



**HAL**  
open science

# Étude et réalisation d'une matrice de détecteurs bolométriques de très haute résolution. Intérêt d'une conception en couches minces

Karim Djotni

► **To cite this version:**

Karim Djotni. Étude et réalisation d'une matrice de détecteurs bolométriques de très haute résolution. Intérêt d'une conception en couches minces. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 1995. Français. NNT : . tel-00002735

**HAL Id: tel-00002735**

**<https://theses.hal.science/tel-00002735v1>**

Submitted on 16 Apr 2003

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**ORSAY**

N° D'ORDRE :

**UNIVERSITE DE PARIS-SUD  
U.F.R. SCIENTIFIQUE D'ORSAY**

THESE

présentée

Pour obtenir

**LE GRADE DE DOCTEUR EN SCIENCE  
DE L'UNIVERSITE PARIS XI ORSAY**

Spécialité : Métallurgie Spéciale et Matériaux

PAR

Karim DJOTNI

SUJET : Étude et réalisation d'une matrice de détecteurs bolométriques de très haute résolution. Intérêt d'une conception en couches minces.

Soutenue le 26 Octobre 1995 devant la Commission d'examen :

MM. Jean Philibert  
Jacques Mangin  
Pierre Sudraud  
Pierre Garoche  
Jean-Pierre Torre

Président  
Rapporteur  
Rapporteur



## **Remerciements**

Ce travail a été effectué au laboratoire de Physique des Solides d'Orsay, au sein du groupe d'étude des surfaces animé par M. Pierre Garoche. Je remercie celui-ci de m'avoir accepté dans son équipe, et d'avoir dirigé ces travaux de recherche. Il a su trouver des solutions aux nombreux problèmes qui sont apparus au cours de ce travail de thèse.

Je remercie M. Jean Philibert de l'intérêt qu'il a bien voulu manifester pour mon travail, et d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse. Je remercie vivement MM. Jacques Mangin, Pierre Sudreau et Jean-Pierre Torre d'avoir accepté de faire partie du jury.

Je tiens à remercier particulièrement M. Louis Dumoulin pour son aide amicale et ses conseils précieux, ainsi que son équipe.

Ma gratitude va à MM. Bernard Boisset, Bernard Le Bourhis, Olivier Giboulot, Jean-Louis Signoret, Robert Philippe, et Jean-Pierre Le Pivert, de l'équipe "3L", que j'ai énormément sollicitée au cours de ces années. J'étends mes remerciements aux autres ateliers du laboratoire, qui ont contribué à différents moments à la construction du dispositif expérimental, en particulier MM. Marcel Guillaume et Pierre Demianozuk.

J'aimerais remercier Vincent Klein pour son aide amicale et ses nombreux conseils techniques.

J'ai eu beaucoup de plaisir à travailler avec les membres du groupe : M. Kang Wang, Mlle Isabelle Saillot, M. François Pesty, qui sait ce que je lui dois, et Mme Annie Vaurès

Je voudrais associer à mes remerciements les anciens membres du groupe qui m'ont aidé dans mon travail, notamment Mme Yan-mei Jiang, et MM. François Tsobnang, Charles Scheidt et Bouelem Lazergui, ainsi que les stagiaires qui ont contribué aux mesures de résistivité, MM. Jérôme Caulet et Sébastien Dorel.

Je remercie chaleureusement mon épouse Linéda et mes parents de m'avoir toujours encouragé.

Les membres de la société Orsay Physics ont toujours été disponibles, et je les remercie vivement pour leur aide précieuse, en particulier MM. Antoine Corbin et Rainer Sailer, et Mme Isabelle Gibert.

Je me dois de manifester ma gratitude envers les membres des services généraux du laboratoire, qui m'ont aidé dans la mise en place du dispositif, parmi lesquels M. Pierre Jodry, Mmes Anne-Marie Warnet et Annie Calteau, MM. Michel

Hervé et Yves Pavard. Je remercie aussi vivement les membres des services administratifs, en particulier Mmes Jacqueline Houeix et Christiane Séguy.

C'est avec une extrême gentillesse que Mme Yvette Dufour a pris en charge la reprographie de ce mémoire, je l'en remercie.

J'ai toujours eu des contacts très chaleureux avec de nombreux étudiants du laboratoire. Qu'ils sachent que je n'oublierai pas les moments passés avec eux.

Enfin, je tiens à remercier tout particulièrement le programme interdisciplinaire ULTIMATECH du CNRS, sans le soutien duquel ce travail n'aurait pas pu être mené à bien.

## Abstract

Study and design of a very high resolution matrix of bolometric detectors. Advantage of an all thin film concept.

There has been considerable development in the field of bolometric detectors in the last decade, which is evidence of the power and the sensitivity of the thermal measurement of a deposited energy. Our study is aimed at a search for the ultimate resolution in energy and position.

We have developed an ultrahigh vacuum system that makes possible the optimisation of the deposition conditions, the adhesion and the thermal treatment of the detectors, due to the ability to transfer the substrate between the different chambers of the system, without leaving the ultrahigh vacuum environment. This system has enabled us to develop an all thin film bolometer, centred on a 10 nm thick thermometric film, of very low heat capacity and very high sensitivity, due to the metal-insulator transition properties. The volume and the shape of each bolometer element are defined by mechanical masking and ionic etching, which enables us to define the heat capacity, the thermal response time and the electrical impedance of each element by controlling the film thickness and shape factor.

Two bolometer prototypes have been fabricated using this method. One is dedicated to space astrophysics, and the other one for calorimetric measurements of atomic monolayers.

We show that a limit on the size reduction of active volume of the thermometric material appears at low temperature, and that this limit is linked to the rapid decrease of the electron-phonon coupling with temperature. We give a theoretical evaluation of this for a 10 $\mu$ m by 11 $\mu$ m microbolometer. This leads us to show that the reduction of the operating temperature does not give the optimum working conditions in the case of a microbolometer.

Key words:



<b>Table des matières</b>
---------------------------

<b>Introduction</b> .....	<b>11</b>
<b>Chapitre I : Les bolomètres</b> .....	<b>15</b>
<b>I-1 <u>Historique des bolomètres</u></b> .....	<b>15</b>
<b>I-1-a Les détecteurs thermiques</b> .....	<b>15</b>
<b>I-1-b Le problème de la détection de particules massives</b> .....	<b>19</b>
Avantages des bolomètres .....	19
Détection de particules .....	19
<b>I-1-c Les différents types de bolomètres</b> .....	<b>20</b>
<b>I-1-d Revue des systèmes de détection à base de thermistors</b> .....	<b>21</b>
La méthode du dopage par fusion .....	21
Implantation .....	22
Co-évaporation et pulvérisation .....	22
Transmutation nucléaire .....	22
<b>I-2 <u>Principe physique de la détection bolométrique</u></b> .....	<b>23</b>
<b>I-2-a Description des éléments d'un bolomètre</b> .....	<b>23</b>
Bolomètres monolithiques et bolomètres composites .....	24
Les avantages des bolomètres composites .....	24
<b>I-2-b Améliorer la sensibilité du bolomètre</b> .....	<b>26</b>
Principe de fonctionnement d'un bolomètre .....	25
Optimisation de la température de fonctionnement .....	27
<b>I-3 <u>Un bolomètre en conception tout film mince</u></b> .....	<b>29</b>
<b>I-3-a Le thermomètre film mince</b> .....	<b>29</b>
Notre solution .....	29
<b>I-3-b Les liens thermiques</b> .....	<b>30</b>
<b>I-3-c Le thermomètre</b> .....	<b>32</b>
L'alliage binaire AuGe .....	32
La transition métal-isolant .....	32
La structure métallurgique .....	36
Capacité calorifique de l'alliage AuGe .....	40
<b>I-3-d L'absorbeur</b> .....	<b>41</b>

1. Les photons .....	41
2. Les particules .....	42
<b>I-3-e Le substrat .....</b>	<b>44</b>
<b>I-3-f Les limites de la résolution en énergie .....</b>	<b>45</b>
<b>I-3-g L'optimisation des bolomètres .....</b>	<b>45</b>
Bilan thermique .....	46
Description des différentes puissances .....	47
Détection d'une particule .....	47
<b>Chapitre II : Dispositif expérimental .....</b>	<b>53</b>
II-1 <u>Présentation du dispositif expérimental</u> .....	53
II-2 <u>L'ultra-vide</u> .....	55
<b>II-2-a Vide primaire et vide secondaire .....</b>	<b>55</b>
Régime visqueux et régime moléculaire .....	55
Vitesses de pompage .....	56
Choix du niveau de vide : taux de contamination .....	57
<b>II-2-b Les méthodes passives .....</b>	<b>60</b>
<b>II-2-c Le pompage .....</b>	<b>61</b>
Introduction .....	61
Pompe à membrane .....	62
Pompe à sorption .....	62
Pompe turbo-moléculaire .....	64
Pompe drag .....	64
Pompe ionique .....	64
II-3 <u>Les enceintes de traitement de l'échantillon</u> .....	65
<b>II-3-a L'enceinte de pulvérisation .....</b>	<b>65</b>
Introduction .....	65
Le mode de pulvérisation triode .....	66
Le porte-cibles .....	67
Le libre parcours moyen .....	69
La platine porte-substrat .....	70
La microbalance à quartz .....	72
<b>II-3-b Les autres enceintes .....</b>	<b>73</b>
L'enceinte de recuit .....	73

L'enceinte d'analyse et d'évaporation .....	73
L'enceinte de mesure .....	74
L'enceinte du faisceau d'ions focalisé .....	74
<b>II-4 <u>Les enceintes de manipulation et transfert</u> .....</b>	<b>75</b>
<b>II-4-a Introduction .....</b>	<b>75</b>
<b>II-4-b Les systèmes de transfert .....</b>	<b>76</b>
Le système à baïonnette .....	76
DPE et RPE .....	77
La canne de transfert .....	79
Le transfert .....	80
Construction d'un système de transfert d'échantillon .....	83
Les orienteurs .....	85
<b>II-4-c Le bâti de transfert .....</b>	<b>85</b>
Positionnement du DPE sur le RPE .....	86
Le système de retournement .....	87
Le système de changement de picots .....	87
<b>II-4-d Le transfert des masques .....</b>	<b>88</b>
Stockage des masques .....	88
Le carrousel .....	88
Les RPE spéciaux .....	89
<b>II-4-e Transfert dans le bâti de pulvérisation .....</b>	<b>89</b>
RPE du bâti de pulvérisation .....	89
Description du système porte-échantillon de la pulvérisation .....	90
<b>II-4-f Les autres bâtis .....</b>	<b>91</b>
RPE du bâti du faisceau d'ions .....	91
RPE du système de retournement .....	91
RPE du LEED .....	91
RPE pour l'implanteur .....	92
<b>II-5 <u>Le système de masques</u> .....</b>	<b>93</b>
<b>II-5-a Introduction .....</b>	<b>93</b>
Contraintes à remplir .....	93
Constitution des masques .....	93
<b>II-5-b Le processus d'électroérosion .....</b>	<b>96</b>
<b>II-5-c Symétrie des masques .....</b>	<b>96</b>
Positionnement relatif des DPE .....	97
Symétrie découlant de la fabrication des masques .....	97

<b>Chapitre III : Résultats expérimentaux .....</b>	<b>99</b>
<b>III-1 <u>Mise au point du matériau thermométrique optimum</u> .....</b>	<b>99</b>
<b>III-1-a Objectifs .....</b>	<b>99</b>
<b>III-1-b Étude de la résistivité.....</b>	<b>100</b>
Caractéristiques géométriques des échantillons de la première série .....	100
Évolution de la résistance avec la température .....	101
<b>III-1-c Influence de la température du substrat .....</b>	<b>103</b>
Caractéristiques géométriques de la deuxième série d'échantillons .....	103
Mise en évidence de l'action de la température sur les dépôts .....	104
Ségrégation de l'or dans les films d'AuGe .....	105
Prédire le rapport résistif .....	109
<b>III-1-d Performances des films à basse température : étude de la             puissance de polarisation volumique.....</b>	<b>112</b>
Puissance de polarisation volumique. Écart à la loi d'Ohm .....	113
Puissance de polarisation limite .....	116
Sensibilité du matériau thermométrique .....	117
Sensibilité du détecteur .....	119
<b>III-2 <u>Les détecteurs au germanium dopé par transmutation             nucléaire (NTD)</u> .....</b>	<b>121</b>
<b>III-2-a Introduction .....</b>	<b>121</b>
<b>III-2-b La transmutation nucléaire : le cas du germanium NTD</b>	
Contrôle des dopants .....	122
<b>III-2-c Les contacts électriques : qualités à réunir .....</b>	<b>123</b>
Description d'un bon contact .....	123
Bruits de contact .....	124
<b>III-2-d Le cas du contact pour les films minces AuGe .....</b>	<b>125</b>
<b>III-2-e Les contacts dans le cas du germanium NTD .....</b>	<b>126</b>
La méthode d'implantation du bore .....	126
Préparation de l'implantation .....	127
L'opération de décapage et de dépôt .....	127
Le dépôt de la couche métallique .....	128
Les tests des échantillons .....	129

III-3 <u>Application du matériau : réalisation de bolomètres prototypes</u>	
III-3-a Introduction .....	134
III-3-b Les masques pour la matrice bolométrique .....	135
III-3-c Évaluation de la capacité calorifique .....	138
III-3-d Les masques pour le détecteur interdigité .....	140
III-3-e Évaluation de la capacité calorifique .....	143
III-3-f Estimations des performances .....	146

## **Chapitre IV : Microbolomètres ..... 151**

IV-1 <u>Gravure et imagerie par faisceau d'ions focalisés</u> .....	151
IV-1-a Introduction .....	151
IV-1-b Le dispositif de gravure .....	152
La source d'ions à métal liquide .....	152
IV-1-c Caractéristique de la source d'ions à métal liquide .....	154
IV-1-d La procédure de réglage et d'alignement du faisceau .....	155
IV-1-e Alignement de la source et interdépendance des réglages .....	157
IV-1-f Alignement du diaphragme sur le centre de la lentille objet L2	158
IV-1-g Le réglage de l'octopole du stigmatiseur .....	158
IV-2 <u>Manipulation de l'échantillon</u> .....	159
IV-2-a Le pompage de l'enceinte principale et la source .....	159
IV-2-b Le dispositif de positionnement de l'échantillon .....	159
IV-2-c Limitations des vibrations .....	160
IV-2-d Le dispositif de positionnement de l'échantillon .....	160
IV-2-e Le transfert de l'échantillon et la mesure du courant d'ions .....	163
IV-2-f Le mode vidéo analogique .....	163
IV-3 <u>Application à la fabrication de microbolomètres</u> .....	165

## **Conclusion ..... 171**

## **Références bibliographiques ..... 175**



# **Introduction**



## **Introduction**

Les bolomètres sont des détecteurs d'énergie, qui trouvent leur application dans de nombreux domaines de la science, comme par exemple la calorimétrie, l'astrophysique, la détection de particules, ou la détection de rayonnement infrarouge. Le principe de fonctionnement des bolomètres réside dans la faculté que possède l'énergie de se présenter sous plusieurs formes. Il s'agit ainsi de convertir en chaleur l'énergie reçue par le détecteur, de façon à provoquer une élévation de la température mesurable par un thermomètre.

Notre étude se situe dans le cadre de la recherche d'une résolution ultime en énergie et en position. La détection ultime nécessite d'accroître la sensibilité des bolomètres, ce qui peut être réalisé de plusieurs façons : par exemple en réduisant la température de fonctionnement, en augmentant la sensibilité des matériaux thermométriques, ou bien en diminuant la taille du bolomètre, de façon à minimiser sa capacité calorifique.

Notre travail s'est orienté dans deux directions. D'une part, nous avons optimisé les caractéristiques d'un matériau thermométrique, constitué d'un alliage binaire d'or et de germanium que l'on peut déposer sous la forme de couches minces. D'autre part, nous avons choisi de mettre en œuvre une conception tout films minces pour fabriquer des bolomètres de très faible capacité calorifique. De la sorte, en travaillant à suffisamment basse température, c'est-à-dire à 0,3 kelvin, la voie vers un bolomètre de très haute résolution est ouverte.

Ce mémoire s'articule en quatre parties. Dans le chapitre I, nous présentons une introduction à la physique des détecteurs bolométriques. Nous rappellerons brièvement l'histoire du développement de ces détecteurs, ainsi que leur principe général de fonctionnement. Après avoir décrit les caractéristiques principales de notre matériau thermométrique, fondées sur la transition métal-isolant, nous montrerons l'intérêt d'un bolomètre tout films minces. Nous énoncerons notamment les conditions à réunir pour optimiser la détection bolométrique.

Dans le chapitre II, nous décrivons le dispositif expérimental ultravide que nous avons développé. Pour fabriquer les films minces, nous avons conçu et assemblé un ensemble complexe d'enceintes ultravides, ainsi qu'un système de transfert qui permet d'introduire un substrat dans un environnement ultravide, de le stocker, de le recristalliser, de déposer des films monoatomiques ou bien des

alliages binaires. Un système de masques transférables et interchangeable sous ultravide permet de créer des motifs élaborés, grâce à une série de dépôts. Les films peuvent être déposés à une température comprise entre 77 et 500 K. Ils peuvent être ensuite recuits jusqu'à 900 K, en présence d'un flux gazeux. Un faisceau d'ions focalisé donne accès à la microscopie à balayage et à la gravure submicronique, avec une résolution de 40 nm.

Dans le chapitre III, nous présentons les performances de notre matériau thermométrique. À l'aide de ce matériau, et grâce à notre dispositif de masquage et de dépôt en environnement ultravide, nous avons développé deux prototypes de bolomètres réalisés en couches minces. Tout d'abord, nous présenterons une matrice de bolomètres. Ce type de matrice permettra de mener des expériences de calorimétrie de surface, pour étudier les propriétés électroniques et thermodynamiques de monocouches atomiques. Ensuite, nous présenterons un bolomètre mono-élément, destiné à détecter les rayonnements en provenance des zones froides de l'Univers.

Enfin, dans le chapitre IV, nous concluons en discutant les améliorations d'ores et déjà d'appliquables aux bolomètres, en réduisant la dimension des éléments. Nous présenterons une première réalisation utilisant un faisceau d'ions focalisé. Celui-ci permet dès maintenant de réaliser des éléments de taille micronique. L'utilisation de films minces permet en effet de réduire le volume du matériau actif dans la détection de l'événement thermique, ce qui ouvre de nouvelles perspectives de miniaturisation et de sensibilité ultime.

# **Chapitre I : Les bolomètres**



# **Chapitre I : Les bolomètres**

## **I-1 Historique des bolomètres**

### **I-1-a Les détecteurs thermiques**

Une meilleure compréhension des processus physiques qui nous entourent requiert un regard plus approfondi et plus détaillé sur la matière pour reculer les limites de l'inconnu. Ce résultat s'obtient au prix d'une amélioration continue des performances des détecteurs, grâce à une sophistication et une complexité croissantes. Les limites des performances se posent surtout pour la recherche scientifique.

Pour sonder la matière, il faut créer une excitation en son sein, et détecter la réponse du système à cette action. La réponse à l'excitation peut se faire de différentes manières, par exemple au moyen d'un flux de radiations électromagnétiques ou d'un flux de particules. Dans tous les cas, le but d'un détecteur est d'obtenir une information sur l'interaction avec la matière, à travers une mesure *qualitative*, et si possible *quantitative*, de la réponse à cette interaction. La température est un paramètre parmi d'autres qui permet de mesurer cette réponse. Les détecteurs dont la mesure repose sur une variation de température s'appellent des calorimètres.

On peut citer l'une des plus anciennes utilisations de la méthode calorimétrique, celle de la découverte du spectre infrarouge par Sir William Herschel, en 1800. Son calorimètre était constitué d'un prisme, qui jouait le rôle d'un monochromateur, et d'un thermomètre, qui servait à mesurer les variations de température.

La découverte de l'effet Seebeck et son application à la thermométrie, par le développement du thermocouple, a amélioré la précision des mesures thermiques. Le thermocouple a permis une plus large diffusion de la méthode calorimétrique, et a aidé à son amélioration. On peut citer l'une des expériences célèbres utilisant cette méthode : les mesures de radioactivité dues à Curie et Laborde [1].

Cependant la sensibilité limitée de ces méthodes entraîna rapidement une nouvelle recherche de détecteurs plus performants. Une nouvelle classe de calorimètres fait en effet son apparition en 1880, qui prennent le nom de "bolomètres". Un bolomètre, comme un calorimètre, absorbe une énergie incidente qui induit une variation de température. Cette dernière modifie la résistance électrique du matériau constituant la partie sensible du détecteur. La

résistance est ensuite mesurée par un système externe. La mesure thermique par une variation de résistance est le trait caractéristique d'un bolomètre.

Le premier bolomètre, dû à Langley en 1880 [2], consistait en un pont de Wheatstone dont l'une des branches est reliée à de fines lamelles de platine. Soumis à un échauffement, la résistance des lamelles est modifiée. Un galvanomètre permet de mesurer l'amplitude de cette variation.

Les détecteurs calorimétriques que nous avons décrits ont en commun de travailler en mode continu. Cela signifie que le bolomètre est soumis à un flux continu de radiation à détecter. La réponse du bolomètre en sortie est proportionnelle à l'énergie totale absorbée. Une conséquence de ce mode de fonctionnement est que le bolomètre est incapable de distinguer entre les différentes composantes énergétiques du flux incident. Pour palier à cet inconvénient, il est nécessaire de placer un filtre en énergie devant le détecteur. Ce filtre ne laisse passer que les composantes énergétiques comprises dans une fenêtre prédéfinie. Il peut être, suivant la gamme d'énergie et le type de particules considérés, un prisme, un monochromateur, un champ magnétique ou un champ électrique. Le bolomètre reçoit donc une gamme d'énergie bien définie, et fonctionne simplement comme un compteur de flux de particules ou de photons pour cette gamme d'énergie. Il suffit ensuite de balayer la gamme d'énergie étudiée en modifiant les caractéristiques du filtre, pour obtenir une image complète du spectre. Pour obtenir des valeurs quantitatives, il faut bien sûr calibrer auparavant le système de mesure.

En 1974, Niinikoski et Udo [3,4], du CERN, évoquent la possibilité de détecter une particule ou un photon individuel par une méthode thermique, et de déterminer en même temps son énergie. Le détecteur thermique peut alors jouer le double rôle de compteur et de spectromètre, sans l'adjonction d'un filtre. Cette méthode promet de simplifier notablement le système de détection. Ce mode de fonctionnement s'appelle le mode "pulsé".

Dans le mode pulsé, par opposition au mode "continu", le détecteur doit discerner individuellement chaque particule qui arrive à sa surface, pour pouvoir mesurer son énergie. On comprend intuitivement que la caractéristique essentielle pour un bolomètre en mode pulsé est de posséder un temps de réaction plus court que la durée entre deux impacts de particules successifs. Le temps de retour à l'équilibre thermodynamique du bolomètre, appelé aussi "temps de relaxation thermique", est le paramètre déterminant pour ce mode de fonctionnement. Ceci entraîne des contraintes thermiques sévères sur la capacité calorifique du bolomètre, ainsi que sur le détail de son lien thermique avec son environnement.

Les progrès de certaines techniques, dont l'ultra-vide, la cryogénie et la fabrication de semiconducteurs, ont permis de concrétiser ce nouveau mode de fonctionnement des bolomètres. En 1984, les premiers détecteurs de ce type font ainsi leur apparition pour la détection de particules [5], et pour la spectroscopie des rayons X [6,7].

Pour montrer les avantages du bolomètre, il faut d'abord remarquer que chaque détecteur est fondé sur un type particulier d'énergie d'excitation. L'énergie d'une particule incidente est en effet convertie en excitations dans un détecteur. Dans le cas d'un bolomètre, l'énergie se convertit en chaleur, ce qui se traduit par une excitation des modes de vibration du réseau cristallin. L'énergie d'une vibration du réseau (c'est-à-dire une onde élastique) est quantifiée. Le quantum d'énergie d'une onde élastique est appelé "phonon" [8]. L'intérêt du bolomètre résulte du fait que les vibrations du réseau cristallin sont à la base physique de la détection. Or le quantum d'énergie des phonons à basse température est très faible : il est de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-5}$  eV dans un cristal à 0,3K. En comparaison, il est de l'ordre de  $10^{-3}$  eV pour les paires de Cooper, 10 eV pour l'énergie de liaison électron-ion, 5 eV pour les excitations dans les détecteurs à scintillation, et 1 eV pour l'énergie de liaison électron-trou dans les détecteurs semiconducteurs à ionisation.

Lorsqu'une particule énergétique bombarde un détecteur, elle provoque donc un grand nombre d'excitations, d'autant plus grand que le quantum d'énergie est petit. La physique statistique montre que la résolution, autrement dit l'amplitude des fluctuations, sur une mesure est proportionnelle au rapport  $\frac{\sqrt{N}}{N}$ , où N est le nombre total de quanta créés. Plus N est grand, meilleure sera la résolution [9]. La très bonne résolution ultime est l'un des avantages d'un bolomètre. Notons enfin que les bolomètres peuvent détecter aussi bien des particules possédant une masse que des photons.

La figure I-1 montre la correspondance entre les gammes d'énergie du rayonnement électromagnétique et les détecteurs qui leur sont habituellement associés. Lorsque l'on parcourt le graphe dans le sens des énergies décroissantes, on voit que la résolution limite intrinsèque pour un type donné de détecteur diminue de plus en plus, avant qu'il soit nécessaire de changer de type de détecteur. Par exemple, une précision de  $\frac{dE}{E} \approx 10^{-5}$  sur des rayons X de quelques  $10^3$  eV est impossible à obtenir avec des détecteurs semiconducteurs, et il est nécessaire de recourir aux bolomètres. On peut montrer en effet que pour l'énergie considérée le nombre d'électrons-trous générés dans le détecteur est insuffisant pour la précision requise.

