

TP Physique du solide, Master 1-Physique

Institut Néel, Polygone Scientifique - Grenoble (E214)

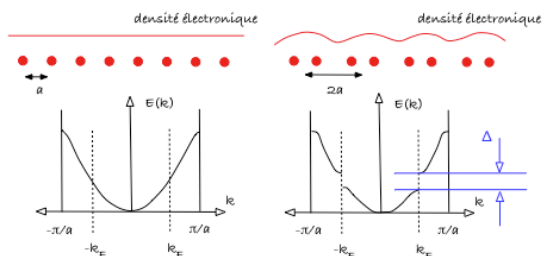
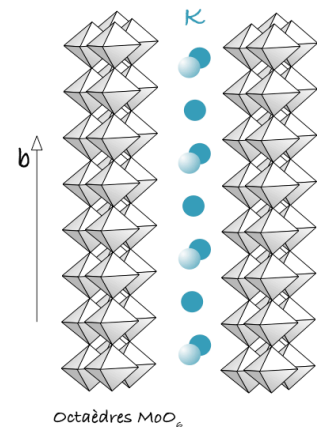
1^{ère} Partie – Transition électronique dans les composés 1D ($K_{0.3}MoO_3$) et 2D ($K_{0.9}Mo_6O_{17}$)

2^{ème} Partie – Propriétés supraconductrices du Niobium

Transition électronique dans les systèmes de basse dimensionalité.

Transition métal-isolant dans un composé quasi-unidimensionnel ($K_{0.3}MoO_3$)

Peierls a montré dès 1954 qu'un système unidimensionnel monovalent pouvait être instable vis d'une déformation du réseau atomique où les atomes se rapprochent pour former des paires. En effet, cette déformation s'accompagne de l'ouverture d'un gap dans la structure électronique. Expliquez pourquoi le coût énergétique lié à la déformation électrique du réseau est alors compensé par un gain en énergie électronique (voir figure ci-dessous). *A quelle condition, l'ouverture de ce gap s'accompagne-t-elle d'une transition métal-isolant ?* La densité électronique n'étant plus uniforme, on parle de la création d'une « onde de densité de charges ».

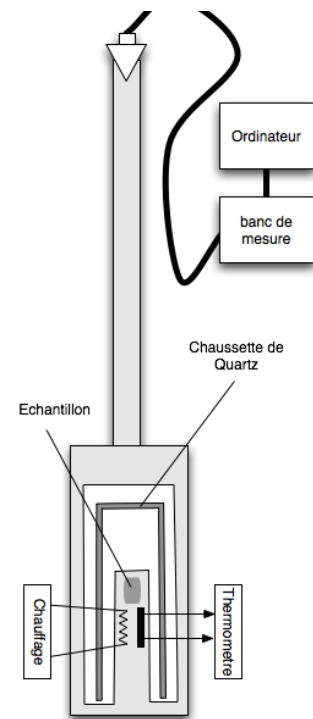


Il a néanmoins fallu attendre près de 20 ans avant que ne soit trouvée une preuve expérimentale de cette transition (dans un composé organique) car la transition métal-isolant n'apparaît que dans les systèmes 1D, pourquoi ? Le but de la 1^{ère} partie de ce TP est

de mettre en évidence cette transition dans un échantillon de « bronze bleu » de Molybdène $K_{0.3}MoO_3$. La structure cristallographique de ce système est représentée ci-dessus. La conduction électronique se fait le long des octaèdres de MoO_6 , justifiez pourquoi ce composé peut effectivement être assimilé à un système unidimensionnel. Selon quel axe est-il préférable de réaliser les contacts électriques.

Afin d'en mesurer la conduction électrique, deux contacts de courant ont été réalisés sur les bords de l'échantillon, 2 autres contacts serviront à mesurer la différence de potentiel correspondante. L'échantillon est monté sur un support couplé à une résistance « témoin » qui servira de thermomètre et à un enroulement chauffant.

