

Titre: Étude de la résistivité électrique de rubans supraconducteurs industriels dans le régime sur-critique
Title:

Auteur: Mathieu Masse
Author:

Date: 2020

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Masse, M. (2020). Étude de la résistivité électrique de rubans supraconducteurs industriels dans le régime sur-critique [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/5532/>
Citation:

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/5532/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Frédéric Sirois, & Yves-Alain Peter
Advisors:

Programme: Génie physique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Étude de la résistivité électrique de rubans supraconducteurs industriels dans le régime sur-critique

MATHIEU MASSE

Département de génie physique

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*
Génie physique

Décembre 2020

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Étude de la résistivité électrique de rubans supraconducteurs industriels dans le régime sur-critique

présenté par **Mathieu MASSE**

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*
a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

David MÉNARD, président

Frédéric SIROIS, membre et directeur de recherche

Yves-Alain PETER, membre et codirecteur de recherche

Bertrand DUTOIT, membre

REMERCIEMENTS

Je tiens en premier lieux à remercier mon directeur de recherche M. Frédéric Sirois pour m'avoir offert la possibilité de poursuivre mes études dans son laboratoire. La confiance qu'il m'a accordé, sa grande disponibilité et son aide ont permis à ce projet de voir le jour. Je ne peux également passer sous silence l'importante contribution de M. Christian Lacroix, qui, tout au long du projet, était disponible quotidiennement pour discuter et m'offrir de précieux conseils.

Le sujet du présent mémoire s'inscrit dans un objectif beaucoup plus global auquel de nombreuses personnes ont contribué au fil des années. S'il n'avait pas été du travail de M. Jonathan Coulombe sur la source de courant pulsé, aucun des résultats de ce mémoire n'aurait été possible. Les discussions occasionnelles avec M. Nicolò Riva ont également permis de faire la lumière sur certains problèmes expérimentaux. Je salue aussi le travail de Simon Richard, qui a grandement contribué au projet lors de sa maîtrise, et qui a tracé la route au travail que j'ai accompli après son départ. Je remercie également Lucile Moret pour son expertise qui a permis de faire avancer le projet au quotidien. En terminant, je mentionne le travail de Félix Pellerin, qui m'a grandement aidé dans la prise de mesure.

J'ai eu la chance d'être soutenu financièrement par plusieurs organismes lors de ma recherche. Merci à Polytechnique Montréal, au Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada, au Fonds de recherche Nature et technologie du Québec et à Hydro-Québec pour votre appui et votre reconnaissance de mon travail.

Une mention spéciale à mes parents et ma famille qui m'ont constamment encouragé dans mes études et à donner le meilleur de moi-même.

Finalement, un profond merci à Amanda pour m'avoir accompagné tout au long de cette aventure.

RÉSUMÉ

L'objectif principal des travaux présentés dans ce mémoire est de caractériser la résistivité électrique de rubans supraconducteurs industriels dans le régime sur-critique. Plus précisément, ceci consiste à développer un modèle physique, à partir de mesures expérimentales, permettant de décrire en fonction du courant et de la température, la résistivité au-dessus du courant critique. Caractériser le comportement électrique de rubans supraconducteurs s'avère essentiel afin d'optimiser l'utilisation de ce type de matériaux dans différents domaines tels que le transport d'énergie ou la fabrication d'électroaimants. Dans l'atteinte de cet objectif, il devient primordial de pouvoir contrôler parfaitement les conditions expérimentales. En effet, l'étude à fort courant des échantillons supraconducteurs amène son lot de défis sur le plan thermique. La chaleur produite dans l'échantillon étant proportionnelle au carré de la densité de courant injecté, il est nécessaire de forcer le passage du courant sur une très courte durée afin d'éviter un bris de l'échantillon. Selon ce principe, le professeur Sirois a développé lors des dernières années une source de courant pouvant atteindre des milliers d'ampères en quelques dizaines de microsecondes. L'utilisation d'une source de courant pulsée limite la quantité d'énergie injectée dans l'échantillon tout en permettant d'étudier le comportement des supraconducteurs au-dessus du courant critique.

Afin d'atteindre l'objectif fixé, la première étape vise à améliorer l'équilibre thermique du montage. Lors des travaux précédant ce mémoire, il a été constaté que l'échantillon, une fois installé dans le système cryogénique, possédait un gradient en température sur toute sa longueur, c'est-à-dire que sa température initiale n'était pas identique partout sur l'échantillon. Dans la perspective de vouloir caractériser le comportement électrique selon la température, il est primordial de contrôler parfaitement les conditions expérimentales. Des simulations en éléments finis ont permis de cerner la source des problèmes thermiques sur le montage expérimental. La problématique principale venait du fait que l'amené de courant, qui fait le lien électrique entre la source et l'échantillon, était composé de plusieurs couches où l'aller et le retour de courant s'alternaient pour diminuer l'induction. Ceci avait pour effet de diminuer grandement le transfert thermique qui se réalisait en raison des nombreuses interfaces et connexions dans le cryostat. Des modifications ont donc été apportées au montage en changeant notamment l'amené de courant et en installant une autre pince de refroidissement pour maximiser le transfert thermique. Les mesures en laboratoire ont permis de constater que le gradient de température sur la longueur de l'échantillon a diminué de 20 à 2 K grâce aux modifications apportées.

Pour l'analyse des mesures pulsées, le modèle *Uniform Current* (UC) est utilisé. Ce modèle, à l'aide d'hypothèses simples, permet de calculer la distribution de courant dans les couches du ruban supraconducteur et ainsi déterminer la température et le courant dans l'échantillon à tout moment du pulse. Une grande partie des efforts consacrés ont permis d'améliorer la méthodologie d'analyse en programmant un code de calcul du modèle UC par la méthode des volumes finis. La nouvelle méthodologie permet une analyse des résultats plus rapide, plus facile, et avec la même précision qu'auparavant. De plus, des études sur ce modèle ont été réalisées afin de déterminer les paramètres d'entrée optimaux à considérer pour garantir la validité des résultats. Cet aspect du travail est essentiel, car la quantité énorme de mesures expérimentales à acquérir nécessite une méthodologie d'analyse robuste et rapide.

Les rubans supraconducteurs étudiés lors de ces travaux sont composés de supraconducteurs de type REBCO déposés sur un substrat d'hastelloy et recouverts d'une couche d'argent sur tout le périmètre afin de protéger l'échantillon. Dans l'objectif de caractériser uniquement le comportement des supraconducteurs à fort courant, des études ont été réalisées sur des échantillons dont une partie de l'argent sur le ruban a été gravé, permettant le passage du courant presque uniquement dans le supraconducteur. Ce genre d'expérience nécessite un soin particulier, particulièrement avec l'utilisation d'une source de courant pulsé, afin d'éviter un bris de l'échantillon. Des simulations ont été réalisées afin de déterminer les conditions expérimentales sécuritaires à considérer. Les mesures expérimentales qui restent à prendre sur ce type d'échantillon permettront de valider les simulations et d'avoir une mesure de la résistivité en régime normal.

Le dernier objectif était l'obtention d'une grande quantité de mesure expérimentale permettant de caractériser la tension en fonction du courant, de la température et du champ magnétique appliqué sur l'échantillon. Les améliorations faites sur le montage de mesure et à la méthodologie d'acquisition ont permis d'obtenir des points expérimentaux pour des températures entre 69 et 81 K, des courants entre 50 et 400 A et un champ magnétique entre 0 et 2 T. Ces mesures ont mené à une première analyse sur la résistivité en régime sur-critique et la validation du modèle de Bardeen-Stephen. Un algorithme d'optimisation a été développé permettant de calculer la surface du champ électrique selon la température et le courant afin d'extraire la résistivité du supraconducteur sous différentes conditions. Il faut cependant préciser que les mesures prises, bien que nombreuses, n'étaient pas encore suffisantes pour apporter des conclusions aussi solides qu'espéré.

En terminant, l'objectif général n'a pas été complètement atteint, mais une partie importante du travail préliminaire est réalisé pour répondre prochainement à la question de recherche. Dans le court terme, il serait important d'apporter des petites modifications au système de

mesure ainsi qu'à ses différents appareils afin d'assurer la fiabilité de ceux-ci sur les milliers de mesures à prendre. Ensuite, avec l'acquisition de mesures supplémentaires, il sera possible de terminer l'analyse déjà entamée et d'obtenir un premier modèle décrivant la résistivité dans le régime sur-critique. Dans une perspective plus long terme, il pourrait ensuite être envisagé de caractériser la résistivité à différents endroits sur la longueur de l'échantillon afin de couvrir toutes les dimensions du problème.

ABSTRACT

The main aim of the work presented in this thesis is to characterize the electrical resistivity of industrial superconducting tapes in the over-critical regime. More precisely, developing a physical model, from experimental measurements, which allows to describe the resistivity above the critical current according to the current and the temperature. Characterizing the electrical behaviour of superconducting tapes is essential in order to optimize the use of this type of material in various fields such as energy transport or manufacture of electromagnets. In order to achieve this goal, it is essential to fully control the experimental conditions. Indeed, the study of superconducting samples at high currents brings its share of challenges on the thermal level. Since the heat produced in the sample is proportional to the square of the injected current density, it is necessary to force the current to flow over a very short time in order to avoid damage of sample. According to this principle, Professor Sirois has developed in recent years a current source that can reach thousands of ampere in a few tens of microseconds. The use of a pulsed current source restrains the amount of energy injected into the sample while allowing the study of superconductors above the critical current.

In order to achieve the main objective, the first step is to improve the thermal balance of the experimental set-up. Prior this thesis, work showed that the sample had a temperature gradient over its length once installed in the cryogenic system, had a temperature gradient over its entire length, i.e. its initial temperature was not the same throughout the sample. In order to characterize the electrical behaviour as a function of temperature, it is essential to fully control the experimental conditions. Finite element simulations were used to identify the source of the thermal problems on the experimental set-up. The main issue came from the current leads, the electrical link between the source and the sample, which is made up of several layers where the outward and return current are alternating to reduce induction. It caused to greatly reduce the transfer that took place due to the numerous interfaces and connections in the cryostat. Adjustements were therefore made to the set-up by changing the current leads and installing another cooling clamp to maximize heat transfer. Laboratory measurements showed that the temperature gradient over the length of the sample was reduced from 20 to 2 K due to these adjustments.

For the analysis of pulsed measurements, the Uniform Current (UC) model is used. This model, using simple assumptions, allows to calculate the current distribution in the layers of the superconducting tape and thus determine the temperature and the current in the sample at any moment of the pulse. A major part of the efforts has led to the improvement of the

analysis methodology by programming a calculation code for the UC model using the finite volume method. The new methodology provides a easier and faster analysis of the results with the same accuracy as before. In addition, studies on this model have been carried out to determine the optimal input parameters necessary in order to guarantee the validity of the results. This aspect of the work is essential because the enormous amount of experimental measurements needed necessitate a robust and rapid analysis methodology.

The superconducting tapes studied during this work are composed of REBCO type superconductors deposited on a hastelloy substrate and covered with a silver coating on the entire perimeter to stabilize the sample. In order to characterize only the behaviour of high current superconductors, studies were carried out on samples where part of the silver on the tape was etched, thus allowing the current to flow almost exclusively through the superconductor. This type of experiment requires particular care in order to avoid sample damage especially when a pulsed source is used. Simulations were performed to determine the safe experimental requirements. The experimental measurements that remain to be taken on this type of sample will allow to validate the simulations and to have a measure of the resistivity in normal regime.

The last objective to complete was the acquisition of a large number of experimental measurements to characterize the voltage as a function of the current, the temperature and the magnetic field applied to the sample. The improvements made on the measurement set-up and the acquisition methodology allowed to obtain experimental points for temperatures between 69 and 81 K, currents between 50 and 400 A and a magnetic field between 0 and 2 T. These measurements led to a first analysis on the resistivity in over-critical regime and on the validation of the Bardeen-Stephen model. An optimization algorithm based on temperature and current has been developed to calculate the electric field in order to extract the resistivity of the superconductor under different conditions. However, it should be pointed out that theses measurements, although numerous, were not yet sufficient to provide solid conclusions.

In conclusion, the overall aim has not been fully achieved, but a significant amount of preliminary work has been done to answer this question for future work. In the short term, small adjustments will have to be made to the measuring system and its various devices to ensure their reliability over the thousands of measurements to be taken. Then, with the addition of further measurements, it will be possible to complete the analysis already started and to obtain a first model describing the resistivity in the over-critical regime. In the longer term, it could then be considered to characterize the resistivity over the length of the sample in order to cover all the dimensions of the problem.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ	iv
ABSTRACT	vii
TABLE DES MATIÈRES	ix
LISTE DES TABLEAUX	xii
LISTE DES FIGURES	xiii
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xvi
LISTE DES ANNEXES	xviii
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	3
2.1 Définitions de base	3
2.2 Types de supraconducteur	4
2.3 Modèle de Ginzburg-Landau	5
2.4 Résistivité et caractéristique E - J	8
2.5 Modèles empiriques	11
2.6 Rubans supraconducteurs	12
2.7 Modèle courant uniforme (UC)	14
2.8 Étude du régime sur-critique	15
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	18
3.1 Appareils de mesure	18
3.1.1 Source de courant pulsé	18
3.1.2 Mesure de tension	19
3.1.3 Cryostat	21
3.1.4 Amenée de courant	23
3.1.5 Aimant	24
3.2 Collecte et analyse des mesures	24

3.3	Modèle d'analyse UC par volumes finis	25
3.3.1	Discrétisation spatiale	26
3.3.2	Discrétisation temporelle	29
3.3.3	Conditions aux frontières	31
3.4	Limite de la méthodologie	31
CHAPITRE 4 RÉSULTATS		33
4.1	Optimisation thermique de l'amenée de courant	33
4.1.1	Problématique	33
4.1.2	Simulations et solutions envisagées	33
4.1.3	Modifications apportées à l'amenée de courant	35
4.1.4	Validations expérimentales et limites	36
4.2	Analyse de sensibilité du modèle UC volumes finis	40
4.2.1	Validation et convergence du modèle	40
4.2.2	Mesure expérimentale de la température initiale	43
4.2.3	Optimisation des paramètres du modèle	43
4.3	Étude de rubans supraconducteurs gravés	47
4.3.1	Motivations	47
4.3.2	Simulations	47
4.3.3	Validation du modèle UC en volumes finis avec échantillon gravé	53
CHAPITRE 5 ANALYSE DE LA RÉSISTIVITÉ DANS LE RÉGIME <i>FLUX FLOW</i>		55
5.1	Acquisition des résultats	55
5.1.1	Mesures	55
5.1.2	Traitement des mesures	55
5.2	Analyse à température constante	56
5.2.1	Courbe $V - I$ isotherme	56
5.2.2	Validation du modèle de Bardeen-Stephen	59
5.2.3	Conclusions sur la méthode d'analyse	60
5.3	Analyse par surface d'optimisation	61
5.3.1	Construction des surfaces d'optimisation	61
5.3.2	Résultats	64
5.4	Définition de la résistivité en régime <i>flux flow</i>	69
CHAPITRE 6 CONCLUSION		70
6.1	Synthèse des travaux	70
6.2	Limitations des travaux	71

6.3 Améliorations futures	72
6.4 Conclusions	74
RÉFÉRENCES	75
ANNEXES	77

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1:	Temps de calcul nécessaire pour atteindre la convergence selon les différents schémas de résolution du modèle volumes finis.	43
Tableau 4.2:	Paramètres d'entrée du modèle qui permettent d'obtenir les meilleurs résultats pour le plus grand nombre de mesures.	45
Tableau 4.3:	Principaux paramètres utilisés dans le modèle de simulation par éléments finis.	49
Tableau 5.1:	Résistivité en régime de <i>flux flow</i> et courant critique obtenus à partir des tranches isothermes des surfaces d'optimisation calculées pour les mesures sous différents champs magnétiques.	67

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1:	Surface de densité de courant critique $J_c(B, T)$ en fonction de B et T .	4
Figure 2.2:	Effet Meissner-Ochsenfelt et comparaison avec un conducteur parfait.	5
Figure 2.3:	Comportement du champ magnétique et de la magnétisation pour les supraconducteurs de type I et II.	6
Figure 2.4:	Schématisation des vortex dans un échantillon supraconducteur de type II.	6
Figure 2.5:	Arrangement en réseau des vortex.	8
Figure 2.6:	Courbes E - J caractéristique et différents régimes	10
Figure 2.7:	Géométrie et dimensions des rubans supraconducteurs industriels <i>SuperPower</i>	14
Figure 2.8:	Illustration du phénomène de relaxation magnétique dans les mesures de tensions.	16
Figure 3.1:	Source de courant pulsé utilisée au laboratoire.	18
Figure 3.2:	Pulse programmé et pulse envoyé par la source avant et après la calibration.	19
Figure 3.3:	Fonction de transfert (amplitude) des canaux basses et hautes fréquences de l'amplificateur.	20
Figure 3.4:	Porte-échantillon en circuit imprimé (PCB) pour les mesures de tension.	21
Figure 3.5:	Cryostat utilisé au laboratoire.	22
Figure 3.6:	Schématisation des composantes à l'intérieur du cryostat.	22
Figure 3.7:	Configuration de l'extrémité du cryostat	23
Figure 3.8:	Amenée de courant	24
Figure 3.9:	Discretisation simple du domaine spatial pour la méthode des volumes finis.	26
Figure 3.10:	Définition des variables et des vecteurs pour la formulation mathématique.	27
Figure 3.11:	Schématisation des variables permettant de calculer le flux de chaleur total sur un élément.	29
Figure 3.12:	Schématisation du processus d'acquisition et de traitement d'une mesure pulsée.	32
Figure 4.1:	Profil en température sur la longueur de l'échantillon et sur l'épaisseur du montage (incluant l'épaisseur de l'échantillon) obtenus par simulation.	34

Figure 4.2:	Profil en température sur la longueur de l'échantillon et sur l'épaisseur du montage (incluant l'épaisseur de l'échantillon) obtenus par simulation avec les solutions proposées.	35
Figure 4.3:	Amenée de courant après électrodéposition de cuivre.	36
Figure 4.4:	Amenée de courant fabriquée permettant de réduire le nombre d'interfaces et d'uniformiser le profil de température du montage expérimental.	37
Figure 4.5:	Schématisation de la nouvelle pince de refroidissement ajoutée à l'intérieur du cryostat.	37
Figure 4.6:	Position sur le montage du cernox et des senseurs de température PT100 lors des mesures expérimentale du profil de température sur l'échantillon.	38
Figure 4.7:	Températures des trois senseurs installés sur le montage durant un cycle complet du PID.	38
Figure 4.8:	Tensions mesurées à 3 endroits différents du porte-échantillon à 77 K pour des courants maximums de 100 A et 105 A.	40
Figure 4.9:	Comparaison de la performance du modèle volumes finis avec les simulations d'éléments finis.	41
Figure 4.10:	Erreur η^* en fonction du nombre de pas de temps pour les trois schémas de résolution du modèle volumes finis.	42
Figure 4.11:	Ensemble des différents paramètres d'entrée du modèle UC qui ont été considérés pour obtenir la combinaison optimale.	45
Figure 4.12:	Résultats du modèle UC obtenus en utilisant la combinaison de paramètres d'entrée du modèle optimal.	46
Figure 4.13:	Comparaison de la température critique obtenue expérimentalement et avec le modèle UC.	46
Figure 4.14:	Géométrie et dimension du ruban supraconducteur gravé utilisé pour les simulations numériques.	48
Figure 4.15:	Forme du pulse utilisée comme intrant dans les simulations de l'échantillon gravé.	50
Figure 4.16:	Profil de température et de tension simulé à l'endroit de la gravure à 31 μ s.	51
Figure 4.17:	Profil de la température et de la résistivité sur la longueur du ruban obtenue par simulation pour la couche supraconductrice.	52
Figure 4.18:	Profil sur la longueur du ruban de la tension obtenue par simulation pour la couche supraconductrice.	52

Figure 4.19:	Validation du modèle UC en volumes finis pour les échantillons gravés.	54
Figure 5.1:	Courbes $V - I$ selon la température obtenue après traitement des données pour les mesures sous deux champs magnétiques différents.	57
Figure 5.2:	Courbes $V - I$ isothermes sous deux champs magnétiques différents et régression linéaire sur le régime <i>flux flow</i>	57
Figure 5.3:	Courant critique calculé à partir des courbes isothermes en fonction du champ magnétique appliqué sur le supraconducteur.	58
Figure 5.4:	Résistivité en régime de <i>flux flow</i> en fonction du champ magnétique pour une température de 74 K.	59
Figure 5.6:	Schématisation d'une section de la grille	62
Figure 5.7:	Représentation d'un élément de la grille ainsi que les noeuds associés.	63
Figure 5.8:	Surface d'optimisation du logarithme du champ électrique en fonction de la température et du courant dans le supraconducteur	65
Figure 5.9:	Courbes $V - I$ isothermes pour deux températures différentes et régression linéaire sur le régime <i>flux flow</i>	67
Figure 5.10:	Résistivité en régime de <i>flux flow</i> en fonction du champ magnétique pour une température de 75 K.	68
Figure A.1:	Exemple illustratif de la différence d'énergie libre en fonction du paramètre d'ordre ψ pour les différents signes que peut prendre α . . .	77
Figure C.1:	Versions précédentes de l'aménée de courant.	80

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

2G	Deuxième génération
REBCO	Composé Terre rare-Baryum-Cuivre-Oxygène
MOVCD	<i>Metal Organic Chemical Vapour Deposition</i>
CGM	<i>Current generation modules</i>
PID	Proportionnel-Intégral-Dérivé
PCB	<i>Printed Circuit Board</i>
UC	<i>Uniform Current</i>
η	Coefficient de viscosité d'un vortex (kg/(m·s))
ρ_{ff}	Résistivité électrique en régime de <i>flux flow</i> (Ω m)
ρ_n	Résistivité électrique à l'état normal (Ω m)
A	Surface perpendiculaire à la direction du coursant (m^2)
I_c	Courant critique (A)
T_c	Température critique (K)
B_c	Champ magnétique critique (T)
B_{c1}	Premier champ magnétique critique (matériaux de type II) (T)
B_{c2}	Second champ magnétique critique (matériaux de type II) (T)
BCS	Bardeen Cooper Schrieffer
J_c	Densité de coursant critique (A/m^2)
J_d	Courant de <i>depairing</i> (A)
E	Champ électrique (V/m)
B	Champ magnétique (T)
T	Température (K)
J	Densité de courant (A/m^2)
$J_{c,min}$	Densité de courant critique pour l'apparition d'un champ électrique (A/m^2)
F	Énergie libre d'Helmholtz (J)
F_L	Force de Lorentz (N/m)
F_p	Force d'encrage (N/m)
F_v	Force visqueuse (N/m)
M	Aimantation (A/m)
G-L	Ginzburg-Landau
v	Vitesse des vortex (m/s)
λ	Longueur de pénétration (m)

ξ	Longueur de cohérence (m)
ψ	Paramètre d'ordre
χ_m	Susceptibilité magnétique
n	Exposant du modèle en loi de puissance
Q	Puissance par unité de volume générée par la chaleur (W/m^3)
c_v	Capacité thermique volumique ($\text{J}/(\text{Km}^3)$)
κ	Conductivité thermique ($\text{W}/(\text{Km})$)
σ	Conductivité électrique (S/m)
E_0	Champ critique ($1 \mu\text{V}/\text{m}$)
μ_0	Perméabilité magnétique du vide ($4\pi \times 10^{-7} \text{ H}/\text{m}$)
Φ_0	Unité de densité de flux magnétique ($2,067 \times 10^{-15} \text{ Wb}$)
h	Constante de Planck ($6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}$)
e	Charge de l'électron ($1,602 \times 10^{-19} \text{ C}$)

LISTE DES ANNEXES

Annexe A	Relation entre l'énergie libre et le paramètre d'ordre ψ	77
Annexe B	Principes de communication entre le programme LabVIEW et la source de courant	79
Annexe C	Versions précédentes de l'amenée de courant	80
Annexe D	Procédurier du système de mesure et de la source de courant pulsé . .	81

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Le phénomène de la supraconductivité fut observé pour la première fois par le chercheur Kamerlingh Onnes en 1911 grâce aux techniques de liquéfaction d'hélium élaborées quelques années auparavant. La découverte de ce nouveau type de matériaux avait déjà, à l'époque, un potentiel intéressant, notamment pour la fabrication d'électroaimants à fort champ [1]. Toutefois, en raison des coûts importants de l'hélium liquide, les applications technologiques à base de supraconducteurs étaient encore souvent trop peu rentables. Ce n'est que 75 ans plus tard que le domaine a connu une progression importante, suite à la découverte des supraconducteurs à haute température critique par Bednorz et Müller [2]. Pour la première fois, il devenait possible d'atteindre l'état supraconducteur pour des températures au-dessus du point d'ébullition de l'azote (77 K), rendant ainsi le processus moins dispendieux.

Ces nouveaux supraconducteurs, des oxydes de type céramique aujourd'hui fabriqué sous la forme de rubans, ont le potentiel d'avoir un impact majeur dans le développement et l'utilisation de matériaux supraconducteurs pour le transport d'énergie, la fabrication de limiteurs de courant de court-circuit ou encore d'électroaimants [1]. Afin de mieux comprendre le comportement de ces matériaux, et ainsi optimiser leur utilisation dans différents dispositifs, la recherche s'affaire maintenant à caractériser ces rubans supraconducteurs sous différents régimes d'opération. Pour la caractérisation électrique, il est essentiel de connaître le comportement de la résistivité. Cependant, cette propriété dépend notamment du courant électrique et de la température. Il est donc nécessaire d'utiliser des systèmes de mesure particuliers permettant de contrôler les conditions expérimentales. Ceci est d'autant plus vrai lorsqu'on souhaite étudier la résistivité au-dessus du courant critique. Étant un régime particulier d'opération des supraconducteurs, il existe encore très peu de mesures expérimentales cohérentes permettant de décrire le comportement électrique dans le régime sur-critique, ce qui limite le développement d'applications technologiques. Ceci est dû en raison à l'échauffement rapide qui apparaît lors du passage d'un courant au-dessus du courant critique. Au cours des dernières années, le professeur Sirois a développé un système de mesure permettant de produire des pulses de courant pouvant atteindre les milliers d'ampères en quelques microsecondes [3]. Ce système, installé à Polytechnique, permet l'acquisition de mesures électriques dans des régimes très précis et encore peu étudiés à ce jour en raison. Le grand avantage d'utiliser un système pulsé réside dans le fait qu'il est possible de contrôler la quantité d'énergie envoyée dans l'échantillon, et du même coup, la montée en température [3].

L'objectif général de cette maîtrise consiste donc à développer un modèle physique, validé par

mesures expérimentales, permettant de modéliser la résistivité de rubans supraconducteurs industriels en fonction de la température, du courant électrique et du champ magnétique, pour le régime sur-critique (encore peu étudié), c'est-à-dire lorsque le courant appliqué est supérieur au courant critique de l'échantillon supraconducteur. Concrètement, l'objectif est donc de développer un modèle simple permettant de connaître le comportement de la résistivité en fonction des conditions expérimentales. Ces travaux sont pertinents puisqu'il est encore difficile de mesurer et encore plus de prédire le comportement de la résistivité des rubans supraconducteurs. Mettre sur pied un modèle physique et une méthodologie expérimentale permettant d'obtenir facilement cette information pourrait certainement aider à mieux comprendre la dynamique de transition entre l'état supraconducteur et l'état normal de ces matériaux, et par le fait même, optimiser leur utilisation dans des dispositifs réels.

Pour atteindre l'objectif décrit plus haut, il est nécessaire, dans un premier temps, d'optimiser d'un point de vue thermique le système de mesure actuellement utilisé pour envoyer des pulses de courant. L'enjeu est d'obtenir la température la plus uniforme possible sur l'échantillon, pour éviter qu'un gradient de température n'influence les données lors de la prise de mesure. Dans un deuxième temps, la méthodologie d'acquisition et de traitement des données est repensée et améliorée en vue de rendre cette dernière plus simple et plus rapide. Finalement, fort de ces améliorations, une importante campagne de mesure permettra de caractériser les supraconducteurs sous l'effet de différents courants, températures et champs magnétiques.

Les travaux accomplis afin de compléter les sous-objectifs discutés sont décrits dans ce mémoire. Tout d'abord, une revue de la littérature présente les principaux concepts théoriques en lien avec l'étude des supraconducteurs. Puis, un chapitre est consacré à la description de la méthodologie expérimentale, c'est-à-dire à la prise de mesure et à l'analyse de celles-ci. Les résultats obtenus sont ensuite présentés, analysés et discutés dans les chapitres 4 et 5. Finalement, une conclusion résume l'ensemble du travail et les pistes d'amélioration pour la suite du projet.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Afin de bien aborder le sujet de ce mémoire, une revue de la littérature des principaux concepts en supraconductivité est présentée dans ce chapitre.

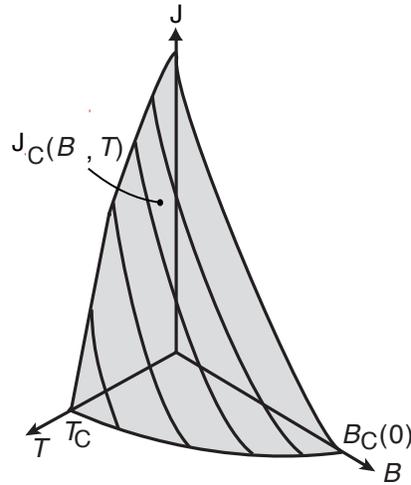
2.1 Définitions de base

Les matériaux supraconducteurs ont la particularité de ne présenter aucune résistance électrique lorsqu'ils sont traversés par un courant continu, pour des températures en dessous de la température critique (T_c) (souvent quelques dizaines de kelvins). Ce phénomène, observable à l'échelle macroscopique, est d'origine quantique et s'explique par la formation de paires de deux électrons ayant la même quantité de mouvement, mais se déplaçant en direction opposée, que l'on nomme paires de Cooper. Bon nombre d'éléments du tableau périodique démontrent des propriétés supraconductrices, mais il est parfois nécessaire d'atteindre des températures très basses ou encore des pressions élevées avant d'observer ce phénomène [4].

En plus de T_c , l'état supraconducteur d'un matériau est défini selon un champ magnétique critique B_c , fonction de T_c , et une densité de courant critique J_c (une discussion plus détaillée sur la densité de courant critique est présentée à la section 2.4). En effet, pour une température en dessous de T_c , l'état supraconducteur peut être détruit si un trop grand champ magnétique est appliqué, ou encore si un courant au-dessus de la valeur critique circule dans le matériau. L'état supraconducteur peut donc être visualisé sur des surfaces critiques dont la position dépend des 3 paramètres, tel qu'illustré à la figure 2.1.