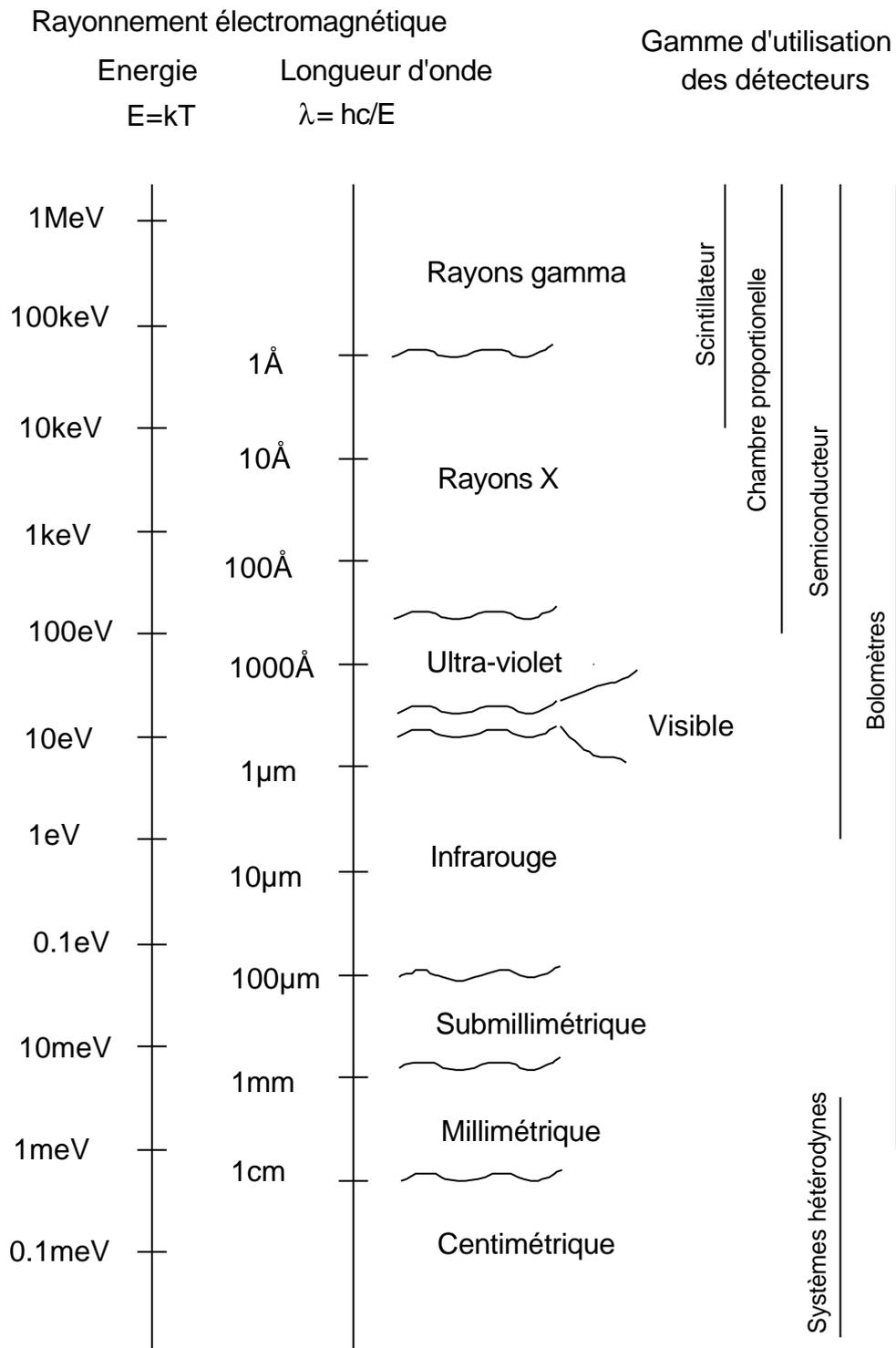


Figure I-1 : Gammes d'énergie du rayonnement électromagnétique avec le nom usuel des détecteurs correspondant, ainsi que leurs limites d'utilisation [10].

## I-1-b Le problème de la détection de particules massives

### Avantages des bolomètres

L'un des avantages du bolomètre par rapport aux autres types de détection réside en sa large gamme d'utilisation, comme le montre la figure I1. Un autre avantage est sa relative insensibilité aux dommages occasionnés lors de l'absorption par les collisions des particules incidentes avec les atomes du réseau du détecteur. Même si ces dommages altèrent quelque peu les performances du détecteur bolométrique, il s'agit d'un effet bien moins important que dans le cas par exemple des détecteurs à semiconducteur, qui sont eux très fragiles de ce point de vue. Les collisions créent des états dans le gap et des centres de piégeages pour les porteurs, si bien que la réponse du détecteur semiconducteur n'est plus fiable, car à cause d'eux le bruit de mesure augmente sensiblement. En revanche les centres de piégeages ont peu d'effet sur les modes de vibration du réseau d'un bolomètre.

D'une façon générale, dans les détecteurs, le système qui absorbe l'énergie incidente est le même milieu qui crée le signal de détection. Ce n'est pas vrai dans le cas des bolomètres "composites", car comme leur nom l'indique, les fonctions d'absorbeur et de thermomètre sont séparées. Chaque fonction est remplie par une partie distincte du bolomètre. Chaque partie est en outre généralement réalisée dans des matériaux différents, pour optimiser leurs rôles respectifs. Ainsi ce type de détecteur est plus difficilement détérioré par les défauts dus aux collisions. Le matériau de l'absorbeur est choisi pour subir les collisions. La transmission de l'information entre l'absorbeur et le thermomètre se fait par l'intermédiaire des phonons. Ce découplage rend compte en partie de la grande diversité des applications faisant appel aux bolomètres.

### Détection de particules

Dans le cas de la détection des particules possédant une masse, l'énergie à détecter est en fait une énergie *cinétique*. Toutefois d'autres paramètres entrent en ligne de compte, comme la masse et la charge électrique. On utilise des bolomètres pour détecter une grande variété d'ions, ayant des masses allant de celle de hydrogène à celle de l'uranium, et dont l'énergie cinétique s'étend jusqu'à environ 2 GeV [11]. Pour atteindre une telle énergie, tout en gardant le potentiel d'accélération à des valeurs raisonnables, il est nécessaire d'ioniser les atomes plus d'une fois. Notons qu'on utilise aussi les bolomètres pour la détection des photons, des électrons, et des autres particules énergétiques [12,13].

Une autre application de la détection propre aux bolomètres a été testée depuis peu. Il s'agit de la détection indirecte de particules grâce à leur interaction avec la matière du bolomètre, au travers des sections efficaces de réactions nucléaires et du recul des noyaux [14,15]. Cette détection indirecte fait du bolomètre un bon candidat pour la détection des neutrinos [16], et pour la recherche de la matière cachée de l'univers [17,18].

### **I-1-c Les différents types de bolomètres**

Aujourd'hui, de nombreuses équipes de recherche dans le monde travaillent sur le thème des bolomètres dans différentes disciplines [19]. Chaque groupe tente de développer le meilleur bolomètre, du point de vue du temps de réponse ainsi que de la résolution, pour chaque application envisagée.

De nombreuses voies sont explorées dans ce but. Elles se distinguent par le phénomène physique mis en jeu pour détecter l'élévation de température. On peut citer le thermistor, dont le mot est une contraction des mots "thermal resistor" (c'est à dire "résistance thermique"). Comme son nom l'indique, ce détecteur présente une résistance électrique qui varie avec la température. Les thermistors sont réalisés à partir de matériaux semiconducteurs qui présentent une forte dépendance de leur résistance avec la température, et ce à basse température. Ce point sera expliqué plus en détail par ailleurs. Parmi les détecteurs à thermistor, citons les semiconducteurs dopés par implantation, les semiconducteurs dopés dans le volume, et les germaniums NTD. Les bandes supraconductrices ("superconducting strips") constituent un autre type de thermistors. Elles exploitent la très forte variation de la résistance électrique au point de transition entre l'état normal et l'état supraconducteur [20].

D'autres phénomènes physiques présentant une dépendance en température (notamment à basse température) ont été utilisés pour la partie sensible du détecteur. On peut citer, entre autres, les jonctions tunnels supraconductrices [21], les SQUID ("Superconducting QUantum Interference Devices") [22], et les granules supraconductrices [23]. Cette liste n'est nullement exhaustive.

Par ailleurs, certains systèmes sont orientés vers la détection des phonons thermiques, d'autres vers la détection des phonons balistiques. Ces derniers sont des vibrations de réseau de grande énergie, qui se désexcitent en phonons thermiques de beaucoup plus basse énergie.

Comme nous l'avons vu, les bolomètres composés d'un absorbeur et d'un thermistor permettent une meilleure résolution ultime et une meilleure robustesse dans le cas de la détection de particules que les autres types de détecteurs. Ceci est vrai pour tous les types de thermistors employés, qu'ils soient semiconducteurs ou supraconducteurs. Nous allons donc nous intéresser à partir de maintenant plus particulièrement aux différents thermistors disponibles actuellement.

### **I-1-d Revue des systèmes de détection à base de thermistors**

Tous les thermistors utilisés dans des bolomètres à basse température sont fondés sur une conduction électrique activée thermiquement, ceci indépendamment de leur taille, du type de matériau choisi, ou du mode de fabrication. Nous verrons plus loin (section I-3-c ) le mécanisme exact de la conduction électrique. En général le matériau qui présente ces propriétés de conduction consiste en une matrice d'atomes de la quatrième colonne du tableau de Mendeleev (silicium et germanium, essentiellement), contenant des atomes de dopage. Parmi les matériaux couramment utilisés, on peut mentionner : SiP, NbSi, AuGe, et GeGaSb.

Différentes techniques sont employées pour obtenir ces matériaux. Nous allons citer les méthodes les plus courantes, en mentionnant les problèmes qu'elles soulèvent.

#### La méthode du dopage par fusion

Dans la méthode du dopage par fusion ("melt-doped"), on prépare un bain fondu contenant tous les éléments nécessaires, et avec la bonne composition stœchiométrique. La matière est ensuite extraite lentement du bain liquide, et se solidifie en refroidissant. De proche en proche on récupère tout le bain sous la forme d'un long lingot du matériau. Un catalyseur est utilisé en début de croissance pour orienter le grain du cristal selon la direction cristallographique voulue, pendant le refroidissement du matériau.

Cette méthode éprouvée se caractérise par son indépendance par rapport aux matériaux et ainsi qu'à leur composition chimique.

Un inconvénient de cette méthode est qu'elle engendre un gradient de composition chimique, le long de l'axe d'extraction aussi bien que radialement, surtout pour les très faibles quantités de dopants. Le lingot est découpé en plaquettes le long de l'axe, ce qui permet de trouver celle qui présente la

composition chimique désirée. Un recuit de la plaquette permet ensuite d'améliorer l'homogénéité de la composition.

### Implantation

La méthode d'implantation bénéficie de toute l'expérience acquise dans le domaine des semiconducteurs. Elle donne des résultats fiables et reproductibles. Son inconvénient est l'accès limité à l'équipement nécessaire. De plus, le dopage se limite à une zone localisée près de la surface, et la densité des dopants que l'on peut atteindre est trop faible pour certaines applications. L'épaisseur de la région implantée est de l'ordre du micromètre, alors que l'épaisseur du substrat peut dépasser 0,3 mm. La densité des impuretés dans la matière est décrite par une gaussienne. Des implantations avec des ions de plusieurs énergies sont nécessaires pour approcher une densité homogène sur la profondeur désirée. Ces implantations sont majoritairement réalisées sur silicium. Les dopants sont issus d'une source d'ions, et n'existent que pour des dopants usuels, ce qui réduit significativement les possibilités.

### Co-évaporation et pulvérisation

Les méthodes de co-évaporation et de pulvérisation sont bien adaptées à la fabrication de couches minces, mais elles nécessitent un environnement UHV. Elles permettent de déposer des films sur un substrat à partir de cibles pures ou d'alliages. Ce système est autonome, et il peut faire partie d'un ensemble de bâtis en vue de réaliser des opérations complexes. Le problème majeur réside dans le contrôle de la composition chimique en temps réel pendant le dépôt. Plusieurs solutions existent, mais nous montrerons dans le chapitre II (dans la section consacrée à la microbalance à quartz) comment ce problème a été résolu.

### Transmutation nucléaire

La méthode de transmutation nucléaire est très particulière. Elle n'est applicable qu'au germanium NTD ("Neutron Transmutation Doped germanium"), ainsi que nous l'expliquerons dans la section III-2. Il s'agit de l'irradiation d'un cristal de germanium par un flux de neutrons thermiques produits par une pile atomique. Les neutrons induisent des réactions nucléaires avec les atomes de germanium, qui se transmutent en atomes de gallium, d'arsenic et de sélénium. Les sections efficaces des réactions sont telles que l'on obtient la bonne stoechiométrie des différents éléments. Ceci permet d'obtenir de très bons thermistors, essentiellement parce que cette méthode garantit une très bonne homogénéité des dopants. La difficulté de cette méthode réside d'une part dans

le fait qu'elle nécessite un réacteur nucléaire, et d'autre part dans son application limitée au germanium. Une particularité de cette méthode est l'existence de désintégrations résiduelles dans le cristal, même après la fin de son irradiation. Ces désintégrations rendent inutilisables les cristaux pendant un certain temps, car elles induisent des bruits et un échauffement du cristal incompatible avec son utilisation comme détecteur. Il faut attendre que les réactions nucléaires soient terminées avant de pouvoir utiliser les cristaux. La durée d'attente s'étend sur plusieurs demi-vies des éléments, au minimum trois mois. Nous reviendrons plus en détail sur cette technique dans la section III-2.

## I-2 Principe physique de la détection bolométrique

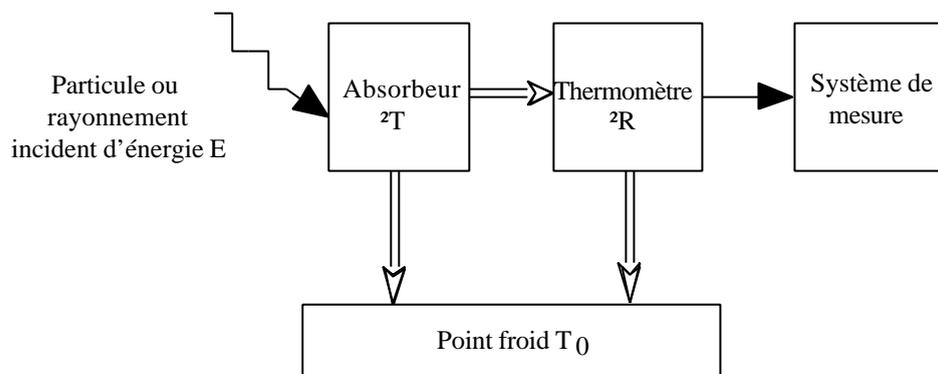


Figure I-2 : Éléments de base constituant un bolomètre.

### **I-2-a Description des éléments d'un bolomètre**

Un bolomètre est généralement constitué de quatre parties : – un absorbeur, – un thermomètre, – un lien thermique au point froid, – et une électronique de mesure externe au bolomètre. Le schéma de la figure I-2 en résume le fonctionnement.

#### Bolomètres monolithiques et bolomètres composites

Parmi les bolomètres, on distingue deux types de détecteurs. Un premier type est appelé "monolithique". Il correspond au cas où les deux fonctions d'absorbeur et de thermomètre sont confondues dans le même élément physique. Le deuxième type est appelé "composite". Il correspond au cas où ces fonctions sont séparées.

Parmi les détecteurs monolithiques, on trouve les cristaux de germanium NTD et les cristaux de germanium dopés par fusion. La masse du cristal est utilisée comme absorbeur. Les contacts électriques sont pris directement sur les faces du cristal. L'un des avantages du détecteur monolithique est sa simplicité, un autre est que l'élévation de température est intégralement transférée entre l'absorbeur et le senseur, sans pertes. Cependant un inconvénient est que le matériau choisi pour l'élément absorbeur-senseur ainsi que ses dimensions résultent d'un compromis, si bien que chaque caractéristique n'est pas optimale. On ne peut pas changer ces caractéristiques pour s'adapter à un cas particulier, aussi la difficulté réside dans le choix du matériau de base.

#### Les avantages des bolomètres composites

L'idée du détecteur composite est de remédier à ces inconvénients. Il s'agit d'optimiser chaque élément du bolomètre indépendamment, puis d'assembler les éléments. Ainsi l'absorbeur est choisi dans un matériau adéquat. Son volume sera adapté pour bien absorber, tout en gardant une valeur minimum de façon à réduire la capacité calorifique. La même démarche est appliquée au thermomètre. Le problème du détecteur composite réside justement dans le fait qu'il faut lier ces deux éléments ensemble.

Une colle spéciale est généralement utilisée. Cette colle doit être un bon conducteur thermique, pour transmettre l'élévation de température de l'absorbeur au thermomètre, et elle doit être un isolant électrique, pour ne pas créer de court-circuit avec le thermomètre. Malheureusement, les colles usuelles ne peuvent pas être appliquées dans l'état cristallin, de telle sorte qu'elles présentent une grande capacité calorifique, surtout qu'un certain volume de colle est nécessaire pour garantir un bon contact thermique. Par conséquent, tous les efforts d'optimisation des performances sont limités par l'utilisation de cette colle, qui est néanmoins inévitable si l'on veut assembler des éléments fabriqués séparément, comme c'est le cas de tous les détecteurs composites.

Nous montrerons dans la suite de ce mémoire quelle solution nous avons apportée à ce problème. Une autre solution consiste à utiliser des détecteurs au silicium dopé par implantation. Le silicium présente une température de Debye élevée (645 K) et donc une capacité calorifique faible à basse température, et l'implantation permet un bon contact entre l'absorbeur et le thermomètre. L'inconvénient provient de la limitation par l'utilisation du silicium comme matériau de base, et de la nature des dopants. Son avantage est que l'on peut réduire fortement les volumes des éléments et améliorer la fiabilité, la reproductibilité

ainsi que la facilité du processus, grâce aux progrès de l'industrie des semiconducteurs.

Nous avons vu donc qu'un bolomètre composite, avec tous ses éléments correctement optimisés – température de fonctionnement, énergie incidente, volumes, etc.–, serait la meilleure solution si l'on pouvait éviter l'utilisation de la colle. Ainsi aucune solution n'est totalement satisfaisante, et il y a de la place pour des améliorations, comme nous le verrons plus loin.

## I-2-b Améliorer la sensibilité du bolomètre

### Principe de fonctionnement d'un bolomètre

Le principe du bolomètre consiste à détecter une augmentation de température due à l'absorption de l'énergie d'une particule ou d'une radiation incidente. Les performances du bolomètre dépendent de la plus petite élévation de température, notée  $\Delta T$ , quel que soit le type de thermistor utilisé et quel que soit son mode de fabrication ou sa sensibilité. Cette élévation de température est directement reliée à la capacité calorifique totale du bolomètre. Elle est grossièrement donnée par :

$$\Delta T = \frac{E}{C_T} \quad (I-1)$$

où  $E$  est l'énergie déposée dans le bolomètre, et  $C_T$  est la capacité calorifique totale du bolomètre. L'élévation de température  $\Delta T$  se traduit par un changement de la résistance électrique du thermistor,  $\Delta R$ . Celle-ci dépend du coefficient résistance-température du matériau thermométrique.

On voit immédiatement que pour augmenter la sensibilité il faut augmenter l'écart de température induit par l'énergie déposée, en réduisant la capacité calorifique totale du bolomètre. On remarque que la capacité calorifique totale peut s'écrire sous la forme :

$$C_T = C_V(T) * V \quad (I-2)$$

où  $V$  est le volume du bolomètre et  $C_V(T)$  est la chaleur spécifique du matériau utilisé. Une première façon de réduire la capacité calorifique  $C_T$  est bien sûr de minimiser le volume  $V$ . Par ailleurs  $C_V(T)$  peut s'écrire :

$$C_V = \gamma T + \beta T^3 = \gamma T + A \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^3 \quad (I-3)$$

Le terme linéaire en température,  $\gamma T$ , provient de la contribution électronique à la chaleur spécifique totale. Le coefficient  $\gamma$  est directement proportionnel à la densité d'états électroniques au niveau de Fermi,  $N(E_F)$ . Pour minimiser ce terme, il faut éviter d'utiliser des métaux de transition, à grande  $N(E_F)$ . Le deuxième terme représente la contribution du réseau cristallin. Le coefficient  $A$  vaut 1944 J/mole.K. La température de Debye  $\Theta_D$  est d'autant plus grande que le réseau cristallin est rigide, c'est-à-dire que pour minimiser le deuxième terme, il faut choisir des matériaux durs, et à l'état cristallin plutôt qu'à l'état amorphe. La contribution des vibrations de réseau variant selon le cube de la température, il est profitable de se placer à basse température de façon à réduire la capacité calorifique  $C_T$ .

En résumé, il existe donc principalement trois manières de réduire  $C_T$  : En premier lieu on peut avoir recours à des matériaux diélectriques, qui présentent une valeur élevée de la température de Debye. En second lieu, on peut utiliser les bolomètres à basse température. Enfin, on peut s'attacher à diminuer le volume du bolomètre. Toutes ces solutions peuvent évidemment être associées entre elles.

Pour réduire les dimensions du bolomètre il faut réduire la taille des éléments, par exemple mécaniquement ou chimiquement. Ces méthodes permettent d'obtenir un volume minimal de l'ordre de seulement  $10^{-2} \text{ mm}^3$ . La réduction de la taille ne présente pas que des avantages, car des opérations telles que la prise des contacts électriques s'avèrent alors très délicates. Il faut en effet être capable de mettre en œuvre des outils macroscopiques sur des objets de plus en plus petits. La dimension des bolomètres ne pouvant pas être réduite indéfiniment, et le choix des matériaux étant limité, il apparaît ainsi que la réduction de la température de fonctionnement des bolomètres reste la voie principale pour toute amélioration future des performances.

#### Optimisation de la température de fonctionnement

La modélisation du comportement des bolomètres permet d'évaluer la température du bolomètre relative à celle du bain froid. Il apparaît ainsi des contraintes contradictoires dans le mode de fonctionnement du bolomètre, ou plus exactement du thermistor. D'une part, on désire utiliser le bolomètre à des températures de plus en plus basses, pour réduire sa capacité calorifique, d'autre

part, il est souhaitable de pouvoir faire passer des courants de lecture les plus grands possible dans le thermistor, pour maximiser le rapport signal sur bruit. Ceci conduit à échauffer le thermomètre par effet Joule. Les deux optimisations agissent donc en sens contraires. Il s'agit dans chaque cas d'augmenter le signal de sortie du détecteur, mais elles aboutissent à des effets contraires : d'un côté on refroidit le bolomètre, de l'autre on le réchauffe. Il doit donc exister pour le bolomètre un optimum du couple : température du bolomètre et courant de lecture injecté. Ainsi la résolution des bolomètres ne peut être améliorée simplement en fabriquant des cryostats plus performants.

L'optimisation ne se situe plus au niveau du bolomètre, mais à celui du thermistor. Plus précisément, le problème se situe au niveau du découplage entre le bain de phonons et le bain d'électrons du thermistor. On effectue, lorsque la température du bolomètre est trop basse, c'est-à-dire que le courant électrique de mesure élève principalement la température des électrons, il s'établit un écart de température entre les deux bains. Ce découplage équivaut à établir une résistance thermique entre les deux bains. La résistance du thermistor n'est alors plus un témoin fidèle de la température du réseau cristallin, et donc de l'énergie absorbée, mais seulement de celui du bain d'électrons du thermistor. Il est à noter que cette résistance thermique peut devenir plus grande que celle de l'interface entre l'absorbeur et le thermomètre.

De plus, la résistance thermique entre les bains augmente le temps de relaxation du thermistor et limite la fréquence des événements à détecter. Ceci est une contrainte importante qui peut détériorer les performances du bolomètre. On décrit ce phénomène à l'aide d'un paramètre appelé puissance de polarisation maximale. Il s'agit d'un paramètre déterminant quant aux performances. On définit également la notion de densité maximale de puissance de polarisation au point de travail du bolomètre.

Le problème à résoudre pour améliorer les performances des bolomètres est donc de maximiser la puissance de polarisation du thermistor, pour recueillir un signal fort en sortie, mais aussi d'évacuer le mieux possible et le plus vite possible la puissance injectée.

### I-3 Un bolomètre en conception tout film mince

#### **I-3-a Le thermomètre film mince**

Dans le cadre de ce travail, nous avons tenté de résoudre les problèmes des bolomètres en suivant une nouvelle voie. Elle consiste à fabriquer l'élément sensible du bolomètre à partir d'un alliage binaire en *film mince*. Ce matériau présente une transition métal-isolant à basse température, ce qui en fait un matériau thermométrique sensible.

La conception en film mince présente des avantages indéniables. En particulier, les capacités calorifiques mises en jeu sont très faibles, si bien qu'elles rendent inutile des températures de fonctionnement très basses. Nous pouvons donc imaginer de travailler avec un bolomètre film mince à des températures nettement plus élevées que celles qui sont habituellement utilisées avec les autres types de bolomètres, tout en conservant une très bonne sensibilité. Cette particularité facilite l'exploitation de ces détecteurs, car les techniques cryogéniques utilisées sont alors moins contraignantes.

Le thermomètre film mince bénéficie également des grands rapports surface sur volume, ce qui a pour vertu de diminuer la résistance de Kapitza de l'interface entre le thermomètre et l'absorbeur.

Le volume du thermomètre que nous fabriquons est de l'ordre de  $10^{-5}$  mm<sup>3</sup>, soit près de trois ordres de grandeur plus petit que le plus petit thermomètre NTD réalisé à ce jour.

Une partie de ce travail a consisté à mettre au point le processus de fabrication du film thermométrique, et à caractériser le matériau thermométrique qui sera à la base de la mesure calorimétrique. Ce travail nous a permis de concevoir et de développer des bolomètres, ainsi que des matrices de bolomètres comme détecteurs en couches minces, applicables à la détection de rayonnements dans la gamme millimétrique et sub-millimétrique.

En résumé, le bolomètre idéal est de type composite, mais il ne doit pas utiliser de colle. Nous montrerons dans la suite un exemple de détecteur ayant des dimensions très réduites, mais facile à mettre en œuvre.

#### Notre solution

Nous avons essayé de trouver une solution pour répondre à ces contraintes, en suivant un autre chemin pour la fabrication du bolomètre. Il s'agit de construire un bolomètre dont le thermomètre est réalisé en couche mince, à partir d'un alliage binaire ayant des propriétés thermiques adéquates.

La fabrication du thermomètre en couche minces offre une très grande flexibilité dans le choix de la composition chimique, de l'épaisseur du film ainsi que de la forme et des dimensions des motifs. Le contrôle de la composition chimique nous permet d'ajuster la sensibilité du thermomètre à la température de fonctionnement envisagée. En modifiant l'épaisseur du film ainsi que la géométrie des contacts, nous pouvons modifier la résistance électrique du film et l'adapter au dispositif électronique externe de mesure.

Le film est déposé directement sur un substrat, qui peut faire office d'absorbeur. Nous avons de la sorte résolu le problème de la colle : il n'y en a pas ! L'absorbeur peut être de dimension quelconque, et composé d'un matériau judicieusement choisi, de façon à optimiser l'absorption pour le cas de la détection considérée.

Dans le cas de la détection infrarouge, par exemple, le matériau absorbant peut être une fine couche de bismuth. Les deux films, thermomètre et absorbeur, ne sont pas autoportants, si bien qu'il faut leur adjoindre un substrat, qui crée la structure rigide du détecteur. En guise de substrat, on a le choix entre les différents matériaux diélectriques existant. Les plus répandus sont disponibles sous forme de plaquettes : l'alumine, le diamant, le carbone ou le silicium. Les dimensions sont choisies en fonction de l'application.

Les films qui composent le thermomètre peuvent être masqués. On peut donc créer des motifs divers sur la surface du substrat. On peut par exemple créer des *matrices* de thermomètres. Les liens thermiques avec le bain froid sont constitués de dépôts métalliques, que l'on peut ajuster pendant le dépôt pour optimiser la conductivité thermique, et donc le temps de réponse du système.

### **I-3-b Les liens thermiques**

Dans le cas de notre bolomètre film mince, le film absorbeur et le film thermométrique sont ainsi déposés sur un substrat. La figure I-3 montre le schéma du bolomètre avec ses différents éléments et les liens thermiques entre eux.

Les liens thermiques possèdent des conductances thermiques notées de  $G_1$  à  $G_5$ . De leurs valeurs relatives dépendent les performances du détecteur. Notamment, la conductance thermique  $G_1$  relie l'absorbeur au substrat. La valeur de  $G_1$  doit être la plus élevée possible pour communiquer le maximum de la puissance absorbée au substrat.

L'absorbeur étant un film mince,  $G_1$  résulte de la conductivité de l'interface, qui dépend de la bonne adhérence du film sur le substrat, ainsi que de l'état de la surface de celui-ci (notamment sa rugosité et sa propreté). Des tests après dépôt

permettent de juger la qualité du film. Il faut aussi tenir compte du phénomène de la résistance de Kapitza. Celle-ci est fonction de la taille de la surface de contact. En première approximation, on peut estimer que la qualité de l'interface est très bonne, et donc que la conduction thermique entre l'absorbeur et le substrat est très bonne, et par conséquent nous considérons  $G_1$  comme infinie.