Afin de mesurer la résistance en fonction de la température, l'ensemble sera plongé dans un bain d'Hélium liquide. Il est alors important de recouvrir le porte-échantillon d'une « chaussette » de quartz. *Discutez (brièvement) les contraintes liées à un montage permettant de mesurer la dépendance en température d'une grandeur physique (ici la résistance). Quels sont les différents mécanismes d'échange thermique pouvant intervenir entre l'échantillon et le milieu extérieur ?*



Après avoir vérifié que tous les connecteurs sont branchés (1 connecteur Jaeger et 2 BNC), allumez la source de courant K6221 et le voltmètre HP3458 (au besoin éteignez-les puis rallumez-les). Lancez le programme d'acquisition « RESISTIVITE TP ».

- [1]. Réglez les paramètres de la source Keithley 6221: $I=10\text{mA}$; $\Delta I=10\%$; $\text{Compliance}=10\text{V}$.
- [2] Faites une mesure de la caractéristique courant/tension, entre 0 à 20 mA par pas de 1 mA,
- [3] Placez la canne porte - échantillon dans la bouteille d'Hélium (position haute). Plongez progressivement la canne dans la bouteille (comptez environ 20 min pour descendre la température jusqu'à environ 20 K). Dans le fichier de données les deux premières colonnes correspondent respectivement à T et V/I. Repérez la valeur de la température (T_p) correspondant à la transition métal - isolant. On suppose que pour $T < T_p$ la conduction se fait par activation thermique ($\sigma \sim \exp(-\Delta/kT)$), déterminer la valeur correspondante du gap Δ .
- [4] Stabilisez la température à environ 70K. Une fois la température stable refaites une caractéristique V(I) (comme en [2]; en restant dans un premier temps en dessous de 20mA, si aucune non linéarité n'apparaît discutez de la procédure à suivre avec l'enseignant).

En passant la transition (à T_p) les électrons « se condensent » dans l'onde de densité de charge (ODC) (ouverture du gap). Pour T non nulle, certains électrons peuvent néanmoins franchir le gap, on est alors en présence de 2 « types » d'électrons : (i) les électrons condensés dans l'ODC (sous le gap) et (ii) les électrons ayant franchi le gap par activation thermique. *Pour les faibles valeurs de I, la courbe V-I est linéaire, à quel type d'électron ((i) ou (ii)) doit-on cette réponse ?* Retranchez cette droite initiale de la courbe totale afin de n'avoir que la réponse du second type. En présence d'un champ électrique, les électrons de l'ODC subissent une force extérieure, quelle est l'expression de cette force. Lorsqu'ils sont mis en mouvement par cette force (avec une vitesse v), il apparaît un courant dont vous donnerez l'expression (en fonction

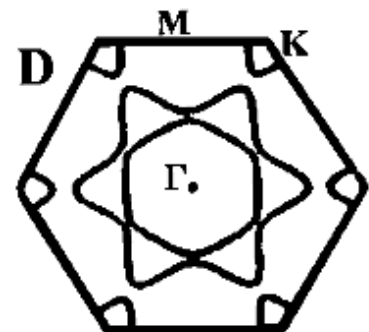
de v). En déduire que votre courbe $V-I$ est équivalente à une courbe Force – Vitesse. Montrez qu'il existe une force critique (F_c) en dessous de laquelle $v=0$, à quoi est-elle due ?

En 1954, Fröhlich avait proposé un modèle de supraconductivité basé sur le glissement des ondes de densité de charges dans les systèmes 1D. Ce modèle s'est avéré inexact et Bardeen, Cooper et Schrieffer montrèrent trois ans plus tard que la supraconductivité pouvait être due à un couplage indirect entre deux électrons via « l'échange d'un phonon ».

Cas du composé quasi-bidimensionnel ($K_{0,9}Mo_6O_{17}$)

Remontez la canne et remplacez l'échantillon par le « bronze violet » (lorsque la canne est chaude). Demandez conseil à l'enseignant pour remplacer l'échantillon ! Il s'agit également d'un oxyde de Molybdène dopé au K mais de composition légèrement différente de celle du « bronze bleu » ($K_{0,9}Mo_6O_{17}$). Vérifiez qu'il n'y a **aucune pression dans le vase d'Hélium avant son ouverture**. Attention, l'hélium peut provoquer de graves brûlures et l'ouverture du vase doit être faite avec le maximum de précaution (veillez à toujours porter des gants). En suivant la procédure précédente, faites une courbe $R(T)$. En quoi est-elle différente de la précédente.