Dans le cadre de ce mémoire, la lettre B sera utilisée pour faire référence au champ magnétique externe appliqué. Dans les ouvrages traitant de supraconductivité, il est fréquent d'utiliser également la lettre H (champ magnétique en A/m). Puisque dans ces travaux, c'est le champ appliqué sur le supraconducteur qui importe, la relation $B = \mu_0 H$ est suffisante pour relier les deux variables.

L'absence de résistivité n'est toutefois pas une définition suffisante pour expliquer la supraconductivité. Un supraconducteur possède également la propriété d'annuler le champ magnétique se formant à l'intérieur de celui-ci, pour des champs appliqués en dessous de B_c , via la création de courants de surfaces. En d'autres termes, un supraconducteur se comporte comme un diamagnétique parfait ($\chi_m = -1$) sous les conditions propices. Ce phénomène, découvert en 1933, porte le nom d'effet Meissner-Ochsenfeld et est associé à une propriété fondamentale de l'état supraconducteur. En effet, l'effet Meissner-Ochsenfeld n'est pas une conséquence de



Source : P. Hofmann, *Solid Stat Physics An Introduction*, Physics textbook, 2016, p.206 [4].

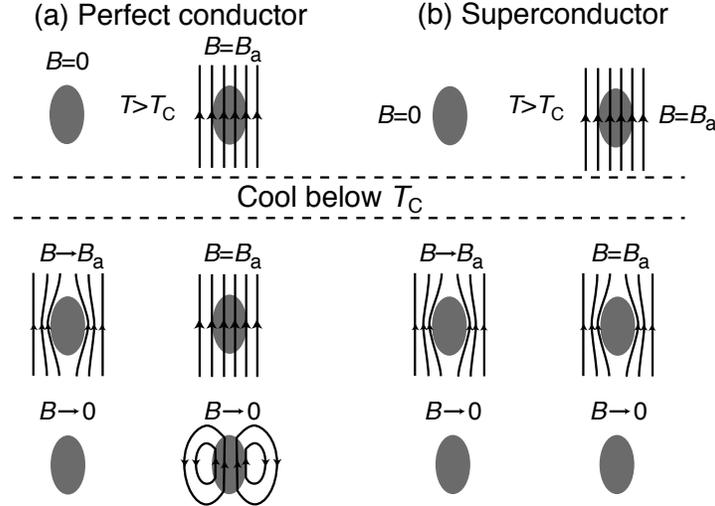
Figure 2.1 Surface de densité de courant critique $J_c(B, T)$ en fonction de B et T . T_c correspond à la température de disparition de l'état supraconducteur à $B = 0$ et $J = 0$. $B_c(0)$ représente le champ auquel l'état supraconducteur disparaît à $T = 0$ et $J = 0$.

la résistivité nulle, et la figure 2.2 démontre d'ailleurs la nuance. Considérons un «conducteur parfait», c'est-à-dire un métal ayant une résistivité nulle sous T_c . Le courant circulant dans ce dernier dépendra du champ magnétique appliqué auparavant. En revanche, un supraconducteur ne sera pas affecté par la mémoire de l'échantillon. L'effet Meissner-Ochsenfeld permet donc de comprendre l'état supraconducteur comme étant une phase thermodynamique, car l'état final reste identique, indépendamment si l'on choisit de refroidir l'échantillon avant ou après avoir appliqué le champ magnétique.

2.2 Types de supraconducteur

On classe les supraconducteurs en deux types, à savoir les supraconducteurs de type I et de type II. Les supraconducteurs de type I possèdent une résistivité nulle et ne laissent pénétrer aucun champ magnétique lorsque le champ appliqué est inférieur au champ critique. Au-delà de cette limite, le champ appliqué pénètre l'échantillon (l'aimantation M devient alors nulle) et l'état supraconducteur est détruit tel qu'illustré à la figure 2.3. Les supraconducteurs de type I démontrent donc une distinction claire entre l'état normal et supraconducteur.

Le comportement des supraconducteurs de type II est moins tranché. Pour ces matériaux, le champ magnétique appliqué pénètre partiellement l'échantillon à partir d'un premier champ



Source : P. Hofmann, *Solid Stat Physics An Introduction*, Physics textbook, 2016, p.208 [4].

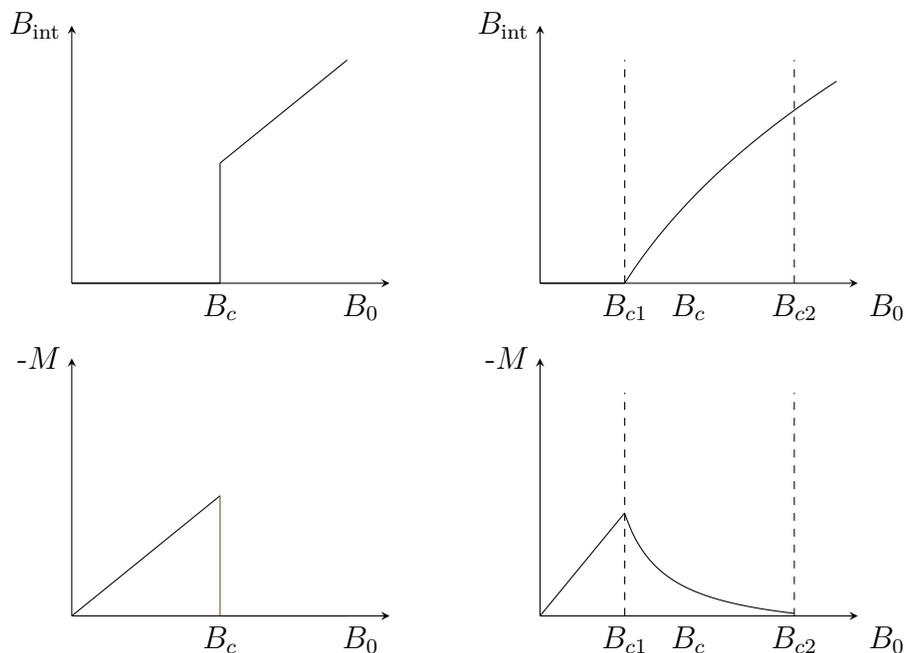
Figure 2.2 Comparaison du comportement d'un conducteur parfait et d'un supraconducteur sous l'effet d'un champ magnétique externe. L'effet Meissner-Ochsenfeld est une propriété fondamentale de l'état supraconducteur est n'est pas associé uniquement à une résistivité nulle.

critique B_{c1} , jusqu'à atteindre l'état normal lorsque le second champ critique B_{c2} est franchi. Durant cette phase de transition, nommé état mixte, l'échantillon conserve ses propriétés supraconductrices. Ce qui rend l'étude des supraconducteurs de type II intéressante, c'est que le champ magnétique B_{c2} est souvent beaucoup plus grand que B_{c1} , rendant ce type de matériau plus attrayant pour des applications technologiques à fort champ.

Le russe Abrikosov fut le premier à expliquer physiquement la distinction entre les supraconducteurs de type I et II [5]. Il a démontré que le champ magnétique pénètre les supraconducteurs de type II sous la forme de vortex, comme schématisé à la figure 2.4. Chaque vortex est une région où circule un super-courant autour d'un noyau se comportant comme un métal. Une description plus détaillée de ce phénomène est élaborée dans les sections suivantes.

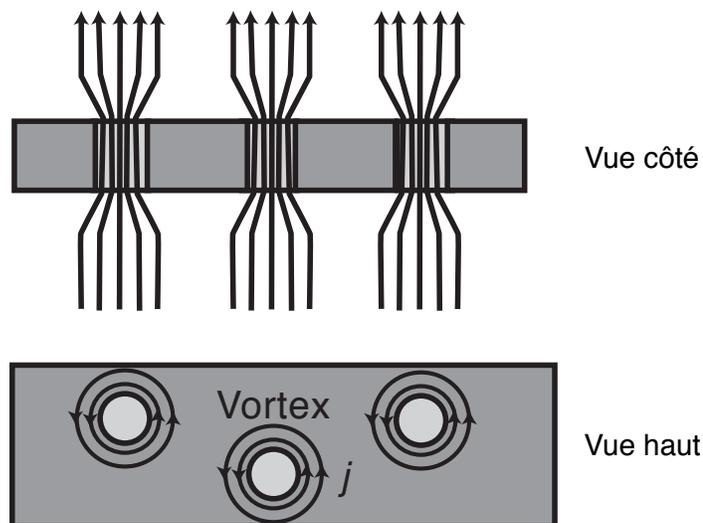
2.3 Modèle de Ginzburg-Landau

Le modèle de Ginzburg-Landau (G-L), introduit en 1950 par les chercheurs du même nom, permet d'étudier la théorie de la supraconductivité d'un point de vue thermodynamique, et donc de comprendre le passage de l'état supraconducteur à l'état normal comme un changement de phase [5]. Alors que le modèle de Bardeen Cooper Schrieffer (BCS) permet d'étudier la supraconductivité d'un point de vue quantique, la théorie de G-L se veut plus intuitive et



Source : P. Hofmann, *Solid Stat Physics An Introduction*, Physics textbook, 2016, p.223 [4].

Figure 2.3 Comportement du champ magnétique intérieur B_{int} et de la magnétisation M en fonction du champ magnétique appliqué B_0 pour une supraconducteurs de type I (figures de gauche) et type II (figures de droite).



Source : P. Hofmann, *Solid Stat Physics An Introduction*, Physics textbook, 2016, p.224 [4].

Figure 2.4 Schématisation des vortex dans un échantillon supraconducteur de type II.

mieux adaptée pour une étude à l'échelle macroscopique [2].

Le modèle de G-L est construit sur l'hypothèse qu'il existe un paramètre d'ordre ψ qui caractérise l'état du système. D'un point de vue physique, on interprète la quantité $|\psi|^2$ comme étant la densité de paires de Cooper (théorie BCS) dans l'échantillon. Ce nombre complexe est défini comme étant nul dans l'état normal et non nul dans l'état supraconducteur. En considérant seulement la température, on a donc :

$$\psi = \begin{cases} 0 & T > T_c, \\ \psi(T) \neq 0 & T < T_c. \end{cases} \quad (2.1)$$

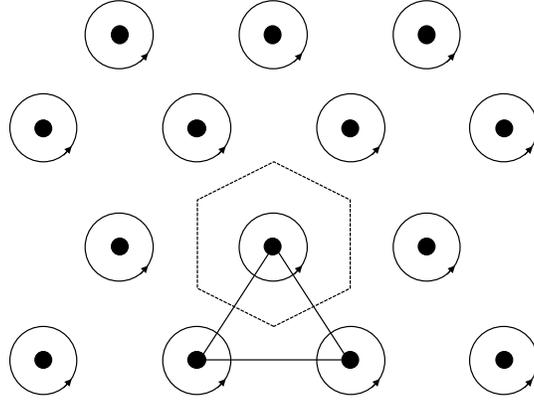
La principale force de cette théorie réside dans le fait qu'elle permet de faire le lien entre le paramètre d'ordre ψ et l'énergie libre d'Helmholtz F , quantité thermodynamique importante qui permet d'étudier les transitions de phase. En connaissant également les variations de ψ selon la position, on peut mieux comprendre le comportement des supraconducteurs aux interfaces. Les principes de base du développement mathématique de ce modèle sont présentés à l'annexe A [5]. Sans rentrer davantage dans les subtilités du modèle, il est cependant intéressant de savoir que les principes de cette théorie permettent d'arriver à une définition mathématique de deux longueurs caractéristiques importantes dans l'étude des supraconducteurs. On définit la longueur de pénétration $\lambda(T)$ comme étant la distance sur laquelle le champ magnétique pénètre dans le supraconducteur (via les vortex). La longueur de cohérence $\xi(T)$ représente, quant à elle, la distance caractéristique sur laquelle les paires de Cooper sont cohérentes dans la théorie BCS. Le rapport adimensionnel $\kappa = \lambda/\xi$ s'avère un indicateur du type de supraconducteurs. En effet, il est possible de démontrer que pour $\kappa > 1/\sqrt{2}$, le supraconducteur est de type II, sinon il est de type I.

D'un point de vue plus qualitatif, le modèle de G-L permet d'arriver à des conclusions très importantes pour la compréhension des supraconducteurs. Tout d'abord, il est possible de faire la démonstration que les vortex, qui traversent les supraconducteurs de type II (voir section 2.2) ne laissent pénétrer qu'une seule unité de flux (quantum de flux), très faible, correspondant à :

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} \approx 2,067 \times 10^{-15} \text{ Wb}. \quad (2.2)$$

Ceci permet de conclure que le flux magnétique à l'intérieur d'un supraconducteur est quantifié, et donc, que le flux Φ traversant un anneau supraconducteur correspond à un multiple entier de Φ_0 . Il est intéressant de noter que le terme $2e$ au dénominateur de l'expression (2.2) est lié à l'existence des paires de Cooper.

Toujours à l'aide des principes de la théorie de G-L, Abrikosov a également démontré que



Source : M. Tinkham, *Introduction to superconductivity*, McGaw-Hill Inc, 1996, p.146 [2].

Figure 2.5 En absence de défauts, les vortex s'arrangent selon un réseau triangulaire. Les lignes pointillées représentent une unité du réseau.

les vortex, en raison de leurs répulsions les uns par rapport aux autres, s'arrangent selon un réseau particulier. De surcroît, Abrikosov a affirmé que le positionnement des vortex le plus favorable d'un point de vue énergétique correspond à un arrangement triangulaire, tel que montré à la figure 2.5. Ce phénomène physique a été validé expérimentalement plusieurs fois grâce à l'utilisation d'une sonde à effet Hall ou encore par la diffraction de neutron. Par contre, un arrangement période carrée des vortex a été observé notamment dans des échantillon de type YBaCuO. Mathématiquement, ceci pourrait s'expliquer en considérant d'avantage de terme en puissance dans l'équation A.1, car en réalité, la différence d'énergie entre un réseau triangulaire et carrée dans la solution d'Abrikosov est de l'ordre de 1% [5].

2.4 Résistivité et caractéristique E - J

Comme décrit à la section 2.2 et 2.3, les supraconducteurs de type II laissent pénétrer des vortex dans lesquels circulent des quanta de flux Φ_0 . En présence d'un courant de transport dans le supraconducteur (\vec{J}), ces vortex sont soumis à une force de Lorentz (par unité de longueur) qui cause le déplacement de ceux-ci perpendiculairement à la direction du courant :

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \Phi_0. \quad (2.3)$$

On peut interpréter cette force comme étant un phénomène qui facilite le saut de potentiel des vortex de leur point d'ancrage et qui provoque alors leur déplacement. Dans le cas d'un matériau sans défaut, ce déplacement engendrerait une résistivité non nulle dans le supracon-

ducteur. Cependant, en réalité, les défauts microscopiques présents dans l'échantillon, tels que les joints de grains et les impuretés, permettent d'ancrer les vortex en place et donc de limiter leur déplacement. Cette compétition entre la force d'encrage et de déplacement est à l'origine de la définition du courant critique. En effet, si la force d'encrage F_p est inférieure à F_L , les vortex sont libres de se déplacer (régime *Flux flow*). À l'inverse si F_p est supérieure à F_L , les vortex restent en place (régime *Flux pinning*). La densité de courant critique J_c est définie selon $F_L = J_c \Phi_o = F_p$, qui correspond au point critique. En théorie, il existe cependant une limite au nombre de défauts que l'on peut introduire et donc à la densité de courant critique possible d'atteindre. Il est important de noter que selon cette définition du courant critique, le matériau demeure supraconducteur même si $J > J_c$, mais il devient alors dissipatif (détails à venir). Afin de perdre complètement la supraconductivité avec un courant électrique, il faut imposer une densité de courant J_d (*depairing current*) [6]. Cette densité de courant est typiquement très grande (dépend des propriétés de l'échantillon), et d'un point de vue pratique, essentiellement inatteignable. En réalité, le supraconducteur transite à l'état normal (de manière réversible) bien avant en raison de l'emballement thermique qu'on appelle phénomène de *quench* [7].

En régime de *flux flow*, les vortex se déplacent à une certaine vitesse \vec{v} . Leur déplacement est cependant limité par une force visqueuse \vec{F}_v par unité de longueur que l'on suppose égale à $\vec{F}_v = -\eta\vec{v}$, où la viscosité η est propre au matériau [2]. De plus, étant donné que le coeur des vortex laisse pénétrer un champ magnétique, le déplacement de ceux-ci induit alors un champ électrique tel que :

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}. \quad (2.4)$$

À ce moment, il est facile de comprendre que l'échantillon devient résistif étant donné qu'une différence de potentiel se forme aux bornes de celui-ci. Pour déterminer l'expression de la résistivité ρ_{ff} en régime de *flux flow*, on suppose que la vitesse des vortex est constante. Avec la définition de J_c élaboré précédemment, l'équilibre entre les forces en *flux flow* et la force visqueuse donne :

$$(J - J_c)\Phi_0 = \eta v. \quad (2.5)$$

Ainsi, en jumelant les équations (2.4) et (2.5), on obtient :

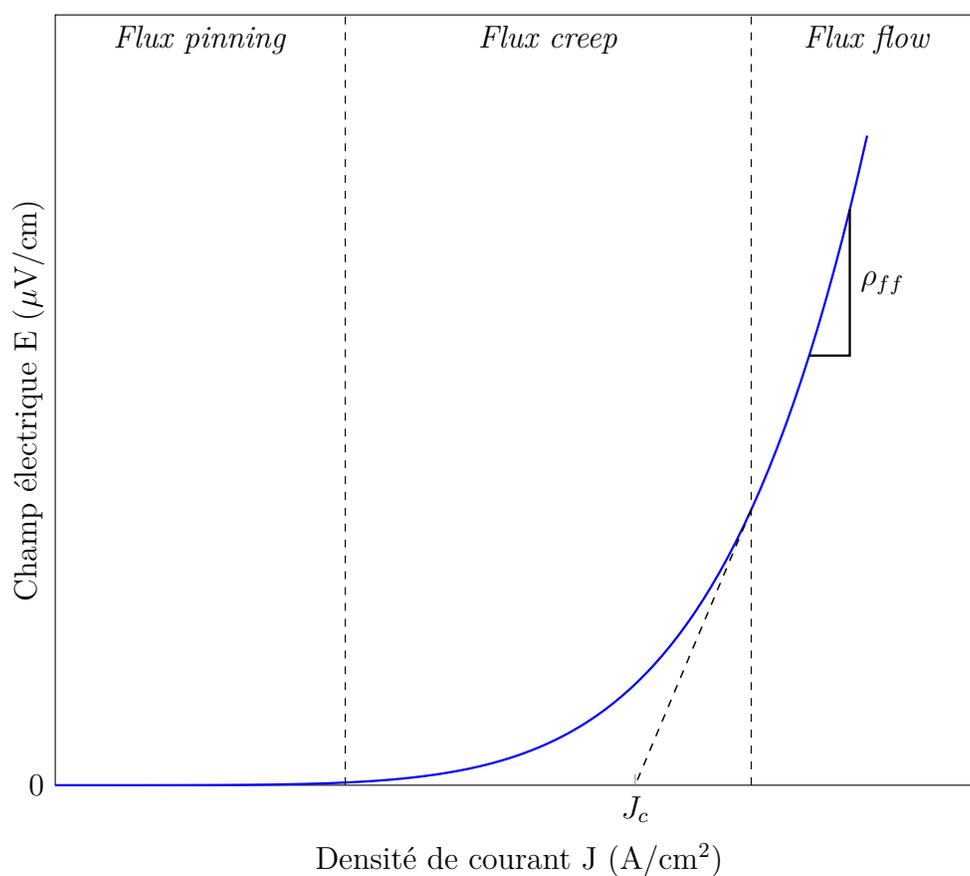
$$E = \frac{B\Phi_0}{\eta}(J - J_c) = \rho_{ff}(J - J_c). \quad (2.6)$$

Il est important de comprendre que ρ_{ff} n'est pas équivalent à la résistivité à l'état normal ρ_n . En régime de *flux flow*, l'échantillon est encore supraconducteur, même si ce dernier n'agit plus à titre de conducteur parfait. Les travaux de Bardeen et Stephen [8] ont démontré la

relation suivante entre la résistivité à l'état normal et en régime de *flux flow* :

$$\rho_{ff} = \rho_n \frac{B}{B_{c2}}. \quad (2.7)$$

Les régimes de *flux pinning* et de *flux flow* ne sont toutefois pas suffisant pour expliquer complètement le comportement E - J (champ électrique fonction de la densité de courant) des supraconducteurs. Pour les supraconducteurs à haute température critique, l'augmentation progressive du courant est suffisante pour engendrer une force supérieure à la force d'ancrage locale et ainsi permettre le déplacement des vortex d'un point d'ancrage à un autre [5]. Ce phénomène, que l'on nomme *flux creep*, a pour conséquence «d'arrondir la courbe» J_c et faire apparaître une résistivité non nulle. La figure 2.6 schématise les différents régimes.



Source : S. Richard, Mémoire de maitrise, p.8 [9]

Figure 2.6 Courbe caractéristique du champ électrique en fonction de la densité de courant et les différents régimes de fonctionnement pour un supraconducteur. Le croisement sur l'axe des x de la pente en régime de *flux flow* (ρ_{ff}) correspond au point J_c .

Dans les dernières sections, nous avons abordé le concept de densité de courant critique sans toutefois discuter comment ce paramètre pouvait être déterminé en pratique et utilisé dans les modèles empiriques. Le courant critique I_c ($J_c = I_c/A$, où A est la surface perpendiculaire à la direction du courant) d'un supraconducteur est généralement défini selon une valeur de champ critique E_0 , déterminé de manière complètement arbitraire. La littérature converge vers le critère $E_0 = 1 \mu\text{V}/\text{cm}$ comme point où les pertes électriques commencent à être relativement mesurables. Par conséquent, la définition la plus utilisée du courant critique pour un échantillon supraconducteur n'est donc pas une propriété fondamentale et repose davantage sur un critère pratique.

Tout récemment, Talentsvev et son groupe [10] ont proposé une définition plus fondamentale du courant critique. Le courant pour lequel le profil de champ magnétique à l'intérieur de l'échantillon passe d'un comportement non linéaire à linéaire serait en réalité une définition plus simple du courant critique. Ce courant coïncide également avec l'apparition d'un champ électrique dans le supraconducteur et peut donc être mesuré expérimentalement. Cependant, cette mesure requiert un système de cartographie du champ magnétique en surface de l'échantillon, ce qui n'est pas toujours commode par rapport à une simple mesure de tension.

2.5 Modèles empiriques

Dans la section précédente, il a été question des mécanismes de fonctionnement des supraconducteurs selon le courant appliqué, sans toutefois mentionner le comportement de transition entre les différents régimes. Il n'existe à ce jour aucune théorie quantitative permettant d'étudier correctement le passage entre le régime de *flux creep* et *flux flow*, ce qui rend la caractérisation des supraconducteurs difficile. Il est donc nécessaire d'utiliser différents modèles empiriques pour pallier à ce manque. Le modèle le plus répandu dans la littérature porte le nom de «modèle en loi de puissance» et s'écrit comme suit :

$$E = E_0 \left(\frac{J}{J_c} \right)^n, \quad (2.8)$$

où E_0 est une constante arbitraire choisie pour déterminer J_c (tel que mentionné plus tôt) et n est un paramètre ajustable qui permet d'arrondir plus ou moins la courbe E - J . Ce modèle est populaire de par sa grande simplicité à implémenter, étant donné qu'il dépend de très peu de variables. Toutefois, il est important de garder en tête que les paramètres J_c et n varient selon le champ magnétique et la température.

Pour bien comprendre la portée du modèle, il est intéressant de se pencher sur les cas limites

que peut prendre le paramètre n . Pour $n = 1$, on remarque que l'équation (2.8) nous donne une résistivité linéaire correspondant au ratio entre E_c et J_c . À l'autre extrême, pour $n \rightarrow \infty$, la résistivité est nulle pour $J < J_c$, alors qu'elle explose pour $J > J_c$. Ce cas particulier est un modèle à part entière et porte le nom de modèle d'état critique (modèle de Bean). Le modèle de Bean est mieux adapté pour l'étude des supraconducteurs à basse température critique, donc il ne sera pas utilisé dans ce mémoire.

Il est possible d'ajouter une petite variante au modèle de loi de puissance, tel que :

$$E = E_0 \left(\frac{J - J_{c,min}}{J_c} \right)^n, \quad (2.9)$$

où le paramètre $J_{c,min}$ est la densité de courant critique nécessaire pour faire apparaître un champ électrique dans le matériau. On constate que cette définition est la même que la définition de I_c proposée par Talentsvev [10]. Ce nouveau modèle porte le nom de modèle de percolation, car pour $J > J_{c,min}$, les vortex ont suffisamment d'énergie potentielle pour sauter de leur site d'ancrage et ainsi commencer à se déplacer. On dit alors que les lignes de flux «percolent» au travers de l'échantillon dans le sens transverse au courant de transport.

Dans une étude fort intéressante, Sirois et ses collègues [11] ont démontré qu'à faible champ, et pour des faibles courants de transport, le modèle de percolation est un modèle plus complet et donc un meilleur indicateur du comportement $E - J$ des supraconducteurs pour ces conditions expérimentales. Il ne faut cependant pas extrapoler ces conclusions pour le régime à plus fort courant, car le manque de données expérimentales dans cette région d'opération empêche toute conclusion.

Finalement, il existe aussi différents modèles statistiques où J_c est considéré comme étant une distribution statistique au lieu d'un paramètre fixe [12]. Plus valable physiquement, ces modèles ne seront pas abordés dans ce mémoire, mais méritent d'être mentionnés.

Notons toutefois qu'aucun de ces modèles empiriques ne sera utilisé dans le cadre de cette maîtrise. En effet, le manque de données expérimentales dans le régime sur-critique ne permet pas de savoir si les modèles présentés sont toujours valables à plus fort courant. C'est d'ailleurs une des conclusions que l'on souhaiterait confirmer. De plus, on veut éviter de supposer un comportement aux mesures expérimentales en appliquant un modèle empirique déjà connu.

2.6 Rubans supraconducteurs

Les échantillons étudiés dans le cadre de ces travaux de recherche sont des conducteurs de deuxième génération (2G) fabriqués à base de supraconducteurs à haute température critique

(supraconducteur de type II). Ils se distinguent des conducteurs de première génération par leur procédé de fabrication et la composition chimique des supraconducteurs utilisés [13]. Également appelés *coated conductors*, les conducteurs 2G sont fabriqués en utilisant un composé chimique de type REBCO comme matériau supraconducteur, où le terme RE fait référence aux terres rares, très souvent, de l'yttrium (Y), du samarium (Sm) ou du dysprosium (Dy), qui sont déposés par épitaxie sur un substrat métallique en forme de ruban [14].

Comme mentionné précédemment, les conducteurs 2G offrent un potentiel très intéressant pour le transport et la distribution d'énergie, car ces derniers sont en mesure d'acheminer des courants beaucoup plus élevés que des conducteurs traditionnels en cuivre ou aluminium. Cependant, les défis pour fabriquer des rubans supraconducteurs sur des kilomètres de longueur avec une précision nanométrique et une grande résistance mécanique pour le même prix que les conducteurs de cuivre restent bien réels. En raison de leur fragilité, il est impossible de fabriquer des rubans conducteurs composés uniquement de REBCO, et c'est pourquoi ces derniers sont déposés sur un substrat suffisamment flexible et robuste en alliage acier-nickel. Des couches d'oxyde, nommées (*buffer layers*), de différentes compositions chimiques, sont utilisées en dessous du supraconducteur pour aligner ce dernier malgré sa haute anisotropie, améliorer la compatibilité chimique à l'interface, ainsi que pour éviter l'oxydation et la diffusion d'atome qui pourrait endommager le supraconducteur [15]. Le ruban supraconducteur est aussi recouvert d'une couche métallique, appelée stabilisateur, qui agit à titre de protection lorsque le supraconducteur s'échauffe [14]. Bien souvent, l'argent est utilisé en raison de son faible coût comparé à l'or, de sa bonne compatibilité avec le REBCO, mais surtout, car ce métal est perméable à l'oxygène. Cette dernière particularité est importante lors du recuit nécessaire pour permettre le changement de la stoechiométrie en oxygène du supraconducteur.

Dans le cadre de cette maîtrise, des échantillons provenant de la compagnie *SuperPower* ont principalement été utilisés. La géométrie de ces rubans, large d'environ 4 mm, est présentée à la figure 2.7. La couche supraconductrice REBCO est déposée selon la technique de *Metal Organic Chemical Vapour Deposition* (MOCVD) sur les couches tampons (*buffer layers*) dont la couche supérieure est constituée de MgO, elle-même déposée par une technique de bombardement ionique (IBAD) [14]. L'hastelloy, un alliage à base de nickel, dont les propriétés physiques sont bien caractérisées, est utilisé à titre de substrat, puis le ruban est recouvert d'un stabilisateur en argent sur tout son périmètre avec une épaisseur de l'ordre de 1 à 2 μm .

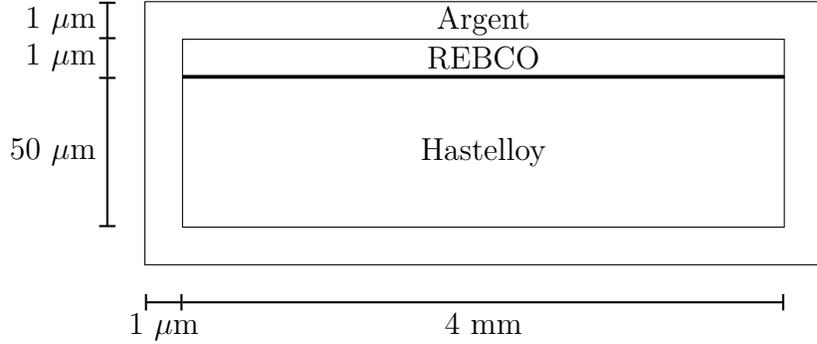


Figure 2.7 Géométrie et dimension des rubans supraconducteurs industriels *SuperPower*. À noter que les couches tampons (*buffer layers*), d'environ une centaine de nanomètres d'épaisseur, sont représentées sur le schéma par l'interface en gras (trait épais).

2.7 Modèle courant uniforme (UC)

Le modèle de courant uniforme (UC pour *Uniform Current*) est l'outil d'analyse principalement utilisé dans le cadre de ce mémoire afin d'extraire la résistivité des échantillons supraconducteurs en régime fort courant, tel qu'élaboré dans l'article de Simon Richard [16]. Ce modèle permet d'approximer la résistivité du supraconducteur ainsi que la quantité de chaleur injectée dans l'échantillon $Q = \vec{E} \cdot \vec{J}$ à partir de mesures expérimentales, c'est-à-dire le courant total injecté I_{tot} et la mesure de tension entre deux électrodes colinéaires avec la direction du courant.