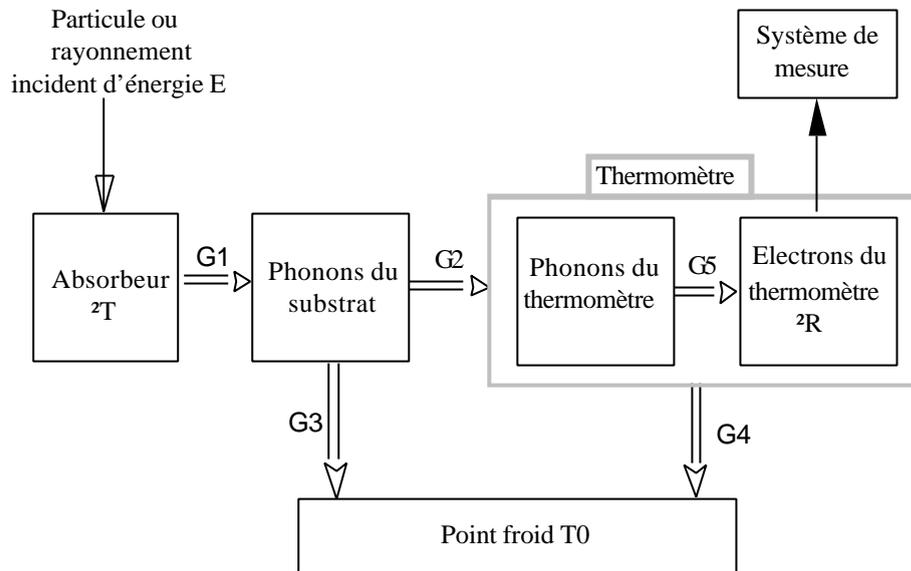


Figure I-3 : Différents éléments composant un bolomètre film mince, avec les liaisons thermiques.

Le lien  $G_2$  joue le même rôle que  $G_1$ , il est soumis aux mêmes contraintes. Il relie le substrat au film thermomètre. Les liens thermiques notés  $G_3$  et  $G_4$  représentent la conduction thermique entre l'ensemble des éléments (substrat plus film thermométrique) et le point froid. Cet ensemble est physiquement relié au point froid à travers la fixation mécanique du substrat, ainsi que par la thermalisation des fils électriques de lecture du film thermométrique. La conduction thermique peut se faire par le biais des phonons ou bien des électrons. Elle peut être modifiée en ajustant la surface de contact entre le substrat et le point froid, par l'utilisation de contacts ponctuels, ou en reliant les deux parties au moyen d'un contact métallique. Enfin, le lien représenté par  $G_5$  décrit le couplage entre le bain de phonons et le bain d'électrons, au sein du matériau thermométrique.

### I-3-c Le thermomètre

Le thermomètre est lui-même composé de différentes parties. Il y a premièrement le film thermométrique, formé de l'alliage AuGe. Deuxièmement, il y

a les zones de contact avec le film thermométrique, qui permettent d'injecter un courant électrique dans ce film. Elles sont constituées de deux bandes métalliques et de leurs interfaces avec le film thermométrique. La forme des films de contact définit la géométrie de la partie active du film. La proximité des zones de contact du film sensible nous amène à créer d'autres surfaces métalliques, qui seront elles liées au système de mesure externe, par soudure ou par thermocompression. La liaison entre ces deux parties se fait à l'aide de fins dépôts métalliques, appelés liens électriques.

Les liens électriques jouent aussi le rôle de conducteurs thermiques vers la source froide. L'utilisation de fils supraconducteurs pour la liaison électrique permet de relier électriquement le film thermométrique, tout en limitant sa contribution à la conduction thermique (voir la section III-3).

#### L'alliage binaire AuGe

Le film thermométrique est un alliage binaire constitué de l'élément germanium, membre du groupe 4 du tableau de Mendeleev, et d'un métal noble, l'or. Cet alliage a été choisi parce qu'il appartient à un groupe de matériaux qui présentent une transition métal-isolant. Leurs caractéristiques commune est de présenter, à basse température et surtout pour des températures inférieures à 1K, une résistance qui dépend très fortement de la température. C'est cette propriété qui donne toute la sensibilité au thermomètre. Par ailleurs, l'or et le germanium présentent une bonne stabilité chimique.

#### La transition métal-isolant

Tous les thermomètres à semiconducteurs dopés utilisés dans des bolomètres, sont basés sur la caractéristique de la transition métal-isolant, aussi appelée transition de Mott-Anderson.

Les travaux de Dodson et al. [23] sur l'alliage AuGe, ont montré le potentiel de ce matériau pour des applications thermométriques. La figure I-4 montre la variation de la conductivité du film AuGe en fonction de la température, pour des échantillons de différentes compositions chimiques. On voit sur la courbe qu'on peut observer deux types de comportement : les échantillons dont la conductivité tend vers une valeur constante à basse température, et les échantillons dont la conductivité diminue de plus en plus fortement à basse température. Le paramètre qui détermine ces deux comportements est la composition chimique de l'alliage. D'après la courbe, la concentration critique d'Au qui sépare ces deux régimes est situé à environ 20% d'or.

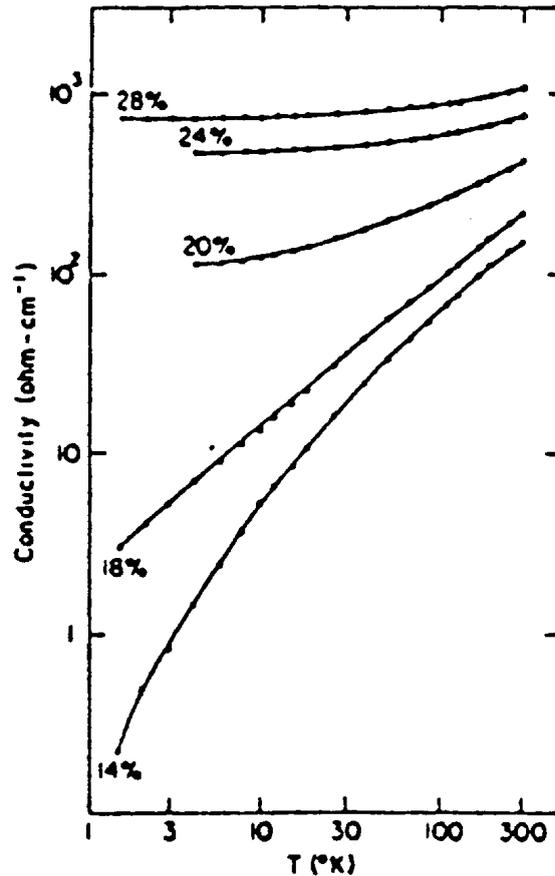


Figure I-4 : Variation de la conductivité électrique en fonction de la température, pour des échantillons polycristallins de différentes compositions chimiques [23].

Pour comprendre la transition métal-isolant, il faut d'abord considérer le cas d'un cristal, dans lequel les atomes forment un réseau périodique.

F. Bloch a montré que les solutions de l'équation de Schrödinger pour un potentiel périodique prennent la forme suivante [8]:

$$\varphi(r) = U(r) \exp(ikr) \quad (I-4)$$

où la fonction  $U(r)$  possède la même périodicité que le réseau. Dans ce cas, on trouve que les électrons sont totalement délocalisés dans l'espace. Ils occupent des états quantiques étendus. L'insertion d'impuretés dans ce système perturbe la périodicité du réseau, et introduit du désordre. La modification du potentiel qui en résulte, entraîne une localisation des états électroniques. Les fonctions d'onde peuvent s'écrire sous la forme :

$$\varphi(r) = \varphi_k(r) \cdot \exp(-r/\xi) \quad (I-5)$$

où  $\xi$  est l'extension spatiale des fonctions d'onde des dopants dans le système. Les états localisés et les états étendus sont séparés par le "bord de mobilité", qui se déplace lorsque le taux de désordre varie. La position relative de l'énergie de Fermi par rapport au bord de mobilité détermine l'état du système : conducteur ou isolant. Les électrons de conduction sont alors activés thermiquement, c'est-à-dire par les collisions avec les phonons du réseau.

On peut imaginer qu'au-dessus du seuil critique de concentration d'impuretés, les fonctions d'onde se recouvrent, et que le système devient métallique. Cette concentration critique d'impuretés est donnée par le critère de Mott [24] :

$$n_c^3 a_b \approx 0,25 \quad (1-6)$$

où  $a_b$  est le rayon de Bohr :  $a_b = \frac{h}{2p m e^2}$ .

Ce critère a été appliqué avec succès à plusieurs systèmes. La figure I-5 présente le rayon de Bohr effectif, en fonction de la concentration  $n_c$ , pour différents systèmes [25].

On remarque que de nombreux matériaux de la figure I-5 sont formés par des éléments du groupe IV, c'est-à-dire des semiconducteurs, qui forment une matrice dans laquelle on introduit des atomes dopants.

Mott a développé la théorie de la conduction par sauts à portées variables ("variable range hopping conduction") [26]. Elle repose sur la conduction par saut des électrons localisés au niveau de Fermi vers d'autres états localisés, d'énergie plus élevée ou non. La conductivité est donc proportionnelle à la probabilité pour un électron de trouver un état libre proche de lui, dans l'espace physique et dans l'espace des énergies.

La conductivité peut s'exprimer comme suit :

$$\sigma \propto P = \exp\left(\frac{-r}{\xi}\right) \exp\left(\frac{\Delta E}{k_B T}\right) \quad (1-7)$$

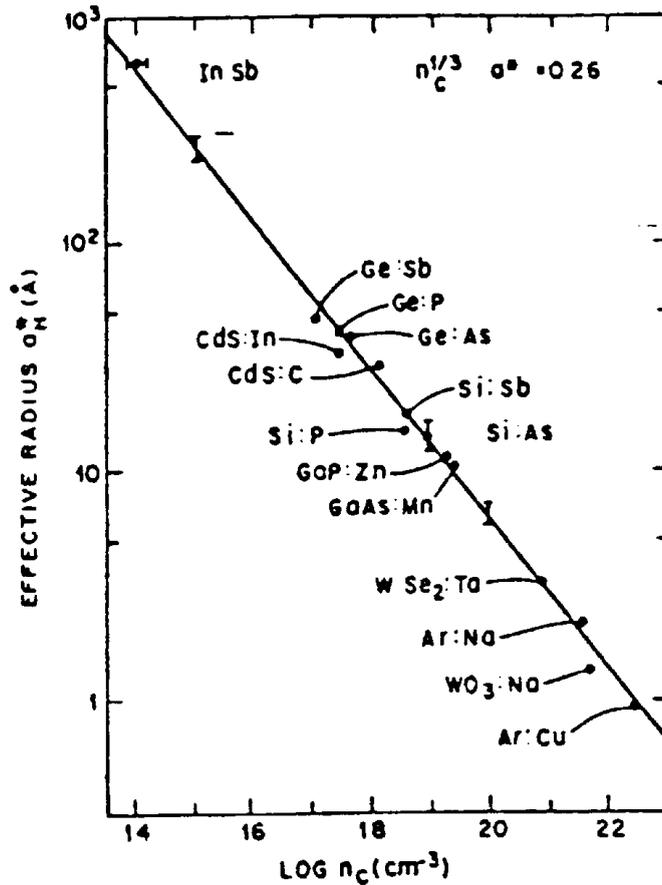


Figure I-5 : Rayon de Bohr effectif,  $a_H^*$  [en Å], en fonction de  $\log n_c$  [en  $\text{cm}^{-3}$ ][25]

A partir de considérations sur tous les sauts possibles, et la variation de la densité électronique autour du niveau de Fermi, on arrive à une expression de la résistivité:

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (I-8)$$

L'exposant 1/2 est très important, car il est caractéristique du système. Notamment il a été montré que pour des couches minces (d'épaisseur inférieure 10 nm) l'exposant est égal à 1/3 [23]. Cette dépendance de l'exposant nous permet d'utiliser l'épaisseur du film thermométrique comme un paramètre supplémentaire pour contrôler à la fois la résistivité et la sensibilité du film à basse température, au travers de la pente de la relation résistivité-température.

La relation (I-8) a été vérifiée pour divers matériaux dont le germanium dopé par NTD ou par bain fondu, ainsi que les alliages binaires. Il faut noter que pour les systèmes germanium NTD, la concentration atomique du germanium est de  $4 \cdot 10^{22}$  atomes / $\text{cm}^3$ , alors que celle des dopants, indium et antimoine, est de l'ordre de  $10^{17}$  atomes / $\text{cm}^3$ . Le rapport des concentrations est de  $10^5$ , avec une

précision nécessaire d'au moins 10%, c'est-à-dire qu'il faut atteindre un contrôle des concentrations à mieux que 1 ppm. Cette contrainte est à comparer au cas des systèmes AuGe et NbSi, dans lesquels les éléments minoritaires, ou "dopants", sont respectivement d'environ 17% d'or et 11% de niobium [27,28]. On constate immédiatement qu'il est bien plus facile de mettre en œuvre la fabrication d'un alliage dans le deuxième cas que dans le premier. Ceci est très important, car l'une des conditions nécessaires pour avoir un bon matériau thermométrique est l'homogénéité de la concentration des dopants.

### La structure métallurgique

Des études ont permis de déterminer le diagramme de phases du système AuGe. On voit que la structure de l'alliage est complexe, et comporte plusieurs phases.

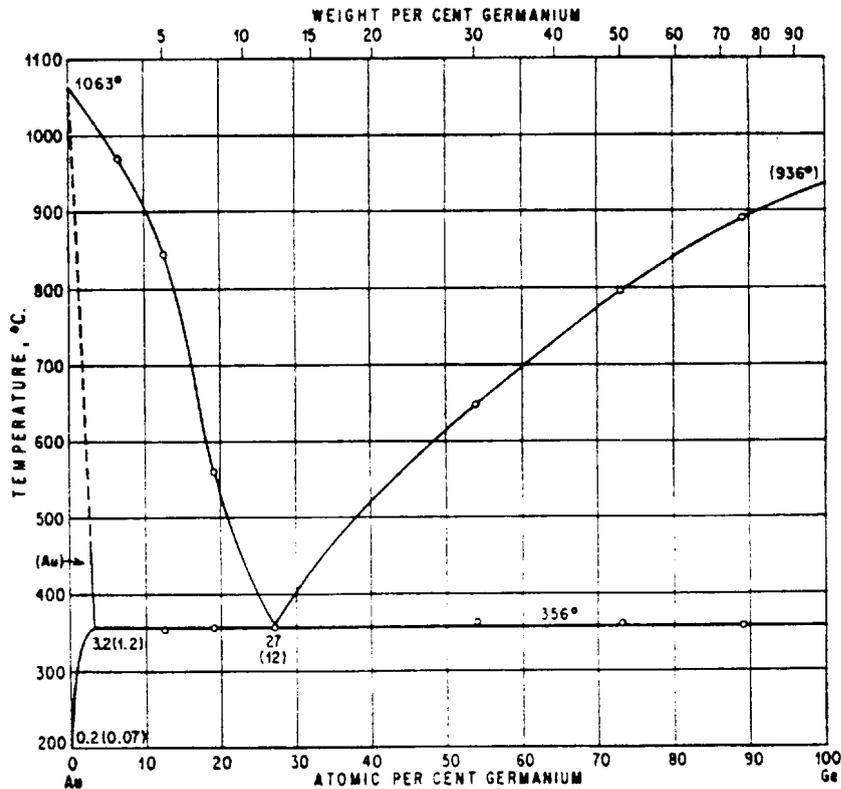


Figure I-6 : Diagramme de phases de l'alliage AuGe [29].

Il apparaît que la solubilité de l'or dans le germanium est très faible, de l'ordre de  $10^{-4}$  % d'atomes Au. Donc il n'existe pas de phase stable de l'alliage AuGe à température ambiante et aux concentrations atomiques entre 13 et 21% d'or, que l'on pourrait obtenir par refroidissement du mélange. Pour obtenir le matériau dans cette gamme de concentration en or, il faut utiliser des méthodes qui permettent de former une phase métastable, comme par exemple

la pulvérisation ou l'évaporation. Ceci implique des dépôts à froid. Le diagramme de la figure I-7 montre les phases métastables possibles pour le système AuGe.

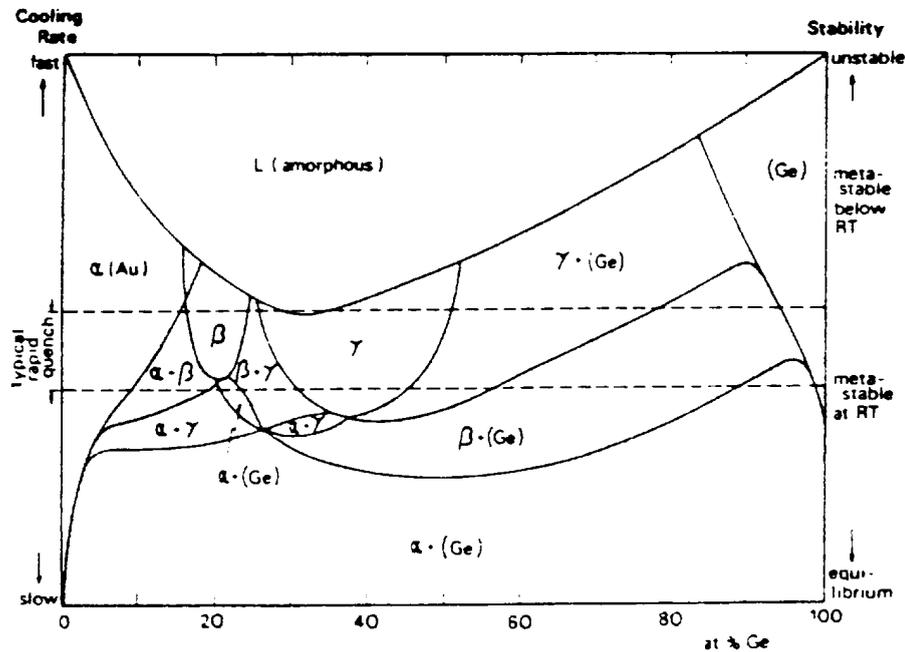


Figure I-7 : Diagramme des phases métastables dans l'AuGe [30].

Les phases ont été obtenues par différentes méthodes de co-évaporation. Elles ont été déposées sous forme de films minces sur des substrats refroidis à des températures inférieures à 0°C. Les auteurs signalent que les dépôts peuvent rester amorphes, ou se réarranger en des phases métastables polycristallines, selon la vitesse de réchauffement et de la température finale de l'échantillon.

Ikegawa et al. [31] ont montré que des films de 25 à 200 nm obtenus par dépôt radio-fréquence et à température ambiante, sont composés de phases cfc et hexagonales, pour des compositions chimiques de 18 % d'or.

Ils affirment que les phases métastables sont restées inchangées sur des durées de quelques mois, après avoir laissé les échantillons à température ambiante. Il faut néanmoins remarquer que le film d'AuGe est recouvert d'une couche protectrice de nitrure de silicium (SiN). Cette couche, réalisée pour les besoins de leur application, peut cependant jouer un rôle au niveau du film AuGe, en bloquant ou en ralentissant les transformations au sein du film. Ce travail est à rapprocher de celui de Wang et al. sur des films AuGe de 60 à 120 nm, obtenus par évaporation "flash", pour des compositions chimiques comprises entre 4% et 23% [27]. Ces auteurs trouvent aussi que les caractéristiques électriques de leurs échantillons restent constantes sur quelques mois, lorsqu'ils sont conservés en atmosphère sèche et à température ambiante.

Un autre travail sur les dépôts d'AuGe a été effectué par Renji et al. [32]. Ils ont étudié l'apparition de la phase polycristalline (hexagonale) à partir de la phase amorphe, pour des concentrations croissantes d'or. L'étude de Renji et al. poursuit le travail de Randhawa et al., qui ont recherché la concentration métallique maximum compatible avec une phase stable et homogène amorphe, dans le cas des alliages Ge-métal. Leurs résultats confirment que les alliages AuGe déposés à température ambiante sont stables jusqu'à une concentration limite d'environ 17 % atomiques d'Au. Au-delà de cette limite, ils observent la formation d'îlots d'or, puis à des concentrations supérieures, la formation des phases AuGe métastables. Ils ont aussi établi que la température de recristallisation de la phase amorphe se trouve entre 50 à 100°C, pour des concentrations supérieures à 17% d'Au.

Comme nous le montrerons dans la section III-1, nous avons pu remarquer l'influence de la température du substrat sur la nature du film d'AuGe. Nous observons au microscope, sur les échantillons déposés à chaud, la formation d'îlots d'or, comme prévu. Dans ce cas la résistance électrique du matériau à basse température chute invariablement. Cela nous conduit à l'hypothèse que la distance entre les îlots devient inférieure à la distance entre les atomes dopants, ce qui est contraire à ce qui est attendu dans un système à trois dimensions. Nous sommes donc amenés à la conclusion que nos films de 15 nm d'épaisseur sont plus proche du cas bidimensionnel, pour lequel les îlots se regroupent dans des plans voisins, ce qui expliquerait la chute de la résistivité. Malheureusement, la mobilité des atomes d'or et leur position de leur regroupement final est aléatoire, et, dans une certaine mesure, indépendante de la composition atomique initiale.

Nous pensons qu'un meilleur contrôle de la température du substrat pendant le dépôt permettra de corriger ce problème (voir la section III-1).

Malgré cela, nous avons pu observer que les dépôts obtenus aux deux températures de dépôt de nos expériences (l'ambiante et 100°C) manifestent un comportement typique de matériaux présentant une transition métal-isolant. Ceci est en accord avec le travail de Dodson et al. [23], qui remarquèrent que les deux formes de films AuGe amorphe et polycristalline présentaient des transitions métal-isolant.

Randhawa et al. [33] ont tenté d'obtenir une relation permettant de déterminer la concentration maximum  $C_m$  de l'élément métallique dans un alliage, avant recristallisation. Ils ont trouvé qu'un certain nombre de paramètres importants entrent en jeu : le degré de solubilité du métal dans le germanium, la

différence d'électronégativité entre le métal et le germanium, la différences des rayons atomiques des éléments, et enfin la température de fusion du métal.

En ce qui nous concerne, nous ne pouvons pas agir sur ces paramètres pour augmenter la valeur de la concentration maximum d'or, car ils correspondent à des propriétés intrinsèques de l'or et du germanium, qui ne sont pas modifiables. Par contre, ces auteurs ont aussi évoqué qualitativement les rôles de certains paramètres dans la formation et la stabilité du film amorphe. Ces paramètres sont la température du dépôt, la température du substrat, le taux de dépôt du film, et la composition atomique.

Il est connu [34] qu'en déposant un matériau sur un substrat froid (à la température de l'azote liquide ou de l'hélium liquide), il est possible de former des films totalement hors d'équilibre. Mais lorsqu'on les réchauffe à la température ambiante, ces films se transforment pour trouver une phase en équilibre à cette température. En revanche, les thermomètres que nous mettons au point doivent pouvoir être conservés à température ambiante, pour ne pas avoir à les stocker à basse température, ou de créer pour eux un asservissement spécifique.

Par conséquent, le matériau doit nécessairement se trouver dans une phase stable à température ambiante, ou tout au moins métastable si l'on prend des précautions d'utilisation. Une façon de limiter quelque peu les transformations de phases consiste à insérer une sous-couche d'adhésion entre le film et le substrat. Les éléments choisis pour la sous-couche sont très réactifs, tels que le chrome, le palladium ou le titane. La sous-couche permet de créer des points d'ancrage pour le film d'AuGe. Ceux-ci limitent la mobilité des premiers atomes qui arrivent sur la surface, et empêchent la formation de centres de nucléation.

Dans leur article, Wang et al. insistent sur le fait que lors des dépôts, leur échantillons sont toujours maintenus à des températures inférieures à 35°C [27]. Dans notre cas, la température de dépôt est un paramètre qui est lié à la méthode que nous avons utilisée, le dépôt par pulvérisation cathodique triode (voir la section II-3-a). Elle est relativement difficile à changer. Par contre, le substrat est à la température ambiante, ou plus exactement à la température de l'enceinte de dépôt. En raison du réchauffement provoqué par l'action du plasma, cette température est d'environ 25°C. Toutefois, pour pouvoir dissocier la température du substrat de celle de l'enceinte, nous avons ajouté un système de refroidissement à la platine porte-substrat. Il permet une circulation d'eau ou d'azote liquide, pour maintenir, si nécessaire, le substrat à une température plus basse.

Le taux de dépôt est lui un paramètre modifiable dans une certaine limite. En effet, si l'on diminue le taux de dépôt on augmente le temps de la fabrication du

film, et on accroît donc le risque d'incorporer des impuretés dans le film en formation.

### Capacité calorifique de l'alliage AuGe

On peut estimer la chaleur spécifique de l'alliage (c'est-à-dire sa capacité calorifique par unité de volume), à partir des contributions de ses composantes. Si l'on tient compte des contributions dues aux phonons et aux électrons, la chaleur spécifique de l'or peut s'écrire (voir l'équation I-3) :

$$C = \gamma T + \beta T^3 = \gamma T + A \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^3 \quad (I-9)$$

où la température de Debye vaut :  $\Theta_D = 165 \text{ K}$  [8], et le coefficient  $A=1944 \text{ J/mole.K}$ , ce qui donne un coefficient  $\beta = 0,433 \text{ mJ/mole.K}^4$ . La composante électronique vaut  $\gamma = 0,69 \text{ mJ/mole.K}^2$ . En utilisant les valeurs de la densité volumique,  $\rho_{Au} = 19,3 \text{ g/cm}^3$  et la masse molaire,  $M_{Au} = 196,97 \text{ g/mole}$ , on obtient la chaleur spécifique volumique de l'or :  $C_{vol} = \frac{\rho}{M} \cdot C_{mol}$ . À une température donnée, cela donne :  $C_{Au} = (6,8 \cdot 10^{-5} T + 4,2 \cdot 10^{-5} T^3) \text{ [en J/cm}^3\text{.K]}$ .

La composante électronique du germanium est nulle à basse température, car c'est un semi-conducteur, et la contribution des électrons décroît exponentiellement lorsque la température diminue. Sa chaleur spécifique s'écrit alors simplement :

$$C = \beta T^3 = A \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^3 \quad (I-10)$$

avec une température de Debye  $\Theta_D$  entre 360 et 374 K, ce qui donne un coefficient  $\beta = 37,2 \text{ } \mu\text{J/mole.K}^4$ . À l'aide de la densité,  $\rho_{Ge} = 5,32 \text{ g/cm}^3$  et de la masse molaire,  $M_{Ge} = 72,59 \text{ g/cm}^3$ , on obtient la chaleur spécifique volumique à température T :  $C_{Ge} = 2,7 \cdot 10^{-6} T^3 \text{ [en J/K/cm}^3\text{]}$ . Pour un alliage AuGe avec  $x=17\%$  d'Au, on évalue alors grossièrement la capacité calorifique comme  $C_{AuGe} \approx (xC_{Au} + (1-x)C_{Ge})$  (ce qui suppose que l'on néglige toute modification par effet d'alliage). On obtient alors :

$$C_{AuGe} \approx (1,2 \cdot 10^{-5} T + 10^{-5} T^3) \quad \text{[en J/cm}^3\text{.K]} \quad (I-11)$$

### I-3-d L'absorbeur

L'absorbeur est l'élément essentiel en ce qui concerne l'interaction de la particule ou la radiation incidente avec la matière du bolomètre. En principe, toute l'interaction se concentre à son niveau. L'absorbeur a pour rôle de convertir la plus grande partie de l'énergie incidente en énergie thermique, c'est-à-dire en phonons lents non balistiques. Il doit être adapté au type de détection envisagée du point de vue, entre autres, de la masse des particules et de leur énergie. Le mode d'absorption diffère selon le cas envisagé, par conséquent le matériau qui constitue l'absorbeur doit changer lui aussi. On peut aussi envisager un absorbeur composé de plusieurs éléments superposés, chaque couche étant optimisée pour la gamme d'énergie mise en jeu à cette profondeur là. Il existe principalement deux cas de détection : les photons et les particules massives.

