faible" et "forte". Essayer de tester les forces en jeu qualitativement.

- **Détermination du champ magnétique B**

La valeur du champ B au niveau de l'échantillon dépend de sa position par rapport à l'aimant NdFeB. Ce champ a été mesuré avec une sonde Hall en fonction de la hauteur z entre l'aimant et l'échantillon. Ce champ suit la loi suivante :

$$B(z) = B_0 \left[\frac{z - z_1}{[(z - z_1)^2 + R^2]^{1/2}} - \frac{z - z_2}{[(z - z_2)^2 + R^2]^{1/2}} \right]$$
$$\frac{dB}{dz} = B_0 \times R^4 \times \left[\frac{1}{[(z - z_1)^2 + R^2]^{3/2}} - \frac{1}{[(z - z_2)^2 + R^2]^{3/2}} \right]$$

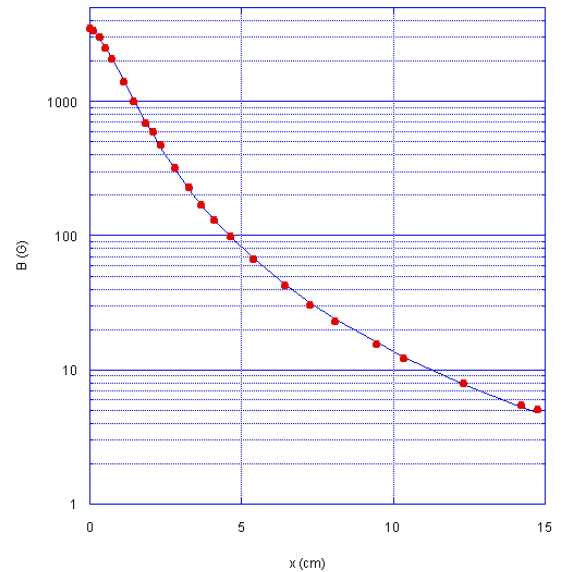
avec z en cm, distance entre échantillon et surface de l'aimant (z = 0 quand échantillon au contact de l'aimant) et B en gauss (rappel : 1 Tesla = 10 000 Gauss)

$$B_0 = 2859,7$$

$$z_1 = -3,3854$$

$$z_2 = 0,43022$$

$$R = 1,3568$$



Vérifier cette calibration à l'aide d'un gaussmètre.

- **Construire une interface de mesure**

Développer un programme et une interface informatique permettant de mesurer l'aimantation M de l'échantillon en fonction de la hauteur z et du champ appliqué B(z). Il pourra être utile, dans ce programme, de suivre en permanence et en direct les variations de hauteur et de poids, mais de décider avec un bouton quand on souhaite sauver un point de mesure dans un fichier.

Pour tester votre interface et votre montage, voici un test simple : mesurez l'aimantation d'un petit aimant NdFeB en fonction du champ appliqué. Normalement, cet aimant étant « permanent » et puissant, son aimantation n'est pas modifiée par le champ magnétique appliqué, au moins aux petits champs utilisés ici. Utilisez cette propriété pour vérifier votre montage.

- **Mesures**

Mesurer et comparer les forces en jeu en fonction des supraconducteurs utilisés (« à faible ancrage » ou « à fort ancrage ») et en fonction des conditions initiales (refroidissement hors du champ magnétique ou sous champ magnétique). En déduire les comportements de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué dans ces différents supraconducteurs.

Comparer éventuellement à des mesures de l'aimantation piégée dans le supraconducteur à l'aide du gaussmètre (loin de l'aimant) si il y a eu piégeage de vortex.

Etudier éventuellement les comportements au cours du temps.

Bibliographie

- www.supraconductivite.fr
- X. Grison, T. Kontos, M. Aprili, J. Lesueur, “*De l’ordre dans les supraconducteurs* », La Recherche, Janvier 2001, pp.44
- N. Bontemps, R. Combescot et P. Monod, “*Les supraconducteurs à haute température*”, La Recherche, Février 1992, 180-187.
- M. Tinkham, “*Introduction to superconductivity*”, Ed. Krieger, McGraw Hill (1975), chapitre 6
- C. Kittel, Physique de l’état solide, Dunod
- La supraconductivité, 100 ans après, S. Blundell
- La guerre du froid : une histoire de la supraconductivité, Jean Matricon, Ed. du Seuil, 1994
- Histoire et légendes de la supraconduction, Ortoli S., Klein J., Ed. Calmann-Lévy (1989)