Le modèle UC fait l'hypothèse que le champ électrique \vec{E} correspond à la mesure de tension par unité de longueur au centre de l'échantillon, et que le champ électrique est suffisamment uniforme sur la section du ruban en tout temps. De plus, le modèle suppose que la densité de courant \vec{J} dans la couche supraconductrice est uniforme, d'où l'appellation *Uniform Current*.

La dépendance en température de la résistivité de l'argent et de l'hastelloy étant bien recensé dans la littérature, il est possible, à partir de la mesure du champ électrique, de déduire la densité de courant circulant dans les couches non supraconductrices, i.e. :

$$J_i = \frac{E}{\rho_i(T)},$$

où l'indice i est associé aux couches d'argent au-dessus et en dessous du ruban et au substrat d'hastelloy, dans le cas où l'échantillon a la même géométrie que celle présentée à la figure 2.7. Ensuite, on peut trouver directement le courant circulant dans le supraconducteur en

calculant simplement :

$$I_{\text{REBCO}} = I_{\text{tot}} - I_{\text{Ag}} - I_{\text{Hast}}.$$

Puis, connaissant la surface perpendiculaire à l'injection du courant, on trouve directement :

$$\rho_{\text{REBCO}} = \frac{E}{J_{\text{REBCO}}}.$$

La force du modèle UC réside dans sa simplicité et la vitesse à laquelle il peut être calculé. Ce dernier néglige cependant tous les effets liés à la relaxation magnétique (concept abordé à la section suivante) et doit donc être appliqué en régime stationnaire, c'est-à-dire durant le plateau du pulse de courant, afin de garantir de bons résultats.

2.8 Étude du régime sur-critique

L'objectif principal de ce mémoire étant l'étude du comportement des supraconducteurs au-dessus du courant critique, il est important de mentionner les défis liés à ce travail. La principale difficulté à surmonter est de nature thermique. En effet, la chaleur par unité de volume produite dans un échantillon lors d'un pulse de courant correspond à $Q = \rho J^2$. En champ propre et à la température de l'azote liquide (77K), la densité de courant critique du REBCO est de l'ordre de 2,5 MA/cm² [9]. On comprend donc que l'importante densité de courant de ces matériaux est à la fois un point d'étude intéressant, mais aussi un défi expérimental. De plus, la résistivité étant une propriété qui dépend hautement de la température, une augmentation de la chaleur engendre une augmentation de la résistivité, ce qui a pour effet d'augmenter davantage la génération de chaleur et ainsi de suite. S'il n'est pas contrôlé, l'emballement thermique peut mener à une transition rapide à l'état normal (phénomène de *quench*) et à la destruction du fil supraconducteur [7].

Une solution efficace pour contourner ce problème est de contrôler la quantité d'énergie dissipée dans l'échantillon, et donc l'augmentation en température. En appliquant une importante densité de courant, mais sur une échelle de temps très courte, l'échauffement dans l'échantillon est limité et il est possible d'étudier le régime voulu. Plusieurs groupes de recherche ont été en mesure d'obtenir des résultats en utilisant des sources de courants pulsées de l'ordre des millisecondes, pouvant atteindre jusqu'à 10 kA [17]. Le défi est cependant plus grand pour une source fonctionnant dans l'échelle des microsecondes. Très peu d'articles font mention d'une utilisation de ce genre de source pour la caractérisation électrique des supraconducteurs. Kunchur [18] mentionne avoir utilisé des modules pouvant générer jusqu'à 500 A en 10 μ s, sans toutefois présenter aucun résultat expérimental avec cette source.

Les travaux de Sirois ont réellement permis d’atteindre des limites encore jamais franchies dans ce domaine [3]. Avec une source pouvant générer plus de 1000 A en quelques microsecondes, l’étude du comportement $E - J$ est grandement améliorée puisque ce genre d’appareil de mesure ouvre la porte à de nouveaux régimes physiques encore jamais explorés pour les supraconducteurs. Il devient possible d’atteindre des densités de courant au-delà de J_c sans devoir modifier la section efficace des échantillons et en évitant leur destruction.

L’utilisation d’une source de courant pulsé lors de mesure électrique complique cependant l’analyse des résultats, notamment en raison de la relaxation magnétique (aussi appelé effet de peau pour les conducteurs ohmiques) et la tension induite causée par la variation rapide du courant. En effet, ces variations rapides induisent inévitablement une tension parasite au début et à la fin du pulse. L’analyse des résultats doit donc être réalisée dans la région où la tension induite est nulle, c’est-à-dire lorsque le courant ne varie pas dans le temps. La figure 2.8 illustre d’ailleurs ces explications.

En ce qui concerne la relaxation magnétique, les mesures que présente Richard dans son article [16] démontrent que le champ électrique ainsi que la densité de courant peuvent être plusieurs fois supérieurs au bord de l’échantillon par rapport au centre de ce dernier, au début du pulse en raison de ce phénomène. Ceci s’explique par le fait que le matériau doit «relaxer» pendant un certain temps avant de laisser le courant pénétrer complètement dans

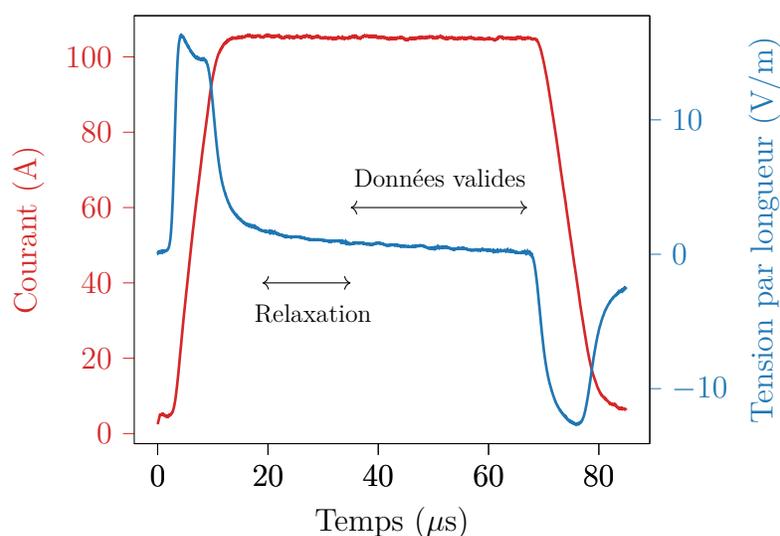


Figure 2.8 Illustration du phénomène de relaxation magnétique dans les mesures de tensions. On remarque aussi la présence de pics liés à la tension induite au début et à la fin du pulse de courant (durant la montée et la descente). En raison de ces deux phénomènes, les données valides de tension sont réduites.

l'échantillon. Ceci a pour effet de causer un gradient de champ électrique sur la longueur de l'échantillon, phénomène qui complique l'analyse des résultats. Dès lors, il est important que la durée des pulses de courant soit supérieure au temps de relaxation, qu'on peut déterminer facilement à partir des mesures [16] et l'utilisation d'une boucle de courant inductive, ou encore par calculs éléments finis, sous réserve de quelques hypothèses conservatrices.

CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1 Appareils de mesure

Le montage expérimental permettant d'obtenir les résultats présentés au chapitre suivant est complexe et comporte plusieurs appareils de mesure. Cette section vise donc à décrire le fonctionnement général des différents instruments nécessaires à la prise de mesures, puis à présenter les méthodes d'analyse utilisées.

3.1.1 Source de courant pulsé

La source de courant pulsé, présentée à la figure 3.1, est l'appareil de mesure au centre des travaux de cette maîtrise. Son fonctionnement est assuré à partir de modules générateurs de courant (*current generation modules* (CGMs)) utilisés en parallèle, qui permettent la décharge de plusieurs condensateurs fournissant d'importants courants. La synchronisation des différents CGMs est assurée par un module maître (*Master*) via une série de micro-contrôleurs [3]. La version actuelle de la source peut commander jusqu'à 16 CGMs simultanément, chacun pouvant produire un maximum de 200 A. Ainsi, en supposant un montage idéal, la source est capable de fournir jusqu'à 3200 A dans un temps de montée de 3 à 4 microsecondes. De plus, chaque module peut être commandé indépendamment, ce qui n'impose aucune limite sur la forme du pulse que l'on peut produire.

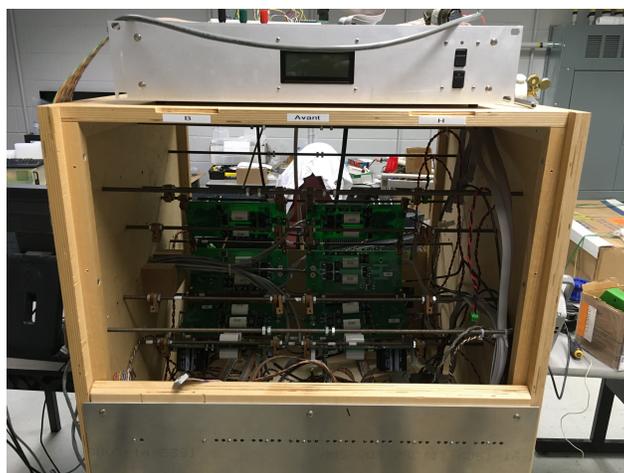


Figure 3.1 Source de courant pulsé utilisée au laboratoire. Les différents modules générateurs (circuit imprimé en vert) assurent la génération du pulse de courant.

Sur le montage de mesures, une sonde de Rogowski permet de visualiser la forme du pulse produit. Afin que la source puisse fournir le plus précisément possible le pulse demandé, il est nécessaire au préalable de procéder à une calibration. Une simple routine, commandée par LabVIEW, permet d'ajuster le gain nécessaire pour que le plateau du courant envoyé corresponde au courant maximum demandé. Par exemple, à la figure 3.2, le gain a été ajusté pour obtenir un courant maximum de 150 A. On constate l'importance d'ajuster le gain avant la prise de mesures afin d'obtenir le pulse demandé.

3.1.2 Mesure de tension

Une fois le courant imposé dans l'échantillon, il faut ensuite mesurer la différence de potentiel qui apparaît dans ce dernier. L'appareil permettant de mesurer la tension à différents endroits sur l'échantillon est un *8-channel Isolated Amplifier System* développé par la compagnie *Sci-Consulting*. Unique en son genre, cet amplificateur est idéal pour le type de mesures réalisées dans le cadre de ce mémoire. En effet, pour obtenir les montées rapides en courant, les condensateurs de la source doivent fournir une importante tension. Toutefois, le signal que l'on souhaite mesurer, c'est-à-dire la différence de potentiel qui apparaît dans l'échantillon, est de l'ordre des millivolts. Ainsi, l'amplificateur doit être à la fois capable de mesurer quelques millivolts et permettre des signaux dont le mode commun est de l'ordre de 100 à 1000 V. Pour faire cela, les signaux en entrée de l'amplificateur sont donc flottants, puis par la suite,

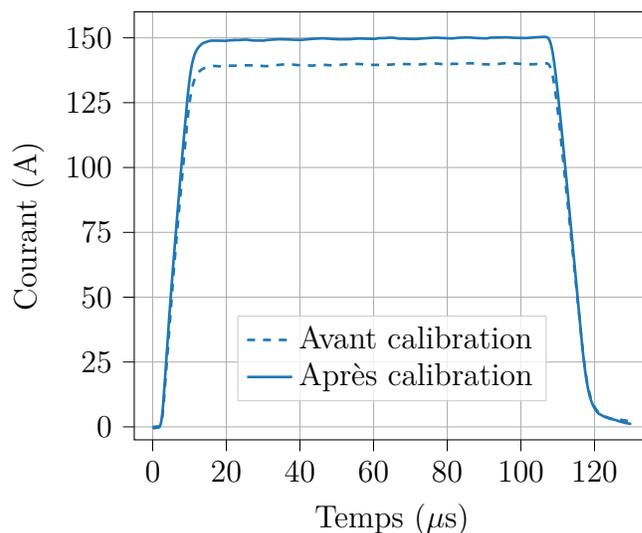


Figure 3.2 Pulse envoyé par la source avant et après la calibration. Dans les deux cas, le plateau de courant demandé était de 150 A. Le paramètre de gain du module de génération de courant (CGMs) permet d'ajuster le plateau de courant.

ramenés par rapport à la masse du circuit pour être lus par la carte d'acquisition. Pour être capable de convertir la mesure flottante, l'amplificateur traite différemment le signal selon qu'il s'agisse d'un signal basse fréquence (0 à 49 kHz) ou d'un signal haute fréquence (7,3 kHz à 20 MHz). En ce qui concerne les basses fréquences, un optocoupleur analogique est utilisé pour référencer le signal par rapport à la masse, mais étant donné que la plage d'opération en fréquence de ce dispositif est limitée, il est nécessaire de séparer le signal et d'utiliser un transformateur pour les fréquences plus grandes.

Les signaux sont également amplifiés indépendamment via une série d'amplificateurs opérationnels. Les fonctions de transfert mesurées expérimentalement pour les canaux hautes et basses fréquences sont présentées à la figure 3.3. On constate qu'un gain d'environ 4 (12,04 dB) est appliqué pour le signal à basse fréquence, alors que le gain est de 16 (24,08 dB) pour les hautes fréquences. La mesure complète est ensuite obtenue en reconstruisant spectralement la mesure dans l'espace de Fourier.

Finalement, comme son nom l'indique, l'amplificateur permet de réaliser jusqu'à 8 acquisitions différentes, pouvant aller en théorie jusqu'à des fréquences de 20 MHz. Avoir une si grande bande passante est essentiel pour le type de mesures réalisées afin de limiter la distorsion du signal.

L'acquisition des mesures de tension ne serait cependant pas possible sans l'utilisation d'un

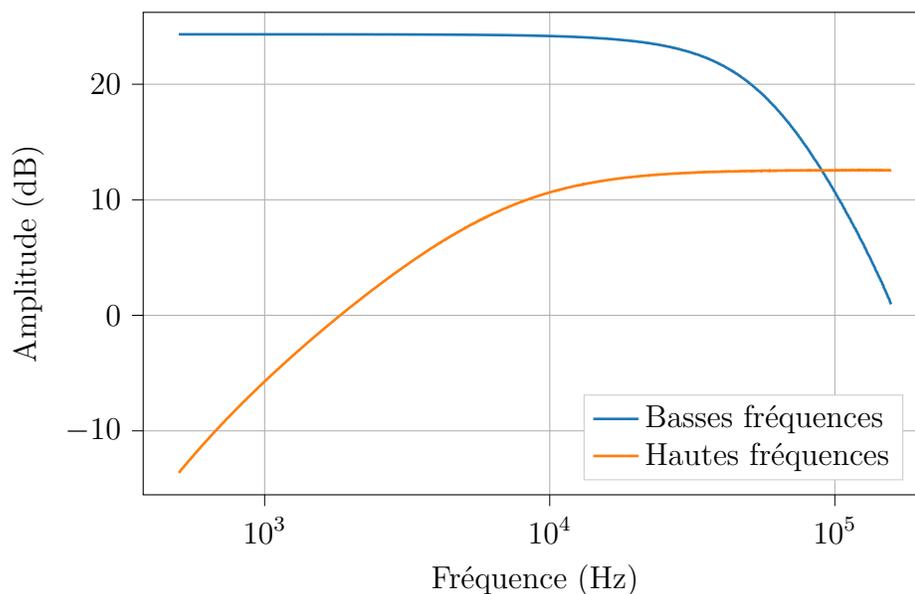


Figure 3.3 Fonction de transfert (amplitude) des canaux basses et hautes fréquences de l'amplificateur.

Emplacement du ruban supraconducteur

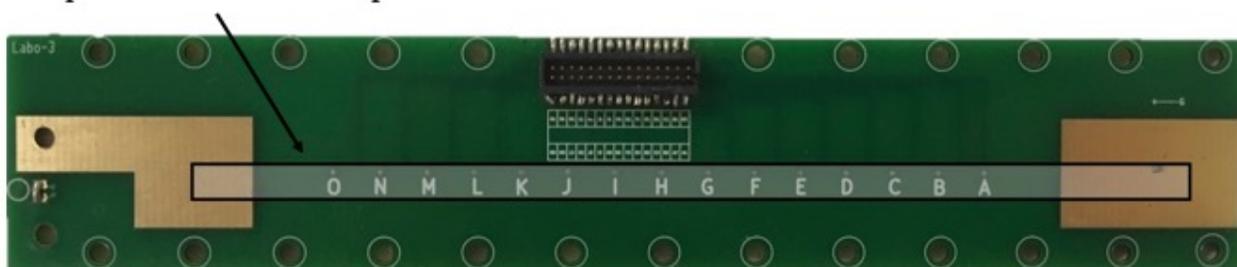


Figure 3.4 Porte-échantillon en circuit imprimé (PCB) utilisé pour les mesures de tension. Avec les 15 points de mesure, il est possible de déterminer à autant d’endroits la différence de potentiel sur la longueur du ruban. Le ruban supraconducteur est illustré sur le porte-échantillon pour donner un aperçu des dimensions.

porte-échantillon adéquat. Le porte-échantillon utilisé dans cette maîtrise, présenté à la figure 3.4, a été développé par un ancien stagiaire du laboratoire et permet de faire jusqu’à 15 acquisitions différentes sur la longueur de l’échantillon. La distance entre les points de mesures est de 5 millimètres, et il est possible de faire une mesure du potentiel sur toute la longueur du ruban, c’est-à-dire sur 7 centimètres. Sur la figure 3.4, on présente également comment est positionné le ruban supraconducteur lors d’une mesure pour donner une idée des dimensions.

Les connexions sur les différentes couches du circuit imprimé ont été optimisées afin de limiter au maximum l’induction magnétique, cheval de bataille lors de mesures pulsées en raison des montées rapides en courant.

3.1.3 Cryostat

Il va sans dire que l’étude des supraconducteurs nécessite un système de refroidissement permettant de réaliser des mesures à quelques dizaines de kelvins. Le cryostat utilisé au laboratoire est présenté à la figure 3.5. Conçut par la compagnie *ColdEdge*, il s’agit d’un système cryogénique à deux étages de refroidissement fonctionnant sous vide (1 mtorr) et refroidi à l’hélium.

Pour mieux comprendre le fonctionnement du cryostat, la figure 3.6 présente une schématisation des composantes à l’intérieur de l’enceinte présentée à la figure 3.5. La connexion avec la source de courant pulsé est réalisée à l’extrémité droite du montage. L’amenée de courant, expliquée plus en détail à la section suivante, assure donc la connexion entre la source et

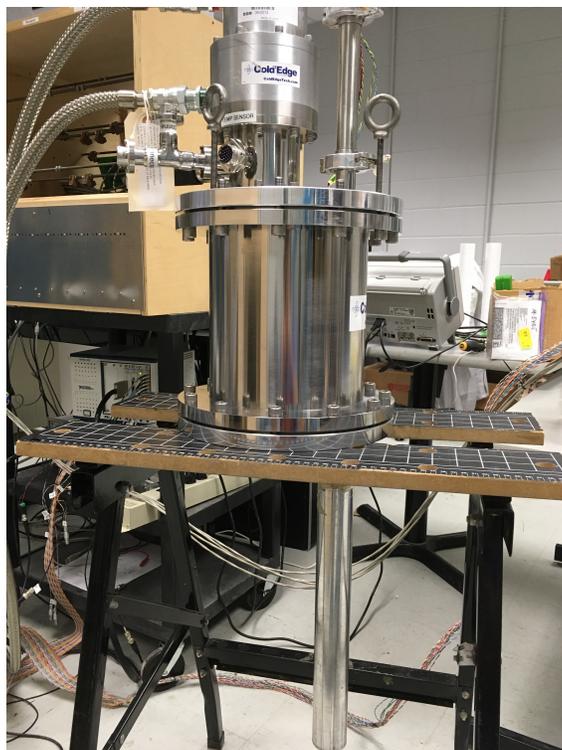


Figure 3.5 Cryostat utilisé au laboratoire. L'échantillon est situé à l'extrémité du long tube métallique.

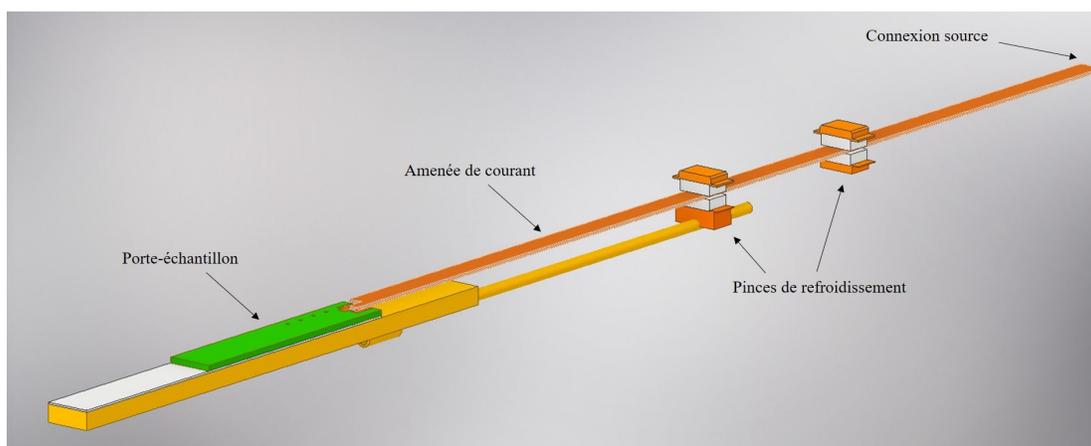


Figure 3.6 Schématisation des composantes à l'intérieur du cryostat. L'amenée de courant assure la connexion électrique entre la source et le porte-échantillon. Les deux pincés de refroidissement du cryostat permettent l'atteinte des températures cryogéniques et limitent l'apport en chaleur qui arrive à l'échantillon.

l'échantillon. Deux têtes de refroidissement sont situées directement sur l'amenée de courant afin de limiter l'apport de chaleur à l'échantillon. La première tête de refroidissement est en mesure d'atteindre une température de 77 K alors que la deuxième tête peut descendre aussi bas que 10 K.

L'extrémité du cryostat où est situé l'échantillon comprend une pièce métallique plaquée en or, qui sert de masse thermique ainsi que de support mécanique. La configuration plus en détail de cette section du montage est schématisée à la figure 3.7. L'extrémité de l'amenée de courant est connectée au porte-échantillon en circuit imprimé. Une plaque de saphir assure l'isolation électrique entre l'échantillon et la pièce métallique. Finalement, la température du cryostat est contrôlée via deux senseurs de température et une résistance chauffante (*heater*). Pour fixer la température à une valeur précise, l'appareil de chauffage, situé en dessous de l'échantillon, se met à fonctionner jusqu'à atteindre la cible voulue grâce à un régulateur PID (proportionnel, intégral, dérivé) contrôlé par l'utilisateur.

3.1.4 Amenée de courant

Comme son nom l'indique, l'amenée de courant assure la connexion électrique entre la source de courant pulsé et le porte-échantillon. Bien qu'il ne s'agisse pas d'un appareil de mesure à proprement parler, cette pièce du montage est primordiale du point de vue électrique, mais également du point de vue thermique. D'une longueur de 58 cm, l'amenée de courant est composée de deux rubans de cuivre, de part et d'autre d'un support en bois qui garantit l'isolation électrique. Le cuivre au-dessus sert de passage pour l'aller du courant, alors que le cuivre en dessous pour le retour. La figure 4.4 présente l'allure de cette pièce.

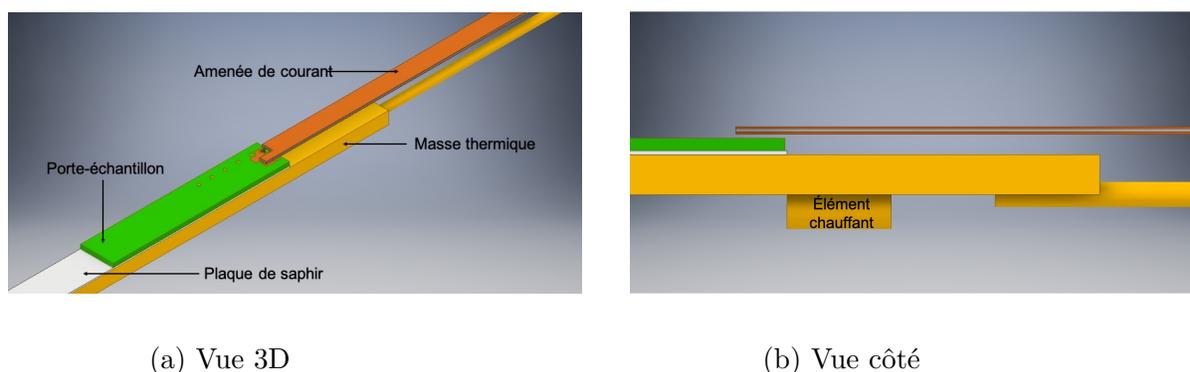


Figure 3.7 Configuration de l'extrémité du cryostat. L'appareil de chauffage (*heater*) est fixé sur la pièce métallique à l'endroit indiqué sur la figure 3.7b.

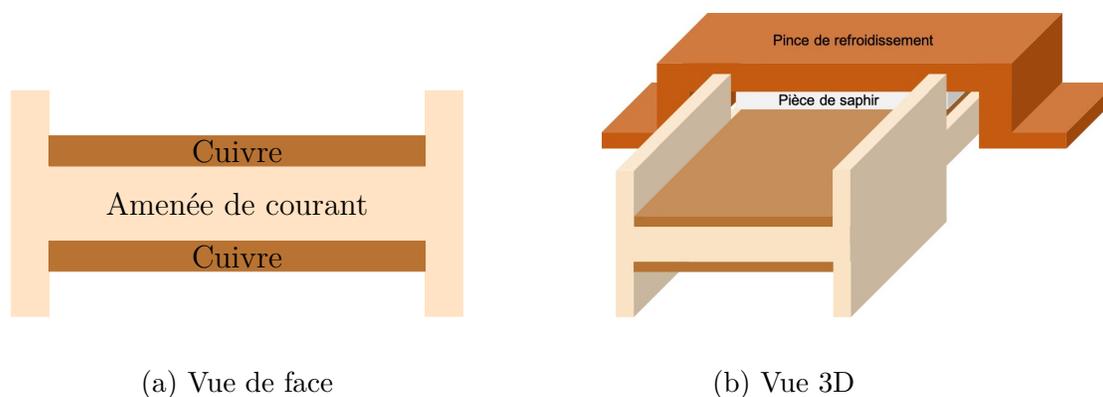


Figure 3.8 Amenée de courant permettant d’acheminer le pulse de courant de la source à l’échantillon. Sur la figure 4.4b, on observe la pince de refroidissement du cryostat installée sur l’amenée de courant pour limiter l’apport en chaleur.

Une partie importante des travaux de cette maîtrise ont été consacrés à l’amélioration de l’amenée de courant utilisée précédemment. Les détails et calculs ayant mené à l’élaboration de la version actuelle de l’amenée de courant sont présentés au chapitre 4.

3.1.5 Aimant

Le cryostat utilisé au laboratoire est conçu de façon à être inséré dans un imposant électroaimant, permettant ainsi de faire des mesures sous champ magnétique. Développé par *American Magnetics Inc.*, l’aimant fonctionne à partir de bobines supraconductrices niobium-titane refroidit à l’hélium. Cet appareil de mesure permet d’imposer un champ pouvant aller jusqu’à 5 T, orienté perpendiculairement à la surface de l’échantillon. Il est intéressant de mentionner que l’aimant peut également fonctionner en mode «persistant». Après avoir été énergisé, il est possible de court-circuiter l’aimant avec un interrupteur supraconducteur et ainsi conserver le champ dans l’aimant pendant une longue période de temps sans avoir à réimposer un courant dans les bobines.

3.2 Collecte et analyse des mesures

Une partie importante du travail de maîtrise fût consacré à l’amélioration de la méthodologie d’acquisition de mesure, notamment au programme LabVIEW permettant le contrôle des différents appareils. Sans entrer dans les détails techniques de programmation, ces derniers étant présentés en annexe, le programme permet de configurer un pulse de courant, de contrôler la température du cryostat, de faire l’acquisition des mesures de tension, puis de

procéder à une première analyse des résultats.

Via la configuration individuelle de chaque module de génération de courant, le programme de mesure permet de personnaliser la forme du pulse que l'utilisateur désire envoyer. En effet, il est possible de programmer un pulse simplement en spécifiant le temps de montée, la durée du plateau, le temps de descente et le courant maximal que l'on souhaite atteindre, ou encore de préciser la forme du pulse par un fichier de points. Cette fonctionnalité représente un ajout par rapport au dernier programme et offre une plus grande souplesse quant au type de mesures qu'il est possible d'effectuer. Le programme de mesures développé permet également de faire une première analyse des résultats obtenus après avoir «pulsé» l'échantillon étudié. Par l'exécution d'un script Python, il est possible d'obtenir une approximation du profil en température dans l'échantillon en quelques secondes, selon la méthode des volumes finis qui est présentée à la section 3.3.

3.3 Modèle d'analyse UC par volumes finis

Dans l'objectif d'étudier la résistivité électrique des supraconducteurs, il est nécessaire de connaître le profil en température de l'échantillon durant la mesure pulsée. Toutefois, sur l'échelle de temps étudiée (microsecondes), il est impossible de mesurer de façon directe l'évolution de la température. Il est donc nécessaire de construire un modèle permettant de déterminer a posteriori, la température de l'échantillon à tout instant pendant la mesure.

Pour ce faire, on fait l'hypothèse que le profil de température varie seulement sur l'épaisseur du ruban (direction x sur la figure 3.9), c'est-à-dire sur les différentes couches. De plus, on choisit de négliger les couches tampons en raison de leurs épaisseurs négligeables par rapport aux autres couches du ruban et d'écarter de la résolution les couches d'argent sur les côtés. Pour obtenir le profil thermique, on résout :

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial x} \left(\kappa(x, t) \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} \right) - c_v(x, t) \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} &= -Q(x, t), \\ Q(x, t) &= \vec{E}(t) \cdot \vec{J}(x, t), \end{aligned} \quad (3.1)$$

où κ est la conductivité thermique (W/(Km)) et c_v la capacité thermique volumique (J/(Km³)). Il est important de noter que ces propriétés dépendent non seulement de la position (en raison des différentes couches du ruban), mais également du temps, via leur dépendance en température. On ne fait ainsi aucune hypothèse stationnaire sur les propriétés présente dans l'équation (3.1).

Dans le cadre des travaux de ce mémoire, une méthode de résolution par volumes finis a

été implémentée afin de résoudre le système d'équations (3.1). De plus, les hypothèses du modèle UC, décrit au chapitre précédent, permettent de déterminer la source de chaleur Q selon le principe de répartition du courant entre les différentes couches du ruban. Ainsi, la résolution de l'équation (3.1) jumelée au modèle UC permet d'obtenir le profil thermique et électrique de l'échantillon à tout instant pendant la mesure pulsée.