#### 1. Les photons

L'absorption des photons ou des radiations électromagnétiques nécessite un absorbeur sous la forme d'une couche métallique. Celle-ci permet d'adapter l'impédance entre le vide et le matériau. Il faut trouver un matériau qui permette d'optimiser cette adaptation d'impédance, c'est-à-dire d'absorber l'énergie tout en minimisant le volume, et donc la capacité calorifique, du bolomètre. Des calculs ont montré que le bismuth est le matériau qui répond le mieux aux deux exigences précitées. Le dépôt du bismuth à travers des masques permet de former des structures géométriques qui sont adaptées à la longueur d'onde à détecter. Cela réduit la quantité de matière déposée, et par voie de conséquence la capacité calorifique finale.

Différents matériaux ont été testés pour leur rôle d'absorbeur pour la gamme infrarouge, en particulier le bismuth, à cause de son bon compromis sur la capacité calorifique, mais aussi l'or, pour ses qualités de métal noble. Le saphir, étonnamment, présente de bonnes qualités d'absorbeur [35], quoique dans la gamme adjacente des rayons X d'environ 6 keV. Les matériaux supraconducteurs offrent certains avantages à des températures inférieures à la température de transition supraconducteur, car cela permet d'éliminer la contribution des électrons à la capacité calorifique totale. Mais leur inconvénient est que pour des températures très en dessous de la température de la transition, ils présentent des états qui peuvent piéger de l'énergie pour des temps longs par rapport au temps de la détection.

## 2. Les particules

L'absorption de l'énergie cinétique des particules massives consiste en une suite de chocs élastiques et inélastiques, ainsi que d'autres processus qui dépendent de la charge de la particule, de sa masse, de son énergie et du matériau utilisé pour l'absorbeur. Chaque choc pendant l'absorption peut communiquer une énergie cinétique aux atomes du réseau, qui vont eux-mêmes induire d'autres collisions. Un schéma général est donné, par Andersen [36,37] sur les différents processus qui peuvent être activés pendant l'absorption (figure I-8). À partir de ce schéma, on voit les différents chemins que peut prendre l'énergie avant d'être convertie en énergie thermique.

Seule la fraction de l'énergie absorbée qui est convertie en énergie thermique, autrement dit en vibrations de réseau, est utile pour la détection. Cette fraction doit évidemment être maximale. La partie complémentaire de l'énergie est perdue dans des processus qui ne restituent pas l'énergie au réseau, ou seulement après un laps de temps trop grand par rapport au temps de réponse du détecteur.

Nous allons détailler dans ce qui suit les processus de piégeage et de perte d'énergie dans l'absorbeur. Lors de sa rétrodiffusion, la particule peut ressortir de l'absorbeur après un choc élastique ou inélastique ; elle emporte alors une énergie cinétique propre dont nous ne pouvons pas connaître la valeur. La pulvérisation des atomes de l'absorbeur est due aux chocs de la particule incidente, qui leur communique une énergie leur permettant de s'éjecter de la surface du matériau. Les atomes peuvent au contraire être déplacés au sein du réseau, et constituer ainsi des défauts. L'énergie est alors stockée sous une forme métastable, et ne sera restituée que lors d'un recuit, par exemple.

L'énergie peut aussi être restituée à l'absorbeur sous la forme de photons (par fluorescence), ou d'électrons. Elle peut aussi induire des couples électrons-trous. Le temps de recombinaison dépend du matériau et de la température. La phase finale est le passage en phonons balistiques puis en phonons thermiques, qui correspondent aux quanta minimums d'énergie. Le matériau choisi doit être adapté à la gamme d'énergie de la particule. Des tables donnent la distance maximum qu'une particule avec une énergie incidente donnée peut parcourir dans un matériau fixé. Ces tables permettent de définir l'épaisseur minimum nécessaire pour l'absorbeur. Pour minimiser la capacité calorifique de l'absorbeur, les matériaux choisis sont du type diélectrique, pour profiter d'une grande valeur de la température de Debye et d'une capacité calorifique qui décroît en  $T^3$  à basse température. Dans certains cas un absorbeur métallique peut se révéler un meilleur choix qu'un diélectrique, car dans un métal il n'y a pas

de problème de recombinaison des couples électrons-trous générés, les temps de recombinaison étant très courts.

Les différents chemins de conversion de l'énergie induisent des fluctuations sur les quantités d'énergie finalement converties en chaleur. Ceci a une répercussion directe sur la résolution du détecteur.

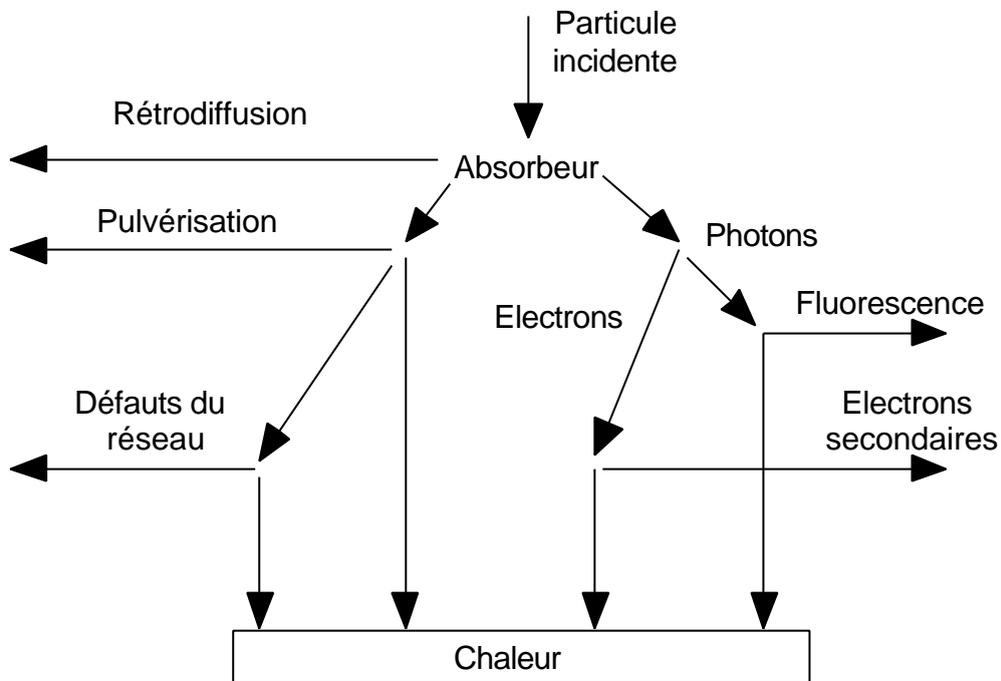


Figure I-8 : Différents chemins que prend l'énergie avant d'être convertis en énergie thermique. On voit aussi l'énergie perdue sous forme d'énergie cinétique, d'électrons ou de photons ou enfin en états métastables dans le réseau.

Les équations de Bethe tiennent compte des interactions coulombiennes et nucléaires [38]. Elles permettent d'estimer les distances d'arrêt des particules dans la matière. Ces distances doivent être corrigées pour tenir compte des autres interactions précédemment citées.

### I-3-e Le substrat

Le substrat joue un rôle important car il confère de la rigidité au système tout film mince. Dans le cas où cet élément joue uniquement le rôle d'absorbeur, alors la seule contrainte sur l'épaisseur est celle d'une rigidité suffisante pour garantir une fiabilité de la structure. Il doit supporter les vibrations pendant les transferts, et la poussée des masques sur sa surface pendant le dépôt. Il doit de plus être

choisi parmi les matériaux électriquement isolant, cependant il doit être un très bon conducteur thermique.

Le substrat constitue le plus grand volume du système, et donc sa contribution à la capacité calorifique est déterminante. Pour limiter cette contribution, nous devons choisir un matériau diélectrique possédant une température de Debye élevée. De plus, il doit, si possible, être dans l'état monocristallin. Les dimensions du substrat sont dictées par les nécessités de l'application, mais l'épaisseur peut être réduite dans la limites de la fragilité du matériau. Il est possible de trouver des substrats d'une épaisseur aussi faible que 10 $\mu$ m. La qualité de la surface joue un rôle au niveau de la croissance du film, de son adhésion et de la conductivité thermique de l'interface. Les matériaux disponibles pour les substrats sont résumés dans le tableau I-1.

matériau	$\Theta_D$ [K]
diamant	2230
alumine	1035
silicium	645

Tableau I-1 : Matériaux susceptibles de convenir pour un substrat.

Le silicium, malgré une plus faible valeur de la température de Debye, bénéficie de la capacité d'être gravé par attaque chimique. Par cette méthode, des structures complexes peuvent être réalisées avec succès. Le gain en volume est ensuite traduit en un gain en capacité calorifique, d'où son avantage.

Le contrôle de l'épaisseur permet de modifier la conduction thermique du substrat. Si l'épaisseur du substrat est assez réduite, alors la différence entre les conductions thermiques longitudinales et transverses est suffisante pour isoler entre eux des éléments déposés sur la surface. Cela permet par exemple de réaliser une matrice de détecteurs indépendants les uns des autres.

### **I-3-f Les limites de la résolution en énergie**

La résolution du détecteur est dégradée par un certain nombre de facteurs. Tout d'abord, des fluctuations peuvent avoir une influence sur la conversion de l'énergie incidente, dans l'absorbeur. Ensuite, le bruit thermique perturbe également les mesures. Enfin, les bruits électroniques lors de la mesure peuvent encore dégrader le signal.

Le bruit thermique constitue la limite fondamentale de la détection. Il provient des fluctuations thermiques statistiques du milieu. Cette limite est donnée par la relation :

$$\Delta E = \sqrt{k_B T^2 C_{\text{tot}}} \quad (\text{I-12})$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température du bolomètre et  $C_{\text{tot}}$  sa capacité calorifique totale. La limite de détection dépend donc de la température à laquelle on fait la mesure, et de la capacité calorifique du système. Cette limite décroît lorsque l'on abaisse la température, ou si l'on est capable de diminuer  $C_p$ . On voit l'intérêt de diminuer le volume du bolomètre, et donc de passer à un système *tout film mince*. Pour un système ayant par exemple une capacité calorifique de  $3 \cdot 10^{-12} \text{J/K}$ , la limite  $\Delta E$  est d'environ 12 eV à une température de 0,3 K (voir la section III-3).

### I-3-g L'optimisation des bolomètres

Nous avons passé en revue les différents éléments qui composent le bolomètre film mince. Nous avons considéré chaque élément, aussi bien du point de vue du type du matériau que des dimensions nécessaires. Nous allons maintenant considérer les interactions entre ces éléments. L'optimisation des bolomètres nécessite en effet de modéliser le comportement de tous les composants du bolomètre. Nous allons écrire les équations fondamentales qui régissent ce comportement, puis définir les éléments.

Nous avons vu qu'un bolomètre est composé d'un absorbeur, d'un substrat et d'un thermomètre. Chacun de ces éléments contribue de façon additive à la capacité calorifique totale du bolomètre à la température  $T$ , que nous noterons  $C(T)$  :

$$C(T) = C_{\text{abs}}(T) + C_{\text{sub}}(T) + C_{\text{ther}}(T) \quad (\text{I-13})$$

#### Bilan thermique

Nous allons commencer par écrire l'équation de base du bolomètre, dans l'équation (I-14). Il s'agit d'un bilan thermique, qui exprime que le flux de chaleur

absorbé par unité de temps par le bolomètre  $\frac{dQ}{dt}$ , au premier membre, correspond à la somme des puissances injectées  $\sum_i P_i$ , au second membre.

$$\frac{dQ}{dt} = P_{inc} + P_{env} + P_{pol} - P_{sortie} \quad (I-14)$$

Où  $P_{inc}$  est la puissance communiquée par la particule incidente ;  $P_{env}$ , la puissance due à l'environnement du bolomètre ;  $P_{pol}$ , la chaleur apportée par effet Joule lorsqu'on polarise le thermomètre ; et  $P_{sortie}$ , la puissance communiquée à la source froide, par conduction thermique à travers les liaisons électriques ou à travers les vibrations de réseau.

Le premier membre de l'équation (I-14) peut s'exprimer en fonction de la capacité calorifique du bolomètre,  $C$ , et du gradient de température entre le bolomètre, à température  $T_{Bol}$ , et la source froide, à température  $T_{froid}$  :

$$\frac{dQ}{dt} = C \frac{d(T_{Bol} - T_{froid})}{dt} \quad (I-15)$$

La source froide est généralement constituée d'une masse en cuivre reliée au cryostat. Dans un état d'équilibre thermodynamique, et en l'absence de particules incidentes, la puissance entrante doit être égale à la puissance sortante, par conservation de l'énergie.

$$C \frac{d(T_{Bol} - T_{froid})}{dt} = 0 \quad (I-16)$$

Qui exprime que la température relative du bolomètre,  $T_{Bol} - T_{froid}$ , prend une valeur constante en régime permanent. Par conséquent, l'équation (I-14) peut se réécrire :

$$P_{env} + P_{pol} = P_{sortie} \quad (I-17)$$

#### Description des différentes puissances

Il est possible d'exprimer la puissance s'écoulant du bolomètre vers la source froide, à travers les conductances thermiques :

$$P_{sortie} = \int_{T_{froid}}^{T_{Bol}} k(T) dT \quad (I-18)$$

Si l'on considère que la conductivité thermique est constante entre les deux points de température, alors  $P_{\text{sortie}}$  se simplifie en :

$$P_{\text{sortie}} = k(T) (T_{\text{Bol}} - T_{\text{froid}}) \quad (I-19)$$

En première approximation, on considère par ailleurs que la puissance apportée par l'environnement,  $P_{\text{env}}$ , est négligeable vu la petite taille du bolomètre et la puissance frigorifique du cryostat, ainsi que la présence d'écrans thermiques autour du bolomètre (ces derniers étant normalement à la même température que la source froide).

La puissance de polarisation, quant à elle, est donnée par la loi d'Ohm :

$$P_{\text{pol}} = U.I = R(T_{\text{bol}}) I^2 \quad (I-20)$$

où  $U$  est la tension appliquée aux bornes du thermomètre résistif, et  $I$  est l'intensité du courant de mesure.  $R$  est la résistance du thermomètre, dépendant de la température du bolomètre  $T_{\text{bol}}$ .

#### Détection d'une particule

Dans le cas d'un impact de particule, nous considérons que l'absorption de la puissance provoque une montée très rapide de la température  $T_{\text{Bol}}$ . En fait, le temps de montée prend une valeur finie, qui dépend d'une part du temps de conversion de la puissance absorbée en chaleur dans le bolomètre, et d'autre part du temps mis par le bolomètre pour uniformiser sa température. Ce dernier temps sera d'autant plus court que la conduction thermique interne des matériaux du bolomètre sera grande.

Néanmoins, le temps de montée est généralement très court devant le temps de relaxation du bolomètre vers la source froide. Il peut s'écrire :

$$P_{\text{inc}} = E.\delta(t-t_0) \quad (I-21)$$

où  $E$  est l'énergie effectivement convertie en chaleur dans l'absorbeur. Le temps  $t_0$  fixe le moment où la particule frappe le bolomètre. L'énergie  $E$  est inférieure à l'énergie incidente réelle  $E_0$ , car la conversion d'énergie n'est pas totale. La fonction  $\delta(t)$  exprime le fait que le temps de thermalisation est quasi instantané à l'échelle des autres temps.

Le bilan thermique (I-4) peut maintenant s'écrire :

$$C \frac{d(T_{\text{Bol}} - T_{\text{froid}})}{dt} - R(T_{\text{bol}}) I^2 = E \cdot \delta(t) - k(T_{\text{Bol}} - T_{\text{froid}}) \quad (\text{I-22})$$

Cette équation peut alors se réécrire sous la forme :

$$C \frac{d(\Delta T)}{dt} + \left( k - \frac{dR}{dT} \cdot I^2 \right) \Delta T = E \delta(t - t_0) \quad (\text{I-23})$$

où on note  $\Delta T$  la différence de température  $T_{\text{Bol}} - T_{\text{froid}}$ . La solution de cette équation différentielle,  $\Delta T$ , s'exprime alors comme une décroissance exponentielle :

$$\Delta T = \frac{E}{C} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{\text{eff}}}\right) \quad (\text{I-24})$$

où la constante thermique  $\tau_{\text{eff}}$  est donnée par :

$$\tau_{\text{eff}} = \frac{C}{k - \frac{dR}{dT} \cdot I^2} \quad (\text{I-25})$$

Ce paramètre exprime le temps de descente effectif du bolomètre. Il s'agit du temps nécessaire au bolomètre pour retrouver sa température d'équilibre, c'est-à-dire la température du bolomètre au point de fonctionnement choisi.

L'équation (I-25) indique que ce temps dépend de la capacité calorifique totale du bolomètre,  $C$ , de la conductance thermique vers la source froide,  $k$ , et de la variation de résistance du thermomètre due au changement de température,  $dR/dT$ . Dans le cas limite où cette variation est négligeable, on retrouve l'expression traditionnelle du temps de relaxation  $\tau$  :

$$\tau_{\text{eff}} = \tau = \frac{C}{k} \quad (\text{I-26})$$

L'équation (I-24) exprime alors que l'amplitude de l'élévation de température  $\Delta T$  vaut  $\Delta T_0 = E/C$ . Elle sera d'autant plus grande, et donc aisée à détecter, que l'énergie de la particule est grande, et que la capacité calorifique du bolomètre  $C$  est petite. Les paramètres internes du bolomètres devront par ailleurs être

optimisés pour que les temps de relaxation  $\tau$  permette de mesurer cette élévation de température. L'équation (I-26) indique qu'on pourra ajuster ce temps en jouant sur la conductance  $k$  du bolomètre vers la source froide.

Dans le chapitre III, nous présenterons les bolomètres prototypes que nous avons fabriqués. À ce moment là nous utiliserons les résultats qualitatifs de cette section pour estimer des valeurs concrètes pour chaque élément d'un bolomètre. Auparavant, dans le chapitre II, nous allons détailler le dispositif expérimental que nous avons développé pour atteindre les objectifs que nous nous étions fixés.

# **Chapitre II : Dispositif expérimental**



## **Chapitre II : Dispositif expérimental**

### **II-1 Présentation du dispositif expérimental**

Dès le début, il était clair, au vu de l'épaisseur des films de 10 nm, que pour réaliser nos objectifs nous aurions besoin de nombreuses enceintes pour effectuer toutes les opérations nécessaires. L'interconnexion de ces enceintes en environnement ultra-vide est devenu inévitable, pour pouvoir transférer des échantillons d'une enceinte à une autre sans polluer les échantillons (par une remise à l'air), ni contaminer les enceintes. Une telle conception permet par ailleurs d'assurer l'autonomie des enceintes entre elles.

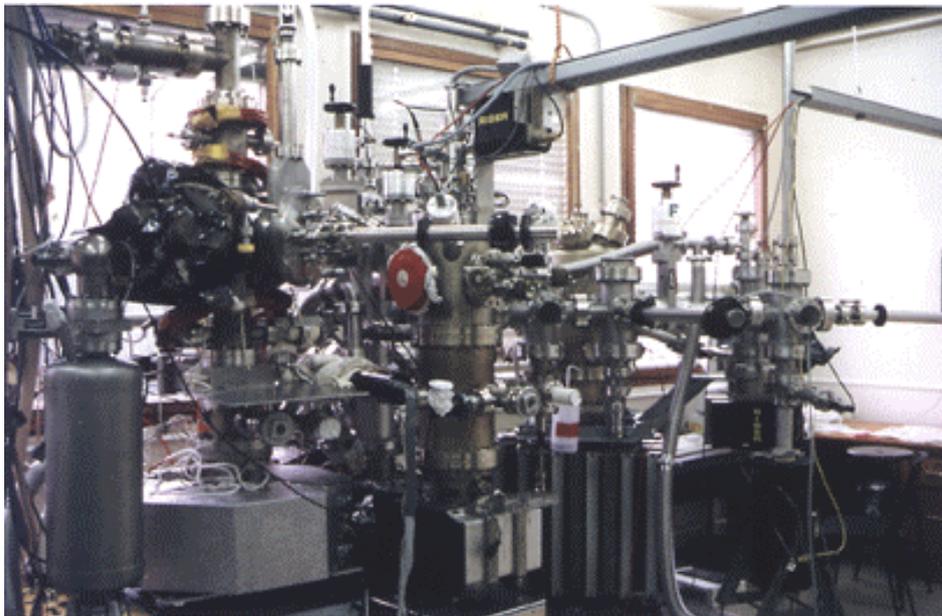


Figure II-1(a) : Dispositif expérimental d'étude des propriétés thermiques des surfaces.

Les figures II-1(a) et (b) montrent la disposition des différentes enceintes que nous avons développées, ainsi que leurs interconnexions. Ce dispositif comprend des enceintes spécifiques, destinées à mener certaines opérations sur les échantillons, telles que l'enceinte de pulvérisation ou l'enceinte d'analyse. Il comprend également des enceintes qui ont pour seule vocation de transférer des échantillons entre les différentes enceintes, ou de les stocker.

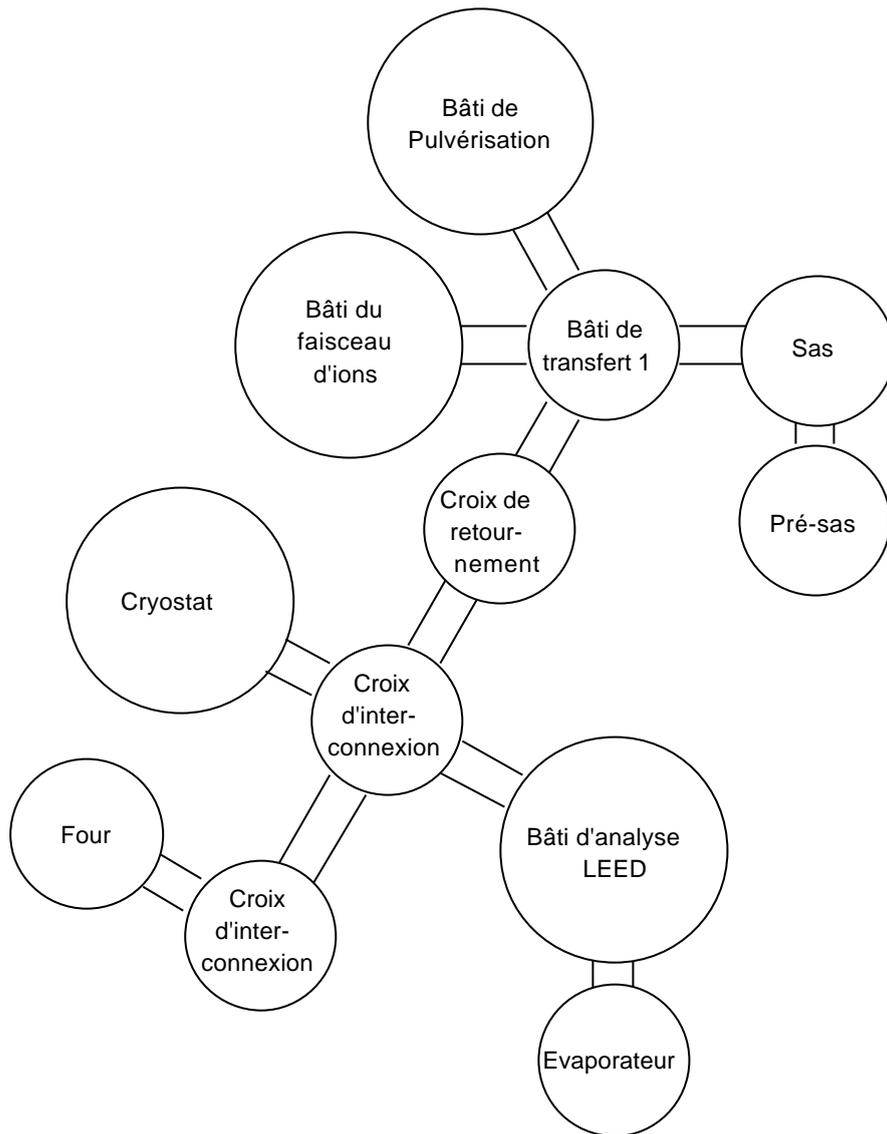


Figure II-1(b) : Disposition relative des différentes enceintes UHV entre elles, et bâtis auxiliaires de transfert.

Nous détaillerons plus en détail chacune des enceintes et leurs fonctions dans ce qui suit. Nous allons commencer par préciser l'importance de l'environnement ultra-vide, qui constitue la clé de la qualité de nos échantillons, mais qui en même temps en constitue la difficulté majeure.

## II-2 L'ultra-vide

Le vide dans le cas pratique et réel exprime un état où la densité d'atomes est inférieure à celle de l'atmosphère ambiante. Le vide absolu est aussi utopique à atteindre que la température du zéro absolu. Le vide est un terme relatif, et d'ailleurs, les échelles de pressions usuelles sont définies comme des sous-multiples de la pression atmosphérique (le bar, le millibar, le Torr, ou mm de mercure, l'hectopascal...).

Un environnement ultra-vide, habituellement noté UHV (pour "Ultra High Vacuum"), est essentiel pour mener à bien toute opération portant sur la surface des matériaux, ou plus généralement sur des matériaux qui sont sensibles à la quantité d'impuretés. Le niveau de vide a en effet de nombreuses répercussions sur la qualité des films, en termes de nombre d'impuretés incluses dans le film, d'adhérence, de caractéristiques parasites des films et d'oxydation. La fabrication de films minces est donc l'un des cas où l'ultra-vide est nécessaire.

### **II-2-a Vide primaire et vide secondaire**

#### Régime visqueux et régime moléculaire

La qualité du vide est exprimée en unités de pression, pratiquement le Torr (760 Torr, ou mm de Hg, équivalant à une atmosphère), et on regroupe habituellement les niveaux de vide en deux classes : le vide primaire et le vide secondaire. La séparation entre les deux classes provient du changement de mode pour les débits gazeux : visqueux ou moléculaire [1].

La limite entre les deux régimes est donnée par la valeur du nombre de Knudsen,  $N_{Kn} = L_p/D$ , où  $L_p$  est le libre parcours moyen des molécules du gaz, et  $D$  le diamètre du tube de pompage. Le régime visqueux (resp. moléculaire) correspond au cas où le libre parcours moyen est petit (resp. grand) devant les dimensions du tube. Les nombres de Knudsen correspondants prennent les valeurs :

$N_{Kn} < 0,01$	: écoulement visqueux
$0,01 < N_{Kn} < 1$	: écoulement en régime transitoire
$N_{Kn} > 1$	: écoulement moléculaire

Si l'on se place dans le cas de l'air sec à la température ambiante, on peut exprimer le libre parcours moyen  $L_p$  en fonction de la pression  $P$  :

$$L_p \cong \frac{0,005}{P} \quad (\text{en cm}) \quad (\text{II-1})$$

où P est exprimée en Torr. Les limites entre les régimes dépendent alors du produit D.P :

$$\begin{aligned} D.P > 0,5 & \quad : \text{écoulement visqueux} \\ 0,5 > D.P > 0,005 & \quad : \text{écoulement en régime transitoire} \\ D.P < 0,005 & \quad : \text{écoulement moléculaire} \end{aligned}$$

où le diamètre D est en cm et P en Torr.

En pratique, dans notre cas les dimensions des tubes de pompage sont d'environ 3 cm et plus, si bien que les limites de pression se situent au-dessus de  $10^{-2}$  Torr pour le régime visqueux, et en dessous de  $10^{-3}$  Torr pour le régime moléculaire.