Contrairement au bronze bleu, le bronze violet n'est pas un composé 1D mais présente une structure en feuillets quasi 2D. La surface de Fermi est représentée sur la figure ci-dessous. De combien de bandes cette surface de Fermi est-elle constituée ? Expliquez brièvement pourquoi ces surfaces de Fermi ne sont-elles pas circulaires ?

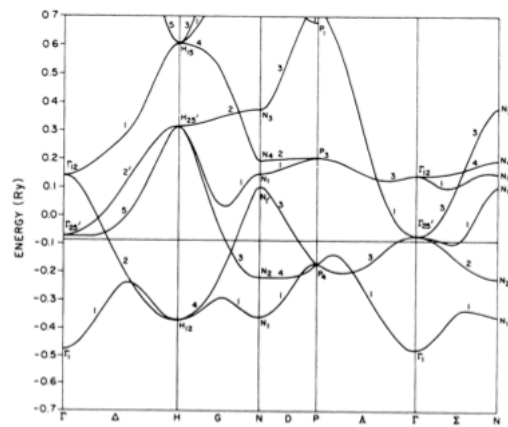
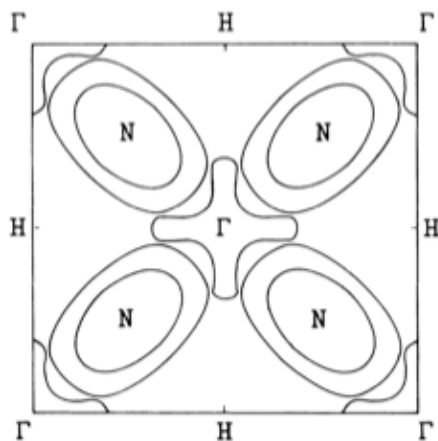


Expliquez pourquoi dans ce cas l'ouverture du gap (liée à la déformation structurale) ne peut être que partielle. Cette surface de Fermi présente néanmoins une particularité appelée « unidimensionalité cachée », expliquez l'origine de cette dénomination (discutez en si nécessaire avec l'enseignant).

Supraconductivité

Certains matériaux présentent l'étonnante propriété d'avoir une résistance électrique parfaitement nulle en dessous d'une température critique notée T_c : on les appelle supraconducteurs. Ces matériaux ont par ailleurs une seconde propriété tout aussi remarquable : celle de pouvoir d'expulser totalement le l'induction magnétique, $B=0$.

On se propose d'étudier ici les propriétés supraconductrices du Niobium, dont la structure de bandes est représentée ci-contre. Que peut-on en conclure quant aux propriétés électroniques de cet élément ? La surface de Fermi correspondante est représentée ci-contre. Vérifiez que cette SF est bien en accord avec la structure de bandes. A quelle partie de la SF est associée la bande #2, quelle est la nature des porteurs de cette bande. Tracez schématiquement l'allure de la densité d'états associée à cette structure de bandes entre -0.7Ry et $+0.7\text{Ry}$ [pour plus de renseignements et comparer votre courbe à la courbe calculée voir avec l'enseignant pour accéder à l'article de A.R.Jani et coll. Physical Review B 38, 9425 (1988)]



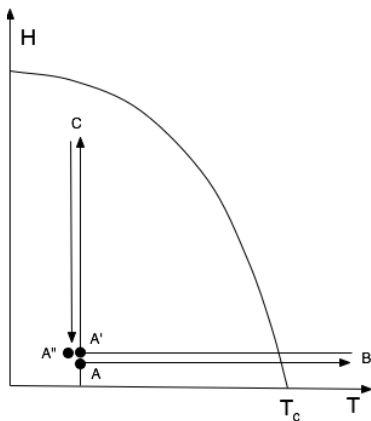
[A] Distribution du champ dans un supraconducteur

Un morceau de Nb est placé sur une « croix de Hall ». En présence d'un courant I , la tension V mesurée sur la croix est alors directement proportionnelle à l'induction magnétique B à la surface de l'échantillon (perpendiculaire à la croix) :

$$R_H = V/I = kB.$$

Rappelez brièvement l'origine de l'effet Hall dans les métaux.