3.3.1 Discrétisation spatiale

Pour la résolution, on élabore tout d'abord une discrétisation spatiale comme celle présentée à la figure 3.9, où chaque cube représente un sous-élément du domaine. Étant donné qu'on résout le profil en température sur l'épaisseur du ruban, c'est-à-dire sur l'axe des x , la longueur du ruban est selon l'axe des z et la largeur du ruban selon l'axe des y . Cependant, pour la démonstration mathématique, on ne traite qu'un seul élément (un cube) à la fois, étant donné que les équations sont identiques pour l'ensemble des éléments.

La première étape consiste à intégrer, sur l'ensemble du domaine Ω , l'équation à résoudre :

$$\int_{\Omega} \frac{\partial}{\partial x} \left(\kappa(x, t) \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} \right) d\Omega + \int_{\Omega} Q(x, t) d\Omega = \int_{\Omega} c_v(x, t) \frac{\partial T(x, t)}{\partial t} d\Omega.$$

Avant de poursuivre, on fait les hypothèses que la température et la source de chaleur au centre du cube sont respectivement \tilde{T} et \tilde{Q} , et que les propriétés κ et c_v sont supposées constantes dans tout le volume du cube et égale à leur valeur au centre, c'est-à-dire $\tilde{\kappa} = \kappa(\tilde{T})$ et $\tilde{c}_v = c_v(\tilde{T})$. Ainsi, on peut écrire :

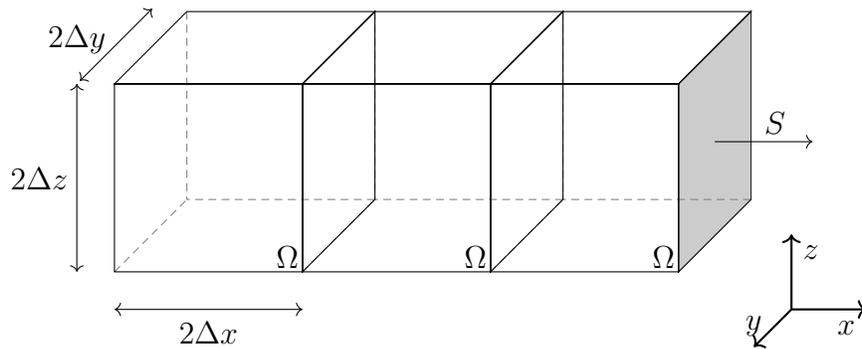


Figure 3.9 Discrétisation simple du domaine spatial pour la méthode des volumes finis.

$$\tilde{\kappa} \int_{\Omega} \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} d\Omega + \int_{\Omega} \tilde{Q} d\Omega = \tilde{c}_v \int_{\Omega} \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} d\Omega,$$

$$\tilde{\kappa} \int_{\Omega} \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} d\Omega + V \tilde{Q} = \tilde{c}_v V \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t},$$

où le volume $V = (2\Delta z)(2\Delta y)(2\Delta x)$ et la source de chaleur $\tilde{Q}(t) = \vec{E}(t) \cdot \vec{J}(t)$. Cette dernière est définie selon les hypothèses du modèle UC. On poursuit le développement avec le terme de gauche de l'équation. Avec le théorème de la divergence, on peut écrire :

$$\tilde{\kappa} \int_{\Omega} \frac{\partial^2 T(x, t)}{\partial x^2} d\Omega = \tilde{\kappa} \int_{\partial\Omega} \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} \hat{x} \cdot \vec{n} d\Omega.$$

Or, dans le problème élaboré en une dimension, $\int_{\partial\Omega} = \int_{S^+} + \int_{S^-}$ tel que démontré à la figure 3.10a. En faisant l'hypothèse supplémentaire que la température sur chacune des faces est constante et définie tel qu'indiqué à la figure 3.10, on peut alors écrire :

$$\tilde{\kappa} \int_{\partial\Omega} \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} \hat{x} \cdot \vec{n} d\Omega = \tilde{\kappa} \int_{S^+} \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{S^+} dS^+ - \tilde{\kappa} \int_{S^-} \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{S^-} dS^-,$$

où le signe négatif est apparu en raison de l'orientation de la normale. Avec les différences finies, on peut réécrire l'expression comme suit :

$$\tilde{\kappa} \int_{\partial\Omega} \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} \hat{x} \cdot \vec{n} d\Omega \approx \tilde{\kappa} \int_{S^+} \left(\frac{T^+ - \tilde{T}}{\Delta x} \right) dS^+ - \tilde{\kappa} \int_{S^-} \left(\frac{\tilde{T} - T^-}{\Delta x} \right) dS^-$$

Aucun terme dans l'intégrale ne dépend de x , d'où, avec $S = (2\Delta y)(2\Delta z)$, on obtient :

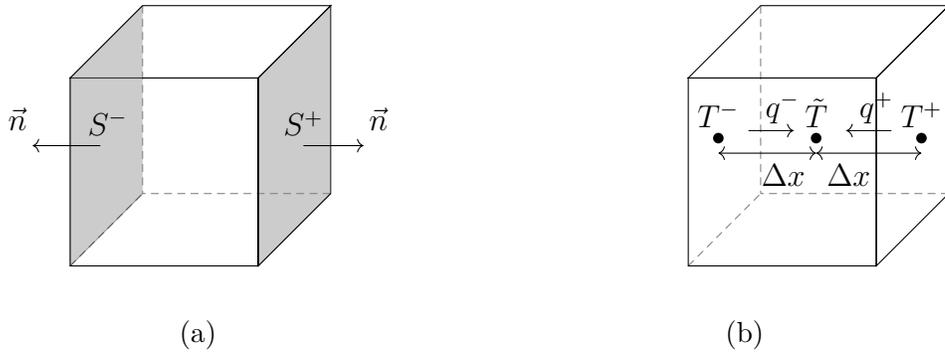


Figure 3.10 Définition des variables et des vecteurs pour la formulation mathématique.

$$\tilde{\kappa} \int_{\partial\Omega} \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} \hat{x} \cdot \vec{n} \, \partial\Omega = \frac{S\tilde{\kappa}}{\Delta x} (T^+ - \tilde{T}) + \frac{S\tilde{\kappa}}{\Delta x} (T^- - \tilde{T}).$$

Il est important de mentionner que les termes de droite dans l'équation ci-dessus doivent être interprétés comme étant des flux de chaleurs à travers les faces S^+ et S^- du cube. Le coefficient se trouvant devant la différence de température est associé en quelque sorte à une résistance de flux. Pour bien faire ressortir cet aspect, on définit :

$$R = \frac{\Delta x}{S\tilde{\kappa}} \quad \text{et} \quad q^\pm = \frac{T^\pm - \tilde{T}}{R}.$$

La forme discrétisée de l'équation à résoudre est :

$$q^+ + q^- + V\tilde{Q} = V\tilde{c}_v \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t}. \quad (3.2)$$

Les flux q^+ et q^- sont schématisés à la figure 3.10b. L'essentiel de la résolution par volumes finis se trouve dans le bilan des flux de chaleur dans chaque élément. L'équation écrite sous cette forme permet bien de visualiser que la température en chaque point dépend de la source de chaleur ainsi que du flux provenant des faces de part et d'autre de l'élément. Il est cependant possible de simplifier davantage les calculs en laissant tomber les températures aux interfaces T^\pm , et en considérant plutôt le flux de chaleur provenant des éléments voisins. Par exemple, pour l'élément i , on peut écrire :

$$q_i = \frac{T_{i-1} - T_i}{R_{i-1} + R_i} + \frac{T_{i+1} - T_i}{R_{i+1} + R_i}. \quad (3.3)$$

Encore une fois, le flux total provient d'une contribution de chaleur arrivant par la gauche (terme avec $i-1$) et par la droite (terme avec $i+1$), mais dans cette nouvelle expression, on considère implicitement la continuité de la température aux interfaces et on réduit le nombre d'inconnues à déterminer.

Pour considérer les solutions aux différents éléments dans l'espace (différents cubes) en une seule et unique équation, on peut réécrire l'équation (3.2) sous forme matricielle. On pose :

$$\bar{a}(T) \frac{\partial T}{\partial t} = M(\tilde{T}) \cdot T + b(T). \quad (3.4)$$

Le vecteur T est un vecteur de points contenant les températures \tilde{T} au centre de chaque élément. La matrice diagonale $\bar{a}(T)$ contient les valeurs $V\tilde{c}_v$ pour chaque élément, car \tilde{c}_v varie selon la position. Le vecteur $b(T)$ est simplement égal au terme de génération de chaleur

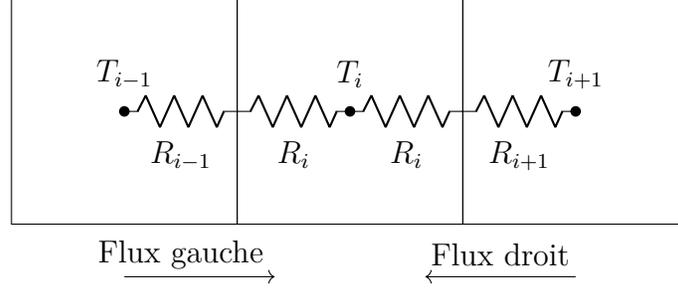


Figure 3.11 Schématisation des variables permettant de calculer le flux de chaleur total sur un élément.

VQ , où Q contient les \tilde{Q} au centre de chaque élément. Finalement, la matrice $M(T)$ contient les conditions de flux et dépend de la température via les résistances thermiques R_i , qui sont incluses dans l'expression de q_i . La résolution de 3.4 permet de trouver un vecteur T contenant les solutions recherchées aux différents pas de temps.

3.3.2 Discrétisation temporelle

Pour la discrétisation temporelle de l'équation (3.4), trois méthodes de résolutions différentes ont été considérées. Tout d'abord, avec une différence finie avant, il est facile de trouver la solution au temps $k + 1$:

$$\tilde{T}_{k+1} = \tilde{T}_k + \Delta t \cdot \bar{a}^{-1}(T_k) \cdot (M(T_k) \cdot T_k + b(T_k)). \quad (3.5)$$

Le schéma développé correspond à une méthode d'Euler explicite, c'est-à-dire que la solution au pas de temps k est utilisée pour calculer la solution au pas de temps suivant. Cependant, il est préférable de résoudre l'équation temporelle à l'aide d'un schéma implicite, afin d'améliorer la convergence et le temps de calcul (une discussion en détail de cet aspect est présentée au chapitre suivant). Un premier schéma implicite correspond à la méthode d'Euler arrière. Il s'agit encore une fois d'utiliser une différence finie avant, mais en utilisant cette fois-ci la solution au temps $k + 1$ dans l'équation. En partant de (3.4), on a :

$$\bar{a}(T_{k+1}) \left(\frac{T_{k+1} - T_k}{\Delta t} \right) = M(T_{k+1}) \cdot T_{k+1} + b(T_{k+1}).$$

On réécrit comme suit afin d'isoler T_{k+1} :

$$T_{k+1} = (I - P_{k+1})^{-1} [T_k + \tau_{k+1}]. \quad (3.6)$$

où I est la matrice identité, $P_{k+1} = P(T_{k+1}) = \Delta t \cdot a^{-1}(T_{k+1}) \cdot M(T_{k+1})$ et $\tau_{k+1} = \tau(T_{k+1}) = \Delta t \cdot a^{-1}(T_{k+1}) \cdot b(T_{k+1})$. La résolution de la méthode d'Euler implicite ne s'arrête cependant pas là, car les expressions du terme de droite dans l'équation (3.6) dépendent encore de T_{k+1} . Pour surmonter cette difficulté, on résout avec une méthode de point fixe qui consiste à calculer plusieurs itérations de l'équation (3.6) pour le même pas de temps, en mettant à jour la température trouvée à l'itération précédente. Mathématiquement, la solution à l'itération $n + 1$ de la méthode des points fixes est trouvée avec :

$$T_{k+1}^{(n+1)} = \left(I - P_{k+1}^{(n)} \right)^{-1} [T_k + \tau_{k+1}^{(n)}]$$

On réalise plusieurs itérations de la sorte jusqu'à ce que la différence entre $T_{k+1}^{(n+1)}$ et $T_{k+1}^{(n)}$ soit plus petite qu'une certaine tolérance que l'on fixe. La solution $T_{k+1}^{(n+1)}$ calculée devient alors la solution T_{k+1} recherchée et on poursuit les calculs pour le prochain pas de temps avec la même procédure.

Finalement, on peut aussi utiliser la méthode d'intégration trapézoïdale pour construire un autre schéma de résolution implicite. On a au départ :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \bar{a}^{-1}(M \cdot T + b)$$

$$T_{k+1} = T_k + \int_{t_k}^{t_{k+1}} \bar{a}^{-1}(M \cdot T + b) dt$$

L'intégrale peut être approximée par la méthode du trapèze, c'est-à-dire :

$$\int_{t_0}^{t_1} f(t) dt \approx \frac{\Delta t}{2} (f(t_1) + f(t_0)),$$

ce qui correspond en fait à la valeur moyenne de f sur l'intervalle. Pour le problème étudié, on a :

$$T_{k+1} = T_k + \frac{P_{k+1}}{2} T_{k+1} + \frac{P_k}{2} T_k + \frac{\tau_{k+1}}{2} + \frac{\tau_k}{2}.$$

Au final, on a :

$$T_{k+1} = \left(I - \frac{P_{k+1}}{2} \right)^{-1} \left(h_k + \frac{\tau_{k+1}}{2} \right). \quad (3.7)$$

avec $h_k = \left(I + \frac{P_k}{2} \right) T_k + \frac{\tau_k}{2}$. Encore une fois, la méthode des points fixes permet de trouver

la solution voulue, en recalculant les termes P_{k+1} et τ_{k+1} tel que :

$$T_{k+1}^{(n+1)} = \left(I - \frac{P_{k+1}^{(n)}}{2} \right)^{-1} \left(h_k + \frac{\tau_{k+1}^{(n)}}{2} \right).$$

3.3.3 Conditions aux frontières

Les conditions aux frontières choisies pour la résolution du problème présenté sont des conditions de Neumann homogènes (condition adiabatique), i.e. on impose un flux de chaleur nul sur les bouts du domaine. Soit L l'épaisseur totale du ruban, ceci revient mathématiquement à poser :

$$\left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=0} = \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=L} = 0.$$

Ceci implique qu'aucun flux de chaleur ne provient des extrémités et qu'ainsi, l'expression (3.3) est réduite à un seul terme pour les éléments aux extrémités.

3.4 Limite de la méthodologie

Malgré les multiples composantes du système de mesure, le principe de la méthodologie expérimentale est assez simple. En résumé, la source de courant, le cryostat et l'aimant permettent de contrôler les conditions initiales de mesure, à savoir respectivement le pulse de courant, la température initiale et le champ magnétique externe. Durant le passage du pulse de courant dans l'échantillon, on réalise l'acquisition de la différence de potentiel qui apparaît aux bornes du ruban. Il s'agit ensuite d'utiliser le modèle UC en volumes finis pour connaître l'évolution de la température et du courant dans la couche supraconductrice à tous instants du pulse et finalement déduire la résistivité électrique. La figure 3.12 schématise la méthodologie complète pour l'obtention d'une mesure pulsée.

Il est cependant important de mentionner qu'au moment de l'écriture de ce mémoire, le montage expérimental était fonctionnel, mais pouvait à l'occasion être défectueux en raison du grand nombre d'appareils de mesure utilisés. Pour cette raison, l'acquisition de mesures à répétitions est parfois interrompue. Ceci représente bien entendu une limite importante à la méthodologie présentée, car l'étude de la résistivité sous différentes conditions nécessite l'acquisition de milliers de mesures. La dernière section du mémoire revient plus en détail sur ce sujet.

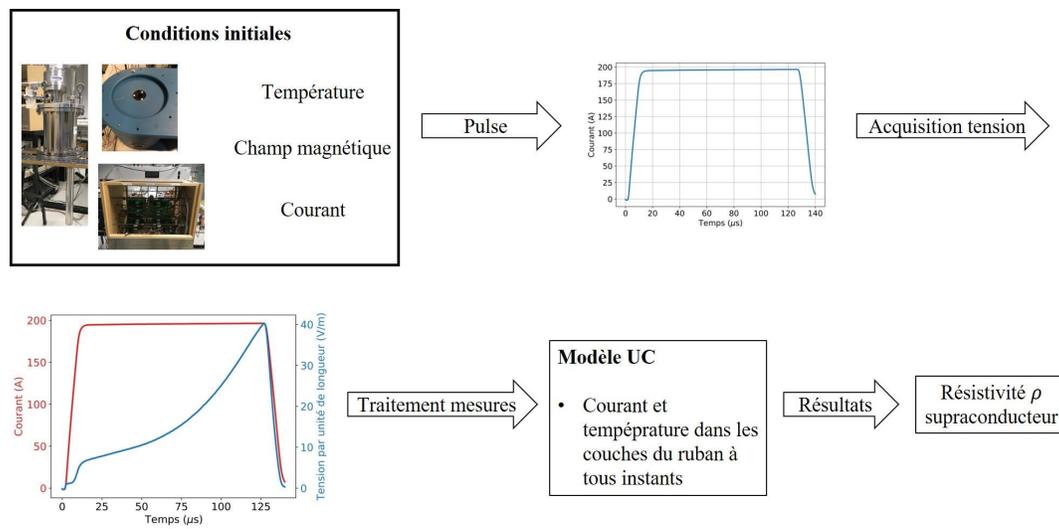


Figure 3.12 Schématisation du processus d'acquisition et de traitement d'une mesure pulsée.

CHAPITRE 4 RÉSULTATS

4.1 Optimisation thermique de l'amenée de courant

4.1.1 Problématique

Les travaux précédant cette maîtrise ont permis de conclure que la température de l'échantillon était très peu uniforme lors des mesures pulsées. L'hypothèse de départ était que l'amenée de courant acheminait une trop grande quantité de chaleur à l'échantillon, et que les têtes de refroidissement du cryostat n'étaient pas suffisamment efficaces pour uniformiser la température. Selon les tests en laboratoire, un gradient d'environ 25 K se formait sur la longueur du porte échantillon avant la prise de mesure. Lors d'expériences servant à déterminer la résistivité électrique, un profil en température aussi important introduit une trop grande incertitude sur les résultats. Ainsi, il a été décidé de réaliser des simulations thermiques afin de déterminer la cause du problème pour éventuellement trouver des solutions à apporter.

4.1.2 Simulations et solutions envisagées

Afin de cerner les faiblesses thermiques de l'amenée de courant, des simulations en éléments finis avec le logiciel COMSOL ont été réalisées. Le premier objectif était de reproduire le plus fidèlement possible les résultats expérimentaux observés afin de s'assurer que la géométrie complexe du montage (voir figure 3.7), ainsi que les processus physiques, étaient adéquatement modélisés. Pour ce faire, les conditions initiales de la simulation prévoient que l'extrémité de l'amenée de courant est environ à température ambiante alors que les pinces de refroidissement du cryostat sont respectivement à 77 et 4 K. Le profil thermique du montage à l'équilibre peut alors être simulé et la figure 4.1 présente le profil en température sur la longueur de l'échantillon ainsi que sur l'épaisseur du montage obtenu. Les résultats par simulation se rapprochent de ce qui était observé expérimentalement, ce qui est une bonne indication de la validité du modèle. Il faut savoir que dans le cryostat, le porte échantillon est isolé d'un support en cuivre par une plaque d'alumine, expliquant ainsi les 3 différents plateaux de température observable sur la figure 4.1b. Il est également important de réduire le gradient en température selon l'épaisseur, car le contrôle en température du cryostat se fait à l'étage le plus bas du montage, alors que l'échantillon se situe au-dessus (voir figure 3.7b).

Pour être en mesure de modéliser le plus fidèlement possible le comportement thermique de

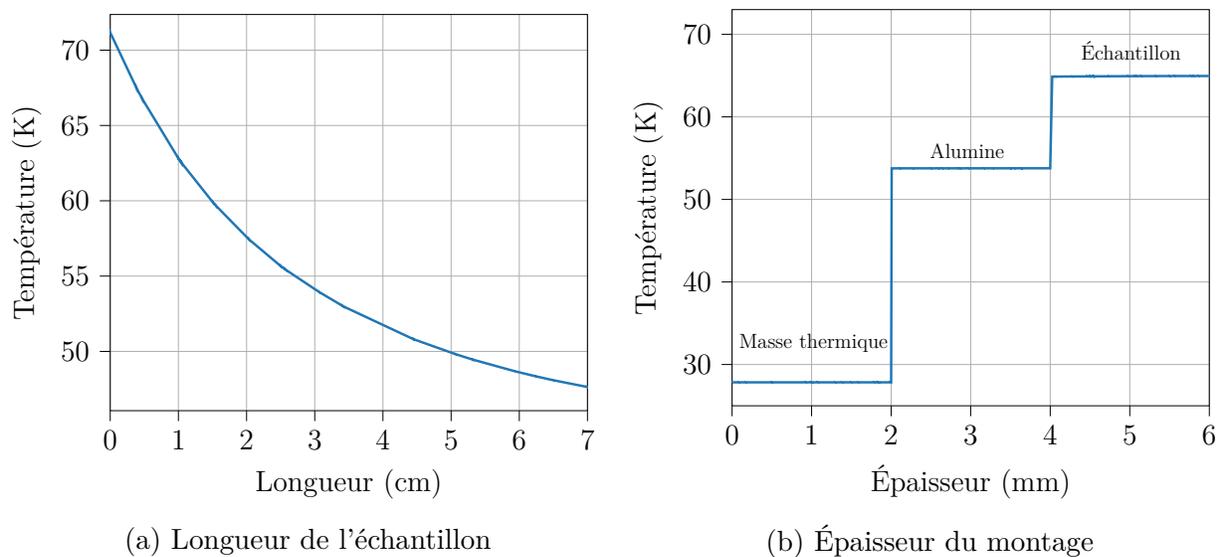


Figure 4.1 Profil en température sur la longueur de l'échantillon et sur l'épaisseur du montage (incluant l'épaisseur de l'échantillon) obtenus par simulation.

l'amenée de courant, il a été nécessaire de jouer principalement sur les résistances thermiques d'interfaces. Le profil de la conductivité thermique a été modifié pour simuler la présence de graisse thermique et d'air aux différentes interfaces du montage. Les simulations ont justement démontré que la mauvaise uniformisation en température du cryostat était due à la présence de ses nombreuses interfaces qui réduisent la qualité du transfert thermique. Le mauvais contact thermique et, parfois même l'air entre les interfaces, avait comme conséquence de diminuer la conductivité thermique, empêchant ainsi les têtes de refroidissement du cryostat de réduire la chaleur au centre de l'amenée. Il faut savoir que dans le passé, les amenées de courant (images à l'annexe C) étaient fabriquées en plusieurs couches, dans lesquelles l'aller et le retour de courant s'alternaient pour diminuer au maximum l'inductance. Ceci avait cependant pour effet d'augmenter le nombre d'interfaces et cette conséquence n'avait jusqu'à présent jamais été quantifiée du point de vue thermique.

De plus, certains endroits du montage doivent être isolés électriquement tout en permettant un bon transfert thermique. Auparavant, l'alumine était utilisée comme isolant électrique, mais les simulations ont démontré que le remplacement de ces pièces par du saphir permettait de réduire de quelques degrés le gradient en température.

Une nouvelle amenée de courant, uniquement composé d'une plaque de G-10 (PCB) avec du cuivre de part et d'autre, a été simulée afin de quantifier l'impact d'un tel changement sur le profil en température. L'alumine présente sur le montage a également été remplacée par du saphir. Les résultats obtenus après simulations sont présentés à la figure 4.2. De façon

assez concluante, l'implémentation de ces mesures permet de diminuer jusqu'à environ 2 K le gradient en température dans les deux directions.

4.1.3 Modifications apportées à l'amenée de courant

À la lumière des simulations réalisées, il a donc été convenu qu'une amenée de courant composée d'un substrat en G-10 avec du cuivre de part et d'autre est une bonne alternative pour uniformiser la température du montage. La première tentative pour fabriquer la nouvelle amenée de courant était alors d'utiliser une feuille de PCB commerciale comme point de départ. L'isolation entre les étages de cuivre et la qualité des interfaces est dans ce cas optimale. Toutefois, il est nécessaire d'avoir une bonne épaisseur de cuivre, environ $500\ \mu\text{m}$, sur l'amenée de courant afin de limiter la résistance. Ce genre d'épaisseur n'est normalement pas déposé en industrie sur des substrats de PCB.

La possibilité de déposer par électrodéposition davantage de cuivre, entre 300 et $400\ \mu\text{m}$, sur un panneau de PCB industriel a donc été envisagée. Toutefois, en raison de l'importante quantité de cuivre à déposer et de la géométrie particulière de l'amenée de courant, cette possibilité s'est avéré peu adéquate. La figure 4.3 présente l'amenée de courant après un dépôt de cuivre de $400\ \mu\text{m}$.

En raison du phénomène d'effet de pointe, une grande quantité de cuivre se dépose sur les rebords de l'amenée, formant ainsi des agrégats de cuivres. Cela rend le dépôt très peu

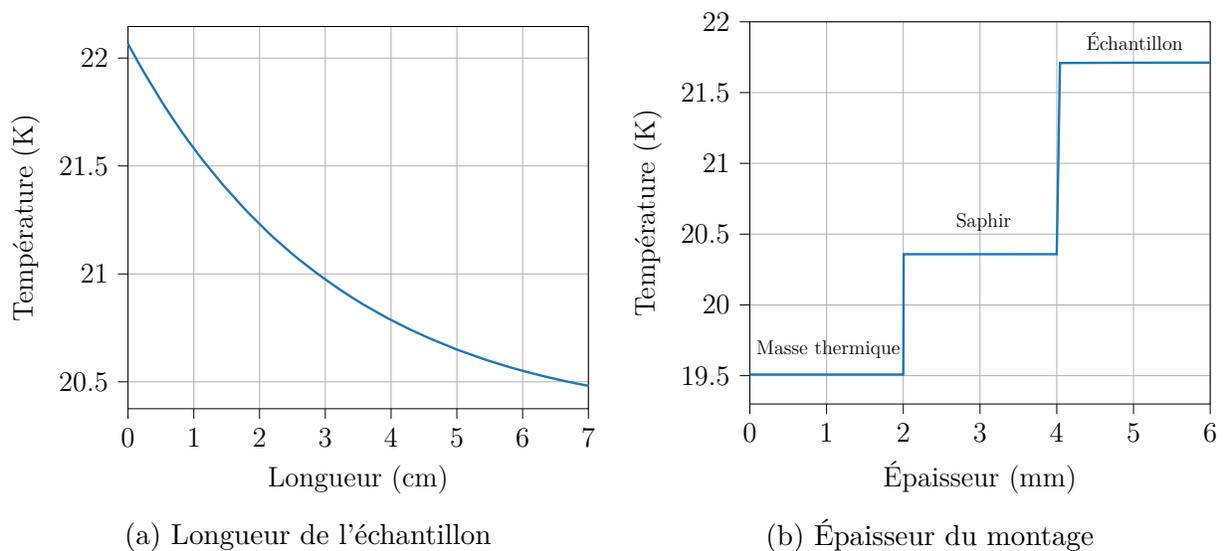


Figure 4.2 Profil en température sur la longueur de l'échantillon et sur l'épaisseur du montage (incluant l'épaisseur de l'échantillon) obtenus par simulation avec les solutions proposées.



(a) Vue de haut

(b) Vue de côté

Figure 4.3 Amenée de courant après électrodéposition de cuivre.

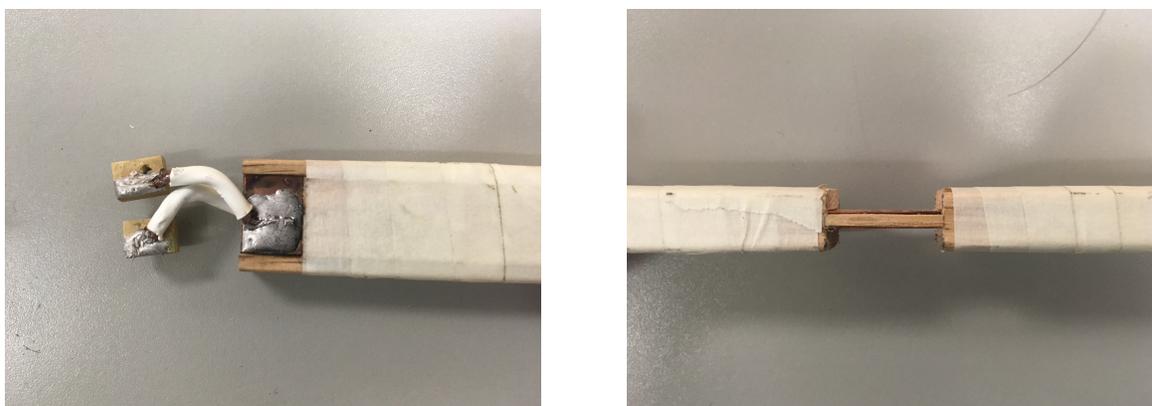
uniforme et augmente le risque d'avoir un court-circuit entre les étages de cuivres. De plus, même si le dépôt de cuivre sur un substrat de cuivre se fait généralement bien, l'importante quantité à déposer dans ce cas rend l'adhésion difficile. Pour améliorer cette condition, il aurait fallu modifier la solution de sulfate de cuivre pour le dépôt en ajoutant certains produits permettant de faire un traitement de surface. Cependant, il a été décidé de ne pas aller de l'avant avec cette méthode.

La possibilité de simplement souder des rubans de cuivres sur le panneau de PCB a ensuite été envisagée. Cependant, il était difficile d'assurer la qualité des interfaces et cette solution a donc été abandonnée. Finalement, la solution choisie a été de fabriquer un support en bois, avec les dimensions voulues, et de coller des rubans de cuivre de la bonne épaisseur tel qu'illustré à la figure 4.4.

Lors du processus de fabrication de la nouvelle amenée de courant, une nouvelle pince, comme illustré à la figure 4.4b, a également été installée à l'extrémité de l'amenée afin de faciliter le transfert de chaleur entre le haut et le bas du montage. La figure 4.5 illustre à quel endroit à l'intérieur du cryostat la nouvelle pince a été ajoutée. Tout comme les autres pinces de refroidissement du montage, l'isolation électrique est assurée par des blocs de saphir.

4.1.4 Validations expérimentales et limites

Pour valider l'efficacité des modifications apportées, des senseurs de températures ont été installés à différents endroits du montage afin de quantifier le profil en température de l'échantillon. Un capteur de température cryogénique de haute précision (cernox) est fixé



(a) Vue de haut

(b) Vue de côté

Figure 4.4 Amenée de courant fabriquée permettant de réduire le nombre d'interfaces et d'uniformiser le profil de température du montage expérimental.