#### Vitesses de pompage

Le débit gazeux Q d'une ligne de pompage est par définition proportionnel à la différence de pression  $\Delta P$  (en Torr) entre les deux extrémités :

$$Q = C \cdot \Delta P \quad (\text{en Torr.l.s}^{-1}) \quad (\text{II-2})$$

Le coefficient C (en l.s<sup>-1</sup>) est appelé la conductance de la ligne de pompage. Plusieurs conductances  $C_n$  placées en série conduisent à une conductance générale donnée par la relation :

$$\frac{1}{C} = \sum_n \frac{1}{C_n} \quad (\text{II-3})$$

Ce qui signifie que le débit diminue lorsqu'on allonge la ligne de pompage. En revanche, les conductances s'ajoutent lorsque des lignes sont mises en parallèles.

– La conductance d'un tube de pompage dans le cas visqueux (pour l'air sec à 290 K) est donnée par :

$$C \cong 183 \frac{D^4}{L} P \quad (\text{en l.s}^{-1}) \quad (\text{II-4})$$

où  $D$  est le diamètre du tube et  $L$  sa longueur, tous les deux exprimés en cm ;  $P$  est la pression du gaz à l'intérieur du tube (en Torr). La vitesse de pompage décroît très rapidement lorsqu'on diminue le diamètre des lignes de pompage.

– La conductance dans le régime moléculaire s'écrit dans les mêmes conditions :

$$C \cong 12 \frac{D^3}{L} \quad (\text{en l.s}^{-1}) \quad (\text{II-5})$$

On remarque que dans ce régime, la conductance ne dépend pas de la pression. Notons enfin que dans le régime transitoire les deux régimes contribuent.

#### Choix du niveau de vide : taux de contamination

Selon le régime d'écoulement considéré, différentes sortes de pompes seront adaptées. Selon l'application recherchée, en particulier, l'une ou l'autre des gammes de pression s'avérera nécessaire. Il est évident que meilleur est le vide, meilleure sera la qualité du résultat, mais dans le même temps des moyens de plus en plus lourds et sophistiqués seront nécessaires, chaque fois que l'on désirera atteindre un niveau de vide plus poussé.

Puisque le vide absolu n'est pas possible, il faut être conscient du fait que le niveau zéro de contamination ne l'est pas davantage. Il faut donc fixer le seuil de contamination maximal admissible, en tenant compte de l'application et de la durée de stockage de l'échantillon. Une pression très basse est donc nécessaire en permanence pour maintenir les échantillons intacts, et ceci conditionne le niveau du vide.

On peut estimer ce seuil en évaluant le flux  $Z$  de particules heurtant une surface par unité de temps et par unité d'aire [2] :

$$Z = \frac{1}{4} \frac{N \cdot c}{V} \quad (\text{en m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}) \quad (\text{II-6})$$

où  $N = nN_A$  est le nombre de particules dans le volume  $V$  ( $n$  est le nombre de moles et  $N_A = 6,02 \cdot 10^{23}$  est le nombre d'Avogadro), et  $c$  est leur vitesse moyenne (en  $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ).

Comme nous allons le voir, le flux  $Z$  dépend de la pression et de la température, ainsi que de la masse des particules. En effet, la théorie cinétique des gaz permet d'exprimer la vitesse  $c$  en fonction de l'énergie cinétique comme :

$$c = \sqrt{\frac{8 RT}{p M}} \quad (\text{en m.s}^{-1}) \quad (\text{II-7})$$

où  $R=8,314 \text{ J.mole}^{-1}.\text{K}^{-1}$  est la constante des gaz parfaits,  $T$  est la température, et  $M$  la masse molaire (en  $\text{kg.mole}^{-1}$ ). Par ailleurs, la loi des gaz parfaits permet d'estimer le nombre de moles comme :

$$n = PV/RT \quad (\text{II-8})$$

où la pression est exprimée en Pa. On obtient alors pour le flux  $Z$  :

$$Z = \frac{P.N_A}{\sqrt{2pMRT}} \quad (\text{en m}^{-2}.\text{s}^{-1}) \quad (\text{II-9})$$

Grâce à ce flux de particules, nous pouvons maintenant évaluer le nombre de chocs par atome de la surface heurtée, et ainsi estimer le temps qu'il faut pour que la surface soit entièrement recouverte par une monocouche atomique,  $\delta t$ . Ce temps est simplement l'inverse du flux par particule,  $z=Z.s$ , où  $s$  est l'aire d'un atome (environ  $10^{-19} \text{ m}^2$ ) :

$$\delta t = \frac{1}{z} = \frac{1}{Z.s} = \frac{\sqrt{2pMRT}}{s.P.N_A} \quad (\text{en secondes}) \quad (\text{II-10})$$

On observe que :

–  $\delta t \propto P^{-1}$  : il suffit de diminuer la pression pour espacer les chocs.

–  $\delta t \propto \sqrt{M}$  : le temps se raccourcit lorsque les particules sont légères (comme par exemple l'hydrogène ou l'hélium). Cela vient du fait que pour un même quantum d'énergie  $\frac{3}{2} k_B T$ , l'énergie cinétique  $\frac{1}{2} mv^2$  conduit à des vitesses de particule  $v$  plus grandes.

–  $\delta t \propto \sqrt{T}$  : les chocs se font plus fréquents lorsque la température s'abaisse. On explique ce phénomène par le fait que la densité volumique d'un gaz augmente lorsque la température descend, comme l'indique la loi des gaz parfaits (II-8).

En pratique, il faut obtenir des temps  $\delta t$  de plusieurs heures, si l'on désire avoir le temps de réaliser des études expérimentales portant sur des surfaces propres. Pour fixer les idées, nous donnons dans le tableau II-1 quelques

exemples de durées  $\delta t$ , pour l'azote et pour l'hydrogène, à différentes températures et pressions.

Mol.	M [kg.mole <sup>-1</sup> ]	P [Torr]	T [K]	Z [m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ]	z [s <sup>-1</sup> ]	$\delta t$ [s]	$\delta t$ [heures]
N <sub>2</sub>	0,028	760	290	2,9 10 <sup>27</sup>	2,9 10 <sup>8</sup>	3 10 <sup>-9</sup>	9,5 10 <sup>-13</sup>
		10 <sup>-6</sup>	—	3,9 10 <sup>18</sup>	0,39	2,6	7,2 10 <sup>-4</sup>
		10 <sup>-10</sup>	—	4 10 <sup>14</sup>	4 10 <sup>-5</sup>	26000	<b>7,2</b>
		10 <sup>-10</sup>	77	7 10 <sup>14</sup>	7 10 <sup>-5</sup>	13000	<b>3,7</b>
H <sub>2</sub>	0,002	760	290	10 <sup>28</sup>	1,1 10 <sup>9</sup>	9 10 <sup>-10</sup>	2,5 10 <sup>-13</sup>
		10 <sup>-10</sup>	—	1,4 10 <sup>15</sup>	1,4 10 <sup>-4</sup>	6900	1,9
		3 10 <sup>-11</sup>	—	4 10 <sup>14</sup>	4 10 <sup>-5</sup>	23000	6,4
		10 <sup>-10</sup>	77	2,8 10 <sup>15</sup>	2,8 10 <sup>-4</sup>	3600	1
		2 10 <sup>-11</sup>	—	6 10 <sup>14</sup>	6 10 <sup>-5</sup>	18000	<b>5</b>
		10 <sup>-10</sup>	4,2	1,2 10 <sup>16</sup>	1,2 10 <sup>-3</sup>	830	0,23
		10 <sup>-11</sup>	—	1,2 10 <sup>15</sup>	1,2 10 <sup>-4</sup>	8330	2,3
		4 10 <sup>-12</sup>	—	5 10 <sup>14</sup>	5 10 <sup>-5</sup>	21000	<b>5,8</b>

Tableau II-1 : Durée  $\delta t$  entre deux chocs, par atome de la surface.

En supposant que chaque molécule heurtant un atome y reste adsorbée, le temps  $\delta t$  donne donc l'ordre de grandeur du délai au bout duquel toute la surface est recouverte d'une monocouche de molécules. À la pression atmosphérique, ce temps est d'environ 1 ns dans le cas de l'azote ; il est de l'ordre de la seconde à 10<sup>-6</sup> Torr. Pour atteindre des durées de quelques heures, et pouvoir de la sorte travailler de façon confortable, le tableau II-1 nous montre qu'il est nécessaire de réduire la pression à quelques 10<sup>-10</sup> Torr, c'est-à-dire le domaine de l'ultra-vide. Comme on le voit, le cas de l'hydrogène devient moins favorable, d'autant moins qu'on abaisse la température (noter cependant qu'à la température de l'hélium liquide, 4,2 K, l'hydrogène est alors cryopompé).

Un environnement ultra-vide peut être obtenu principalement au moyen de deux techniques. Premièrement, la technique que nous appellerons "passive" regroupe toutes les méthodes qui limitent les sources internes de pollution. Parmi cet ensemble, on peut citer : le choix des matériaux compatibles avec l'ultra-vide, leur propreté, les traitements des surfaces des enceintes pour éviter leur dégazage, et enfin les processus de construction des enceintes et des éléments. Deuxièmement la méthode "active" englobe les systèmes de pompages, qui présente chacun des risques de pollution, auxquels on peut remédier en utilisant des baffles d'azote liquide.

## II-2-b Les méthodes passives

Les méthodes passives ont pour rôle de limiter le taux de pollution aux éléments qui se trouvent dans l'environnement ultra-vide. Une bonne mise en pratique de ces méthodes permet de réduire la puissance de pompage nécessaire, et d'arriver à une meilleure pression limite dans l'enceinte.

Une des méthodes consiste à étuver les enceintes. Cela implique de chauffer les enceintes jusqu'à des températures de 350°C, incluant les éléments annexes se trouvant à l'intérieur, pour dégazer les parois et pour extraire l'eau de l'enceinte. L'étuvage des enceintes introduit des contraintes sur le type de matériau possible et sur la méthode d'interconnexion des différentes parties. Nous avons utilisé l'acier inoxydable comme matériau de base pour la construction des enceintes ainsi que des autres parties qui vont se retrouver dans l'environnement ultra-vide. L'"inox" est étuvable jusqu'à des températures voisines de 450°C avant de se déformer. On peut l'attaquer chimiquement pour nettoyer sa surface, et il est soudable.

Toutes ces raisons ont en fait le matériau standard pour construire les éléments des systèmes ultravides. Ces éléments sont commercialement disponibles, et l'inox est un matériau bien connu du personnel des ateliers de notre laboratoire, ce qui représente un point très important.

La technique pour lier ensemble les éléments de base est la méthode dite "à joints cuivre et couteaux". C'est l'une des rares méthodes commercialement disponibles qui puisse garantir une étanchéité à mieux que  $10^{-10}$  Torr, et de pouvoir être étuvée à 400°C. Ses inconvénients sont la lourdeur de sa mise en œuvre et le fait que le joint cuivre n'est pas réutilisable.

Le choix des matériaux est en outre dicté par leur tension de vapeur. Les matériaux qui possèdent une assez basse température de fusion doivent être évités, car ils interdiraient l'étuvage, et ils entraîneraient inévitablement une pollution complète et irrémédiable des parois internes des enceintes.

## II-2-c Le pompage

### Introduction

Le système de pompage englobe non seulement les différentes pompes présentes sur un système, mais aussi leurs liaisons avec les différentes enceintes ainsi que les liaisons entre elles. Pour concevoir un système de pompage adapté, il faut tenir compte des gammes de pressions voulues dans les différentes sections, et de l'importance du flux gazeux. Ces considérations conduisent à déterminer les types de pompes à employer, leurs tailles et leurs positions relatives. Beaucoup de soin doit être pris pour ne pas sur-dimensionner l'ensemble.

La conception du dispositif expérimental comme un ensemble autonome d'enceintes UHV revient à isoler chaque sous-partie du dispositif par des vannes. Cette modularité permet la remise à l'air d'un module et son repompage de façon indépendante du reste du système. Pour repomper un bâti à la pression atmosphérique jusqu'à son vide limite, il est nécessaire de passer par plusieurs niveaux de pompage. Chaque niveau implique un système de pompage différent.

Afin d'éviter toute contamination des enceintes UHV, nous avons évité d'utiliser les pompes à diffusion ou les pompes primaires à palettes, qui peuvent entraîner des remontées des huiles de lubrification des pompes.

Dans notre système, cinq niveaux de pompage se chevauchent. Ils correspondent aux différentes pompes utilisées. Les quatre premiers niveaux sont mis en commun pour le pompage du dispositif UHV, soit, jusqu'à la pression de  $10^{-7}$  Torr. Pour le dernier niveau de pompage, les enceintes sont isolées du reste du dispositif, et c'est la pompe ionique de chaque enceinte qui prend le relais de manière individuelle, pour atteindre la pression limite. Le tableau II-2 montre les différentes pompes et leurs gammes d'utilisation. On remarque que les pompes à membrane et les pompes à sorption opèrent dans la même gamme de pression. Cette configuration nous permet d'effectuer deux prévidages simultanément, ou bien de pomper rapidement le pré-sas lors de l'introduction des échantillons.

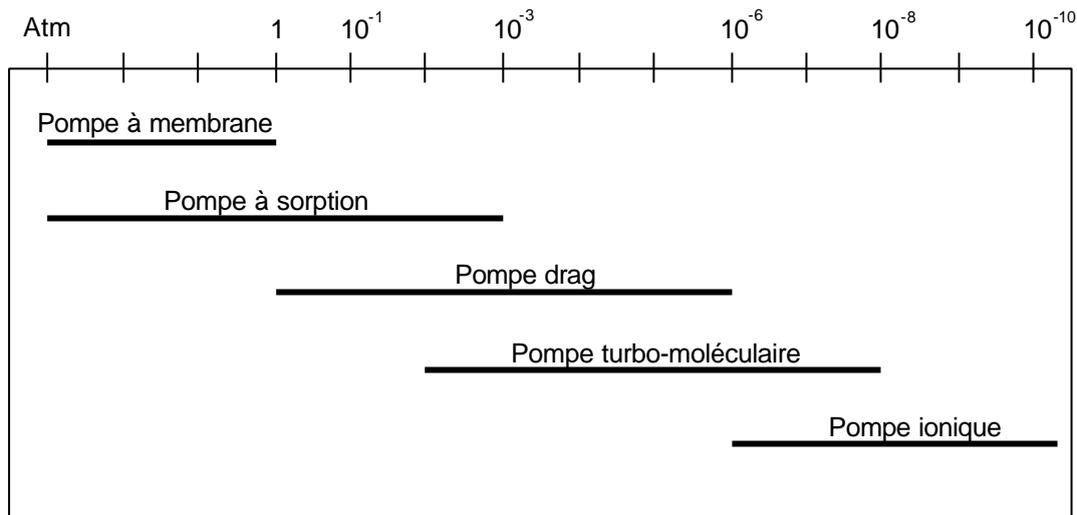


Tableau II-2 : On montre les différentes pompes sur notre dispositif et leurs gammes d'utilisation. Les pressions sont en Torr.

Pour connecter chaque module aux différents niveaux de pompage, nous avons réalisé un réseau de distribution composé de vannes et de tubes métalliques flexibles appelés tombacs. La figure II-2 montre l'interconnexion réalisées entre les enceintes et les pompes.

Dans ce qui suit, nous allons détailler le fonctionnement des pompes.

#### Pompe à membrane

La pompe à membrane possède une membrane souple et mobile qui aspire les gaz des enceintes et les rejette dans l'air extérieur, suivant le principe du changement de volume d'une chambre et à l'aide de deux clapets anti-retour. C'est le niveau le plus haut en pression du système de pompage. Deux de ces pompes sont connectées à notre dispositif. Leurs pressions limites sont de 80 et 3 Torr.

#### Pompe à sorption

La pompe à sorption utilise la condensation des gaz à basse température pour piéger les atomes dans le volume de la pompe. La capacité de pompage est proportionnelle à la surface froide. Afin d'augmenter celle-ci, le volume des pompes est rempli de grains de zéolithes. Ceux-ci ont la caractéristique d'être très poreux, ce qui multiplie la surface active disponible. La quantité de surface détermine le nombre de molécules pompables. Une fois saturée, la pompe doit être réchauffée puis pompée pour la régénérer.

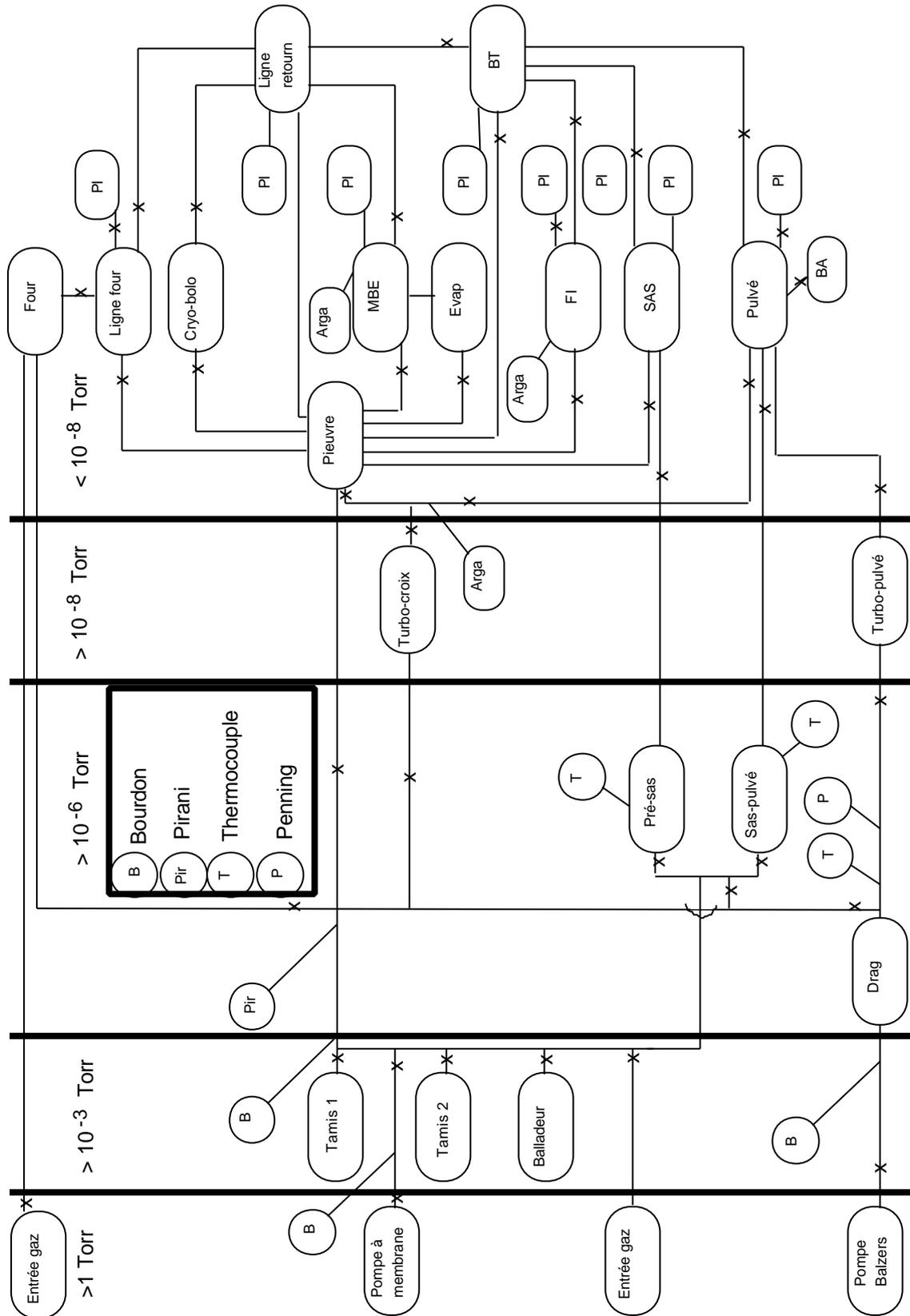


Figure II-2 : Différentes interconnexions entre les éléments du dispositif expérimental et les pompes, avec les différents niveaux de vide.

### Pompe turbo-moléculaire

Les pompes turbo-moléculaires travaillent uniquement en régime moléculaire, de façon à ce que le libre parcours moyen des molécules du gaz soit plus grand que les dimensions des pales du rotor. Les pales mobiles de celui-ci communiquent des impulsions aux molécules dans une direction donnée. L'arrangement angulaire des pales fixes et mobiles oblige les molécules, par des chocs successifs, à se diriger des basses pressions vers les hautes pressions, ce qui assure le pompage. Le taux de compression des pompes turbo-moléculaires varie exponentiellement avec  $\sqrt{M}$  (M étant la masse moléculaire du gaz considéré), ce qui conduit à un taux de compression de seulement 600 ou 7000 pour les gaz légers tels que H<sub>2</sub> et He, alors qu'il peut atteindre 10<sup>7</sup> ou 10<sup>8</sup> pour le CO et N<sub>2</sub>.

Malgré l'efficacité de la pompe pour les hydrocarbures et notamment l'huile de lubrification du palier du rotor, nous avons préféré ajouter un piège à azote liquide à l'entrée de la pompe, pour éviter toute remontée d'huile dans les enceintes lors d'un arrêt accidentel de la pompe. Le piège azote a aussi pour effet de réduire la vitesse des molécules, du fait des chocs de celles-ci avec les parois froides du piège, ce qui améliore le pompage.

### Pompe drag

Pour augmenter le taux de compression de la première pompe turbomoléculaire, nous avons ajouté une deuxième pompe turbo de type spécial, appelée pompe "drag". Cette pompe est particulière, car elle possède un étage qui travaille en régime moléculaire et un autre en régime visqueux. La sortie de la pompe drag peut être directement reliée à l'entrée de la pompe à membrane. De plus le taux de compression des gaz légers est amélioré.

### Pompe ionique

La pompe ionique est constituée de plaques métalliques, entre lesquelles est appliquée une tension électrique d'environ 4 kV. Le champ électrique qui en résulte accélère les ions qui se trouvent entre les plaques de la pompe, et les implante dans celles-ci. Les plaques sont fabriquées en titane, un métal très réactif, pour améliorer l'efficacité du piégeage. Le titane forme notamment des oxydes avec les molécules d'oxygène, forme également des composés avec l'azote (les deux gaz principaux de l'atmosphère). Le titane réagit également avec les molécules d'eau. En revanche les pompes ioniques standards ne pompent pas bien les gaz rares, car leur énergie d'ionisation est trop grande, ni

l'hydrogène. Ces pompes, problématiques au démarrage, sont néanmoins faciles à utiliser.

### II-3 Les enceintes de traitement de l'échantillon

Le dispositif expérimental que nous avons mis au point comprend un certain nombre d'enceintes (figure II-1). Elles sont séparées en deux catégories, les enceintes qui contribuent à l'étude des films thermométriques, et les bâtis auxiliaires qui jouent un rôle dans le transfert des échantillons. Dans le premier cas, on trouve les enceintes de pulvérisation, d'analyse et d'évaporation, de gravure, de mesure et de recuit. Dans le deuxième cas on trouve le sas, le pré-sas, le bâti de transfert, la croix de retournement et les trois croix d'interconnexion.

Nous présentons dans cette section les enceintes de traitement de l'échantillon, en insistant notamment sur l'enceinte de pulvérisation mise au point dans le cadre de la thèse de Y.-M Jiang [3], qui nous permet de déposer notre matériau thermométrique film mince. Dans la section II-4, nous présenterons les autres enceintes de manipulation et transfert, et dans la section II-5 nous détaillerons les techniques de masquage.

#### **II-3-a L'enceinte de pulvérisation**

##### Introduction

L'enceinte de pulvérisation est utilisée pour fabriquer le film thermométrique. Le procédé de pulvérisation cathodique permet de déposer un alliage de composition chimique très bien définie sur un substrat.

Trois ensembles contribuent à la pulvérisation. Le premier ensemble crée le plasma, le deuxième sert de porte-cibles pour les matériaux à pulvériser, et le troisième est constitué du porte-substrat. Nous allons détailler chaque ensemble séparément ci-dessous.

Le vide limite de l'enceinte est de quelques  $10^{-8}$  Torr avec son pompage ionique, et de  $2 \cdot 10^{-7}$  Torr avec le pompage turbo-moléculaire. La chaîne de pompage primaire et secondaire est constituée d'une pompe à membrane, et d'un ensemble de deux pompes turbo-moléculaires.

La première, haute pression, est de type "drag", et la deuxième convient aux plus basses pressions. Le vide permanent est maintenu au moyen d'une pompe ionique de 200 l/s. Un spectromètre de masse quadrupolaire permet l'analyse *in situ* de la composition gazeuse.

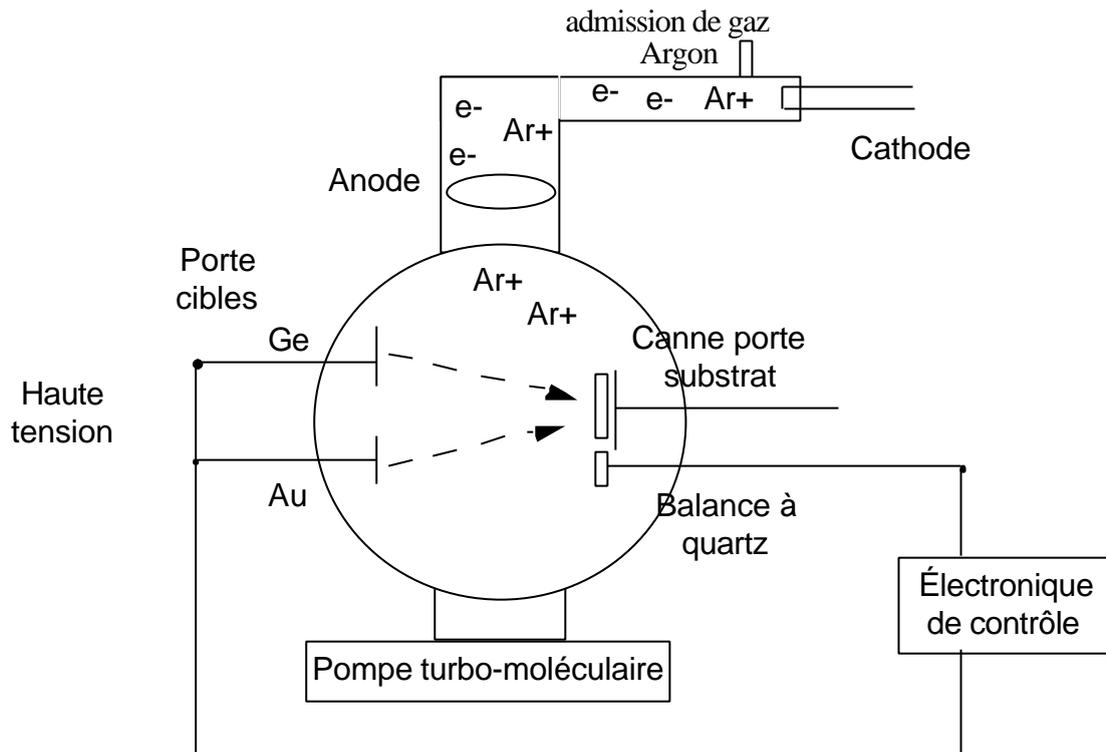


Figure II-3 : Schéma de l'enceinte de pulvérisation avec ses différents éléments.

#### Le mode de pulvérisation triode

Le mode de pulvérisation "triode" est le mode que nous avons adopté, de préférence au mode "diode". Le mode triode permet de séparer les processus de création et de contrôle du plasma d'une part, du processus de contrôle du dépôt d'autre part, ce qui n'est pas le cas pour le mode diode.