On se propose de mesurer dans un premier temps la dépendance en température de l'induction B (à la surface de l'échantillon) en présence d'un champ extérieur $\mu_0 H = 10\text{G}$. Pour cela la croix de Hall et l'échantillon sont placés sur un porte-échantillon similaire à celui décrit dans la partie précédente (mesure de résistance). L'ensemble est plongé dans l'Hélium et la résistance de Hall R_H (donc l'induction B) est lue à l'aide d'un pont de résistance AC (modèle LR700).



[1] Lancer le programme « SUPRA_TP ». Vérifiez que les options « bobine 4T horizontal », « alim cryogenics » et « read lockin » (sélectionner le SR 830) sont bien sélectionnées. Deux graphes montrent la température en fonction du temps et la résistance de Hall R_H en fonction de la température. Chauffez (rapidement) à 20K (paramètres P,I,D =20, 5, 0 ; heater range

=2 ; Rate T = 10 K/min puis « OK ») pour « ré-initialiser » le matériau puis redescendez à 5K. Appliquez un champ $\mu_0 H = 10G$ (set field=10 et rate=0.1 puis « OK »). On se place alors au point A de la figure ci-dessous.

[2] Cliquez sur « write to file » puis lancez la rampe en température entre 5K et 15K (1K/mn, trajet A-B) puis entre 15K et 5K (trajet B-A'). Tracez R_H en fonction de T. R_H est en fait de la forme $R_H(B,T) = k \cdot B(T) + R_0(T)$. Dans l'état normal ($T > T_c$) le matériau est non magnétique ($B = \mu_0 H = 10G$) alors que dans l'état supraconducteur ($T < T_c$) on s'attend donc à ce que $B = 0$, *en déduire les valeurs de k et R_0 et tracez $B(T)$. En déduire la valeur de la T_c de votre échantillon*

[3] Montez le champ jusqu'à 1000G (trajet A'-C) et revenez à 10G (trajet C-A''). *Comparez la valeur de l'induction B à 5K et 10G pour les points A, A' et A'', conclusion.* Terminez la courbe $B(T)$ en effectuant une mesure entre A'' et B (« set T »=20 puis « OK »). Dans les supraconducteurs (dits de type II comme c'est le cas ici), le champ B pénètre sous la forme de tubes de champ appelés. Ces vortex entrent et sortent par les parois latérales mais sont susceptibles de se piéger sur les défauts du matériau. Comment peut-on comprendre les mesures effectuées ci-dessus.

[B] Champ critique dans un supraconducteur

Lorsque l'on augmente le champ extérieur, le nombre de vortex croît jusqu'à occuper tout l'échantillon au delà d'un champ critique dit « supérieur ». On se propose ici de mesurer ce champ à partir de mesure de susceptibilité [en fait on mesurera $T_{c2}(H)$]. Au champ DC de la bobine extérieure, se superpose un champ AC (H_{AC}) et l'induction B au niveau de la sonde sera alors égale à : $B = B_{DC} + B_{AC} = B_{DC} + \mu_0(1 + \chi)H_{AC}$ où χ est la susceptibilité de l'échantillon. En mesurant la tension à l'aide d'une « détection synchrone » [voir avec l'enseignant pour les branchements électriques associés], pour créer le champ AC on dispose d'une petite bobine entourant l'échantillon ($I_{bobine} = 5mA$) et la sonde de Hall est désormais alimentée à l'aide du Keithley K2100 ($I_{sonde} = 0.1mA$). On sélectionne uniquement la partie AC de la tension de Hall et cette tension est donc proportionnelle à $1 + \chi$, *que vaut χ (i) dans l'état normale, (ii) dans la phase supraconductrice.*

Cliquez sur l'option « read lock-in » et sur l'interrupteur vert afin de sélectionner le lock-in SR 830 (l'interrupteur devient bleu). Mesurez χ en fonction de T (entre 15K et 5K, 1K/mn) pour différentes valeurs de $\mu_0 H_{DC} = 0T, 0.5T, 1T$ (si le temps le permet rajoutez des champs intermédiaires). On définit T_{c2} comme étant la température à partir de laquelle $\chi < 0$. *Tracez la courbe $H_{c2}(T)$, quelle(s) grandeur(s) peut-on en déduire.*