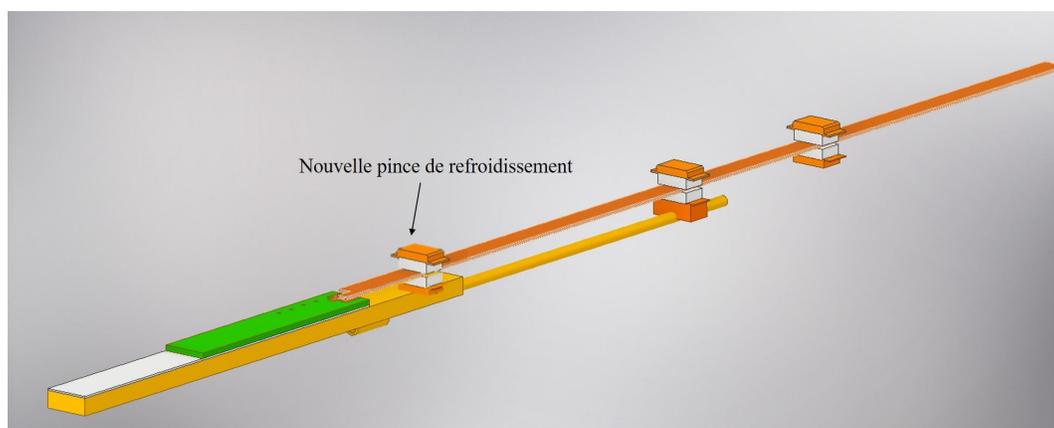


Figure 4.5 Schématisation de la nouvelle pince de refroidissement ajoutée à l'intérieur du cryostat. Cette nouvelle pince n'est pas connectée directement aux têtes froides du cryostat, mais permet quand même d'équilibrer la température de l'échantillon avec celle de la masse du métal sous le support à échantillon.

directement sur le porte-échantillon, environ au milieu de celui-ci. Il faut savoir que c'est sur ce capteur que le régulateur PID se base pour ajuster la température et que ce dernier était auparavant fixé directement à côté de l'élément chauffant (voir figure 3.7b). Le simple fait de rapprocher le senseur de l'échantillon permet d'avoir une meilleure idée de sa température et de mieux la contrôler. Deux thermomètres à résistance (senseurs PT100) sont également utilisés pour mesurer le profil de température sur l'épaisseur du montage ainsi que sur la longueur de l'échantillon. Un des PT100 est installé proche de l'appareil de chauffage afin de

donner une idée de la température au point le plus chaud du montage. L'autre capteur est fixé sur le dessus du porte-échantillon, plus proche de l'extrémité de l'amenée de courant, endroit par lequel l'échantillon est refroidi. La position des différents senseurs sur le montage expérimental est schématisée à la figure 4.6.

Pour ce genre de mesure, il est nécessaire d'être certain de la précision des senseurs de température, étant donné que l'on cherche à mesurer une différence de température de quelques kelvins. Les trois senseurs de température ont donc été calibrés dans un bain d'azote liquide dont la température exacte a été déterminée avec un autre senseur cernox, reconnu pour être très précis dans ce genre de conditions.

La figure 4.7 présente l'évolution de la température des trois senseurs pour un cycle du PID.

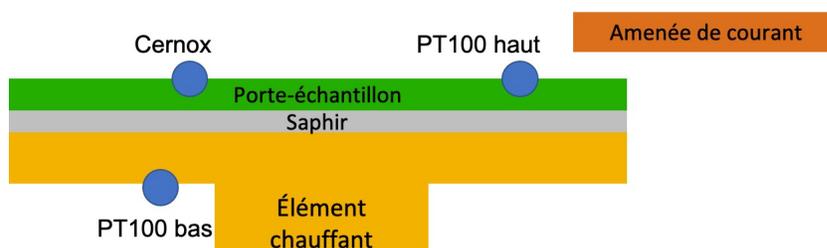


Figure 4.6 Position sur le montage du cernox et des senseurs de température PT100 lors des mesures expérimentale du profil de température sur l'échantillon.

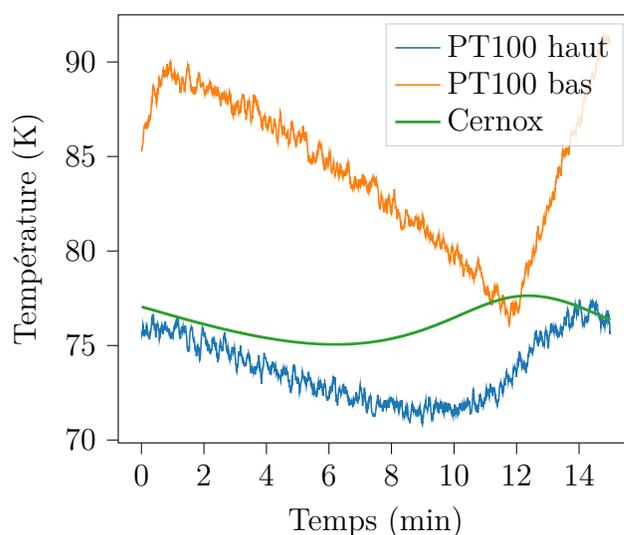


Figure 4.7 Températures des trois senseurs installés sur le montage durant un cycle complet du PID.

La température cible étant fixée à 77 K, la mesure du cernox oscille autour de cette valeur. Toutefois, au plus fort du cycle, il existe une différence de température approchant les 15 K entre le bas du montage (endroit de l'élément chauffant) et le dessus de l'échantillon. Ce gradient en température sur l'épaisseur est cependant un enjeu moins important qu'auparavant. En effet, l'objectif reste de pouvoir connaître la température de l'échantillon en tout temps et que cette dernière soit la même sur la longueur. Si l'appareil de chauffage doit fournir davantage de puissance pour être en mesure de chauffer l'échantillon à la température voulue, ceci est peu important, en autant que la température soit uniforme sur tout l'échantillon. Notons que ceci n'était pas tout à fait vrai dans l'ancienne configuration du cryostat, où le cernox était alors placé directement à côté de l'élément chauffant (endroit du PT100 bas). La mesure de température que l'on obtenait était alors loin de la température réelle de l'échantillon.

Il est plus intéressant d'analyser la différence de température mesurée entre le cernox et le PT100 au-dessus. Encore une fois, à un certain moment dans le cycle, la différence de température sur la longueur atteint 5 K. Ce gradient est un peu plus grand que ce que les simulations avaient prédit. Notons que ce résultat aurait été difficile à prévoir, car l'aspect dynamique de la température (avec le PID) n'a aucunement été considéré dans les simulations. Cependant, il faut constater qu'à la fin du cycle, la différence de température entre les deux senseurs au-dessus du porte-échantillon est grandement réduite, voir presque nulle. La conclusion à tirer est alors qu'il est important, lors de la prise de mesure, de faire attention à ce que la température de l'échantillon soit la plus uniforme possible. En d'autres termes, il faut coordonner les mesures avec le cycle du PID.

Bien entendu, dans la pratique, ce genre de méthodologie est peu souhaitable, mais de par les limites du montage, il est difficile de faire autrement. Tout d'abord, le régulateur de température ne se base que sur un point unique de l'échantillon. Ainsi, le PID peut être parfaitement ajusté pour régler la température à un point précis de l'échantillon, mais ceci ne garantit aucunement que la température est uniforme. De plus, la chaleur provient de l'appareil de chauffage, alors que l'échantillon est refroidi via l'extrémité de l'amenée de courant. Ces deux endroits ne sont pas situés au même endroit sur le montage, et forcément, il est difficile d'avoir en tout temps une température uniforme. À l'avenir, il faudrait plutôt prendre en compte cette réalité et calibrer les données avec une courbe de référence, qui traduirait précisément le gradient qui existe sur la longueur de l'échantillon.

Une autre façon de confirmer si la température est assez uniforme sur tout l'échantillon est de faire une mesure du courant critique à différents endroits, étant donné que cette propriété dépend de la température. La figure 4.8 montre la tension mesurée à 77 K à trois endroits différents de l'échantillon, chacun distancé de quelques centimètres. Pour un pulse

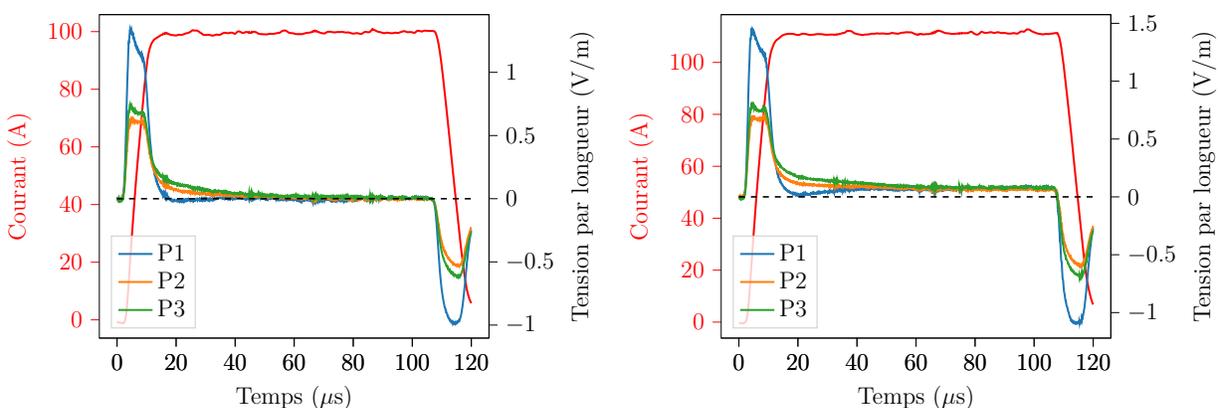
de 100 A, la tension mesurée aux trois endroits est nulle, alors qu'à 105 A, une tension à peu près identique apparaît aux différents endroits de l'échantillon. Ceci indique que le profil du courant critique dans l'échantillon est assez uniforme et puisque le courant critique est fonction de la température, cette dernière est semblable sur la longueur de l'échantillon.

Il faut rappeler que la réduction du nombre d'étages de cuivre dans l'amenée de courant pouvait présenter un problème au niveau de l'inductance. Les mesures expérimentales effectuées ont cependant permis de montrer que la nouvelle amenée de courant ne posait pas de problème à ce niveau. Ainsi, le compromis réalisé sur l'inductance était un faible coût par rapport au gain réalisé sur l'uniformité de la température. Toutefois, puisque la source de courant pulsé peut atteindre des milliers d'ampères, il faut garder en tête qu'il est possible que ces conclusions deviennent fausses à plus fort courant.

4.2 Analyse de sensibilité du modèle UC volumes finis

4.2.1 Validation et convergence du modèle

Les résultats obtenus par la méthode des volumes finis décrite au chapitre précédent ont été validés afin de confirmer l'efficacité du modèle. Le code en éléments finis, programmé avec le logiciel COMSOL, qui était utilisé précédemment lors de l'analyse des résultats, a été utilisé comme modèle de référence. Rappelons que l'objectif de développer un nouvel algorithme en volumes finis était de se départir complètement de tout autre logiciel, comme COMSOL, afin



(a) Courant maximum de 100 A.

(b) Courant maximum de 105 A.

Figure 4.8 Tensions mesurées à 3 endroits différents du porte-échantillon à 77 K pour des courants maximums de 100 A et 105 A. On constate que le courant critique est environ identique pour les trois positions, et donc assez uniforme sur la longueur de l'échantillon.

d'automatiser l'analyse des résultats.

On suppose que la solution obtenue à partir du code en éléments finis, avec une discrétisation assez fine, correspond à la solution exacte, qui est impossible à calculer analytiquement dans les cas étudiés. La figure 4.12b présente le profil en température sur l'épaisseur de l'échantillon, calculé pour les trois méthodes (Euler explicite, Euler implicite, Trapèze implicite) ainsi que la solution donnée par COMSOL [9], pour le jeu de mesures de la figure 4.12a. Les trois modèles calculent le même profil de température que la solution obtenue en éléments finis. La même validation a été réalisée pour différentes mesures, et on peut affirmer que la méthode des volumes finis permet d'obtenir les résultats attendus.

Comme tout modèle numérique, il est pertinent d'étudier la convergence de la solution trouvée en fonction du pas de temps afin de s'assurer de la validité des calculs. On cherche à déterminer à quel point la discrétisation temporelle doit être fine pour que la précision des calculs ne soit plus influencée et que la solution change peu. Une métrique qui pourrait permettre d'obtenir l'amplitude de l'erreur serait la suivante :

$$\eta = \max \left\{ \frac{|T_{\text{ef}} - T_{\text{vf}}|}{T_{\text{ef}}} \right\},$$

où la solution T_{vf} correspond à celle obtenue par le modèle développé, et la solution T_{ef} représente le résultat attendu. Comme on trouve une solution sur toute l'épaisseur de l'échantillon,

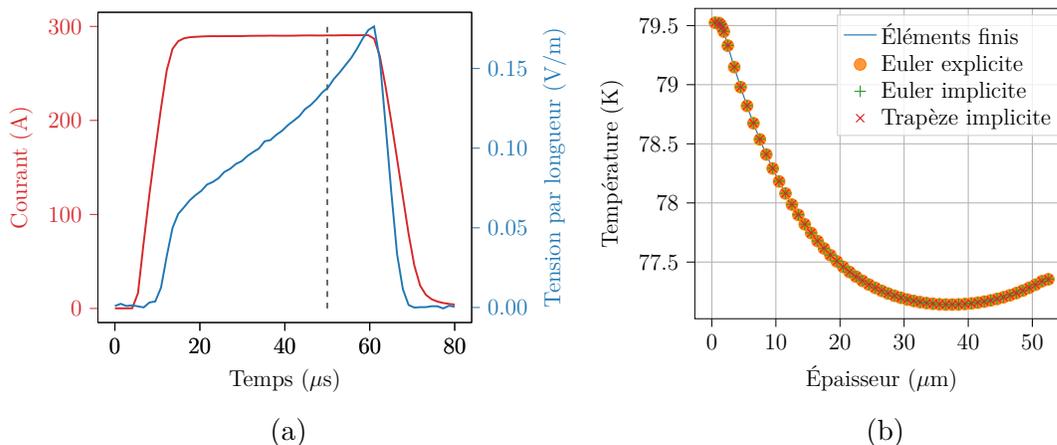


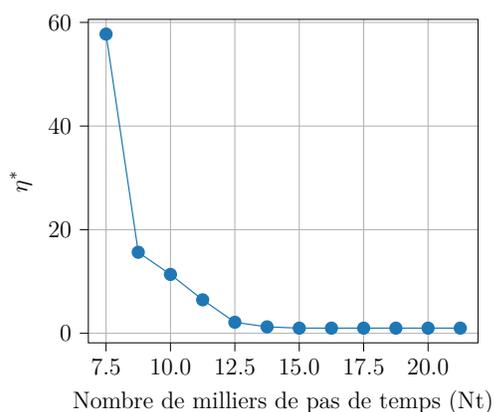
Figure 4.9 (a) Pulse de courant et mesure de tension obtenus expérimentalement et utilisés afin de comparer la performance du modèle volumes finis avec les simulations d'éléments finis. (b) Profil de température simulé sur l'épaisseur du ruban supraconducteur avec les différentes méthodes de résolution. L'ensemble des trois méthodes du modèle en volumes finis permet d'obtenir le profil en température voulu.

on choisit de regarder l'erreur maximum sur le profil. Cependant, cette métrique possède des limites. La solution que l'on cherche à calculer est en réalité une différence de température par rapport à la température initiale. Ainsi, dans cette optique, il faut garder en tête qu'une erreur de 1 K sur une différence de température finale de 3 K est plus significative que sur une différence de température beaucoup plus grande. On choisit donc de regarder une autre métrique d'analyse, plus adaptée au problème :

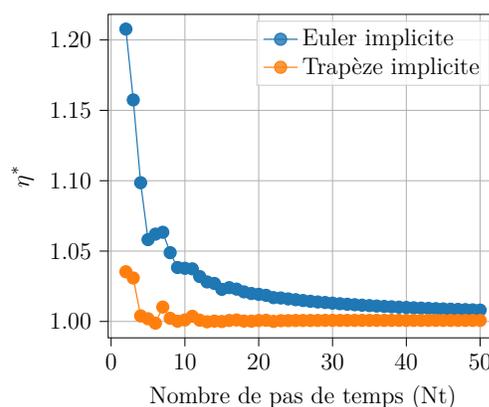
$$\eta^* = \max \left\{ \frac{|T_{ef} - T_{vf}|}{\max(T_{ef}) - \min(T_{ef})} \right\}.$$

L'erreur η^* permet d'analyser la précision des calculs relativement à la variation de température que l'on observe. La figure 4.10 présente le comportement de η^* pour les trois schémas de résolution du modèle en fonction du nombre de pas de temps N_t utilisés. On constate que les deux méthodes de résolution implicite convergent plus rapidement que le modèle explicite, ce qui justifie tout à fait leur implémentation. En fait, de par la nature du modèle explicite, il est nécessaire d'avoir un nombre minimum d'éléments pour être en mesure de calculer une première solution, ce qui n'est pas le cas pour les schémas implicites. De plus, la méthode trapèze implicite semble la plus appropriée pour le problème étudié, car elle permet de réduire l'erreur le plus rapidement.

Le tableau 4.1 présente le temps de calcul nécessaire pour obtenir la même précision pour les trois schémas de résolution. Cette optimisation du temps de calcul en utilisant les méthodes implicites aura son importance pour l'optimisation des paramètres d'entrée du modèle, tel que discuté à la section 4.2.3.



(a) Euler explicite.



(b) Euler implicite et trapèze implicite.

Figure 4.10 Erreur η^* en fonction du nombre de pas de temps pour les trois schémas de résolution du modèle volumes finis.

Tableau 4.1 Temps de calcul nécessaire pour atteindre la convergence selon les différents schémas de résolution du modèle volumes finis.

Modèle	Nt	η^*	Temps de calcul (s)
Euler explicite	20000	1	47,59
Euler implicite	50	1	0,78
Trapèze implicite	50	1	0,87

4.2.2 Mesure expérimentale de la température initiale

La température initiale du ruban supraconducteur est un paramètre d'entrée important du modèle volumes finis, car l'ensemble des résultats découlent de cette valeur. Il est donc primordial de pouvoir déterminer adéquatement la température expérimentale de l'échantillon au début de la mesure. Comme mentionné précédemment, le capteur de température sur lequel l'expérimentateur se base pour connaître les conditions initiales du supraconducteur est fixé directement sur le porte-échantillon. Ainsi, l'épaisseur du PBC qui sépare le capteur de l'échantillon introduit une erreur dans la mesure de température.

Des tests expérimentaux ont été réalisés afin de quantifier cette différence. Un capteur de température a été positionné à la place de l'échantillon, alors qu'un second capteur est resté à l'endroit habituel sur le montage (cernox). À noter que la même méthodologie décrite précédemment pour calibrer la lecture des capteurs à 77 K a été appliquée. À l'équilibre, soit à la température de l'azote liquide, un écart de 2,33 K a été mesuré entre la température de l'échantillon et la température donnée par le montage. Cette différence était à peu près la même tout au long du cycle de régulation du PID. L'échantillon se trouvant plus proche de l'appareil de chauffage, la température mesurée sur le dessus du porte-échantillon est donc plus froide que l'état réel de l'échantillon. Cette correction de température est prise en compte ensuite dans l'analyse des résultats et dans l'utilisation du modèle UC. Afin de connaître la température initiale de l'échantillon avant la mesure, on ajoute 2,33 K à la température indiquée par le capteur.

4.2.3 Optimisation des paramètres du modèle

Comme expliqué précédemment, le modèle UC permet de calculer la distribution du courant circulant dans chacune des couches de l'échantillon à tout moment de la mesure. Ceci implique cependant de connaître a priori certains paramètres d'entrée du modèle. En effet, étant donné que le courant dans le supraconducteur est calculé à partir du courant dans chacune des autres couches du ruban, il est primordial que la mesure de tension, ainsi que l'épaisseur et

la résistivité des couches d'argent et d'hastelloy, soient le plus exacte possible afin de bien simuler la réalité.

Jusqu'à présent, il a été considéré que les rubans supraconducteurs étaient composés d'une couche de $1 \mu\text{m}$ d'argent de part et d'autre de l'échantillon. De par la nature du processus de fabrication, l'épaisseur d'argent peut cependant être légèrement différente, et ce petit écart est suffisant pour obtenir de mauvais résultats avec le modèle UC. Si la géométrie, ainsi que tous les autres paramètres d'entrée sont exacts, le courant calculé dans le supraconducteur lors d'une mesure de *quench* devrait être précisément nul. Ceci s'explique par le fait qu'une fois le supraconducteur à l'état normal, le courant doit circuler uniquement dans les couches d'argent ou dans le substrat.

Basé sur ce principe physique, un balayage de tous les paramètres d'entrée a été effectué sur 11 mesures différentes de *quench* afin de déterminer quels jeux de paramètres permettent d'obtenir les meilleurs résultats. Différentes sommes totales d'épaisseur d'argent (couche du dessus et du dessous) variant entre 1,5 et 2,5 microns ont été testées avec différente répartition de l'argent total sur la couche du dessus. La mesure de tension ainsi que la température initiale étant également des paramètres d'entrée du modèle, ces derniers ont été considérés dans l'optimisation. Une correction de $\pm 3 \%$ de la mesure de tension ainsi qu'une correction de $\pm 2 \text{ K}$ de la température initiale ont été calculées. Le détail des paramètres d'entrée du modèle qui ont été variés est présenté à la figure 4.11. C'est donc au total 300 combinaisons différentes de paramètres du modèle qui ont été testées sur 11 mesures ayant un courant et une durée différents.

Le jeu de paramètres qui a été considéré comme optimal est celui présenté au tableau 4.2. Pour 6 des 11 mesures, cette combinaison de paramètres permettait d'obtenir le courant résiduel (courant durant le *quench*) le plus faible en valeur absolue (ou très proche du minimum). Pour les 5 autres mesures, les paramètres permettaient tout de même d'obtenir de bons résultats, avec un courant résiduel moyen ne dépassant pas 15 A (sur quelques centaines d'ampères par rapport au pulse total).

On remarque que la répartition d'argent est presque égale entre les 2 couches, ce qui était attendu. De plus, de meilleurs résultats sont obtenus avec une épaisseur totale légèrement plus petite que $2 \mu\text{m}$. La figure 4.12 présente la distribution de courant obtenue avec le jeu de paramètres du tableau 4.2 pour une des mesures prises.

Il est également possible de valider que les paramètres optimaux calculés sont plausibles en comparant la température critique obtenue par les simulations avec celle mesurée expérimentalement. La figure 4.13 présente le courant simulé dans le supraconducteur en fonction de la température aux différents instants du pulse, ainsi qu'une mesure expérimentale de la

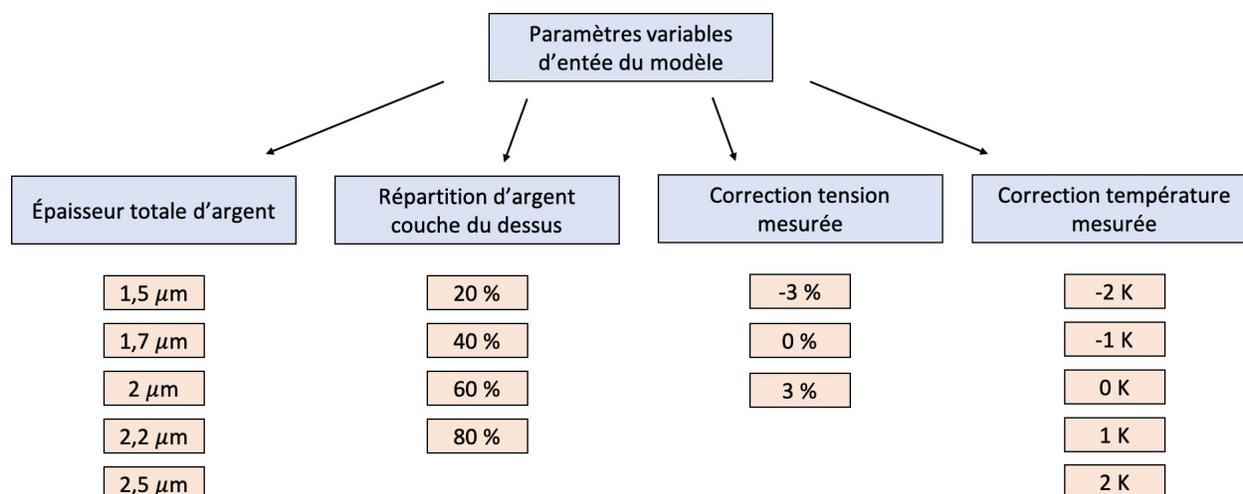


Figure 4.11 Ensemble des différents paramètres d'entrée du modèle UC qui ont été considérés pour obtenir la combinaison optimale.

Tableau 4.2 Paramètres d'entrée du modèle qui permettent d'obtenir les meilleurs résultats pour le plus grand nombre de mesures.

Paramètre	Valeur
Épaisseur totale d'argent	1,7 μm
Épaisseur haut argent	1,02 μm
Épaisseur bas argent	0,68 μm
Correction tension	+ 3 %
Correction température	- 2 K

tension en fonction de la température. Le modèle UC, avec les paramètres considérés comme optimaux, donne une température critique d'environ 90 K, alors que la température critique mesurée pour le ruban est de 92,5 K. La faible différence est jugée acceptable et on peut être confiant que les paramètres d'entrée du modèle UC sont valides.

Il faut cependant préciser que les résultats présentés à la figure 4.13 sont pour un échantillon différent (un autre ruban de la compagnie *SuperPower*) que celui utilisé pour calculer les paramètres optimaux du tableau 4.2. Seule la correction de température a été modifiée afin d'obtenir les résultats présentés. À ce sujet, il faut apporter une précision importante; la correction en température est calculée par rapport à la température initiale mesurée par le senseur au moment de la mesure, comme expliqué à la section précédente. Ceci implique qu'il faut garder en tout temps les mêmes points de mesure sur le porte-échantillon. En changeant l'endroit où la mesure de tension est effectuée, la distance entre la mesure et la

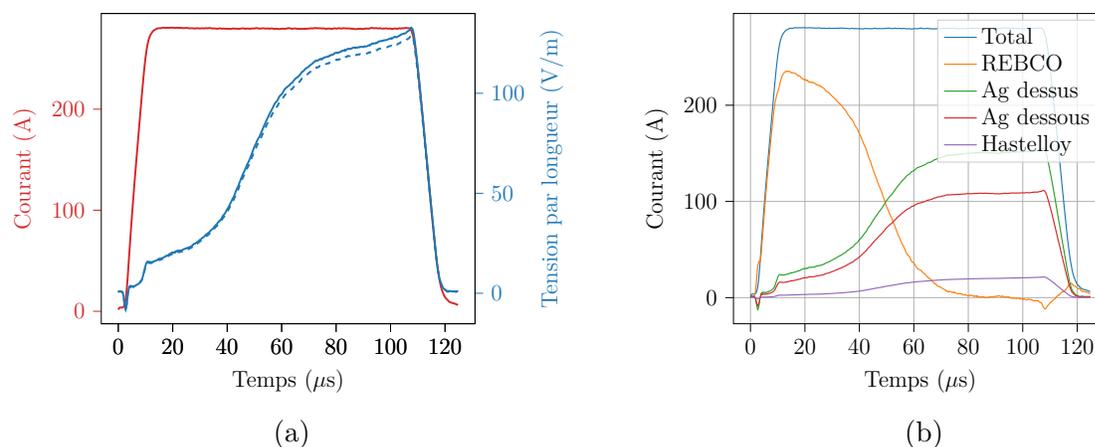


Figure 4.12 Résultats du modèle UC obtenus en utilisant la combinaison de paramètres d'entrée du modèle optimal. (a) Pulse de courant et mesure de tension. La tension en pointillé représente la tension originale, alors que la ligne pleine représente la tension corrigée de 3%. (b) Distribution du courant dans chacune des couches de l'échantillon durant la mesure. On remarque que le courant dans le supraconducteur à la fin du pulse est constant et nul, ce qui est indice qu'il y a eu une transition à l'état normal.

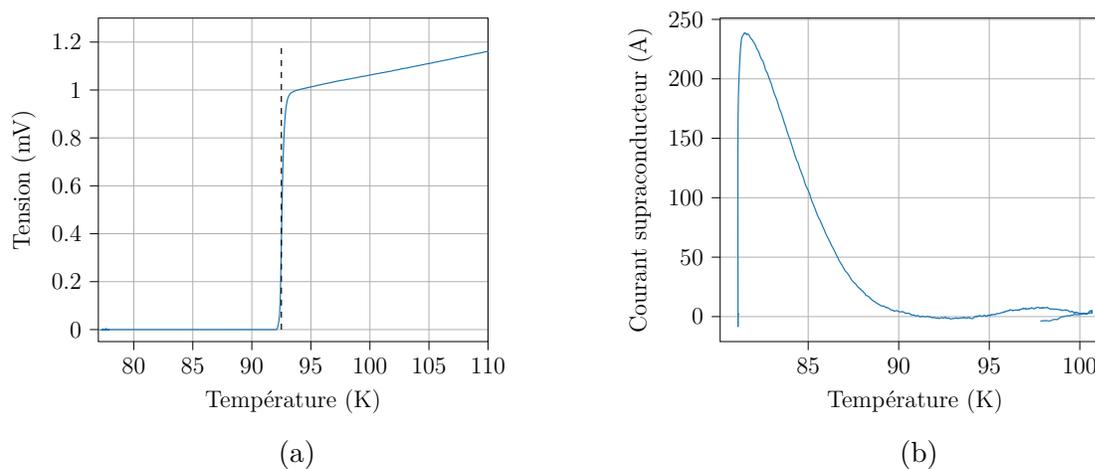


Figure 4.13 Comparaison de la température critique obtenue expérimentalement et avec le modèle UC. (a) Tension mesurée expérimentalement en fonction de la température. La mesure donne une température critique d'environ 92,5 K. (b) Courant en fonction de la température dans le supraconducteur calculé par le modèle UC. La température critique obtenue par le modèle UC est d'environ 91 K.

prise de température de référence est modifiée, ce qui a pour effet de changer la correction de température qui devrait être appliquée. On peut donc dire que si la géométrie optimale trouvée dépend de l'échantillon, la correction de température est plus susceptible de varier

d'une mesure à l'autre en raison du système de mesure. Comme l'échantillon a été modifié entre le début et la fin de cette étude sur les paramètres optimaux, il est normal que la correction en température ne soit plus identique, car le senseur n'est pas fixé de la même manière. En revanche, l'épaisseur et la correction sur la tension sont restées identiques, même s'il aurait été tout à fait justifié de valider à nouveau l'épaisseur totale d'argent sur le nouveau ruban. D'ailleurs, il est recommandé de refaire cette méthodologie pour trouver les paramètres optimaux d'entrée à chaque échantillon et ce, pour chaque campagne de mesure, toujours en validant avec quelques mesures de *quench* que les paramètres optimaux sont plausibles physiquement.