Pour créer le plasma, une cathode consistant en un filament de tungstène émet des électrons, par émission thermo-électronique. Les électrons sont accélérés par une anode cylindrique. Lors de leur parcours vers l'anode, les électrons ionisent le gaz d'argon par suite des collisions. Le gaz est injecté dans l'enceinte près du filament, pour améliorer le taux d'ionisation grâce à un parcours commun plus grand avec les électrons. L'ensemble des ions forme le plasma. Afin

d'augmenter le taux d'ionisation, le plasma est confiné au niveau de l'anode au moyens de champs magnétiques générés par des enroulements externes. La pression d'argon dans l'enceinte est de  $7 \cdot 10^{-4}$  Torr à chaud.

L'admission du gaz argon dans l'enceinte est contrôlée par un système électronique de régulation de pression. La valeur de la pression dans l'enceinte, donnée par une gauge Bayard-Alpert, permet de corriger la pression par rapport à une valeur consigne, en ajustant automatiquement l'ouverture d'une vanne piézo-électrique sur le circuit d'admission du gaz.

Il faut souligner que la lecture de la pression dépend fortement de l'environnement. La mesure varie, en autres, avec la nature du gaz, la position de la gauge dans l'enceinte, la proximité du plasma, les champs magnétiques des bobines, ainsi que la température de l'enceinte. Les pressions sont données lorsque le plasma est allumé et stable.

### Le porte-cibles

Le mode de pulvérisation porte le nom de "triode", car il existe une troisième électrode : le porte-cibles. Celui-ci contient quatre cibles, qui sont polarisées négativement par rapport au ions d'argon du plasma. Chacune d'elles correspond à une cathode, et peut être polarisée séparément.

Les matériaux des cibles correspondent aux films que l'on veut déposer. Les cibles choisies sont polarisées de façon séquentielle, de sorte que les ions d'argon extraits du plasma les bombardent alternativement. En réglant la tension de polarisation des cibles, on ajuste l'énergie cinétique des ions d'argon. Après bombardement, les atomes des cibles pulvérisées se déposent sur le substrat, qui est placé face aux cibles.

Les atomes déposés sur le substrat sont aussi déposés sur un système de balance à quartz, ce qui permet de mesurer la masse déposée. Un dispositif de vernier digital permet de contrôler la composition chimique à mieux que 0,4% à l'échelle de la monocouche. Un système informatique, en liaison avec la balance à quartz, calcule la durée de la polarisation de chaque cible. Il tient compte de la composition chimique et de l'épaisseur du film voulues, ainsi que des conditions de dépôt dans l'enceinte.

Le rendement de pulvérisation exprime le rapport des atomes de la cible pulvérisés par les ions incidents. Il dépend du matériau et de la température, entre autres. Pour augmenter le taux de dépôt, pour un rendement constant, il faut amener plus d'ions vers les cibles.

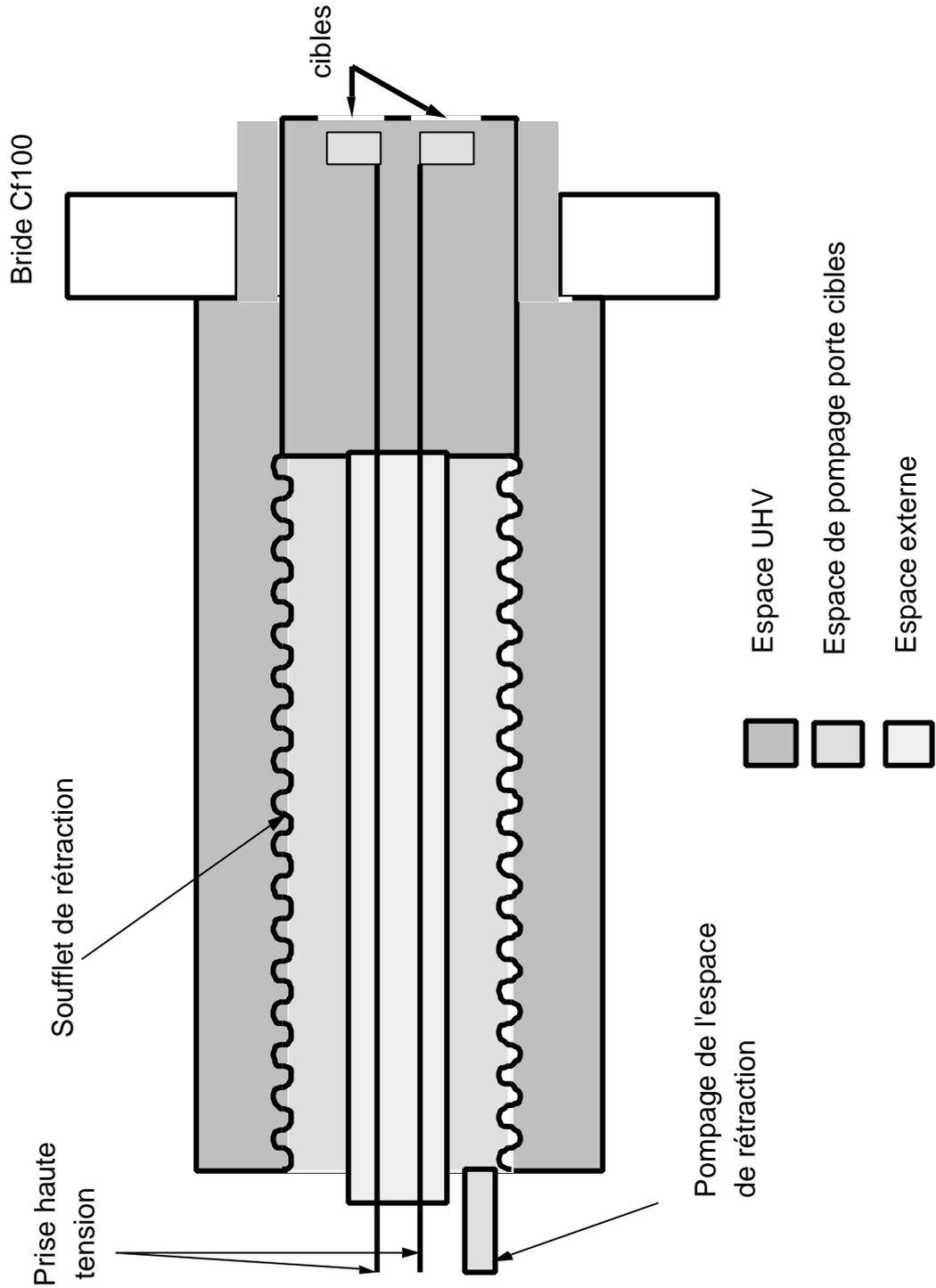


Figure II-4 : Schéma du porte-cibles. On remarque la partie centrale mobile grâce au soufflet. Les trois zones grisées correspondent aux trois niveaux de vide dans l'ensemble porte-cibles.

Pour cela, deux autres bobines génèrent des champs magnétiques qui permettent d'orienter le plasma vers les cibles et vers le substrat, suivant le cas. Le courant de polarisation des cibles nous permet de suivre la variation du flux d'ions arrivant sur la cible, de façon à déterminer l'orientation optimum du plasma dans l'enceinte.

Le module porte-cibles est un élément complexe (figure II-4). Il contient simultanément quatre cibles isolées électriquement, et il incorpore un système de refroidissement des cibles pour garder constants les rendements de pulvérisation pendant le dépôt, et pour ne pas dégrader les cibles.

Le module porte-cibles permet de polariser les cibles jusqu'à des tensions de 3 kV, sans problèmes d'arcs avec les éléments mis à la masse, ceci malgré les pressions élevées dans certaines parties du porte-cibles et la présence du plasma. La partie centrale contenant les cibles est mobile, sur une course de 100 mm, extensible si l'on rajoute un manchon supplémentaire entre le module et l'enceinte. Cette mobilité permet d'ajuster la distance cible-substrat, ainsi que la position des cibles par rapport au plasma. L'ensemble est entièrement démontable, ce qui facilite les réglages ou le changement des cibles.

#### Le libre parcours moyen

Le libre parcours moyen est la distance entre deux collisions successives des atomes pulvérisés. Il est directement fonction de la pression qui règne dans l'enceinte de pulvérisation. Le libre parcours moyen est donné par l'équation (II-11) :

$$\lambda = \frac{k_B T}{\sqrt{2\pi} d^2 P} = 2,331 \cdot 10^{-20} \frac{T}{d^2 P} \quad (\text{II-11})$$

où  $k_B$  est la constante de Boltzmann (en  $J.K^{-1}$ ),  $T$  est la température dans l'enceinte (en Kelvin),  $P$  est la pression (en Torr), et  $d$  est le diamètre de la molécule (cm)

Pour les pressions considérées, entre  $10^{-3}$  à  $10^{-4}$  Torr, les libres parcours moyens vont de 5 à 50 cm. Le mode triode a justement l'avantage de fonctionner à ces basses pressions. Pour une meilleure homogénéité du film déposé, il est préférable d'augmenter la distance cible-substrat. Cette distance doit être de l'ordre du libre parcours moyen à la pression de dépôt.

### La platine porte-substrat

La platine porte-substrat est placée devant les cibles, parallèlement aux faces de celles-ci. Une canne de transfert, solidaire de la platine, tient le disque porte-échantillon. La canne permet de chauffer et de refroidir l'échantillon, ainsi que de le positionner axialement et angulairement. Sur la platine se trouve aussi le quartz de mesure d'épaisseur. La figure II-5 montre la disposition des différents éléments.

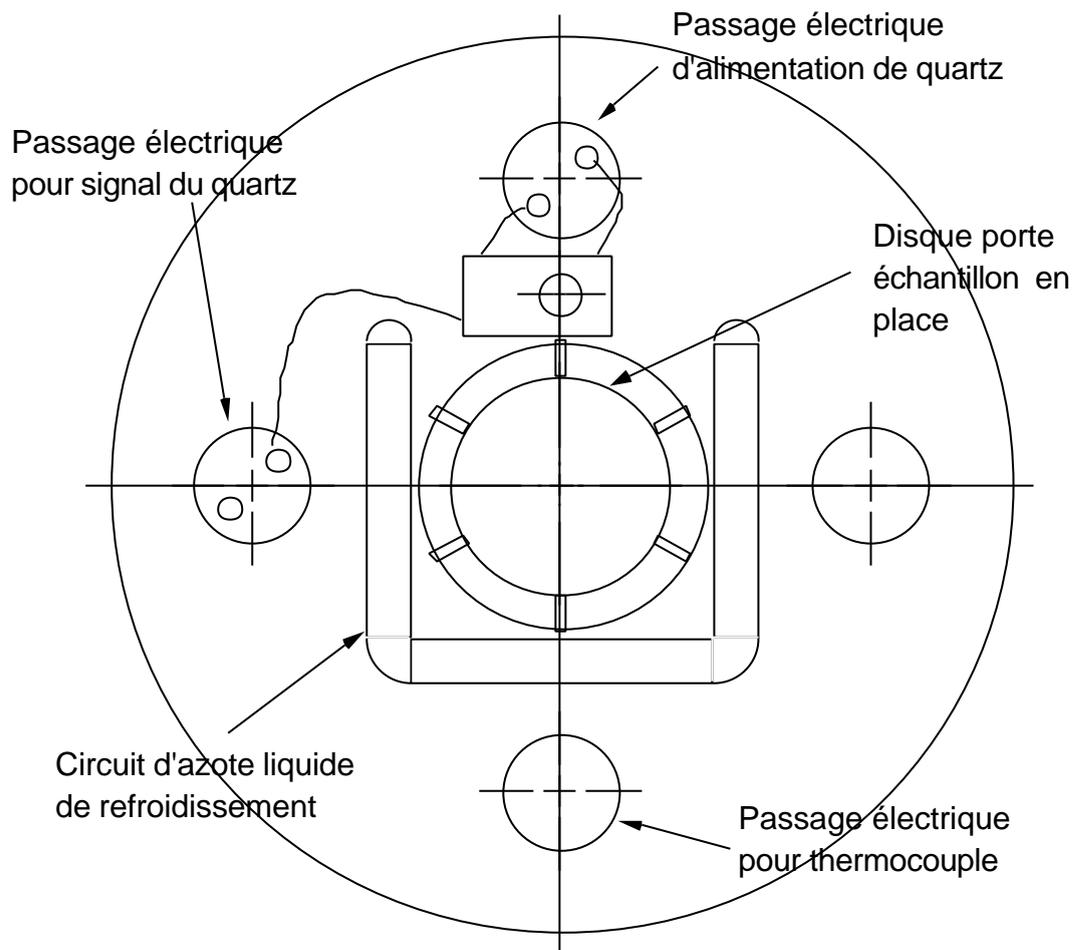


Figure II-5 : Schéma de la platine porte-échantillon. Au centre on remarque la position d'un disque porte-échantillon. La partie en U est le tube du refroidissement, par circulation d'azote liquide ou d'eau. Autour sont disposés les passages électriques pour les différentes connexions électriques et pour le thermocouple.

Beaucoup de soin doit être pris pour isoler les fils électriques, notamment l'alimentation et le signal de sortie du quartz, contre les courts-circuits dus à

l'accumulation des dépôts métalliques sur les surfaces, ainsi que contre les effets du plasma.

Le taux de dépôt typique sur le quartz, situé à une distance de 282 mm des cibles, est résumé dans le tableau II-3 pour l'or, le palladium et le titane.

Cible	Au	Pd	Ti
Taux de dépôt [nm.mn <sup>-1</sup> ]	0,3	0,32	0,12

Tableau II-3 : Taux de dépôt mesuré avec la balance à quartz située à une distance de 282mm des cibles.

Le taux de dépôt est inversement proportionnel au carré de la distance cible-substrat. En réduisant cette distance on peut ainsi augmenter le taux de dépôt, et par conséquent réduire le temps nécessaire pour une même épaisseur sur le substrat. Il faut bien sûr au préalable mesurer le taux de dépôt, puis garder les mêmes conditions. Le tableau II-4 montre le gain de temps possible en rapprochant le substrat. La distance de la cible au quartz, notée L, est égale à 282 mm. Cette méthode de calibration n'est utilisable que pour les couches mono-élément, car dans cette position avancée le porte-échantillon occulte partiellement le quartz, et fausse les mesures. Par conséquent il est impossible de calibrer des alliages par cette méthode.

distance cible-substrat	L	L/2	L/3	L/4	L/5
taux de dépôt [nm.mn <sup>-1</sup> ]	0,3	1,2	2,7	4,8	7,5
temps de dépôt pour 100 nm [mn]	333	83	37	21	13

Tableau II-4 : Estimation du taux de dépôt et du temps de dépôt nécessaire, pour différentes distances cible-substrat.

La figure II-6 montre la disposition des cibles dans le chapeau du porte-cibles. Le logement des cibles est conçu pour éviter la formation d'arcs électriques entre les cibles et le chapeau. Ce dernier est en effet mis à la masse, ainsi que l'entrée du plasma. À la pression de 10<sup>-3</sup> Torr, l'écart entre les surfaces, 1 mm, est suffisant. On notera la forme du cache des cibles. Pour changer une

cible il suffit de retirer la cible et son support, pour la remplacer par une autre. Le cas échéant, on peut à la place monter un obturateur.

La liaison de la cible au support peut être réalisée de différentes manières, mais la plus fiable est de trouver un matériau intermédiaire qui puisse réaliser l'interface entre les deux. Ce peut être un alliage eutectique entre le matériau de la cible et le support en cuivre. Cette interface doit en particulier supporter les échauffements de la cible sans dégazer dans l'enceinte. La solution facile qui consisterait à souder les deux éléments est à proscrire, car à la suite de la soudure des décapants ou des solutions à haute tension de vapeur risqueraient d'être présents, ce qui entraînerait des conséquences facheuses sur le vide dans l'enceinte.

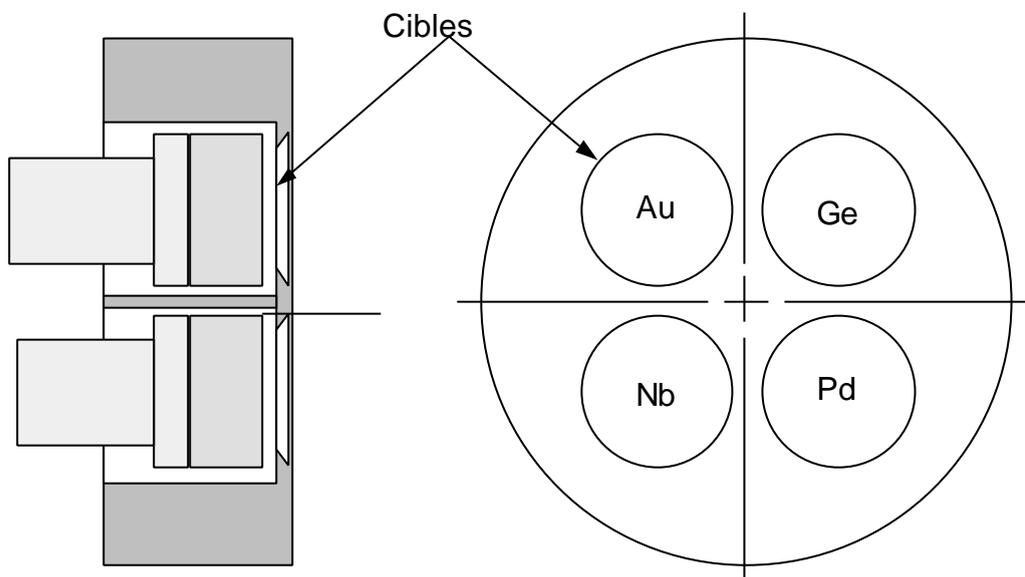


Figure II-6 : Schémas en coupe et de face de la partie avant du porte-cibles, où on distingue les quatre cibles. Sur la vue en coupe, on remarque la forme du chapeau du porte-cibles, dont le rôle est d'éviter la pollution des cibles entre elles et la pénétration du plasma dans le porte-cibles.

#### La microbalance à quartz

L'une des méthodes de choix utilisée pour déterminer le nombre d'atomes déposés à la surface d'un solide est une mesure de sa masse. Cette masse peut être connue grâce à un oscillateur mécanique qui voit sa fréquence changer lorsqu'une couche d'atomes est déposée sur l'une de ses faces. L'utilisation d'un dispositif très simple mis en œuvre pour la construction des micro-ordinateurs et détourné de sa vocation initiale a permis d'améliorer par trois ordres de grandeur la sensibilité de cette mesure de la masse [3-5]. L'oscillateur piézo-électrique,

formé d'une lame de quartz de 80  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, vibre à une fréquence de 16 MHz. Sa fréquence est mesurée au  $1/100^{\text{e}}$  de hertz près en utilisant un mélangeur digital [3,5]. La résolution de la mesure de masse est de 10 picogrammes, soit l'équivalent du  $1/10000^{\text{e}}$  de la masse d'une monocouche atomique déposée sur  $1\text{ cm}^2$ .

Nous utilisons ce dispositif pour déposer sous forme de couche mince l'alliage binaire AuGe qui nous sert de matériau thermométrique (voir le paragraphe I-3-c). Il permet de contrôler les quantités de matériau déposé, lors du dépôt séquentiel des deux éléments, l'or puis le germanium. Pour une monocouche de l'alliage, la microbalance à quartz permet de fixer la composition chimique avec une précision meilleure que 0,1 %, grâce à une procédure de contrôle en temps réel de la composition par ordinateur.

### **II-3-b Les autres enceintes**

#### L'enceinte de recuit

Un four est connecté au dispositif expérimental. Il permet de recuire les échantillons sans quitter l'environnement UHV. Un four de recuit est nécessaire pour certaines opérations, telles que la recristallisation des échantillons, pour des études en fonction de la température et du temps de recuit, pour étudier la ségrégation de l'or sur les différents substrats, ou pour étudier l'ancrage des films sur la surface en présence de différentes sous-couches. On peut aussi considérer l'oxydation de la surface d'un échantillon, grâce à la circulation de gaz  $\text{O}_2$  à chaud, pour former une couche isolante ou protectrice.

Le four consiste en un tube en inox placé entre des résistances chauffantes. Sa température limite est d'environ  $600^{\circ}\text{C}$ . Un régulateur utilisant un thermocouple permet de contrôler la température du four. L'intérieur du tube est connecté au reste du système UHV. Il peut en être isolé par une vanne. Ceci permet de créer si nécessaire une circulation de gaz pendant le recuit de l'échantillon, sans perturber le reste du système. Cet espace est ensuite pompé avant l'ouverture sur la partie UHV.

#### L'enceinte d'analyse et d'évaporation

L'enceinte d'analyse comprend un dispositif de LEED (Low Energy Electron Diffraction) et un dispositif d'Auger. Ces deux instruments peuvent être utilisés pour rendre compte de l'état de la surface, et de l'arrangement des atomes à la surface de l'échantillon. Un évaporateur a été ajouté pour déposer des films ultra-

minces (quelques monocouches atomiques) d'un métal à étudier. La pression de  $2 \cdot 10^{-10}$  Torr qui règne en permanence dans cette enceinte est nécessaire pour cette opération. Le manipulateur d'échantillon à six degrés de libertés est précisément conçu pour positionner et orienter correctement l'échantillon, selon les différentes opérations à mener, puis le transférer dans une autre partie du dispositif expérimental.

#### L'enceinte de mesure

L'enceinte de mesure, aussi appelée "cryo-bolo", est un cryostat qui peut atteindre 0,3K à l'aide d'un mini-réfrigérateur à He-3 pompé [6] L'enceinte est conçue pour recevoir un échantillon par transfert, après un dépôt ou une analyse de la surface, de façon à effectuer les mesures à basse température. Le support d'échantillon (un RPE) du cryostat est muni de doigts qui, en position de mesure, se trouvent sur les plots de contacts externes de l'échantillon, comme pour les contacts déposés sur la matrice de détecteurs (voir la section III-3-b). La tripaille du cryostat n'est pas conçue en technologie ultra-vide, ce qui oblige à une mise à froid du cryostat avant l'ouverture sur le reste du dispositif expérimental, de façon à cryo-pomper l'enceinte et piéger toutes les impuretés sur les parois froides. Une série de volets permettent d'introduire l'échantillon ; ils sont refermés durant la lecture pour limiter les radiations parasites sur la source froide.

#### L'enceinte du faisceau d'ions focalisé

Notre dispositif expérimental est équipé d'un faisceau d'ions focalisé, qui permet de graver et d'imager des motifs de très faible dimension [7]. L'un des intérêts principaux de ce type de cette méthode est qu'il s'agit d'une gravure sèche. Elle se prête donc bien à un environnement UHV, puisqu'elle évite de recourir aux techniques habituelles de microlithographie, c'est-à-dire notamment le masquage et l'attaque chimique. Nous décrivons dans le chapitre IV le principe de fonctionnement du faisceau d'ions focalisé, cependant nous présenterons dans les prochaines sections les techniques de transfert d'échantillons entre les différentes enceintes, et les techniques de masquage.

## II-4 Les enceintes de manipulation et transfert

### **II-4-a Introduction**

Le système de transfert d'échantillons a été développé pour répondre aux besoins de transferts d'échantillons entre les différentes enceintes. Un échantillon doit subir un certain nombre d'opérations successives : dépôts, gravure, recristallisation, mesures, caractérisation LEED... Ces opérations imposent des contraintes spécifiques, qui nous ont conduit à réaliser des enceintes indépendantes, mais toujours dans un environnement compatible ultra-vide.

Les enceintes sont reliées entre elles par des tubes UHV, et isolées par des vanes. Chaque enceinte constitue un module indépendant consacré à une ou plusieurs opérations précises. L'indépendance des enceintes nous donne par ailleurs la possibilité de mener des opérations sur plusieurs échantillons en parallèle dans diverses enceintes.

Le système de transfert a pour vocation de déplacer un échantillon entre les différentes enceintes dans un environnement ultra-vide permanent. Pour cerner nos besoins, nous avons dressé une liste de caractéristiques requises pour le système de transfert. Les caractéristiques nécessaires ou voulues sont nombreuses :

- un système de transport composé de cannes de transfert, qui peut déplacer un échantillon entre deux positions ou deux enceintes, puis le positionner dans l'espace pour le préparer à l'opération de transfert ;
- un système de transfert, qui permet l'échange d'un échantillon entre les cannes de transfert ;
- une standardisation des éléments du système, pour faciliter la fabrication et permettre l'interchangeabilité ;
- une flexibilité dans le positionnement, l'orientation et la chronologie du montage des modules ;
- un système compatible avec la taille de nos échantillons, mais facilement évolutif vers de nouvelles applications ;
- un système compatible avec l'ultra-vide et les techniques de fabrication pour l'ultravide, ainsi que l'étuvabilité ;
- la rapidité, la facilité et la reproductibilité des transferts, tout en garantissant une sécurité aux échantillons.

Ces souhaits et ces contraintes ont fourni une base de réflexion pour une comparaison avec d'autres systèmes de transfert existants ou possibles.

## II-4-b Les systèmes de transfert

Les éléments de base d'un système de transfert sont le porte-échantillon et les cannes de transfert. Le porte-échantillon est l'élément mécanique sur lequel est fixé l'échantillon, et qui est manipulé par le système de transfert. Les cannes de transfert sont les vecteurs du transport.

Le système de transfert réalise deux fonctions liées mais distinctes : d'une part le transport du porte-échantillon, et d'autre part la fixation du porte-échantillon sur son support. La fonction de fixation englobe inévitablement la méthode de liaison du porte-échantillon à son support et son verrouillage en position, ainsi que le mécanisme de transfert entre deux cannes de transfert. La matérialisation de cette fonction de fixation est le point principal qui différencie les systèmes de transfert.

Les systèmes de fixation sont basés sur la nécessité de créer un plan de support pour le porte-échantillon. Ce plan de support peut se résumer à trois points de contacts, ce qui est le minimum pour définir un plan, ou à une surface entière. Les points extrêmes de la liaison doivent être le plus espacés possible, pour améliorer la stabilité du support et donc celle du porte-échantillon. D'autre part, il est préférable de réduire au maximum les surfaces de contact pour réduire les frottements pendant l'échange du porte-échantillon entre les cannes de transfert.

Il n'y a que deux mouvements possibles pour la mise en place des surfaces de contact : une rotation ou une translation. Ces mouvements sont indépendants de ceux du positionnement relatif des éléments en jeu. Les systèmes à enclenchement par translation sont de type à fourches ou à glissières, quelle que soit leur forme. Ces systèmes nécessitent deux plans distincts par canne.

### Le système à baïonnette

Après avoir étudié différents systèmes, nous avons opté pour une solution fondée sur un système appelé "à baïonnette". C'est le système qui correspond le mieux à nos exigences. Un système similaire est cité dans des articles pour instruments scientifiques [8,9]; il existe commercialement chez des fabricants d'ensembles UHV tels que Meca2000 et Riber [10,11].

Nous avons adapté la morphologie de ces systèmes à nos contraintes. Les modifications portent sur des caractéristiques du système Riber telles que : la double rangée de picots du disque porteur, la non-symétrie du disque porte-échantillon ou la position et le type du ressort de verrouillage.

Ces solutions dans leur état initial empêchent certaines opérations sur l'échantillon dont nous avons besoin. Les solutions incorporées dans notre système présentent les avantages suivants :

- nous avons utilisé un verrouillage par ressort, et non par gravité du disque porte-échantillon sur son support, pour assurer plus de sécurité lors du transport. Ceci permet le transport et le transfert dans n'importe quelle position, horizontale ou verticale, ce qui facilite l'implantation des bâtis ;

- la poussée sur le disque porte-échantillon, par l'intermédiaire d'une bague externe, permet de positionner de façon univoque le porte échantillon en position verrouillée, ce qui facilite ensuite les transferts ;

- les modules du système de transfert sont fondés sur une géométrie cylindrique. Les symétries qui en découlent peuvent être exploitées dans le cadre du transfert mais aussi pour des opérations sur les échantillons eux-mêmes, comme le masquage ;

- le transfert du porte-échantillon se fait en deux temps, ce qui réduit les risques d'erreur puisque le porte échantillon est toujours bloqué en position sur l'une des deux cannes de transferts ;

- un des plans de l'échantillon est complètement libre sur un angle solide de quasiment  $2\pi$ , et est accessible pour des expériences de type RHEED, par exemple ;

- enfin, le système de fixation du porte-échantillon se trouve en périphérie, ce qui nous permet d'adapter et d'exploiter la partie centrale du porte-échantillon pour diverses opérations. Par exemple : déposer sur les deux faces, accepter différentes épaisseurs de substrats, ou d'autres types d'échantillons, adapter des systèmes de chauffages et de cryogénie.