4.3 Étude de rubans supraconducteurs gravés

4.3.1 Motivations

Comme mentionné à la section 2.6, les échantillons étudiés sont recouverts d'une couche d'argent afin de protéger le supraconducteur d'un courant et d'un échauffement qui pourrait l'endommager. Toutefois, lorsque l'on cherche à mesurer la tension exacte aux bornes du supraconducteur ainsi que le courant traversant l'échantillon, la couche d'argent introduit une erreur dans les mesures en agissant à titre de résistance parallèle. De plus, bien que l'argent permet d'éviter un bris du supraconducteur, il empêche également de tester correctement le comportement de ce dernier sous de forts courants, ce qui est précisément le but de ces travaux de recherche.

On peut préparer des rubans supraconducteurs avec une section d'argent gravé en laboratoire. Une gravure chimique ne s'attaquant pas au supraconducteur permet de retirer l'épaisseur d'argent voulue sur la longueur désirée. Pour ce faire, l'ensemble de l'échantillon est masqué avec un ruban de kapton, sauf à l'endroit de la gravure, puis plongé dans un mélange d'eau, d'ammoniac et de peroxyde, selon des proportions précises. Par manque de temps, des échantillons de ce type ont été préparés, mais les mesures pulsées n'ont pu être terminées. Toutefois, un certain travail préliminaire aux mesures a été accompli.

4.3.2 Simulations

Des simulations en éléments finis ont été réalisées afin de déterminer les bonnes conditions permettant de tester le ruban gravé sans toutefois endommager le supraconducteur. Les simulations ont également permis d'établir une relation entre la mesure de tension au bord de la gravure et la tension dans le supraconducteur. Du point de vue expérimental, il est encore nécessaire de mesurer la tension directement sur l'argent restant, car la surface du

REBCO est trop fragile.

Géométrie et formulation mathématiques

La géométrie du ruban gravé utilisé pour les simulations est schématisée à la figure 4.14. On choisit d'observer l'évolution des conditions uniquement sur la longueur du ruban et de simuler seulement la couche d'argent au-dessus du supraconducteur.

Pour simuler correctement le comportement du supraconducteur en fonction de la température, la conductivité électrique du REBCO a été approximée par une loi de puissance combinée avec une conductivité normale pour modéliser deux résistances en parallèle [19]. En équation, on a :

$$\sigma_{\text{REBCO}}(T) = \sigma_s(T) + \sigma_n, \quad (4.1)$$

où, en partant de l'équation 2.8, on dérive $\sigma_s(T)$ comme suit :

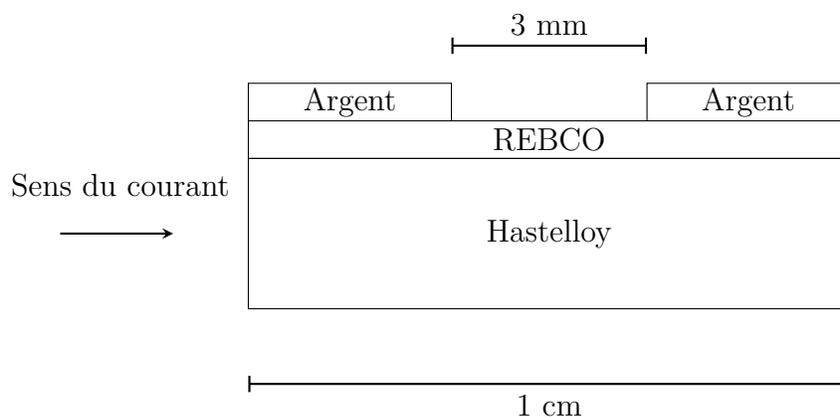


Figure 4.14 Géométrie et dimension du ruban supraconducteur gravé utilisé pour les simulations numériques. Les simulations ont été réalisées sur une longueur de ruban de 1 cm pour une gravure situé au milieu d'une largeur de 3 mm. Le courant est injecté du côté gauche du ruban dans la couche d'argent.

$$\begin{aligned}\frac{J}{J_c(T)} &= \left(\frac{E}{E_0}\right)^{1/n(T)}, \\ J &= J_c(T) \frac{E_0}{E} \left(\frac{E}{E_0}\right)^{1/n(T)}, \\ \frac{J}{E} = \sigma_s(T) &= \frac{J_c(T)}{E} \frac{E_0}{E_0} \left(\frac{E}{E_0}\right)^{1/n(T)}, \\ \sigma_s(T) &= \frac{J_c(T)}{E_0} \left(\frac{E}{E_0}\right)^{\frac{1-n(T)}{n(T)}}.\end{aligned}$$

Toujours selon [19], les fonctions $J_c(T)$ et $n(T)$ sont analytiquement :

$$J_c(T) = \begin{cases} J_{c_0} \left(\frac{T_c - T}{T_c - T_0}\right) & \text{pour } T < T_c, \\ 0 & \text{pour } T \geq T_c \end{cases} \quad (4.2)$$

$$n(T) = \begin{cases} (n_0 - 10) \left(\frac{T_c - T}{T_c - T_0}\right) + 10 & \text{pour } T < T_c, \\ 1 & \text{pour } T \geq T_c \end{cases} \quad (4.3)$$

avec T_0 une température arbitraire en dessous de T_c , J_{c_0} la densité de courant à T_0 et n_0 l'exposant de la loi de puissance à T_0 . Avec ces équations en main, il est possible de simuler le comportement thermo-électrique des rubans supraconducteur. Le tableau 4.3 résume les principaux paramètres utilisés dans le modèle. La température initiale de l'échantillon est fixée à 85 K alors que la température critique est choisie à 90 K (valeur approximative du type de ruban étudié). La température initiale est volontairement fixée proche de la température critique pour simuler les pires conditions possible dans l'échantillon.

Tableau 4.3 Principaux paramètres utilisés dans le modèle de simulation par éléments finis.

Paramètre	Valeur [19]
T_0	50 K
n_0	20
J_{c_0}	8×10^6 A/m ²
T_c	90 K
T_{int}	85 K

Résultats

La figure 4.15 présente la forme du pulse utilisée comme intrant dans les simulations éléments finis. Comparativement aux pulses habituellement envoyés dans les rubans supraconducteurs, on remarque que l'amplitude du courant ainsi que la durée du pulse sont beaucoup plus faibles pour éviter d'endommager l'échantillon. Étant donné la température initiale à 85 K, on peut calculer le courant critique de l'échantillon simulé à partir de l'équation (4.2). On trouve que $I_c(85 \text{ K}) = 40 \text{ A}$, alors que le courant appliqué est de 108 A. Comme le pulse atteint $2,7I_c$, on confirme que l'on simule vraiment le régime sur-critique.

Les résultats les plus intéressants à analyser sont ceux à la fin du pulse, moment où l'échauffement est maximum dans l'échantillon. La figure 4.16 illustre le profil en deux dimensions de la température et de la tension à $31 \mu\text{s}$. Sans grande surprise, l'échauffement est très important dans la région gravée et s'étend même jusqu'aux extrémités de la gravure. En ce qui concerne la tension, cette dernière a un profil assez linéaire à l'endroit de la gravure.

La figure 4.17 offre une autre visualisation des résultats obtenus toujours à $31 \mu\text{s}$, en traçant cette fois-ci le profil de la température et de la résistivité dans la couche supraconductrice. Les deux variables étant directement corrélées, il est normal que ces dernières suivent le même comportement. Il est logique d'observer que la température augmente plus rapidement aux extrémités de la gravure à cause de l'importante accumulation du courant dans cette région (*current crowding*) [20]. Par contre, on remarque que les températures maximales atteintes ne sont pas exactement aux extrémités de la gravure (situées à 3,5 mm et 6,5 mm).

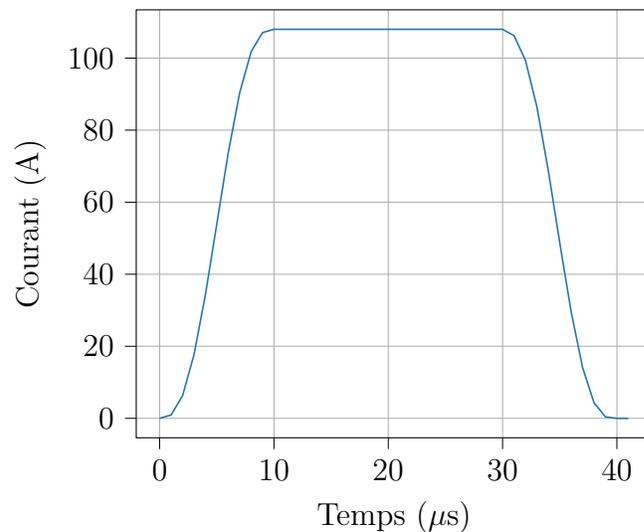


Figure 4.15 Forme du pulse utilisée comme intrant dans les simulations de l'échantillon gravé.

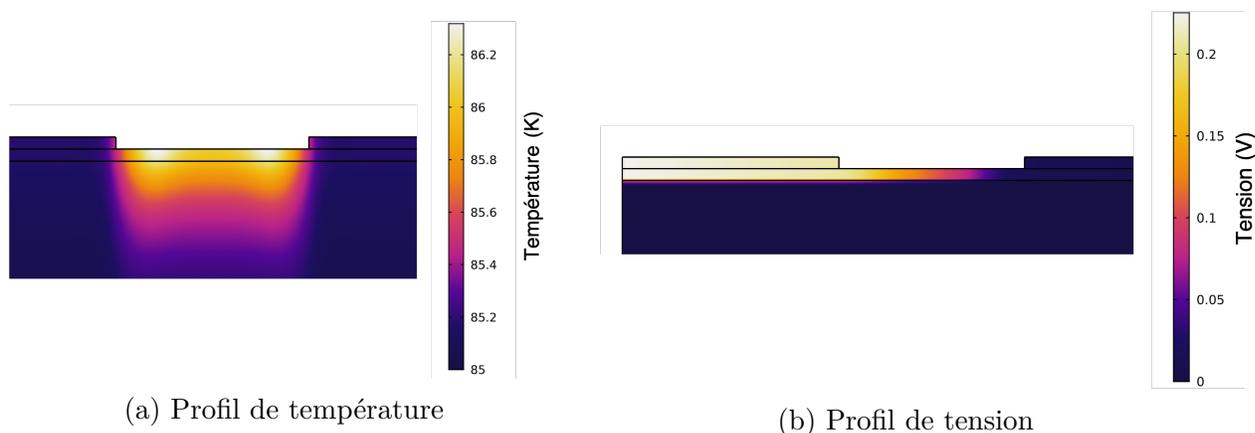


Figure 4.16 Profils de température et de tension simulés à l'endroit de la gravure à 31 μs .

Il est difficile d'expliquer précisément ce phénomène, mais une hypothèse possible serait que c'est à cet endroit précis dans la gravure que la chaleur n'est plus en mesure de se dissiper correctement dans l'argent autour. Au début de la gravure, même si tout le courant se met à circuler dans la couche supraconductrice, la chaleur peut encore se dissiper dans l'argent et dans l'hastelloy, mais ce n'est plus le cas un peu plus loin. Ceci n'explique cependant pas pourquoi la température ne serait pas davantage uniforme dans la partie gravée. Il est donc possible que ce phénomène soit en partie attribuable à une erreur numérique de simulation. Étant donné que les équations implémentées ne sont pas linéaires et que l'on cherche à simuler le régime sur-critique, les résultats sont sensibles à une accumulation d'erreurs qui peuvent au final donner des résultats aberrants, comme c'est peut-être le cas pour ces 2 points dans le profil du ruban.

Finalement, la figure 4.18 présente le profil en tension obtenu après simulation dans la couche supraconductrice à différent moment du pulse. Les lignes pointillées noires sur la figure sont associées à la tension simulée dans la couche d'argent au-dessus, aux mêmes instants. Ces résultats confirment que la tension dans la couche supraconductrice suit un comportement linéaire de part et d'autre de la gravure à tout moment du pulse. De plus, il reste nécessaire, du point de vue expérimental, que les points de mesure de tension du porte-échantillon soient encore en contact avec l'argent de part et d'autre de la gravure. Les simulations valident que cette façon de procéder permet de mesurer sans trop d'erreurs la différence de tension dans la section gravée du ruban supraconducteur.

Les simulations réalisées permettent donc d'avoir une idée du pulse qu'il est possible d'envoyer de manière sécuritaire pour l'échantillon et de valider le profil en tension dans le supraconducteur. Cependant, les simulations restent très instables. En effet, une très légère augmentation

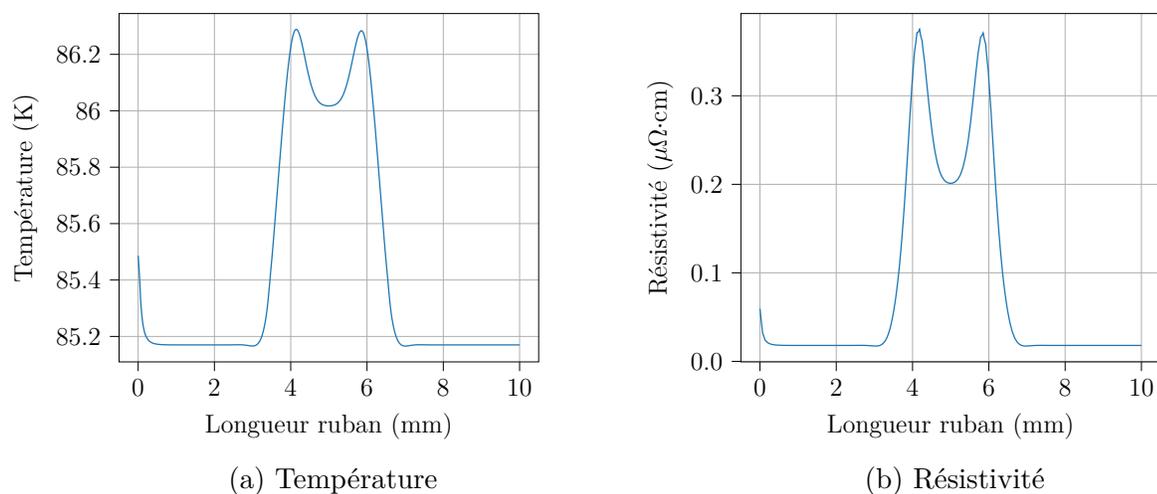


Figure 4.17 Profil de la température et de la résistivité sur la longueur du ruban obtenue par simulation pour la couche supraconductrice.

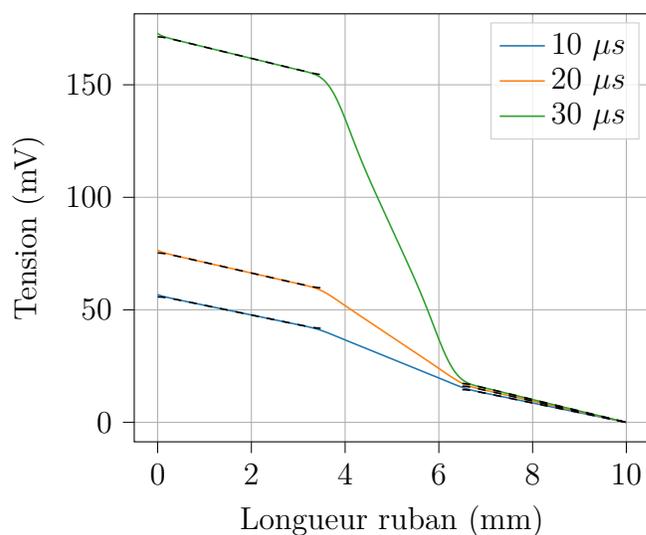
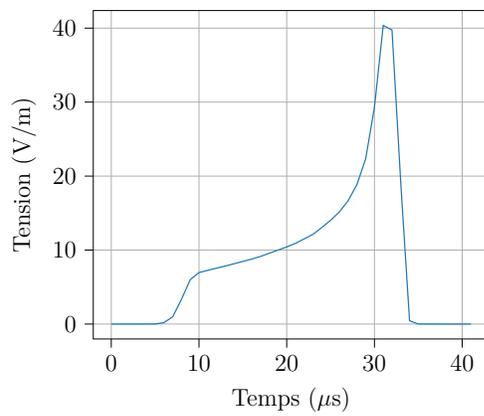


Figure 4.18 Profil sur la longueur du ruban de la tension obtenue par simulation pour la couche supraconductrice. Les lignes pointillées noires représentent la tension simulée dans la couche d'argent au-dessus, aux mêmes instants du pulse.

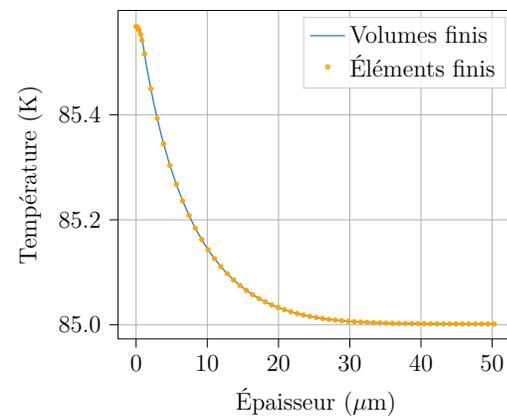
de la durée du pulse ou du courant maximum est suffisante pour faire complètement escalader la température à l'endroit de la gravure. Ceci rappelle à quel point il est important, du point de vue expérimental, d'augmenter progressivement la valeur du courant du pulse envoyé dans l'échantillon gravé.

4.3.3 Validation du modèle UC en volumes finis avec échantillon gravé

Malgré que la géométrie des rubans étudiés n'est plus la même pour des échantillons avec gravure, le modèle UC reste encore valide pour l'analyse des mesures pulsées. En effet, en mesurant la différence de tension de part et d'autre de la gravure et, en considérant une épaisseur d'argent nulle dans le modèle UC, on peut connaître l'évolution des conditions à tout moment durant le pulse. Ces hypothèses sont validées en comparant le résultat donné par les simulations éléments finis (COMSOL) et par le modèle de volumes finis développé dans le cadre de cette maîtrise. La figure 4.19a présente la tension de part et d'autre de la gravure obtenue par simulation à $30 \mu\text{s}$. La longueur de mesure prise est de 5 mm pour simuler une mesure expérimentale faite avec le porte-échantillon. La figure 4.19b, quant à elle, compare le profil en température sur l'épaisseur du ruban, au centre de la gravure, obtenu selon le modèle UC en simulation par éléments finis et par le modèle volumes finis. Encore une fois, les résultats concordent, car le profil en température calculé par éléments finis est identique à celui obtenu par volumes finis. Dans le cas d'un ruban gravé, il est donc possible d'uniquement changer l'épaisseur d'argent considéré sans rien modifier à la logique du code. La méthodologie d'analyse se modifie donc rapidement pour l'étude de rubans gravés.



(a)



(b)

Figure 4.19 Validation du modèle UC en volumes finis pour les échantillons gravés. (a) Profil en tension de part et d'autre de la gravure à 30 μs obtenues par simulation éléments finis. (b) Profils en température sur l'épaisseur du ruban à l'endroit de la gravure à 30 μs obtenus par le modèle UC avec éléments finis et volumes finis.

CHAPITRE 5 ANALYSE DE LA RÉSISTIVITÉ DANS LE RÉGIME *FLUX FLOW*

Tel que mentionné au début de ce mémoire, l'objectif principal des travaux dans le cadre de cette maîtrise porte sur la caractérisation de la résistivité électrique dans le régime sur-critique. Si les chapitres précédents ont permis de présenter les étapes intermédiaires et les sous-objectifs nécessaires à accomplir au préalable, cette section présente les mesures, l'analyse, ainsi que les résultats obtenus en lien avec l'objectif principal.

5.1 Acquisition des résultats

5.1.1 Mesures

En premier lieu, la source de courant pulsé, le cryostat ainsi que l'électroaimant ont permis de récolter un important jeu de mesure sur un échantillon de type *SuperPower*. De multiples points de mesure en courant, température, tension et champ magnétique pour le supraconducteur ont été obtenus. L'acquisition des données expérimentales s'est réalisée en présence d'un champ magnétique appliqué perpendiculairement à l'échantillon, allant de 0 à 2 T. Les différentes configurations de la source de courant pulsé on permet un balayage sur une plage de courant allant de 50 à 400 A. La modification de la condition d'équilibre du cryostat a finalement permis de prendre des mesures pour des températures entre 69 et 81 K. À partir de ces données, on peut ainsi obtenir, après analyse, une série de courbe tension-courant isotherme à champ magnétique constant pour extraire la résistivité en régime de *flux flow*, tel que défini sur la figure 2.6. Notons tout de suite que l'utilisation de cette définition de la résistivité, bien que simple à comprendre et à calculer, fera d'ailleurs le point d'un sujet de discussion à la fin de ce chapitre.

5.1.2 Traitement des mesures

Pour chaque mesure pulsée, on obtient une série de points courant-tension ayant tous une température légèrement différente en raison de l'échauffement qui se produit dans l'échantillon. Pour cette raison, l'utilisation du modèle UC permet de traiter dans un premier temps les mesures brutes pour obtenir l'ensemble des conditions expérimentales du supraconducteur à chaque instant des mesures. Il est nécessaire au préalable de choisir soigneusement la plage valide des résultats, comme schématisé sur la figure 2.8, pour éliminer tous les phénomènes liés aux pics d'induction de tension ainsi qu'à la relaxation magnétique. Finalement, une op-

timisation des paramètres d'entrées (principalement la correction sur la température initiale) est faite au préalable afin de s'assurer que les paramètres utilisés permettent d'obtenir des résultats valides du point de vue physique.

5.2 Analyse à température constante

Bien que des mesures à différentes températures ont été prises, cette section de l'analyse se concentre uniquement sur les mesures réalisées à 74 K ce qui est suffisant pour illustrer l'approche.

5.2.1 Courbe $V - I$ isotherme

Une fois le traitement des données terminé, il est possible de tracer le comportement des courbes $V - I$ obtenues aux différents champs magnétiques. La figure 5.1 montre le résultat obtenu pour les champs magnétiques de 400 et 2000 mT. On représente également, par les différentes couleurs, la température du supraconducteur calculée par le modèle UC à chacun des points afin de prendre en compte l'échauffement qui se produit durant les mesures. Afin d'éviter de surcharger les figures, on affiche uniquement les points qui sont au maximum 2 K supérieurs à la température initiale. Ceci a pour conséquence de réduire le nombre de points dans la région à plus fort courant. On constate qu'un échauffement rapide se produit dans l'échantillon au fur et à mesure que le courant augmente, ce qui a pour effet de changer grandement l'allure de la courbe $V - I$.

Pour obtenir des points de mesure à température constante, on choisit de restreindre encore davantage la température maximale des points sur la courbe. Comme il est impossible d'éviter complètement l'échauffement de l'échantillon dans le régime sur-critique, on ne garde que les points qui sont au maximum à 1,3 K de la température initiale. Ceci permet d'obtenir dans l'ensemble une courbe $V - I$ que l'on considère isotherme pour le reste de l'analyse. On procède ainsi pour tous les champs magnétiques utilisés lors de la campagne de mesure. La figure 5.2 présente la courbe $V - I$ extraite à partir des informations de la figure précédente, toujours pour les champs magnétiques de 400 et 2000 mT. Comme attendu, on observe un décalage de la courbe $V - I$ en fonction du champ magnétique dû au changement du courant critique. En raison de l'échauffement qui apparaît plus rapidement sous fort champ, il devient encore plus difficile d'obtenir des mesures isothermes partout sur la courbe.

L'objectif d'obtenir des courbes $V - I$ isothermes étant maintenant atteint, il est possible d'extraire le courant critique ainsi que la résistivité en régime de *flux flow*. En effet, tel que définit à la figure 2.6, ρ_{ff} et I_c peuvent être déterminés en appliquant une régression sur

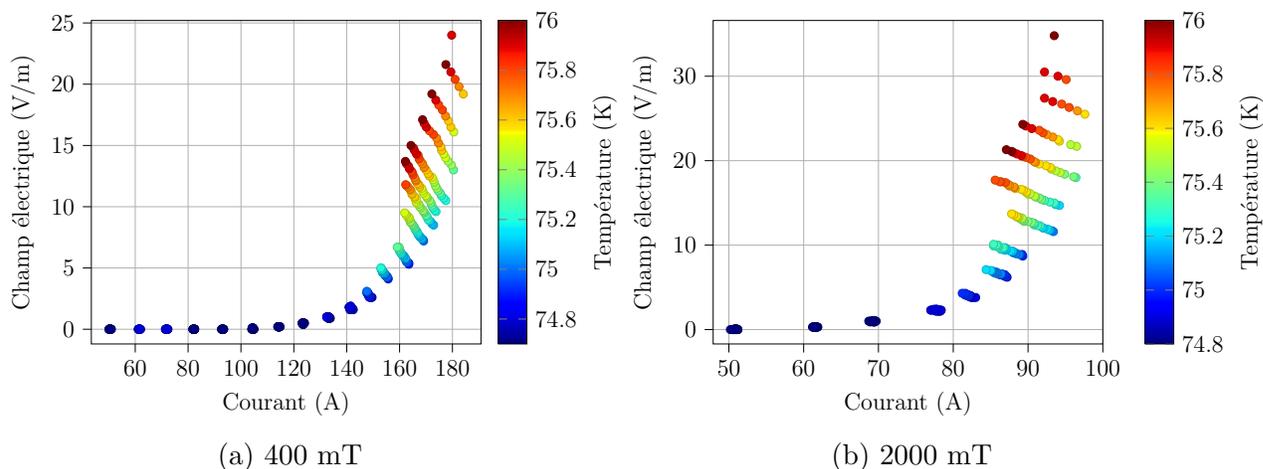


Figure 5.1 Courbes $V - I$ selon la température obtenue après traitement des données pour les mesures sous deux champs magnétiques différents. Les points affichés ont uniquement une température entre 74 K (température initiale de l'échantillon) et 76 K, afin de garder la figure lisible.

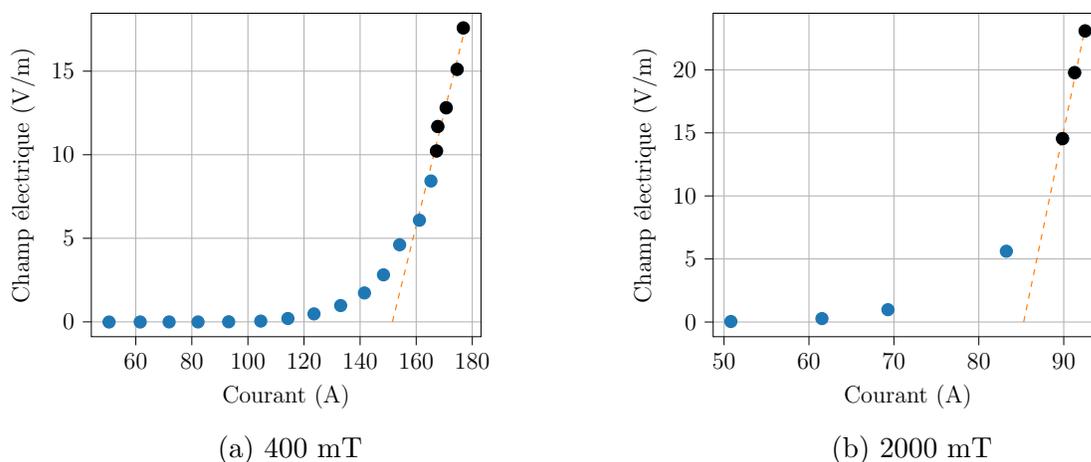


Figure 5.2 Courbes $V - I$ isothermes sous deux champs magnétiques différents et régression linéaire sur le régime *flux flow*. Les points en noir sont ceux faisant partie du régime de *flux flow* utilisés dans le calcul de la régression linéaire.

la section linéaire de la courbe. Évidemment, en raison de la tendance exponentielle, il est difficile de déterminer précisément l'endroit où débute le régime de *flux flow*. Sur la figure 5.2, on présente l'allure de la régression linéaire obtenue ainsi que les points considérés (en noir) comme faisant partie du régime de *flux flow*.

Il est important d'apporter ici une précision sur la méthodologie choisie pour extraire la résistivité de *flux flow* ainsi que le courant critique. Il a été décidé de ne pas utiliser une

loi de puissance pour faire la régression sur les données expérimentales, car il faut préciser qu'il n'a jamais été confirmé que ce modèle est valable à très fort courant. Ainsi, on veut éviter le plus possible de supposer un modèle quelconque aux données expérimentales. Dans cette étude, on fait uniquement la supposition que le comportement du champ électrique en fonction du courant est linéaire dans le régime sur-critique.

Pour chaque champ magnétique, on applique la même procédure et on détermine le courant critique ainsi que la résistivité en régime de *flux flow* de l'échantillon. La figure 5.3 présente le comportement du courant critique en fonction du champ magnétique. On peut interpréter cette courbe comme étant une droite, à température constante, qui est située sur la surface critique du supraconducteur, comme celle schématisée à la figure 2.1.

Il n'existe pas de modèle théorique général qui explique l'évolution du courant critique selon le champ magnétique, car les propriétés d'ancrage dans les supraconducteurs dépendent grandement de la microstructure. De plus, les compagnies qui fabriquent ce type d'échantillon introduisent volontaire un grand nombre de défauts. Ceci étant dit, le modèle empirique de Kim-Anderson suppose que la densité de courant critique est inversement proportionnel au champ magnétique local interne [21]. Sans rentrer en profondeur dans les détails du modèle, et surtout, sans commenter sur la validité de ce dernier, il est tout de même intéressant de

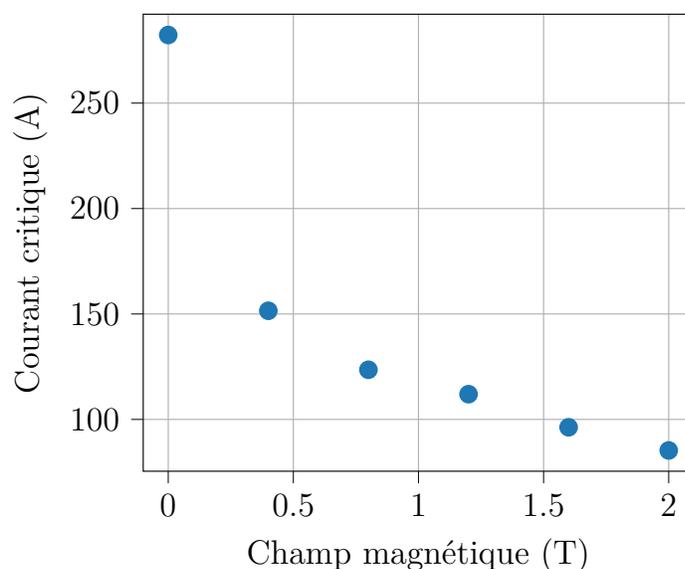


Figure 5.3 Courant critique calculé à partir des courbes isothermes en fonction du champ magnétique appliqué sur le supraconducteur. Le courant critique est déterminé par le croisement sur l'axe des abscisses de la régression linéaire appliqué sur le régime de *flux flow* (figure 2.6)

mentionner que les points de la figure 5.3 semblent suivre un comportement comme celui prévu par le modèle de Kim-Anderson.

5.2.2 Validation du modèle de Bardeen-Stephen

Le résultat le plus intéressant à observer est cependant le comportement de ρ_{ff} selon le champ magnétique appliqué. Avec les mesures et l'analyse présentées, il est possible de valider expérimentalement le populaire modèle de Bardeen-Stephen présenté à l'équation (2.7). Ce dernier affirme que le comportement de la résistivité de *flux flow* est linéaire selon B , et proportionnel à une constante qui correspond au ratio entre la résistivité du supraconducteur à l'état normal et le champ critique B_{c2} . La figure 5.4 présente les ρ_{ff} obtenues à l'étape précédente en fonction du champ, ainsi que le résultat de la régression linéaire appliquée sur les données. Comme prédit par Bardeen-Stephen, on observe effectivement un comportement linéaire.

Après calculs, on trouve une pente équivalente à $1,51 \text{ } \Omega/(\text{m}\cdot\text{T})$ avec un coefficient de régression R^2 de 0,95. On peut valider que le résultat obtenu est plausible en comparant avec l'équation théorique. Pour ce faire, certaines hypothèses sont cependant nécessaires. Tout d'abord, on suppose que la résistivité à l'état normal du supraconducteur est de l'ordre de $100\mu\Omega\cdot\text{cm}$. Notons qu'il aurait été intéressant de pouvoir valider cette valeur expérimentalement à partir

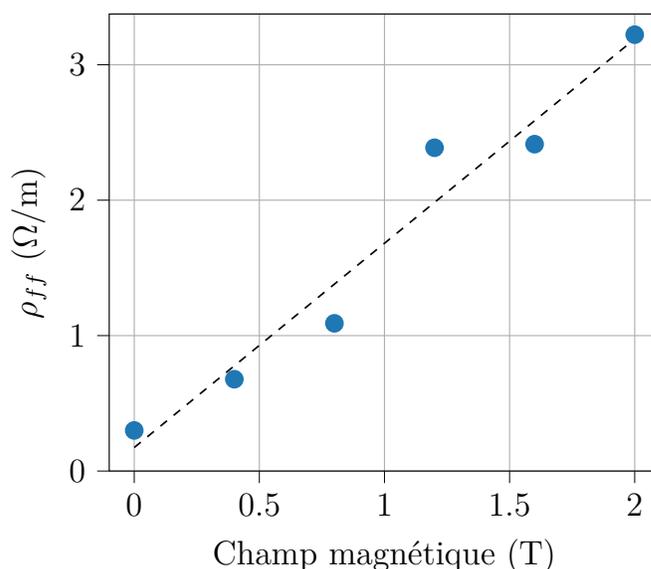


Figure 5.4 Résistivité en régime de *flux flow* en fonction du champ magnétique pour une température de 74 K. Le comportement linéaire dans les données est prévu par le modèle de Bardeen-Stephen.

de mesure pulsée sur un échantillon gravé, tel que décrit au chapitre précédent. Pour les besoins de cette analyse, on se contente cependant de cette hypothèse simple.

En ce qui concerne B_{c2} , il est impossible de le mesurer expérimentalement, mais on peut cependant avoir une idée de l'ordre de grandeur. On sait que le champ critique B_{c2} est relié au quantum de flux Φ_0 et à la longueur de cohérence ξ via la relation suivante :

$$B_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi(T)^2}. \quad (5.1)$$

À la section 9.2.3 de son ouvrage, Tinkham [2] rapporte que la longueur de cohérence de l'YBCO, dans le plan ab (propriété anisotrope) est de l'ordre de 15 Å à $T = 0$ K. Ceci permet de supposer que le champ critique B_{c2} des échantillons étudiés serait d'environ 140 T, chiffre confirmé par les calculs Tixador et Brunet [6]. Pour une différente température, on peut s'attendre à ce que la valeur de B_{c2} soit légèrement différente, mais on se contente de ce premier calcul. On trouve alors que la pente théorique devrait être d'environ 1,79 $\Omega/(m \cdot T)$. Cette valeur théorique est très proche, du moins du même ordre de grandeur, que la valeur obtenue expérimentalement après analyse. Ceci est encourageant, car les mesures semblent non seulement confirmer le comportement linéaire de la résistivité en régime de *flux flow* en fonction du champ magnétique, mais également valider le lien avec la résistivité normale et le champ critique B_{c2} .

5.2.3 Conclusions sur la méthode d'analyse

Bien que les résultats soient prometteurs, l'analyse présentée à la section précédente a été réalisée pour une température unique. On voudrait être en mesure de valider les conclusions obtenues à différentes températures, non seulement parce que le système de mesures nous le permet, mais également parce qu'il serait intéressant de valider que la relation linéaire du modèle de Bardeen-Stephen tient toujours lorsque la température augmente [12]. La méthodologie d'analyse présentée ne fonctionne plus pour d'autres températures initiales. En effet, pour différentes conditions expérimentales, il devient rapidement difficile d'avoir précisément une mesure de courant-tension à la température désirée et au champ magnétique voulu. Ceci rend impossible l'obtention de courbes isothermes en sélectionnant uniquement des points considérés comme suffisamment proche de la température initiale. En réalité, il n'est pas nécessaire d'avoir exactement un point de mesure aux conditions souhaitées, et sous réserve d'avoir suffisamment de mesures différentes, il est tout à fait justifié d'interpoler les courbes $V - I$ à partir des mesures brutes. En pouvant facilement faire varier le courant dans le supraconducteur et la température de ce dernier, il est possible de construire une surface en

trois dimensions à partir d'interpolations bilinéaires et ainsi déterminer la résistivité selon la température et le champ magnétique.

5.3 Analyse par surface d'optimisation

Comme expliqué précédemment, on élabore une nouvelle méthodologie d'acquisition qui consiste à construire une surface d'interpolation sur le nuage de points expérimentaux. On se limite à présenter les étapes de l'analyse pour les mesures à 0 T, étant donné que la procédure est identique pour tous les champs magnétiques.

5.3.1 Construction des surfaces d'optimisation

La figure 5.5 présente les mesures obtenues à 0 T, après traitement avec le modèle UC, dans le plan courant-température. On choisit de travailler avec le logarithme du champ magnétique, représenté par les niveaux de couleurs sur la figure, afin de faciliter les calculs d'optimisation. Les mesures présentées ont le comportement attendu à l'exception de quelques points expérimentaux qui ont volontairement été retirés.

La première étape consiste à construire une grille en deux dimensions sur le nuage de point tel que représenté sur la figure 5.5. Chaque mesure est associée à une différente case de la grille qu'on nomme élément. Les différents points de la grille (jonction des lignes), sont définis comme étant les noeuds ou encore les degrés de liberté du problème. L'idée derrière la construction d'une surface d'optimisation est de déterminer, mathématiquement, la valeur du champ électrique à tous les noeuds de la grille, en fonction des mesures associées à chaque élément. Pour obtenir au final une courbe isotherme du champ magnétique en fonction du courant, il suffit de prendre une tranche de la surface à température constante.

La figure 5.6 schématise une sous-section de la grille. On définit aux noeuds une valeur de champ magnétique $e_{i,j}$. Ce sont précisément ces inconnues du problème que l'on cherche à déterminer et qui permettent de construire une surface sur les mesures. En fonction de la grille choisie, on établit ensuite une relation entre les valeurs aux noeuds ainsi que les points de mesure. Cette relation est construite selon une interpolation bilinéaire dans les deux dimensions du problème, à savoir la température et le courant. À titre d'exemple, voir l'élément représenté à la figure 5.7 avec les 4 noeuds qui lui sont associés. Chacun des noeuds possède une valeur de température et de courant qui est déterminée selon le maillage de la grille choisi. À ces noeuds est également associée une valeur de champ électrique e_{ij} comme illustré auparavant. Supposons également un point expérimental quelconque, identifié d'une croix, compris dans l'élément en question.

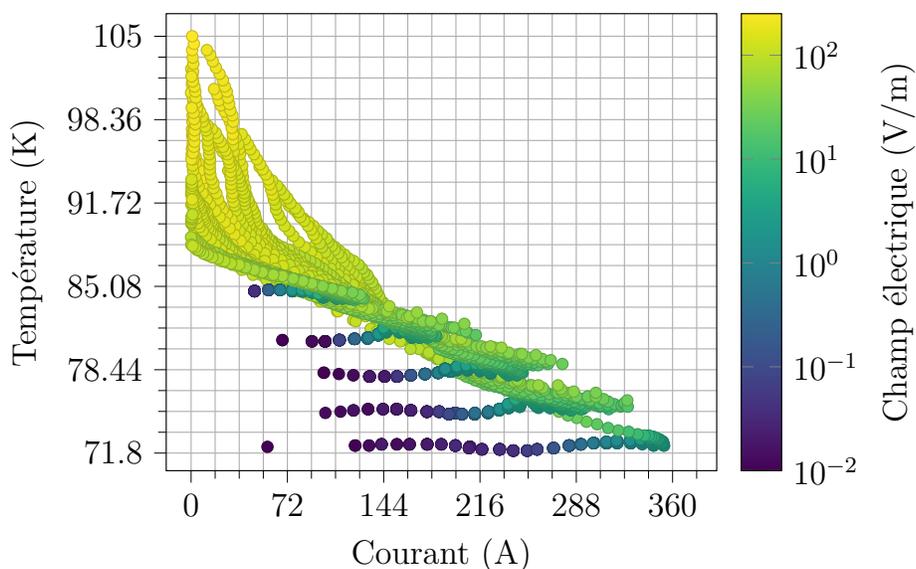


Figure 5.5 Logarithme du champ électrique (V/m) en fonction du courant et de la température pour les mesures à 0 T.

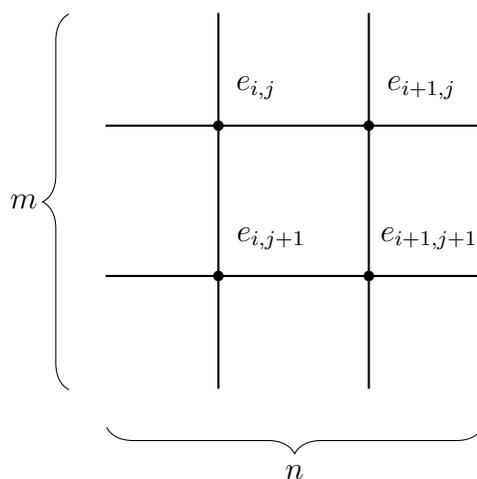


Figure 5.6 Schématisation d'une section de la grille. La grille totale est de dimension n par m .

Définissons la fonction $\tilde{E}(T, I)$ qui correspond au champ interpolé au point de mesure selon les valeurs de champs $e_{i,j}$ aux différents noeuds. On débute simplement en réalisant une interpolation linéaire selon la température. On pose :

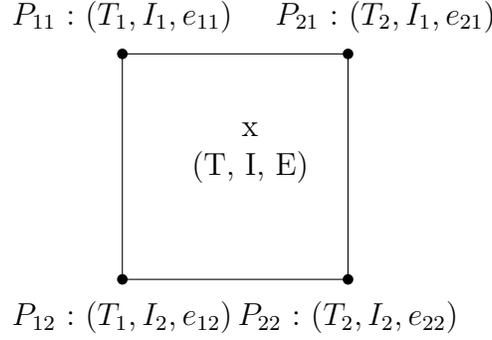


Figure 5.7 Représentation d'un élément de la grille ainsi que les noeuds associés. L'interpolation bilinéaire permet de relier les inconnues du problème (valeur de champ électrique aux noeuds) avec les mesures expérimentales.

$$\begin{aligned}
\tilde{E}(T, I_1) &\approx \frac{T_2 - T}{T_2 - T_1} e_{11} + \frac{T - T_1}{T_2 - T_1} e_{21}, \\
\tilde{E}(T, I_2) &\approx \frac{T_2 - T}{T_2 - T_1} e_{12} + \frac{T - T_1}{T_2 - T_1} e_{22}.
\end{aligned}$$

Ensuite, il devient facile d'utiliser ces équations pour faire la même interpolation linéaire selon le courant pour obtenir au final l'interpolation en deux dimensions :

$$\begin{aligned}
\tilde{E}(T, I) &\approx \frac{I_2 - I}{I_2 - I_1} \tilde{E}(T, I_1) + \frac{I - I_1}{I_2 - I_1} \tilde{E}(T, I_2) \\
&= \frac{1}{(T_2 - T_1)(I_2 - I_1)} \begin{bmatrix} T_2 - T & T - T_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} e_{11} & e_{12} \\ e_{21} & e_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} I_2 - I \\ I - I_1 \end{bmatrix}.
\end{aligned}$$

De cette manière, il est possible de lier les mesures réelles de température et de courant aux inconnues sur la grille, c'est-à-dire aux valeurs du champ électrique aux noeuds. Pour déterminer les inconnues du problème, l'idée consiste ensuite à minimiser la différence entre le champ électrique interpolé et celui obtenu expérimentalement pour la même combinaison de courant et température. Ceci revient à définir la fonction d'erreur suivante :

$$\epsilon = \sum_{i=1}^n w_i (E_i - \tilde{E}_l(I_i, T_i))^2 + \text{Pénalités}, \quad (5.2)$$

où n est le nombre de points expérimentaux, w_i le poids associé à chaque point expérimental dans le calcul du terme d'erreur, E_i le logarithme du champ électrique mesuré et \tilde{E}_l le logarithme du champ électrique interpolé à partir du couple température-courant de la mesure

en question. En minimisant cette fonction, on se retrouve donc à déterminer les valeurs optimales de champ magnétique à chaque noeud de la grille.

Pour perfectionner le calcul, on doit également considérer des termes de pénalité afin d'éviter que la surface n'oscille trop. Pour régulariser, on applique des termes de pénalités qui sont fonction de la courbure, c'est-à-dire qui dépendent de la dérivée seconde. Pour chaque point de la grille, à l'exception de ceux situés aux frontières, on calcule les termes suivants :

$$\begin{aligned} \frac{d^2 E_i}{dT^2} &\approx \frac{E_{i+1} + E_{i-1} - 2E_i}{\Delta T^2} = c_i^T, \\ \frac{d^2 E_i}{dI^2} &\approx \frac{E_{i+1} + E_{i-1} - 2E_i}{\Delta I^2} = c_i^I. \end{aligned} \quad (5.3)$$

Ce qui permet d'obtenir les 2 matrices c^T et c^I contenant les termes de pénalité à appliquer à chaque élément. Finalement, le terme de pénalité à considérer dans le terme d'erreur s'écrit simplement :

$$\text{Pénalités} = \sum_i w_T c_i^T + \sum_i w_I c_i^I,$$

où les poids w_T et w_I sont choisis tel que la pénalité soit du même ordre de grandeur que le reste du calcul d'erreur.

En terminant, il faut mentionner qu'une dernière étape dans le traitement des données est préférable avant de pouvoir calculer proprement la surface voulue. Il est en effet nécessaire de compléter au préalable le nuage de point présenté à la figure 5.5 à faible courant et à haute température. Avec la source de courant pulsé, les mesures prises se concentrent sur un régime très particulier du supraconducteur, car c'est principalement le régime sur-critique qui est étudié dans le cadre de ces travaux. Cependant, pour aider l'algorithme d'optimisation et pour retrouver des résultats physiquement fiables, il est préférable de poser une relation $E-I$ linéaire dans la région à très faible courant, ainsi qu'au-dessus de la température critique. Bien évidemment, le coefficient de proportionnalité choisi n'est pas le même pour les deux régimes, car la résistivité change complètement de comportement. Toutefois, sans faire d'hypothèse physique importante, il reste ainsi possible de compléter le nuage de point aux extrémités de la grille.

5.3.2 Résultats

La figure 5.8 présente la surface d'optimisation obtenue une fois la méthodologie implémentée sur les points expérimentaux à 0 T. Les points rouges correspondent aux mesures prises en

laboratoire, tandis que les points en vert pâle sont ajoutés arbitrairement pour compléter le nuage, tel que décrit précédemment. Dans cet exemple, la grille choisie est d'une dimension de 20 x 20. L'algorithme d'optimisation est basé sur l'utilisation de la fonction `fmin` (bibliothèque Python `scipy`). Ce module d'optimisation calcule différentes itérations du vecteur solution \vec{e} (valeur des champs $e_{i,j}$ aux noeuds de la grille) afin de minimiser la fonction d'erreur. La fonction d'optimisation nécessite une estimation de départ des différentes inconnues. Pour chaque noeud de la grille, le meilleur estimé de départ consiste à prendre la valeur moyenne du champ électrique des points expérimentaux associés aux différents éléments adjacents au noeud. Dans la situation où aucun point de mesure n'est inclus dans les éléments voisins, l'estimé de départ à ce noeud est calculé à l'aide d'une interpolation bilinéaire à partir de la valeur aux autres noeuds dont la moyenne a pu être calculée.

Avant de présenter les résultats, il est important de faire quelques commentaires sur la qualité de la surface obtenue. Si dans l'ensemble son comportement est plutôt lisse, on ne peut pas écarter la présence de certaines aberrations dans la surface. En effet, notamment dans

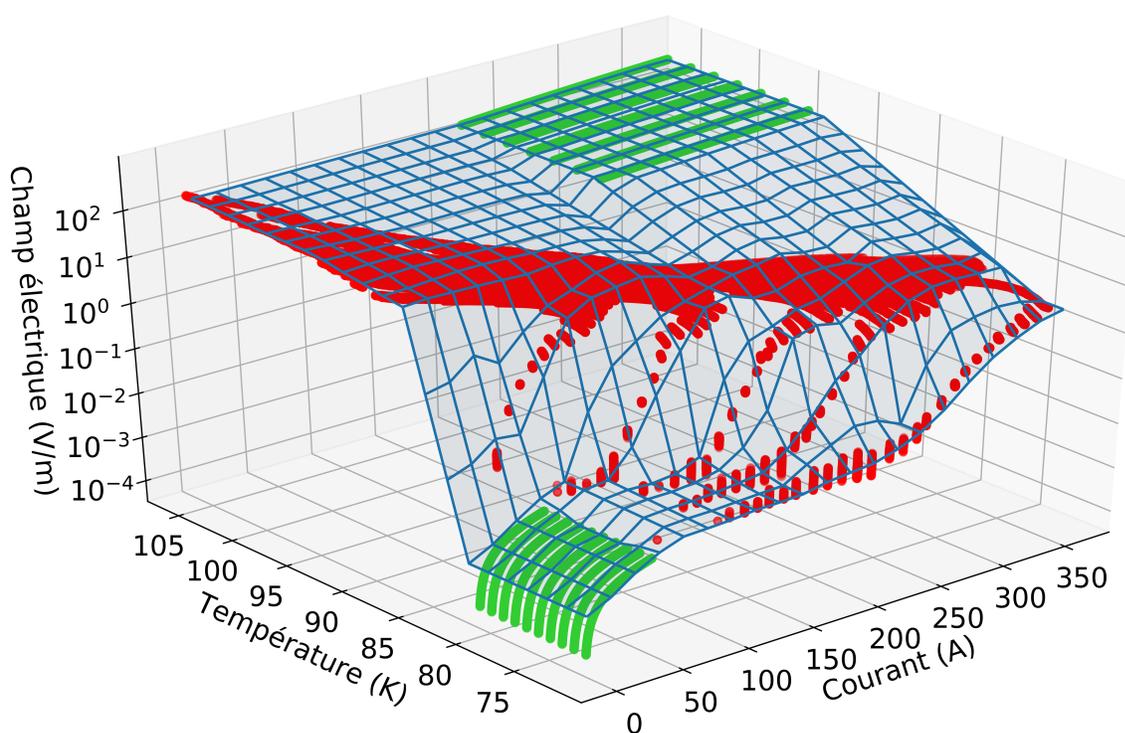


Figure 5.8 Surface d'optimisation du logarithme du champ électrique en fonction de la température et du courant dans le supraconducteur. Les points en rouge sont les mesures expérimentales prises en laboratoire tandis que les points en vert représentent les informations ajoutées pour compléter les extrémités de la grille moins peuplées.

le régime de transition entre les faibles et forts courants, le comportement de la surface est irrégulier, avec des sauts ou des creux assez prononcés à certains noeuds. Malgré les termes de pénalités et le soin dans le calcul de l'estimation de départ, il a été impossible de régler totalement ces discontinuités dans les calculs. En regardant les tranches isothermes de la surface, on constate cependant que la correspondance est beaucoup mieux pour les tranches de températures avec beaucoup de points expérimentaux, ce qui est encourageant. Ce premier exercice d'optimisation permet donc de conclure sur l'importance d'avoir suffisamment de points expérimentaux pour perfectionner encore davantage les calculs. Dans la campagne de mesure réalisée, des incréments de 3 K sur la température d'équilibre du cryostat (température initiale du supraconducteur) ont été choisis. On constate qu'il aurait été préférable d'opter pour des incréments plus faibles, tel que 1 K par exemple, afin de peupler davantage le nuage de points expérimentaux. Le cryostat utilisé permet ce genre de précision sur le choix de la température initiale et la surface d'optimisation aurait été certainement meilleure si plus de points expérimentaux avaient été obtenus à des intervalles de températures plus faibles. Ceci n'enlève rien à la performance de la méthodologie d'analyse, mais renforce clairement l'importance d'obtenir un maximum de points expérimentaux pour le genre d'analyse effectuée.

Une fois ces nuances apportées, il est tout de même possible, à partir de la surface obtenue, d'obtenir des résultats intéressants. Comme mentionné, afin d'obtenir une courbe $E-I$ isotherme, il suffit de prendre une tranche à température constante de la surface, c'est-à-dire une ligne verticale de la grille dans le plan courant-température. Sans surprise, l'interpolation est bien meilleure pour des températures proches des températures expérimentales observées lors des mesures. La figure 5.9 présente justement l'allure des courbes isothermes obtenues à 71,8 et 75,12 K, deux températures dont le nuage de point est densément peuplé. Comme expliqué précédemment, on trouve ensuite la valeur de la résistivité en régime de *flux flow* ainsi que le courant critique en appliquant une régression linéaire sur les points du régime *flux flow*.

On procède de la même façon pour les mesures sous différent champ magnétique. On obtient des valeurs de résistivité en régime *flux flow* à différentes températures, mais également à divers champs magnétiques. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 5.1.

En raison des discontinuités dans les surfaces calculées, comme celle présentée sur la figure 5.8, il n'est pas possible d'obtenir proprement des courbes isothermes à tous les intervalles de températures voulues, c'est-à-dire pour toutes les tranches de la grille. Cette constatation est dommage, car rappelons que l'objectif de développer cette méthodologie via des surfaces d'optimisation était précisément d'être en mesure d'extraire la valeur de ρ_{ff} à plusieurs

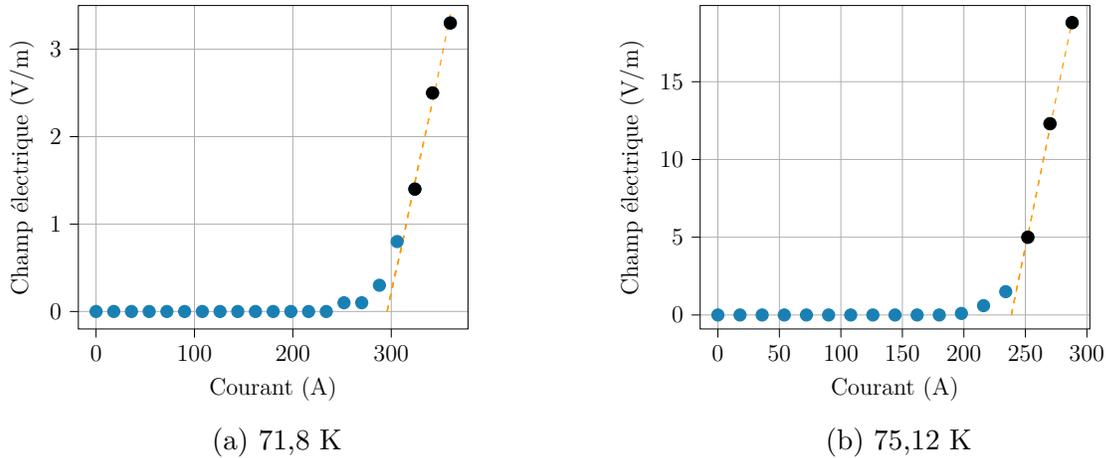


Figure 5.9 Courbes $V - I$ isothermes pour deux températures différentes et régression linéaire sur le régime *flux flow*. Les points en noir sont ceux faisant partie du régime de *flux flow*, utilisés dans le calcul de la régression linéaire.

Tableau 5.1 Résistivité en régime de *flux flow* et courant critique obtenus à partir des tranches isothermes des surfaces d'optimisation calculées pour les mesures sous différents champs magnétiques.

Champ magnétique (mT)	Température (K)	ρ_{ff} ($\Omega/(\text{m}\cdot\text{T})$)	Courant critique (A)
0	71,8	0,052	295,83
0	75,12	0,383	238,58
0	78,44	0,507	207,65
0	81,76	0,989	151,82
400	71,8	0,446	207,89
400	75,14	0,824	138,43
800	71,8	0,476	155,32
800	75,24	0,934	104,43
1200	75,1	0,846	85,85
1600	75	2,348	78,36
2000	75,5	5,896	50,13

températures différentes. En analysant le tableau 5.1, seulement les résultats pour une température d'environ 75 K sont présents à tous les champs magnétiques. Ceci amène à conclure sur un second aspect très important dans la prise de mesures. Pour une température initiale de 72 K, les mesures pulsées vont permettre d'obtenir des points expérimentaux autour de 72 K à faible champ. L'histoire est différente à plus haut champ. Pour la même température initiale, les mesures prises ont démontré que les températures les plus basses se situent autour de 75 K, en raison de l'échauffement qui se forme plus rapidement lorsque le champ devient

plus important. Même avec une surface d'optimisation parfaitement construite, il reste impossible de pouvoir extrapoler la surface dans des régions sans aucune mesure expérimentale proche.

Ceci fait réaliser encore une fois l'importance d'acquérir un maximum de mesures à des températures différentes, particulièrement à plus haut champ, pour être capable de calculer la résistivité à toutes les températures et à tous les champs voulus. Cette remarque rejoint le commentaire fait précédemment sur l'importance d'avoir le plus de points expérimentaux possible afin d'obtenir une meilleure surface d'optimisation. Ces deux conclusions tirées de l'analyse convergent vers un point important discuté au chapitre suivant sur la fiabilité du système de mesure. Il est maintenant évident que l'acquisition d'une quantité importante de mesures est nécessaire, et pour ce faire, il est primordial d'avoir un système de mesure fiable sur des milliers d'acquisitions.

Avec les résultats obtenus autour de 75 K, on peut tout de même encore une fois représenter le comportement des ρ_{ff} du tableau 5.1 en fonction du champ magnétique. Contrairement à la première analyse, les résultats sont beaucoup moins satisfaisants. En effet, les données n'ont pas un comportement linéaire évident, avec un coefficient de régression de 0,68 (0,70 lorsqu'on retire du calcul la valeur à 2 T qui semble être aberrante). La pente trouvée est de $2,29 \Omega/(m \cdot T)$, moins proche de la valeur théorique attendue.

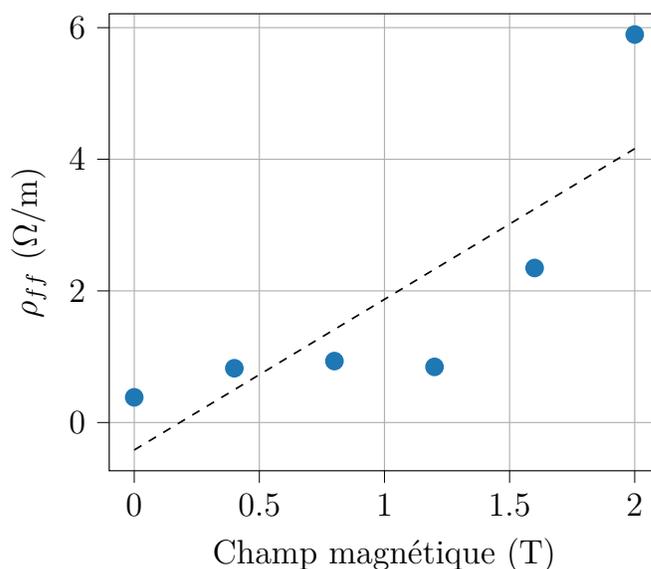


Figure 5.10 Résistivité en régime de *flux flow* en fonction du champ magnétique pour une température de 75 K. Les résultats obtenus par la surface d'optimisation démontrent un résultat moins linéaire que celui observé à la figure 5.4.

L'analyse présentée n'a pas permis d'obtenir des résultats assez solides pour conclure sur la validité du modèle de Bardeen-Stephen, en raison de toutes les nuances apportées sur la prise de mesures et les faiblesses encore présentes dans le traitement des données. Il n'en demeure pas moins que les remarques apportées suite à cette première tentative d'analyse sont importantes pour le futur et qu'une partie majeure du travail est entamé pour la suite des choses.

5.4 Définition de la résistivité en régime *flux flow*

Si les résultats présentés sont encore trop incomplets, ils démontrent cependant l'importance de laisser le débat ouvert quant à la définition de la résistivité en régime de *flux flow*. Comme mentionné précédemment, la définition choisie dans le cadre de ces travaux provient d'une représentation graphique simple de ρ_{ff} qu'on retrouve souvent dans la littérature. Toutefois, en prenant la pente dans le régime linéaire comme étant la résistivité, on vient plutôt calculer une résistivité différentielle, c'est-à-dire une variation de champ électrique (ΔE) par rapport à une variation de courant (ΔI). De manière plus fondamentale, $\rho = E/J$, et il est alors justifié de penser que la définition de ρ_{ff} soit également selon un rapport de champ électrique sur courant dans le régime où les vortex du supraconducteur sont en mouvement.

Du point de vue expérimental, il est évident que la définition différentielle de la résistivité pose un défi. En effet, même avec des surfaces d'optimisation de bonne qualité, il reste difficile d'obtenir beaucoup de points dans le régime de *flux flow* pour avoir une régression linéaire de qualité. Seulement un maillage plus fin de la grille pourrait permettre d'obtenir plus de points dans le régime linéaire, mais le problème demeure que pour être en mesure de raffiner la grille, la quantité de mesures expérimentales doit être largement plus grande.