### DPE et RPE

Dans le système de transfert que nous avons développé, le porte-échantillon est un disque, c'est pourquoi nous l'appellerons "Disque Porte-Echantillon", abrégé en : "DPE". Le système de fixation des DPE sur les cannes de transfert sont appelés les "Réceptacles Porte-Echantillon" (RPE).

Le DPE standard, schématisé sur la figure II-7, consiste en un disque en inox de diamètre 29 mm et d'épaisseur 4 mm. Ce disque comporte en outre six picots radiaux, espacés de  $60^\circ$ , et inscrits dans un diamètre de 39 mm. Les échantillons sont fixés sur le disque porte-échantillon préalablement à son introduction en environnement ultra-vide. Différents types de DPE ont été construits pour diverses applications, cependant tous ont les mêmes dimensions externes, pour qu'ils soient compatibles avec le système de transfert.

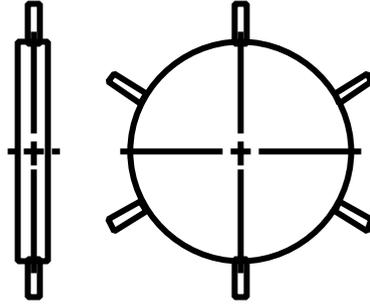


Figure II-7 : Schéma d'un disque porte échantillon (DPE) standard.

Le RPE se présente essentiellement comme un cylindre court avec trois encoches disposées symétriquement à  $120^\circ$ , ayant la forme d'une baïonnette. Une bague, fixée au RPE par ressorts, l'entoure. La figure II-8 montre un RPE avec ses trois encoches. On trouve le détail d'une encoche sur la figure II-8. Chaque RPE est fixé au bout de l'axe d'une canne de transfert, qui peut indépendamment tourner et se translater. Ce mouvement est contrôlé manuellement de l'extérieur par l'opérateur.

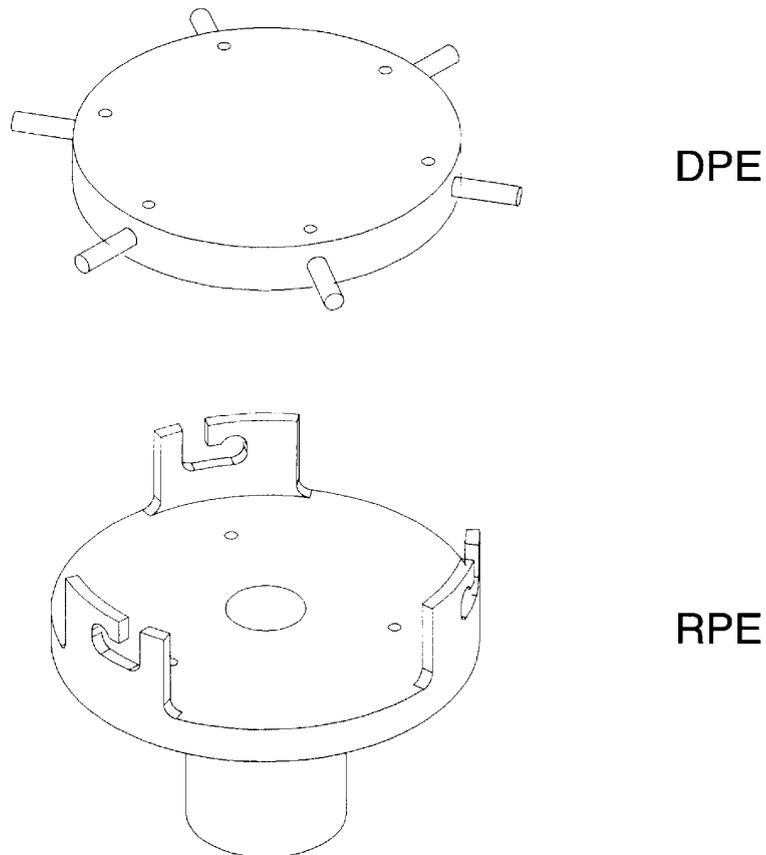


Figure II-8(a) : Schéma d'un RPE standard avec son DPE.



Figure II-8(b) : Photographie d'un RPE et d'une série de DPE remplissant diverses fonctions.

Le RPE est l'élément mécanique qui tient le DPE et permet son transfert d'une canne à une autre. Le DPE est fixé dans un RPE au moyen de trois de ses six picots espacés de  $120^\circ$ . La bague coaxiale et externe au RPE permet de pousser ces picots au fond des encoches, et donc d'immobiliser le DPE en place. La force du ressort sur les trois picots positionne le DPE dans un plan connu et leur disposition à  $120^\circ$  centre automatiquement le DPE par rapport au RPE.

#### La canne de transfert

La canne de transfert est l'élément qui permet de déplacer un DPE sous vide. Les cannes de transfert que nous avons adoptées sont de type magnétique [12]. Chaque canne consiste en un tube terminé par une bride à couteau, qui permet de le fixer sur une enceinte. Une tige en acier inoxydable coulisse dans ce tube en environnement UHV. Cette tige est couplée magnétiquement à un aimant mobile extérieur au tube qui sert de poignée de manipulation et permet le contrôle de la tige intérieure, en rotation et en translation. On peut voir ces différents éléments sur la figure II-9. L'accouplement magnétique constitue intrinsèquement un limiteur de couple, ce qui empêche l'opérateur de forcer sur les RPE pendant le transfert.

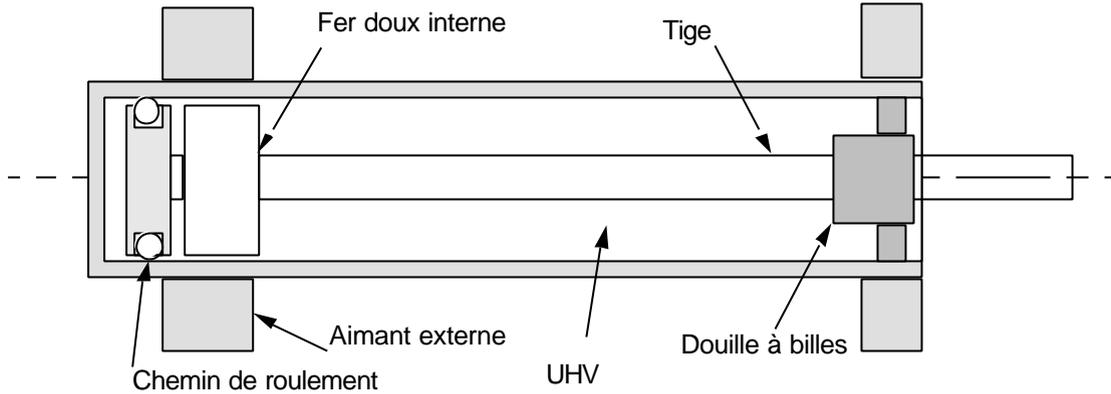


Figure II-9 : Schéma d'une canne de transfert magnétique.

### Le transfert

Pour effectuer un transfert d'un DPE, on positionne un RPE "A", sur lequel est fixé le DPE, en face d'un RPE "B". Sur les six picots du DPE, trois sont maintenus au fond des encoches du RPE "A" et trois sont libres. Alors un transfert du DPE du RPE A au RPE B consiste à engager la paire de picots libres dans les encoches du RPE B. Une première rotation de la canne de transfert désengage les trois picots du RPE A et une deuxième rotation dans le même sens engage les trois autres picots qui se mettent au fond des encoches du RPE B. Les séquences du transfert sont schématisées sur la figure II-10.

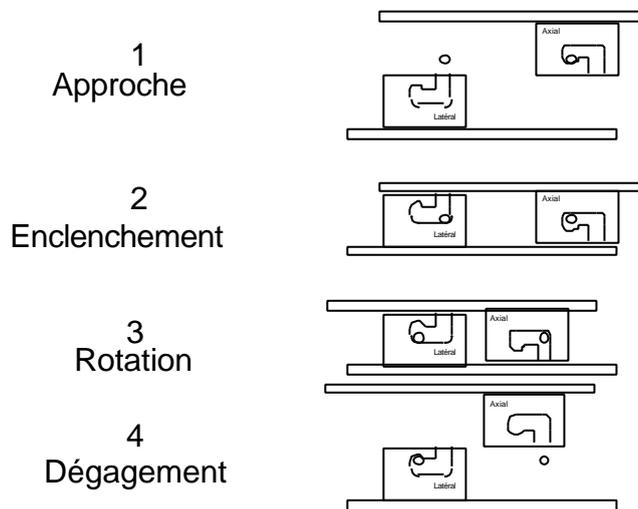


Figure II-10 : Schéma d'un transfert de DPE.

Pour que le transfert soit possible les deux RPE doivent être complémentaires. Les deux RPE complémentaires ont leurs encoches inversées, et sont appelés "droit" et "gauche", selon le sens des encoches de chacun. On désigne par RPE gauche celui qui donne son DPE lorsqu'il effectue une rotation

dans le sens des aiguilles d'une montre, ou en vissant. Pour prendre un échantillon, il faut tourner dans le sens contraire. La définition est inversée pour un RPE droit.

La rotation du RPE, nécessaire pour le transfert, est effectuée par le biais d'une canne de transfert. L'axe du RPE est donc obligatoirement coaxial à l'axe de la canne, d'où son nom de RPE "axial". Au moment du transfert, le RPE complémentaire doit être coaxial au premier RPE. Dans le cas que nous avons adopté, et qui est le plus simple, le RPE complémentaire se trouve au bout d'une autre canne de transfert. L'axe du RPE complémentaire est perpendiculaire à l'axe de la canne qui le porte. Autrement dit, l'axe du RPE se déplace en rotation dans un plan perpendiculaire à celui de la canne de transfert. Ce RPE est dit "latéral". Les axes de translations des deux RPE complémentaires sont perpendiculaires. Entre les deux combinaisons possibles et arbitraires, nous avons adopté la configuration suivante: axial-gauche (AG) et latéral-droit (LD), que nous pouvons voir sur la figure II-11.

Notons que deux autres cas de positionnement relatif des cannes sont possibles mais présentent des inconvénients :

1) si les deux RPE sont axiaux, alors le système est soit limité à un seul transfert et deux positions, soit limité à un système à plusieurs transferts mais incohérents entre eux (LD->AG->AD->LG). Le système n'est plus interchangeable.

2) si les deux RPE sont de type axial et latéral mais les cannes de transfert ne sont pas perpendiculaires, alors le système est difficile à aligner, à cause des composantes du mouvement dans le repère relatif des deux cannes.

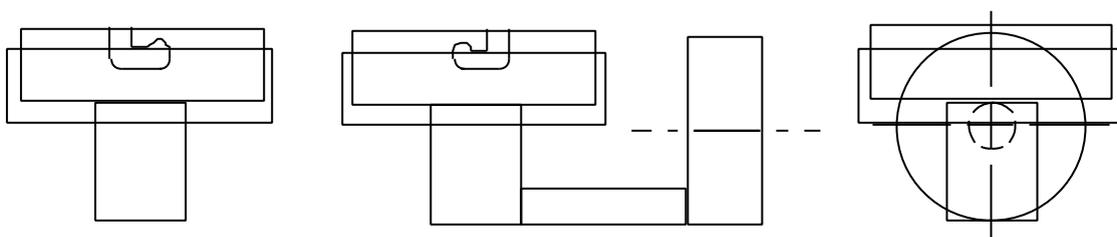


Figure II-11 : Schéma d'un RPE axial et d'un RPE latéral.

Il nous a paru judicieux d'effectuer les transferts inter-bâties avec des RPE latéraux et d'utiliser les RPE axiaux dans les enceintes. La raison est qu'il est souvent nécessaire d'ajuster la distance relative par exemple entre l'échantillon et la cible ou entre l'échantillon et le LEED, car le plan de l'échantillon est alors perpendiculaire au déplacement, et cela n'est possible qu'avec un RPE axial.

Dans le tableau II-5 nous répertorions la position de chaque RPE dans notre dispositif UHV.

<b>Position des RPE</b>	<b>Axial-gauche</b>	<b>Latéral-droit</b>
Enceinte de pulvérisation	X	
Enceinte du faisceau d'ions	X	
Enceinte du LEED	X	
Enceinte "cryo-bolo"	X	
Bâti de transfert vertical (BT)	X	
Pré-sas	X	
Croix de retournement	X	
Croix "cryo-bolo"	X	
Croix du four	X	
Transfert BT vers pulvérisation		X
Transfert BT vers faisceau d'ions		X
Transfert BT vers croix "cryo-bolo"		X
Transfert four vers croix "cryo-bolo"		X
Transfert sas vers BT		X
Enceintes "cryo-bolo"		X
Retournement		X
Carrousel de stockage		X
Stockage pour pulvérisation		X

Tableau II-5 : Répartition des RPE de types axial et latéral dans notre dispositif expérimental.

Le verrouillage du DPE en position sur son RPE, grâce à des ressorts et non pas par gravité, permet d'effectuer des transferts dans n'importe quelle direction, mais pour des raisons pratiques, les transferts se font uniquement dans un plan horizontal ou vertical.

### Construction d'un système de transfert d'échantillon

Un nœud de transfert correspond à l'intersection de deux cannes de transfert. Un plan de transfert est formé par les axes des cannes passant par ce nœud. Pour que le système de transfert fonctionne correctement, il faut que les axes des cannes de transfert soient perpendiculaires deux à deux. Par conséquent, en un point donné, on ne peut disposer que deux cannes, ce qui ne permet la communication qu'entre seulement deux enceintes. Pour faire communiquer un plus grand nombre d'enceintes, il est nécessaire de faire appel à un système de distribution multi-niveau, en empilant des nœuds selon un axe, horizontal ou vertical. L'axe est vertical pour des raisons pratiques, ce qui conduit à desservir les différentes enceintes horizontalement.

Les problèmes de disposition et d'encombrement des enceintes font que le nombre maximal de sorties est de trois, avec un système d'un nœud de transfert et de trois niveaux, et de quatre, avec un système de deux nœuds de transferts et deux niveaux. Les figures II-12 (a) à (f) résument les différentes configurations possibles pour les cannes de transfert, et les nombres de nœuds de transfert

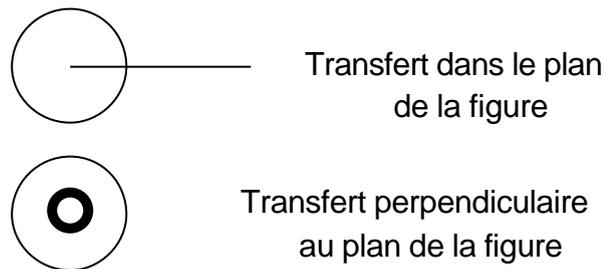


Figure II-12(a) : Transferts simples.

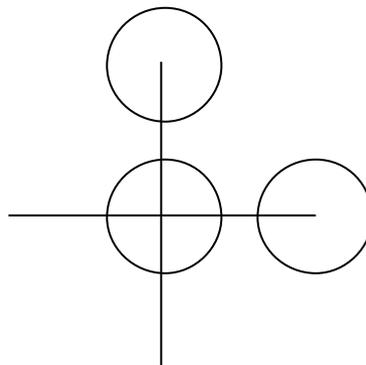


Figure II-12(b) : Un transfert sur un niveau.

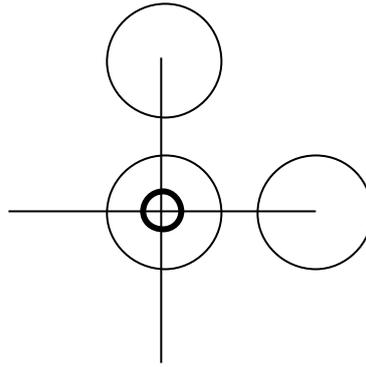


Figure II-12(c) : Un transfert sur deux niveaux.

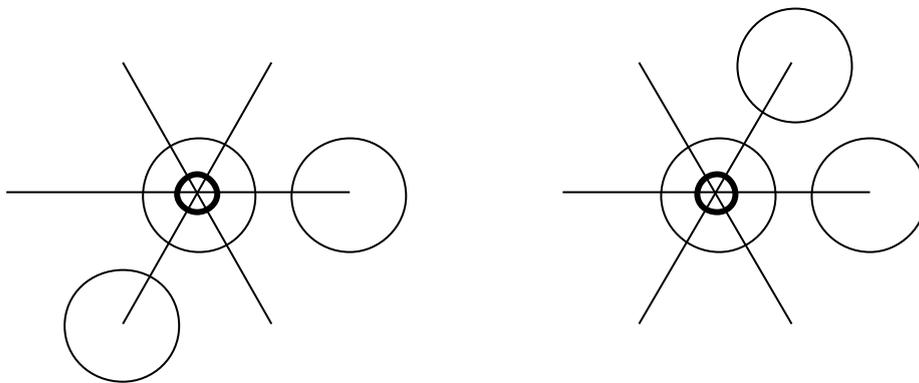


Figure II-12(d) : Un transfert sur trois niveaux.

Une disposition judicieuse des éléments permet de créer un ensemble compact, accessible, tout en minimisant la longueur des cannes de transfert (ceci n'est pas négligeable étant donné le coût de tels équipements).

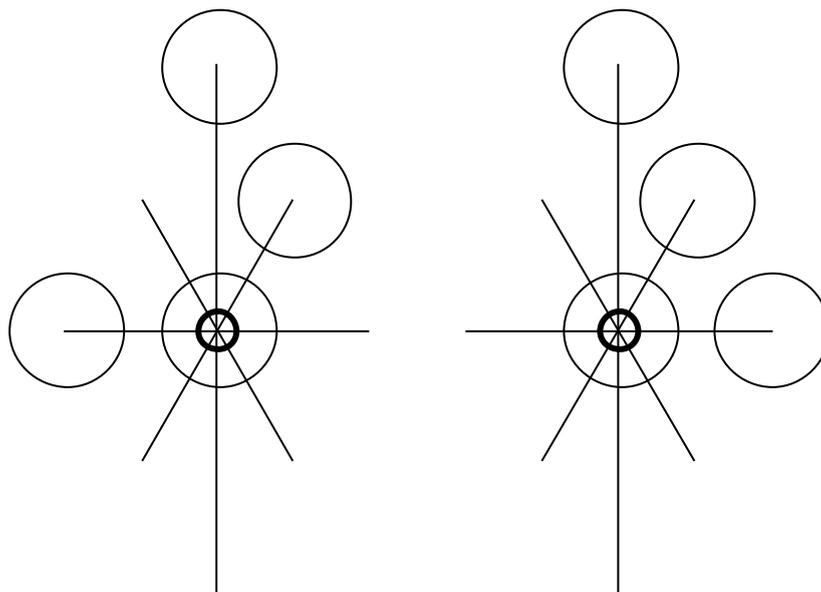


Figure II-12(e) : Un transfert sur quatre niveaux.

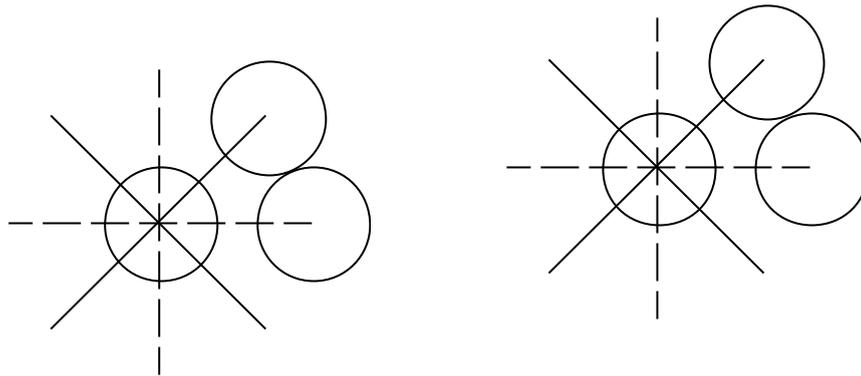


Figure II-12(f) : Deux transferts sur deux niveaux.

### Les orienteurs

La perpendicularité des axes de transferts est nécessaire, comme il a été souligné précédemment. Malheureusement cela n'est pas toujours le cas en pratique à cause des problèmes de fabrication des enceintes. Pour pallier à cet inconvénient, nous avons réalisé des soufflets orienteurs, qui ont pour vocation de corriger les orientations angulaires des cannes les unes par rapport aux autres, et de rétablir la perpendicularité. Un certain ordre doit être respecté pour arriver à aligner correctement toutes les cannes sans conflits. Ceci conduit à définir un ordre d'alignement des cannes dans le sens décroissant des contraintes.

### **II-4-c Le bâti de transfert**

Nous avons vu ci-dessus que les transferts d'échantillon ne peuvent se faire que si les cannes sont perpendiculaires deux à deux. En outre pour chaque transfert, il faut que l'opérateur puisse contrôler les mouvements à travers un hublot dont l'axe est perpendiculaire au plan formé par les deux axes de transferts. Par suite de l'utilisation des trois directions de l'espace pour chaque transfert, il est difficile de faire plus d'un transfert par point d'intersection. Nous avons donc été amenés à créer un bâti de transfert à cinq niveaux horizontaux de transfert (figure II-13).

Chaque niveau dessert un bâti ou un autre système de distribution. L'un des cinq niveaux de transfert est interne : le niveau du carrousel (voir le paragraphe suivant)..

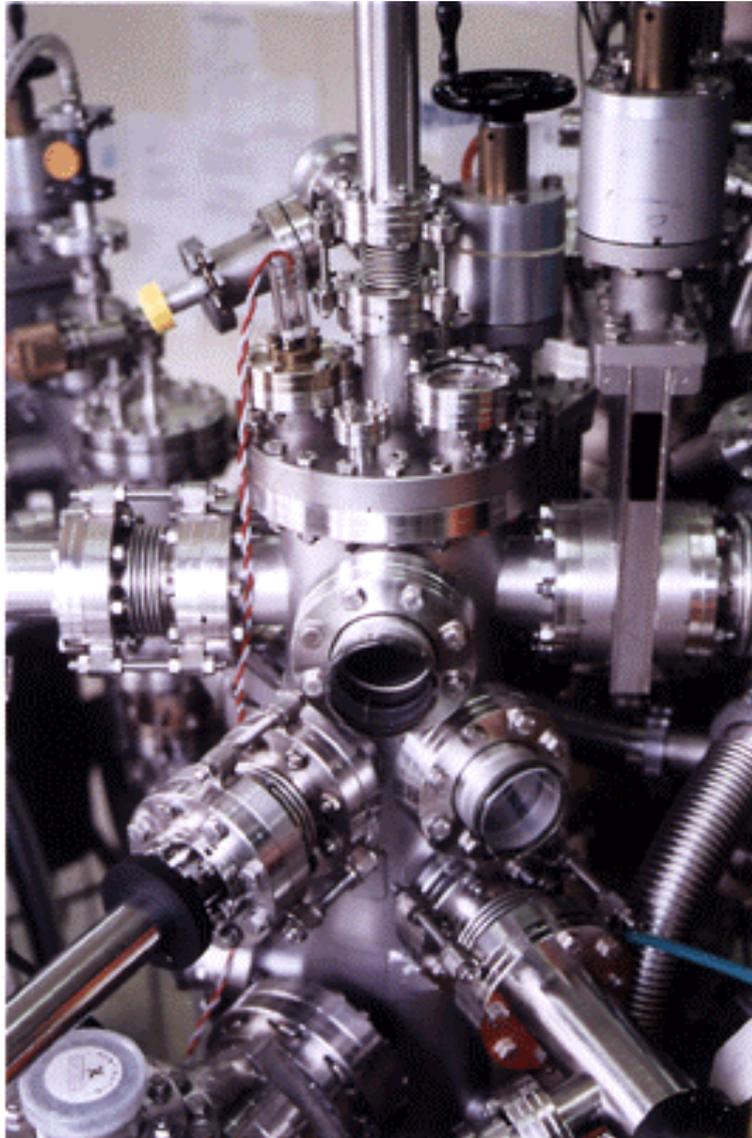


Figure II-13 : Photographie du bâti de transfert.

#### Positionnement du DPE sur le RPE

Un DPE fixé à un RPE a toujours l'une des deux faces visible. Après un transfert, la face initialement visible devient cachée (et donc inaccessible), et vice versa. Ainsi il faut un nombre pair de transferts pour retrouver la même face visible. Nous pouvons donc déterminer la face visible sur un RPE après un nombre  $n$  de transferts en appliquant une loi de parité du type  $(-1)^n$ .

La cohérence du système implique que pour une suite de transferts de type axial-latéral successifs, il suffit de savoir que chaque type de RPE correspond à une face visible du DPE. Lors d'une opération sur un échantillon, il faut bien sûr avoir accès à sa surface. Il est donc important de bien positionner le DPE, et ceci

dès son introduction dans le pré-sas, afin qu'il se trouve dans le bon sens lors du dernier transfert.

Par exemple, si l'on considère la face A comme la face sur laquelle il faut faire un dépôt de pulvérisation, quel est la face visible dans le pré-sas ? Pour transférer un échantillon entre le pré-sas et le bâti de pulvérisation, quatre opérations sont nécessaires. Ainsi, on voit  $(-1)^4 = +1$ , donc la face A doit être visible dans le pré-sas.

Du fait qu'au sein des enceintes de dépôt ou de mesure, les RPE sont axiaux, alors la face visible est toujours la même. Par contre dans le bâti "cryobolo" on veut avoir accès à la face cachée pour la lecture des plots de contacts, et justement cela est possible car le RPE du bloc de mesure dans l'enceinte cryobolo est du type latéral. Tout le système est donc cohérent pour une face du DPE.

#### Le système de retournement

De part la cohérence du système de transfert, nous avons accès à la même face de l'échantillon dans une position quelconque. Cela implique que pour exploiter la deuxième face de l'échantillon, il faut réunir deux conditions : – d'abord, il faut disposer d'un DPE creux, qui rend visible la deuxième face de l'échantillon ; – ensuite, il faut utiliser un système de retournement, qui permet de changer la face visible du DPE avec son échantillon sous vide.

#### Le système de changement de picots

Les deux ensembles de picots libres et porteurs forment des ensembles mutuellement exclusifs, de la même façon que les faces d'un DPE. De la même façon il faut déterminer le bon ensemble de picots porteurs lors de l'introduction du DPE dans l'environnement ultra-vide. Il s'ensuit que pour un DPE déjà introduit dans le système, il existe une correspondance univoque entre la paire de picots libres et un RPE de type donné. Ceci joue un rôle déterminant lors de l'alignement des masques pour des dépôts. Ce système permettrait aussi l'utilisation de la symétrie six du DPE sous vide, qui va avoir des répercussions sur les motifs possibles. Le système de changement de picots n'est pas encore incorporé dans notre système.

### **I-4-d Le transfert des masques**

#### Stockage des masques

Un système de stockage auxiliaire à été ajouté, il est consacré au stockage des masques. Il se trouve dans l'enceinte de pulvérisation, et peut stocker jusqu'à

dix couples {DPE-masque}. Cette proximité permet d'échanger des masques sans sortir de l'enceinte. Il en découle une réduction considérable de la durée d'un dépôt nécessitant plusieurs masques.