En terminant, il serait intéressant, dans des travaux futurs, de refaire l'exercice d'analyse présenté en traçant plutôt le comportement de la résistivité en fonction du courant et de la température. En effet, le modèle UC nous permet de connaître le champ électrique et le courant dans le supraconducteur aux différents moments de la mesure, ce qui permet donc de calculer le rapport $\rho = E/J$ et d'utiliser une définition plus classique de la résistivité. En calculant une surface d'optimisation pour la résistivité électrique ρ au lieu du champ électrique, il serait alors tout à fait possible d'obtenir la résistivité en régime de *flux flow*, à condition de choisir la région sur la surface qui correspond à ce comportement physique. À ce sujet, le régime de *flux flow* étant un état transitoire, il n'est pas nécessairement facile de déterminer à quel moment, dans les mesures, le régime sur-critique commence et termine. C'est pour cette raison qu'il faut faire a priori le moins de suppositions possibles sur le comportement des données.

CHAPITRE 6 CONCLUSION

6.1 Synthèse des travaux

On revient sur les différents objectifs définis au début de ce mémoire afin de faire la synthèse des travaux accomplis. La première partie du projet de maîtrise visait à optimiser thermiquement le système de mesure afin de réduire le gradient en température qui se forme sur l'échantillon avant la prise de mesure. À ce sujet, des simulations en éléments finis à l'aide du logiciel COMSOL ont permis de bien identifier l'origine des faiblesses thermiques sur le montage expérimental. À la lumière de ces simulations, des modifications importantes sur l'amenée de courant ont été apportées afin de permettre un meilleur transfert de chaleur entre les différentes sections du montage. Une pince de refroidissement a également été ajoutée, toujours dans l'objectif de favoriser un meilleur équilibre thermique. Les mesures en laboratoire ont démontré que les modifications ont apportées une amélioration significative par rapport à la situation observée auparavant. Il faut toutefois préciser que les solutions trouvées n'ont pas permis de résoudre totalement le problème initial. Cependant, les constatations faites durant les travaux ont servi à i) identifier la source des difficultés restantes et ii) faire une réflexion globale sur le système de mesure utilisé.

Un des sous-objectifs était de repenser et d'améliorer la méthodologie d'acquisition et d'analyse des mesures. C'est sur ce point que les travaux réalisés ont eu le plus grand impact. En effet, le modèle d'analyse UC, incontournable pour le traitement des mesures pulsées, a été entièrement programmé par la méthode des volumes finis. Ce changement permet maintenant de faire le traitement des mesures en quelques secondes, sans l'utilisation d'un logiciel externe, tout en gardant la même précision de calcul qu'auparavant. Le programme d'acquisition de mesure (LabVIEW) a également été complètement refait. Conjointement avec le développement d'une nouvelle méthodologie de communication entre le programme d'acquisition et la source de courant, les changements apportés au programme permettent une prise de mesures beaucoup plus simple et intuitive. En terminant, l'algorithme de calcul d'une surface d'optimisation n'est pas encore complètement satisfaisant, mais s'approche de l'objectif désiré.

L'accomplissement des tâches décrites au précédent paragraphe était essentiel au succès de la campagne de mesure réalisée et a permis d'obtenir des milliers de mesures pulsées, à différents courants, températures, ou champs magnétiques. Ces premières mesures représentaient la dernière étape nécessaire afin de répondre au principal objectif de la maîtrise. Comme mentionné au chapitre précédent, les mesures prises ne sont toutefois pas complètes, et il a

été constaté qu'un jeu de mesures encore plus important serait pertinent pour avancer des conclusions. De plus, il est encore nécessaire de raffiner dans le futur la méthodologie afin de peupler l'espace des paramètres de façon plus uniforme, c'est-à-dire de s'assurer d'avoir suffisamment de points expérimentaux à tous les endroits de la grille pour la construction de la surface d'optimisation. En ce sens, le dernier sous-objectif n'a été accompli que partiellement. Finalement, le but principal fixé était de développer un modèle physique permettant de caractériser, en température et en courant, la résistivité des rubans supraconducteurs, plus particulièrement dans le régime sur-critique. Tel que vu au chapitre précédent, cet objectif ambitieux n'a pas été complètement atteint, mais les étapes pour y parvenir sont beaucoup plus claires. Avec une définition différente de la résistivité en régime de *flux flow* et encore davantage de mesures expérimentales, il pourrait être possible, dans un avenir rapproché, de conclure sur un premier modèle physique.

6.2 Limitations des travaux

Malgré les avancements apportés au système de mesure et à la méthodologie d'acquisition, il reste à ce jour des limites à la réalisation des travaux. Tout d'abord, il ne faut pas complètement écarter la réalité selon laquelle il reste encore une incertitude sur la température initiale de l'échantillon situé dans le cryostat. De par la nature du système de refroidissement et la manière que l'équilibre est atteint, il est difficile d'éviter toute différence de température sur la longueur de l'échantillon. Pour obtenir des mesures fiables, on se limite présentement à acquérir la tension à 1 ou 2 points de mesure qui sont situés le plus proche possible du senseur de température sur le porte-échantillon. Cette solution est une bonne manière de contourner le problème, mais n'est pas viable à long terme. On voudrait être capable d'acquérir le profil en tension à plusieurs endroits de l'échantillon, puisque les appareils de mesures nous le permettent. Toutefois, tant qu'un contrôle plus précis de la température d'équilibre partout dans le cryostat n'est pas possible, il n'est pas prudent d'aller dans cette direction.

D'autre part, les travaux n'ont pas permis d'aller au fond de la question sur l'étude des échantillons gravés. Toutefois, les premières simulations ont démontrées qu'il faut être très prudent dans l'étude de ce type d'échantillon avec une source de courant pulsé, car l'échauffement devient important rapidement. Les mesures expérimentales sur les rubans gravés pourront valider les simulations et confirmer les hypothèses.

Ce point est revenu à maintes reprises, mais le manque de mesures expérimentales reste encore le plus grand frein à l'élaboration de conclusions solides sur la résistivité en régime sur-critique. Par manque de temps, mais aussi parce que le système de mesure n'est pas

complètement fiable sur plusieurs acquisitions consécutives, le jeu de données expérimentales n'a pas été totalement complété. Pour contourner cette limite, plusieurs propositions sont exposées à la section suivante.

6.3 Améliorations futures

Comme il a été élaboré lors des précédents chapitres, les travaux de ce mémoire ont grandement contribué à l'amélioration du système de mesure et ont permis d'obtenir des premières mesures dans le régime sur-critique des supraconducteurs. Pour avancer le projet à la prochaine étape, les travaux futurs devront continuer d'améliorer davantage le système de mesure, afin que ce dernier devienne le plus fiable et automatique possible. En effet, tel qu'illustré lors du dernier chapitre, les résultats souhaités nécessitent maintenant l'acquisition de milliers de mesures. Dans cette optique, les travaux futurs devront améliorer ou revoir certains aspects pour faire en sorte que le système de mesure soit plus robuste du point de vue expérimental.

Comme première étape, il est primordial de revoir la méthode utilisée pour l'atténuation des mesures. D'ailleurs, des travaux ont déjà débuté en ce sens. Afin d'éviter que l'amplificateur (voir section 3.1.2) ne sature lors de l'acquisition d'une mesure pulsée, il est nécessaire d'atténuer au préalable les mesures. Actuellement, des boîtes d'atténuation permettant d'atténuer correctement le signal d'un facteur 10 ou 100 sont utilisées. Étant en quantité limitée, ces atténuateurs ne permettent que de faire l'acquisition simultanée de trois mesures de tensions sur le porte-échantillon, alors qu'en réalité, l'amplificateur permet de faire jusqu'à 7 mesures de tensions différentes en même temps. De plus, les atténuateurs doivent être configurés manuellement, ce qui complexifie la prise de mesures puisque l'utilisateur doit faire une manipulation supplémentaire. Les travaux qui ont été amorcés pour améliorer la situation corrigeraient tous ces problèmes. Les atténuateurs seront contrôlés numériquement et installés simultanément sur tous les canaux de mesure. Il sera également possible de faire une atténuation d'un facteur 1000, ce qui peut s'avérer nécessaire lorsqu'on s'intéresse à la différence de tension sur la longueur complète de l'échantillon. Étant proprement configurés, les nouveaux blocs atténuateurs seront moins sensibles à un éventuel bris ou à l'introduction d'un bruit dans les mesures, ce qui est un pas dans la bonne direction pour bonifier le montage expérimental.

Aussi, la connexion électrique entre le porte-échantillon installé dans le cryostat et l'amplificateur qui traite l'acquisition est assurée par des connecteurs LEMO. Ce type de connecteur, de très grande qualité, est cependant peu commode en pratique. Tout d'abord, il est nécessaire de souder les fils électriques à la sortie du cryostat aux connecteurs LEMO. De par la

configuration des connecteurs, ce type de soudure n'est pas toujours robuste et introduit souvent un bruit dans la mesure de tension. Les connecteurs sont également assez dispendieux et en soudant de manière permanente les connecteurs aux fils électriques, on doit se limiter sur les endroits du porte-échantillon que l'on souhaite mesurer (jusqu'à 15 mesures de tensions possibles). À l'avenir, il serait envisageable de modifier les connexions de l'amplificateur afin de se départir complètement de l'utilisation des connecteurs LEMO. D'ailleurs, le projet de modifications des atténuateurs complète parfaitement cette idée.

Enfin, sur une note plus logistique, un certain réarrangement physique de la source doit être considéré. En effet, plusieurs appareils indépendants fonctionnent conjointement afin d'obtenir les mesures voulues. Cependant, dans l'état actuel de la situation, la configuration spatiale des modules de courant de la source et de l'aimant pose problème. En effet, lorsqu'un champ magnétique apparaît dans l'aimant, il n'est pas rare de voir certains modules de la source se déconnecter et arrêter complètement de fonctionner. L'hypothèse serait que le changement du champ magnétique environnant soit suffisant pour déprogrammer les micro-contrôleurs. La situation n'est pas critique, car lorsque ceci se produit, il suffit d'éteindre et de redémarrer la source de courant. Cependant, ce genre de situation peut facilement être évité en reconfigurant certains branchements afin de modifier la disposition dans l'espace des appareils. Dans la même idée, une légère fuite dans le système de refroidissement à l'hélium de l'aimant empêche ce dernier de rester à une température fonctionnelle pendant une longue période de temps. En effet, après 1 ou 2 semaines d'opération, il devient nécessaire de remplir à nouveau d'hélium le compresseur de l'aimant. Encore une fois, la situation permet tout de même de faire l'acquisition de plusieurs mesures, mais dans l'optique d'amener le système au prochain niveau, fixer la fuite d'hélium serait certainement une grande amélioration.

En ce qui concerne l'analyse et le traitement des mesures, des améliorations peuvent certainement être apportées. Un des enjeux majeurs reste l'incertitude sur la température de l'échantillon au moment de la mesure. Des études ont été faites dans le cadre de cette maîtrise, et il reste possible de connaître avec une assez bonne précision la température de l'échantillon juste en dessous du capteur de température (Cernox) installée. Cependant, il est envisageable de faire mieux, d'autant plus que la méthode actuelle limite encore une fois le nombre d'endroits où il est possible de faire des mesures. L'idéal serait que les travaux futurs puissent permettre d'obtenir une courbe de calibration de température sur la longueur complète de l'échantillon. De cette manière, il serait possible de corriger la lecture de température faite par le capteur selon l'endroit de la mesure sur le porte-échantillon avec la courbe de référence. En d'autres mots, il s'agirait de cartographier, en 1 dimension, le profil de température de l'échantillon dans le cryostat. Ce qui complique la tâche est que le profil de température change grandement à un endroit selon la puissance de l'élément chauffant, tel que montré

par les mesures réalisées. Il faudrait donc s'assurer que la courbe de référence soit dynamique dans le temps, pour prendre en compte les cycles de fonctionnement de l'élément chauffant. Finalement, il pourrait être plus simple d'envisager l'acquisition d'un cryostat différent utilisant par exemple un système de refroidissement fonctionnant à partir d'un gaz. Ceci pourrait aider à uniformiser la température partout sur l'échantillon et ainsi éviter qu'il soit refroidit seulement à une extrémité.

Les améliorations futures énumérées sont des suggestions, toujours dans le but de permettre l'acquisition de davantage de mesures expérimentales. Par contre, dans une perspective plus long terme, une fois la résistivité correctement caractérisée en fonction de la température et du courant, il serait également intéressant de comparer la résistivité trouvée aux différents points de mesures sur le porte-échantillon. En mesurant la tension à différents endroits sur l'échantillon, il serait ainsi possible de, non seulement caractériser la résistivité selon la température et le courant, mais également en fonction de la position le long de l'échantillon, ouvrant la porte à la caractérisation de la non-uniformité des propriétés supraconductrices du ruban.

6.4 Conclusions

En conclusion, des améliorations importantes ont été amenées au montage expérimental ainsi qu'à la méthodologie d'acquisition et d'analyse des mesures. Ces travaux ont permis de faire l'acquisition de mesures pulsées sous champ afin d'arriver à des premières conclusions sur le comportement de la résistivité en régime sur-critique et sur le modèle de Bardeen-Stephen. Cependant, davantage de mesures expérimentales sont nécessaires afin de raffiner les conclusions et ainsi arriver à l'élaboration d'un modèle physique complet et solidement justifié.

RÉFÉRENCES

- [1] D. Larbalestier *et al.*, “High- t_c superconducting materials for electric power applications,” *Materials for Sustainable Energy*, vol. 414, p. 311–320, November 2010.
- [2] M. Tinkham, *Introduction to superconductivity*, 2e edition, édit. McGraw-Hill Inc., 1996.
- [3] F. Sirois *et al.*, “Characterization of the electrical resistance of high temperature superconductor coated conductors at high currents using ultra-fast regulated current pulses,” *Superconductor Science and Technology*, vol. 23, p. 3–8, 2010.
- [4] P. Hofmann, *Solid State Physics An Introduction*. Physics Textbook, 2016.
- [5] J. F. Annet, *Superconductivity, Superfluids, and Condensates*. Oxford University Press, 2004.
- [6] P. Tixador et Y. Brunet, *Supraconducteurs. Bases théoriques*. Techniques de l’ingénieur, 2003, n°. D2701.
- [7] J. M. Doval *et al.*, “Transition to the normal state induced by high current densities in high- t_c superconductor microbridges under applied magnetic fields,” *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 26, n°. 3, p. 2–6, 2016.
- [8] J. Bardeen et S. M.J., “Theory of the motion of vortices in superconductors,” *Physical Review*, vol. 140, n°. 4A, Novembre 1965.
- [9] S. Richard, “Caractérisation de rubans supraconducteurs en régime sur-critique à l’aide de pulses de courant dans les microsecondes : développement d’une méthode d’analyse des mesures,” Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Mars 2019.
- [10] E. Talantshev *et al.*, “The onset of dissipation in high-temperature superconductors : Self-field experiments,” *AIP Advances*, 2017.
- [11] F. Sirois, F. Grilli et A. Morandi, “Comparison of constitutive laws for modeling high-temperature superconductor,” *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 29, 2019.
- [12] F. Sirois, “Modélisation de la caractéristique e - j des supraconducteurs à haute température critique,” Thèse de doctorat, Université de Montréal, Décembre 2002.
- [13] P. Tixador et Y. Brunet, *Supraconducteurs. Environnement et applications*. Techniques de l’ingénieur, 2012, n°. D2703.
- [14] F. Roy, “Modeling and characterization of coated conductors applied to the design of superconducting fault current limiters,” Thèse de doctorat, École Polytechnique fédérale de Lausanne, 2010.

- [15] C. Cantoni et A. Goyal, “High- t_c superconducting thin and thick film-based coated conductors for energy applications,” dans *Thin Film Metal-Oxides : Fundamentals and Applications in Electronics and Energy*, S. Ramanathan, édit., 2010, ch. 7.
- [16] S. Richard, F. Sirois et C. Lacroix, “Post-processing method for extracting rebco resistivity of coated conductors in over-critical conditions from ultra-fast v-i pulsed current measurements,” *Journal of Applied Physics*, 2019.
- [17] F. Sirois, J. Coulombe et A. Bernier, “Characterization of the superconducting to normal transition of hts coated conductors by fast pulsed current measurements,” *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 19, n^o. 3, p. 3585–3590, 2009.
- [18] M. N. Kunchur, “Novel transport behavior found in the dissipative regime of superconductors,” *Modern Physics Letters*, vol. 9, n^o. 7, p. 399–426, 1995.
- [19] C. Lacroix, F. Sirois et J.-H. Fournier Lupien, “Engineering of second generation hts coated conductor architecture to enhance the normal zone propagation velocity in various operating conditions,” *Superconductor Science and Technology*, vol. 30, May 2017.
- [20] P. Zhang, Y. Lau et R. Gilgenbach, “Analysis of current crowding in thin film contacts from exact field solution,” *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 48, n^o. 47, p. 475501, 2015.
- [21] K. Yamamoto, M. H. et H. Yasuoka, “Magnetization of type-ii superconductors in the kim-anderson model,” *The American Physical Society*, vol. 47, n^o. 2, p. 915–924, 1993.

ANNEXE A Relation entre l'énergie libre et le paramètre d'ordre ψ

Tel que définit au chapitre 2, la valeur de ψ s'annule en s'approchant de T_c . De plus, sachant que l'énergie libre doit être un nombre réel, Ginzburg et Landau ont supposé qu'il était possible d'écrire l'énergie libre sous la forme d'une expansion de Taylor proche de T_c en puissance de $|\psi|$ tel que :

$$f(T) = f_n(T) + \alpha(T)|\psi|^2 + \frac{1}{2}\beta(T)|\psi|^4 + \dots, \quad (\text{A.1})$$

où f représente la densité d'énergie libre (F/V) et f_n la densité d'énergie lorsque $\psi = 0$, c'est-à-dire, à l'état normal. Si on néglige les termes de plus grande puissance, une analyse rapide de l'équation A.1 permet de conclure que le paramètre $\beta(T)$ doit être positif, autrement il serait impossible d'atteindre un minimum d'énergie. Ceci étant dit, le signe du paramètre $\alpha(T)$ dépend, quant à lui, de l'état dans lequel on se trouve. La figure A.1 trace la différence d'énergie libre entre l'état supraconducteur et normal en fonction de ψ pour les différents signes du paramètre α . Lorsque $\alpha(T) > 0$, il existe un seul et unique minimum à la courbe d'énergie libre à $\psi = 0$, ce qui indique que cette configuration correspond au régime où $T > T_c$. Inversement, la courbe possède un minimum à $|\psi|^2 = -\alpha(T)/\beta(T)$ lorsque la température est sous le seuil critique. Ainsi, on peut définir la température critique comme étant le point où $\alpha(T = T_c) = 0$.

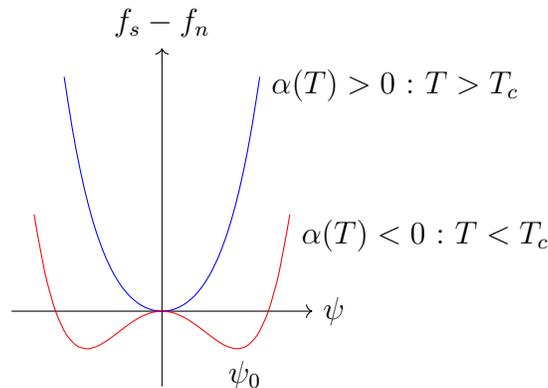


Figure A.1 Exemple illustratif de la différence d'énergie libre en fonction du paramètre d'ordre ψ pour les différents signes que peut prendre α . Pour $T < T_c$, la courbe d'énergie libre possède un minimum à ψ_0 , alors que pour $T > T_c$, le minimum d'énergie est à $\psi = 0$, c'est-à-dire l'état normal.

Afin de pousser la réflexion encore plus loin, on fait la supposition que $\alpha(T)$ et $\beta(T)$ varient très peu en fonction de la température. En approximant encore une fois par une expansion de Taylor, on peut écrire :

$$\begin{aligned}\alpha(T) &\approx \dot{\alpha}(T - T_c) + \dots, \\ \beta(T) &\approx \beta + \dots,\end{aligned}\tag{A.2}$$

où les paramètres $\dot{\alpha}$ et β sont des constantes propres à l'échantillon supraconducteur. Avec (A.2), on peut déduire le comportement de $|\psi|$ avec la température :

$$|\psi| = \begin{cases} \left(\frac{\dot{\alpha}}{\beta}\right)^{1/2} (T_c - T)^{1/2} & T < T_c, \\ 0 & T > T_c. \end{cases}\tag{A.3}$$

Notons qu'il existe aussi une phase θ au nombre complexe $\psi = |\psi|e^{i\theta}$, mais cette dernière n'est pas pertinente à l'analyse étant donné que l'énergie du système restera la même. En remplaçant le point minimum d'énergie pour la courbe de différence d'énergie libre dans l'équation (A.1), il est aisé d'obtenir que la différence d'énergie libre par volume minimum entre l'état supraconducteur et l'état normal correspond à :

$$f_s(T) - f_n(T) = -\frac{\alpha^2(T)}{2\beta(T)}\tag{A.4}$$

D'un point de vue physique, ce point correspond à l'énergie de condensation de l'état supraconducteur, c'est-à-dire au point thermodynamique où il devient plus rentable pour l'échantillon de faire la transition entre l'état supraconducteur et l'état normal. Il faut cependant garder en tête que ce simple développement mathématique n'est valable que proche de la température critique. Toutefois, l'équation (A.4) est un point de départ intéressant à la dérivation d'autres paramètres thermodynamiques.

ANNEXE B Principes de communication entre le programme LabVIEW et la source de courant

Le programme LabVIEW agit à titre d'interface entre l'utilisateur et les appareils de mesures afin de permettre à l'opérateur, notamment, d'avoir un contrôle facile et rapide de la source de courant. En réalité, c'est plutôt un nano-ordinateur, de type *Raspberry Pi*, qui envoie les commandes demandées via un protocole particulier. Bien que le fonctionnement de ce nano-ordinateur et l'élaboration du protocole informatique n'aient pas été un sujet de cette maîtrise, il a néanmoins été nécessaire d'apprivoiser cette méthode et de l'implémenter dans le logiciel LabVIEW discuté à la section 3.2.

Au démarrage du programme, il est nécessaire de créer un tunnel ssh permettant la communication entre l'ordinateur local (celui utilisé par l'opérateur via le LabVIEW) et le *Raspberry Pi*. Par exemple, on demande que le port 5000 de l'ordinateur local communique avec le port 5000 du *Raspberry Pi*. Ensuite, toutes les commandes nécessaires à l'envoi du pulse de courant sont acheminées au port 5000 de l'ordinateur local, puis du *Raspberry Pi* au *Master* de la source de courant pulsé via une architecture logicielle *REST* (*Representational State Transfer*). Un protocole HTTP est utilisé, c'est-à-dire qu'une commande *POST* permet d'envoyer une consigne au *Master* (par exemple, charger les condensateurs) alors qu'une commande de type *GET* affiche une information demandée sur la source (par exemple, le nombre de modules actifs).

Du point de vue de l'utilisateur, l'ensemble de ces étapes s'exécute facilement. Pour la création du tunnel ssh via LabVIEW, un bouton permet la compilation d'un fichier batch (.bat) qui contient l'information nécessaire à l'ouverture d'une session sur le *Raspberry Pi*. Ensuite, toutes les commandes sont envoyées à l'aide de la librairie *REST* de LabVIEW, qui permet de créer une adresse client à partir d'un URL, d'effectuer un *POST* ou un *GET*, et d'ensuite de détruire l'adresse client pour permettre une nouvelle communication.

ANNEXE C Versions précédentes de l'amenée de courant



(a) Version 2, vue de haut



(b) Version 2, vue de côté



(c) Version 3, vue de haut



(d) Version 3, vue de côté

Figure C.1 Versions précédentes de l'amenée de courant.

ANNEXE D Procédurier du système de mesure et de la source de courant pulsé

La procédure ci-dessous présentent les étapes à suivre afin de mettre en place les différents appareils du système de mesure.

Électro-aimant

Dans le cadre de mesure sous champs magnétique, il est nécessaire au préalable de préparer l'électro-aimant.

1. Vérifier le niveau d'hélium (pur 99,999%) dans le compresseur. Au besoin, remplir ce dernier pour que le niveau d'hélium soit suffisamment haut pour refroidir correctement l'électro-aimant.
2. Mettre sous-vide l'aimant avec la pompe turbo. Environ 2 jours est nécessaire pour atteindre le vide souhaité.
3. Ouvrir le *Power Supply programmer*, puis le *Four-Quadrant Power Supply*
4. Suivre les instructions indiquées sur le *Power Supply*. Appuyer sur *Persist. Switch Control* puis attendre quelques secondes.
5. Appuyer sur *Target Field Setpoint* et configurer le champ magnétique voulu. Attention, les unités de champ magnétique sont en kG (1T = 10kG).
6. Appuyer sur *Ramp/Pause* puis attendre que le champ magnétique voulu soit atteint. Réappuyer sur le même bouton pour arrêter temporairement la montée en champs.
7. Une fois les manipulations terminées, appuyer sur *Ramp to Zero*, attendre que le champ magnétique redevienne nul, puis étendre les deux *Power Supply*.

Cryostat

1. Installer l'échantillon dans le cryostat et introduire l'amenée de courant dans le tube dorée.
2. Au besoin, laver avec de l'isopropanol les différentes surfaces du cryostat (marque de doigts, poussière, etc.).
3. À l'aide du palan, introduire la tête du cryostat (avec l'amenée de courant) dans l'enceinte du bas. Il est préférable d'être 2 opérateurs pour cette étape afin d'aligner correctement la tête du cryostat.

4. Connecter le compresseur, les senseurs de température et le porte-échantillon aux différents endroits sur la tête du cryostat. S'assurer que la lecture de température se fait normalement et qu'aucune connection n'a été perdue dans le processus.
5. Faire le vide dans le cryostat. S'assurer que la vis sur la tête du cryostat est suffisamment ouverte pour permettre de faire le vide. Après quelques heures, le vide est suffisamment bas pour poursuivre.
6. Démarrer le compresseur du cryostat en mettant en position marche les 2 boutons. La descente en température prendre typiquement 4 à 5 heures.
7. Dans le répertoire `Z:\MathieuMasse\PCMS_LabVIEW_MM` démarrer le programme `Main_v3.vi`. Choisir la température cible du cryostat. Ajuster les paramètres du PID tel que `P : 85` , `I : 150`, `D : 110`. Démarrer l'élément chauffant du cryostat.
 - Note : Il existe trois régime de PID. Le régime *medium* est le plus adéquat, mais pour des températures au-delà de 77-78 K, les performances sont limités. Cependant, le régime *high* est souvent trop fort pour atteindre correctement la température souhaitée.
8. Au besoin, introduire le cryostat dans l'électroaimant. Note : Lorsque la température du cryostat atteint un niveau suffisamment bas (moins de 100K), il est possible de fermer la valve du cryostat et de débrancher la pompe turbo. Cependant, par expérience, si le compresseur fonctionne pendant une longue période, il est mieux de conserver la pompe turbo sur le cryostat afin d'éviter qu'une fuite puisse endommager le cryostat.

Source de courant pulsé

1. Si ce n'est pas déjà le cas, démarrer le *master*, le *Raspberry Pi*, le controlleur de température et l'amplificateur.
 - S'assurer que la carte NI connecté à l'amplificateur soit ouverte et fonctionnel (lumière verte). Si la lumière est rouge, fermer l'ordinateur, débrancher la carte NI et redémarrer la carte NI. L'ordinateur sera redémarré automatiquement via la carte NI.
2. Ouvrir le code LabVIEW `Main_v3.vi` dans le répertoire `Z:\MathieuMasse\PCMS_LabVIEW_MM`
3. Créer le tunnel SSH en appuyant sur le bouton *SSH*, puis minimiser les fenêtres qui viennent de s'ouvrir
 - Pendant toutes les opérations, il est important de ne pas changer de panneau LabVIEW ou de cliquer sur un autre bouton lorsqu'une opération a lieu. Attendre que toutes les lumières sur le panneau redeviennent vertes avant la prochaine action.

4. Faire la connexion SSH en appuyant sur *Connect*
5. Initialiser la source. Télécharger le fichier *Setup.txt* dans le répertoire `Z:\MathieuMasse\PCMS_LabVIEW_MM\Commandes`
 - Il est également possible de procéder à la calibration des modules via cette commande en téléchargeant le fichier *Calibration.txt*
6. Inscrire le *Sample Name*. On recommande une notation comme échantillon-numéro d'échantillon - utilisateur. Par exemple : SP04MM
7. Sélectionner le *path to data file*. On recommande une organisation comme : `Z:\MathieuMasse\Mesure\Test\Data`
8. Rentrer le champ magnétique et la position des différents atténuateurs. Inscrire la location du fichier *Infos.txt*. Pour le même exemple, on recommande `Z:\MathieuMasse\Mesure\Test\Text.txt`
 - Cette procédure sera éventuellement automatisée.
9. Dans l'onglet *Measures*, mettre l'amplificateur en mode *Trigger*. S'assurer d'activer les canaux voulus. **Pour le canal avec la sonde de Rogowski, mettre l'impédance d'entrée à 1 M Ω .**
 - Avant chaque mesure, il est important d'appuyer sur *Restart* afin que l'amplificateur se mette à nouveau en mode *Waiting for Trigger*.
10. Dans l'onglet *Source/CGMxx* configurer le pulse voulu. Ne pas oublier d'activer le CGM en question et de sélectionner le mode *Simple configuration* dans le cas que la montée, la descende et le plateau sont configurés. Ajouter le pulse avec le bouton *Add Pulse*.
 - Le bouton *Add Pulse* permet d'ajouter des pulses différentes et ainsi configurer n'importe quelle forme de pulse final souhaité. Par contre, il est important de ne jamais dépasser 200 A demandé par CGMs. Un mécanisme de protection dans le programme s'assure que le pulse demandé respecte cette contrainte.
11. Dans l'onglet *Source/Waveform*, appuyer sur *Add Commands*. S'assurer que la forme du pulse qui sera envoyé est bien celle voulue et que les CGMs sont activés correctement.
12. Dans l'onglet *Source/Capacitors*, activer le bouton *Charge Low* et charger le condensateur avec *Charge*. Attendre que la lumière soit verte à nouveau pour que le condensateur soit complètement chargé.
13. Dans l'onglet *Source/Waveform*, envoyer le pulse avec le bouton *Send Pulse*
14. Dans l'onglet *Measures*, valider les résultats et s'assurer que les mesures ont été sauvegardées correctement

15. Pour l'analyse rapide par volumes finis, rouler le code Python avec les bons paramètres.
 - Il est recommandé de mettre dans le répertoire `Z:\MathieuMasse\Mesure\Test` le code Python d'analyser et le fichier `Proprietes`
 - Pour obtenir les résultats de la dernière mesure, mettre `numdata = -1` comme paramètre dans le code d'analyse.