### Le carrousel

Le carrousel constitue le système de stockage sous vide des masques et des DPE, munis ou non d'échantillons (figure II-14). Il se trouve dans la partie inférieure du bâti de transfert et est le cinquième niveau de transfert. Il est composé de dix RPE de type axial-droit en couronne. L'ensemble est fixé sur un arbre qui peut se mouvoir en rotation et en translation, grâce à un dispositif à soufflet. La translation permet d'aligner les axes de transferts entre eux, et la rotation met en position le RPE de stockage choisi.

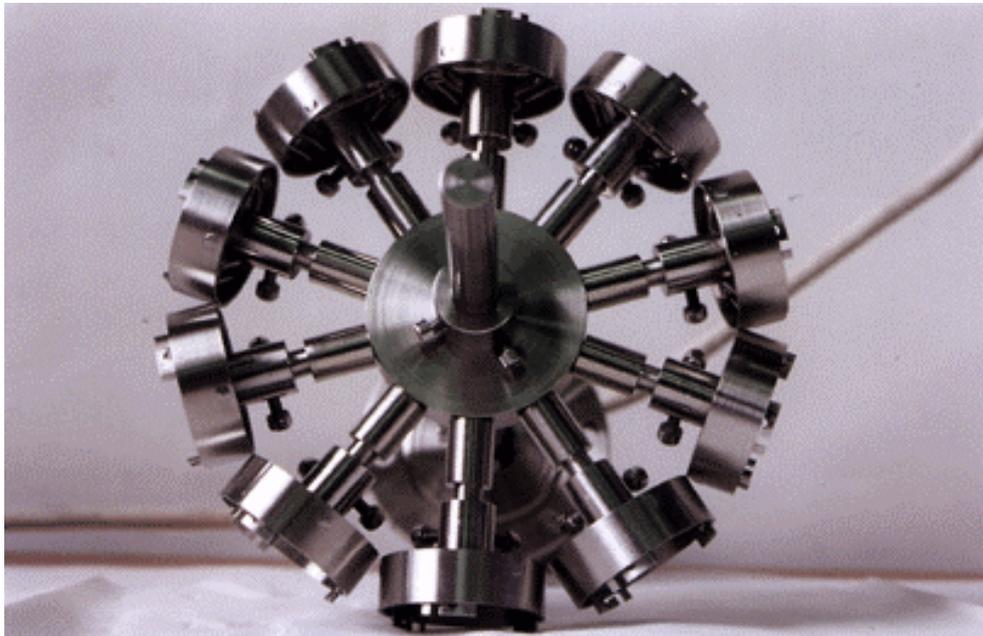


Figure II-14 : Photographie du carrousel.

### Les RPE spéciaux

Les RPE situés dans les bâtis (ou RPE terminaux) ont une double vocation : ils sont à la fois des éléments du système de transfert (et sont donc compatibles avec lui), mais ils doivent fréquemment participer à l'opération à effectuer sur l'échantillon, comme par exemple subir un dépôt, ou un bombardement, être chauffés ou refroidis, etc... Les RPE terminaux sont donc spéciaux, car ils doivent être adaptés à leur fonction, ainsi qu'à la configuration du bâti où ils se trouvent. Nous allons détailler certains d'eux dans les paragraphes suivants.

## **II-4-e Transfert dans le bâti de pulvérisation**

### RPE du bâti de pulvérisation

Le RPE du bâti de pulvérisation est un élément clé du dispositif de dépôt. Le RPE et sa canne de transfert ont été conçus pour remplir différentes missions, en relation avec les dépôts sur les échantillons. On peut citer les différentes fonctions :

- sa vocation de base de transfert d'échantillon et de support pendant le dépôt ;
- le positionnement de l'échantillon suivant le cas : - près du quartz pour les dépôts précis, ou pour déposer des alliages nécessitant le contrôle du dépôt, ou - plus près de la cible pour les dépôts de l'or des contacts (de façon à réduire le temps de dépôt) ;
- le chauffage de l'échantillon par radiation dans toutes les positions, à l'aide d'une lampe située dans le corps du RPE et derrière le DPE ;
- le contact du RPE avec le tube de circulation d'azote, qui permet de le refroidir à la température de l'azote liquide. Ce système n'est actuellement possible que pour la position "retrait total" de la canne, et avec l'échantillon près du quartz ;
- le RPE incorpore la système double-étage, qui permet de superposer le disque porte-échantillon et le disque porte-masque. Nous verrons plus en détail ce système dans le paragraphe consacré au système de masquage ;
- le RPE est totalement isolé de la masse. Cela nous permet de faire un décapage par plasma. Ceci garantit l'état non oxydé des surfaces avant dépôt des premières couches, et leurs bonnes adhérence. Ce RPE sera utilisé notamment pour créer les contacts sur les cristaux de germanium NTD que l'on détaillera dans le chapitre III.

### Description du système porte-échantillon de la pulvérisation

Le système porte échantillon pulvérisation est composé du tube de la canne de transfert magnétique modifié pour isoler la tige centrale de la partie externe à la masse. Des passages électriques permettent l'alimentation du chauffage et/ou la mise sous tension de la tige centrale avec son RPE et par suite le DPE.

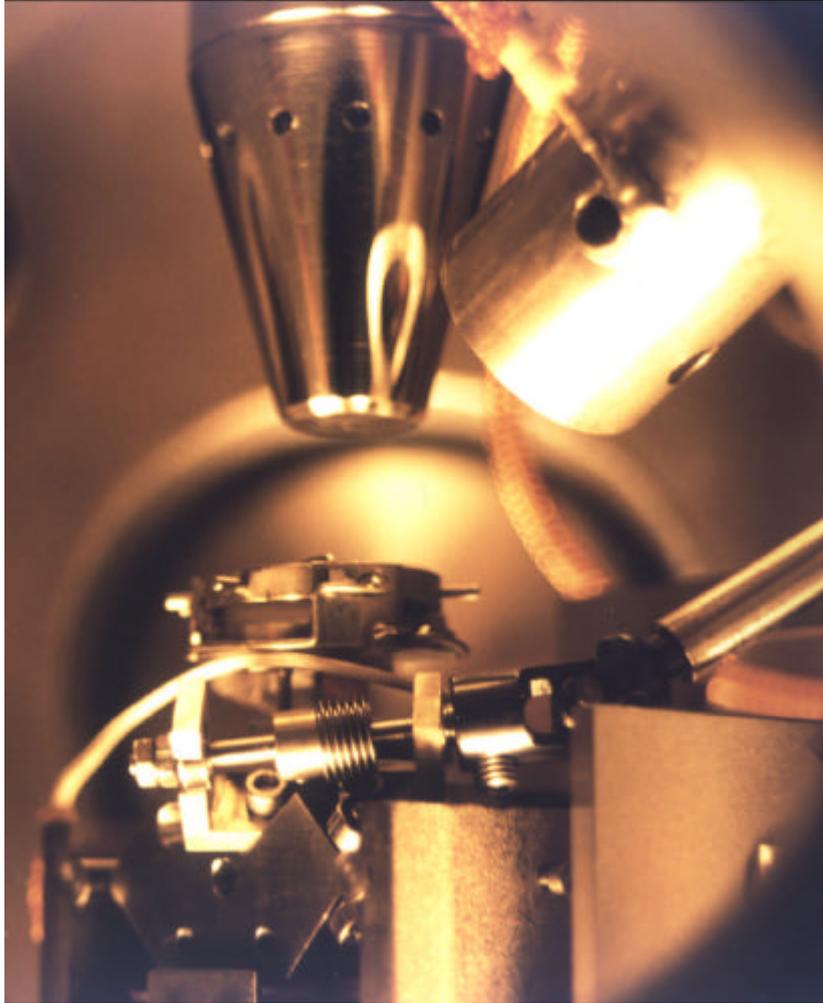


Figure II-15 : Photographie d'un ensemble RPE-DPE sous la tête conique du faisceau d'ions focalisés.

#### **II-4-f Les autres bâtis**

##### RPE du bâti du faisceau d'ions

Il fait partie du système de positionnement de l'échantillon sous le faisceau d'ions (figure II-15). L'ensemble permet les translations suivant trois axes orthogonaux, et une rotation. Les deux axes horizontaux permettent d'élargir le champ de gravure du faisceau d'ions, qui est de 0,3 mm par 0,3 mm, à une surface de 10 mm par 10 mm. La translation verticale aide à la focalisation du faisceau d'ions sur l'échantillon. La rotation est utilisée pour le transfert du DPE, ainsi que pour le positionnement. Le RPE est isolé de la masse et il est connecté à un passage électrique par l'intermédiaire d'un fil électrique blindé, pour recueillir le courant d'ions arrivant sur l'échantillon.

### RPE du système de retournement

Comme il a été remarqué précédemment, nous avons dans certains cas besoin de disposer la seconde face d'un échantillon. Si l'on veut limiter les impuretés sur les échantillons, alors il faut pouvoir retourner l'échantillon sous vide. Le système de retournement a été mis au point pour réaliser cette opération. Il est évident que cette opération n'est utile que conjointement avec un DPE creux. La position du retournement dans le dispositif total reflète son rôle, puisque il est situé entre l'enceinte de pulvérisation, l'enceinte d'analyse et le système de stockage. Le retournement ne modifie pas les axes de symétries ou les picots porteurs. Le RPE du retournement est adapté au transferts de type gauche et droite, tels que définis précédemment.

### RPE du LEED

L'enceinte d'analyse est une enceinte à usage multiple, car elle est destinée à l'analyse LEED et RHEED, ainsi qu'à l'évaporation de couches sur le substrat. Pour avoir accès à ces différentes opérations, l'échantillon doit se positionner différemment, non seulement dans les trois directions xyz, mais il faut orienter son plan différemment pour les trois opérations. Ce RPE doit de plus être capable de transférer les échantillons. Pour le LEED, le système doit positionner l'échantillon à la bonne distance de l'optique du LEED pour la focalisation, et si possible faire une nutation à faible angle.

Le RHEED nécessite un plan libre de l'échantillon pour faire une diffraction d'électrons à incidence rasante. Pour une évaporation à épaisseur constante, qui est le cas habituel, il faut que l'axe de l'évaporateur soit perpendiculaire à la surface de l'échantillon, mais qu'il fasse un angle de 45° par rapport à la verticale de l'enceinte. Pour satisfaire toutes ces contraintes, nous avons mis au point un système qui puisse parcourir tout l'espace utile de manière continue, et orienter le DPE dans la direction voulue. Le système possède six degrés de liberté, qui sont divisés en deux groupes de trois degrés de liberté chacun. Le premier groupe est matérialisé par un ensemble de deux soufflets, qui opèrent suivant le mode coordonnées polaires :  $\Theta$ ,  $\varphi$  et  $r$ . Ce premier groupe permet le positionnement du deuxième ensemble dans l'espace de la cloche. Ce deuxième ensemble regroupe les trois autres degrés de liberté. Ces trois degrés de liberté correspondent aux angles d'Euler, avec quelques restrictions sur les limites possibles avec notre mécanisme.

Le mécanisme qui permet l'orientation de l'échantillon suivant les angles d'Euler est indépendant de la première partie et peut être incorporé dans

l'enceinte de pulvérisation pour faire des dépôts obliques de couches minces. Ces couches peuvent permettre un meilleur accrochage des atomes à la surface du substrat suite à une meilleure adaptation des paramètres de mailles à l'interface ou une croissance suivant une direction cristallographique prédéterminée ou bien de créer des couches avec un gradient d'épaisseur.

#### RPE pour l'implanteur

Ce RPE a été conçu pour être compatible avec le porte-échantillon de l'implanteur du CSNSM. L'échantillon est fixé au DPE de façon définitive. Il peut subir des opérations d'implantation, être transporté, puis être introduit dans notre dispositif. Le transfert du DPE entre les deux machines n'est pas fait sous vide, mais dans de bonnes conditions de propreté. L'implanteur est un tandem à plusieurs sources d'ions. Nous avons utilisé ce système notamment pour la prise des contacts sur les échantillons NTD, qui sera exposé plus en détail ailleurs. Le dispositif d'implantation opère toujours sous vide. L'implantation des ions est faite en profondeur, donc il n'y a pas de problèmes au niveau des interfaces ou de contamination, sauf pour les collisions des ions avec les atomes adsorbés en surface de l'échantillon. Notre système de décapage par plasma permet d'évacuer toutes les impuretés avant le dépôt. Le décapage par plasma est suffisamment bien contrôlé pour ne pas interférer avec l'implantation, qui se situe à une profondeur plus grande.

## II-5 Le système de masques

### **II-5-a Introduction**

#### Contraintes à remplir

Après avoir construit le système de transfert, il nous est apparu nécessaire de disposer d'un système de masquage changeable sous ultra-vide. Le masquage traditionnel par lithographie externe est contraire à notre projet de garder un échantillon en UHV de manière continue entre le dépôt et les mesures expérimentales.

Le système de masquage a pour but de définir des zones de dépôt indépendantes, afin de créer des motifs sur la surface d'un échantillon. Il doit être compatible avec le reste du système de transfert, ainsi qu'avec l'environnement ultra-vide. Pour cette raison nous avons conçu le système de masques à partir d'un DPE standard. La partie centrale du DPE a été modifiée pour intégrer les masques. Les disques porte-échantillons ont eux aussi été modifiés, de façon à être compatibles avec le système de masquage.

#### Constitution des masques

Le système de disque porte-masque comporte deux parties : tout d'abord, une partie externe, qui reste identique aux autres disques du système avec ses picots, et ensuite une partie interne mobile, qui supporte le masque lui-même. La partie mobile du disque porte-masque peut s'adapter à différentes épaisseurs d'échantillon, jusqu'à un maximum de 1,75 mm, du fait du retrait maximum possible de la partie mobile du masque.

Les échantillons doivent impérativement avoir une épaisseur minimale, pour qu'ils soient capables de supporter la pression du masque sur sa surface sans qu'ils se cassent. Ils peuvent être faits de matériaux divers, comme le verre, le saphir, ou le diamant, pourvu qu'ils soient compatibles avec l'environnement ultra-vide. Leur forme et leur taille peuvent être choisies arbitrairement ; cependant elles doivent pouvoir être contenues dans un cercle de diamètre 25 mm.

Ces masques, utilisés conjointement avec des DPE dont la partie centrale a été évidée, appelés "DPE creux", nous permettent de déposer des motifs à travers les masques sur les deux faces des échantillons. On montre sur la figure II-16 un DPE creux ainsi qu'un DPE "masque" en position "sortie".

Pour pouvoir utiliser les deux disques ensemble, "masque" et "creux", il faut utiliser un réceptacle porte-échantillon à double étage. Celui-ci est une adaptation

du RPE standard. Il permet de prendre les deux DPE simultanément, ou bien un seul DPE, en position basse.

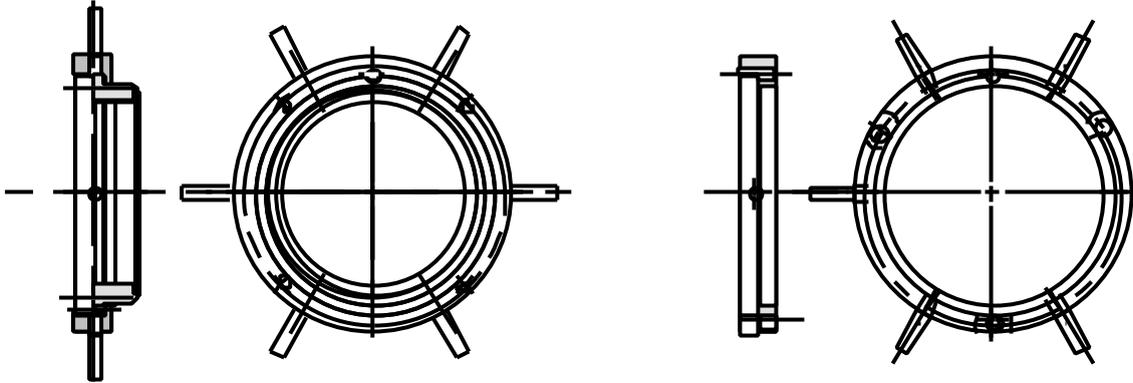


Figure II-16 : Le schéma montre un disque porte-échantillon "creux", adapté au masquage des deux faces des échantillons (à gauche), et un disque porte-masque avec la partie centrale mobile en position d'extension maximum (à droite).

Un RPE double étage se trouve dans le bâti de pulvérisation, pour le masquage. Un autre permettra à l'avenir le masquage des dépôts par évaporation, dans le bâti d'évaporation.

L'idée de superposer les DPE à fonction spéciale peut être étendue à d'autres systèmes. Par cette méthode, nous pouvons ainsi introduire des modules en UHV de façon à effectuer une opération sur les échantillons, puis récupérer ceux-ci en fin d'opération, ou alors, en cas de défaillance, pour les récupérer sans remettre à l'air les enceintes.

L'un des ensembles est prévu pour être utilisé autrement qu'à des fins de masquage. Il permettra d'amener et de placer un écran à basse température (0,3 Kelvin), autour de l'échantillon, en vue de réaliser des mesures dans le cryostat.

La figure II-17 montre l'ensemble des disques "échantillon" et "masque", montés sans RPE double étage autour des DPE.

Sur le schéma, on distingue les deux encoches des deux niveaux de DPE possibles. La dissymétrie des encoches permet de transférer le DPE du niveau haut sans toucher au DPE du niveau bas.

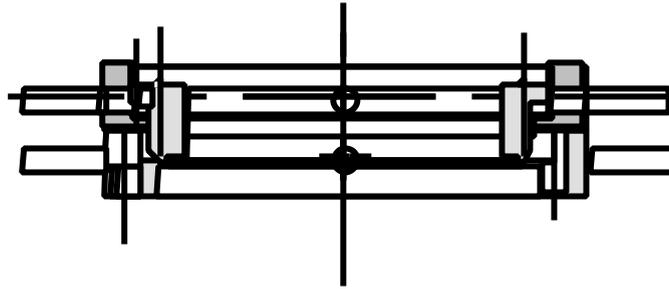


Figure II-17 : Les DPE "creux" et "masque", tels qu'ils sont empilés dans un RPE double étage, avec le RPE double étage.

L'extension de cette méthode à trois niveaux est trop problématique pour différentes raisons. En particulier, le système de ressorts pour le verrouillage en position devient un problème, à cause de la course nécessaire pour les trois niveaux superposés ; d'autre part, la grande longueur du RPE complémentaire nécessiterait alors un tube de passage d'au moins 100 mm de diamètre, ce qui est trop grand pour notre système.

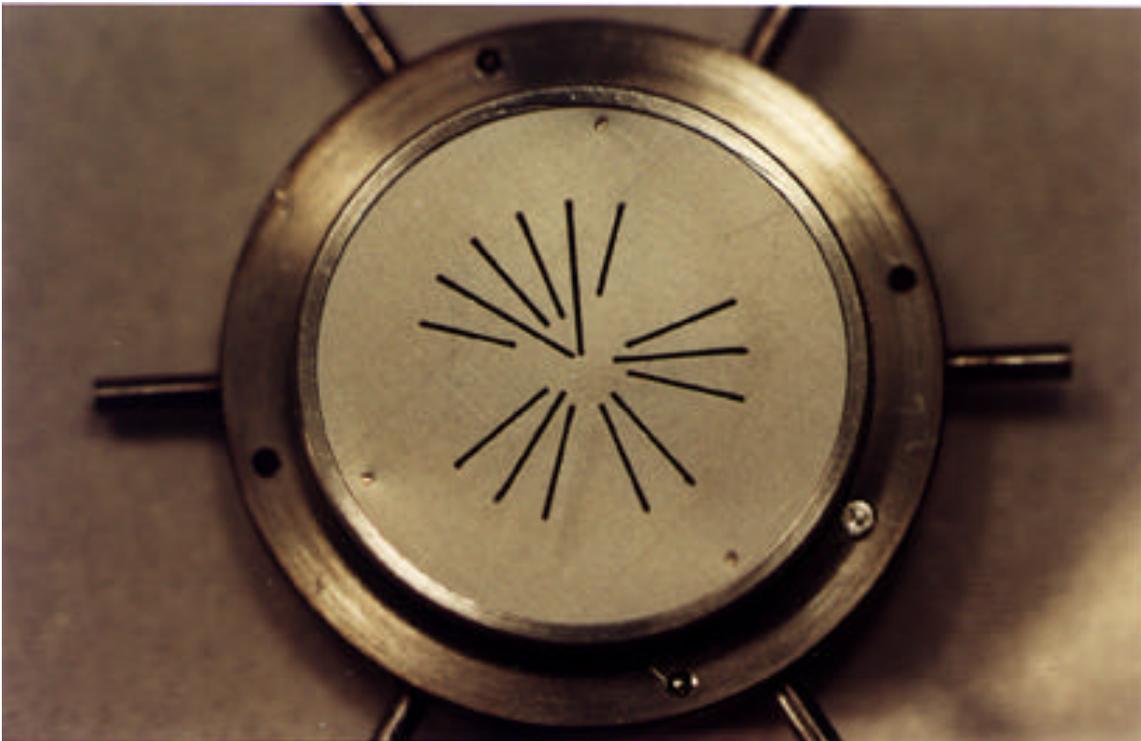


Figure II-18 : Photographie d'un DPE muni d'un masque fabriqué par électroérosion.

## **II-5-b Le processus d'électroérosion**

Le motif des masques est obtenu par électroérosion des tôles des masques. Les tôles ont une épaisseur de 0,1 mm. L'électroérosion consiste en un usinage réalisé par enlèvement de matière, grâce à un arc électrique appliqué entre la tôle et un outil d'électroérosion. Cet outil, qui représente le négatif du motif voulu, est réalisé par usinage mécanique standard. La précision de l'usinage est de l'ordre de quelques  $1/100^e$  mm, mais les plus petites structures fabriquées ne peuvent pas être d'épaisseur inférieure à 0,2 mm pour une hauteur de 1 mm, du fait de leur fragilité. La figure II-18 montre un exemple de masque fabriqué par électroérosion. Il permet de déposer des liens thermiques en niobium sur un substrat, comme expliqué plus loin dans la section III-3-b consacrée aux masques de la matrice de détecteurs thermiques. La largeur des motifs est de 0,1 mm.

D'autres outils ont également été réalisés pour permettre d'aligner les outils d'électroérosion et les masques, tant latéralement qu'angulairement. La précision du positionnement relatif est de l'ordre de 0,01 mm, soit dix fois mieux que la plus petite structure possible par électroérosion. Cette précision permet de reprendre l'électroérosion d'un masque plusieurs fois avec différents outils d'électroérosion, quand un motif s'avère impossible à réaliser en une seule fois, ou bien pour apporter des corrections au motif.

## **II-5-c Symétrie des masques**

Le système de transfert à baïonnette possède des symétries qui sont utiles dans certains cas de dépôts multiples.

Un DPE "masque", de même qu'un DPE "standard", peut en effet prendre trois positions différentes par rapport à un DPE "échantillon" en place, qui lui même peut prendre trois positions par rapport au RPE. Les positions sont déterminées par les trois picots libres équivalents du système de transfert.

Pour déterminer les positions relatives des DPE superposés, nous utilisons un ergot de positionnement angulaire, de façon à identifier visuellement l'orientation angulaire du DPE.

L'ergot de positionnement se trouve sur un axe bien précis. Dès la fabrication des masques par électroérosion, un axe de picots est choisi comme axe privilégié. Ce choix est généralement motivé par la symétrie du motif du masque, et doit permettre de simplifier l'opération d'alignement des masques différents, dans le cas de dépôts successifs. Il est impératif que l'axe choisi soit

confondu avec l'un des axes des picots du DPE. C'est la condition nécessaire pour pouvoir superposer des motifs sur les deux faces d'un même échantillon.

#### Positionnement relatif des DPE

Le centrage du DPE dans le RPE par ses picots à  $120^\circ$  est défini à mieux que 0,2 mm. Cette tolérance est suffisante pour le transfert, mais elle ne l'est pas pour les dépôts par masquage.

Une autre méthode a été appliquée aux DPE pour positionner des DPE superposés à mieux que 0,02 mm. Cette incertitude est du même ordre de grandeur que les incertitudes sur les différents usinages, et est cinq fois plus faible que la plus petite structure déposée par le système de masques.

Dans le cas du faisceau d'ions, une table multidirectionnelle positionne précisément l'échantillon, mais elle est indépendante du RPE.

#### Symétrie découlant de la fabrication des masques

Selon la forme des DPE "masques" et du motif à créer, l'opération d'électroérosion est appliquée sur l'une ou l'autre des faces du masque. Un certain soin est nécessaire pour permettre d'aligner correctement les masques par rapport à l'outil d'électroérosion, qui correspond à un négatif du motif voulu.

Le motif créé par électroérosion peut être de forme quelconque, à l'intérieur du diamètre maximal de 23 mm du masque, en tenant compte toutefois des problèmes de fabrication de l'outil d'électroérosion.

Le cas du dépôt à travers plusieurs masques peut faire apparaître un certain nombre de contraintes, qui doivent être résolues dès l'opération d'électroérosion. Parmi celles-ci, citons la nécessité de désigner un axe privilégié pour le motif considéré, et donc également pour l'outil d'électroérosion, en sorte de pouvoir aligner les dépôts.

Il est nécessaire que le motif possède un axe de symétrie 2 pour pouvoir superposer le motif sur les deux faces d'un échantillon, car le RPE est lui de symétrie ternaire. Le groupe de symétrie maximal permis par la morphologie du DPE est de trois axes de symétrie 2 à  $120^\circ$ , ou de six axes de symétrie 2 en changeant la paire des picots porteurs. Dans le cas général, le groupe de symétrie du motif est d'ordre plus bas, et il faut donc apporter plus d'attention pour aligner correctement les dépôts.

Le système DPE-RPE utilise un système de baïonnette à six picots, dont trois porteurs. Le choix de la paire de picots porteurs est arbitraire mais déterminant, car les systèmes porte-échantillons et masques doivent être cohérents entre eux, ainsi qu'avec les outils d'électroérosion.



# **Chapitre III : Résultats expérimentaux**



## **Chapitre III : Résultats expérimentaux**

### **III-1 Mise au point du matériau thermométrique**

#### **III-1-a Objectifs**

Pour étudier les propriétés thermiques et électriques du film mince thermométrique AuGe, nous avons fabriqué un certain nombre d'échantillons. Ils se divisent en deux séries qui seront décrites ci-dessous.

La première série a permis de vérifier et de contrôler les paramètres du dépôt. Les buts recherchés consistaient notamment à :

- déterminer la variation de la résistance électrique des échantillons en fonction de la température, et vérifier si cette variation est conforme au régime de conduction prédit par la théorie de la conduction par sauts à portées variables [1], due à Mott [2,3];

- déterminer la variation de la résistance des échantillons en fonction de la composition chimique de l'alliage, à température fixée, et comparer les résultats à ceux obtenus par Dodson et al. [4], et par Wang et al. [5];

- trouver la composition chimique de l'alliage qui correspond au point de la transition métal-isolant ;

- déterminer la précision sur la composition chimique que l'on peut atteindre avec le processus de dépôt ;

- vérifier l'adhérence des films sur le substrat, après des cyclages thermiques, comme refroidir de la température ambiante aux températures cryogéniques, puis revenir à la température ambiante.

La deuxième série d'échantillons a été fabriquée pour satisfaire des objectifs complémentaires, concernant cette fois les propriétés de transport électrique des films. Il nous intéressait notamment de connaître les performances du matériau thermométrique, comme par exemple la sensibilité en température, le bruit de mesure, ou la puissance de polarisation. Pour mener à bien cette étude, il a fallu préparer les films en vue de mesures électriques à très basse température (au dessous de 1 kelvin), ce qui a nécessité de réaliser des échantillons dans une géométrie différente.

### III-1-b Étude de la résistivité

#### Caractéristiques géométriques des échantillons de la première série

Les échantillons de la première série sont numérotés de 2 à 39. Chaque échantillon est constitué d'un substrat en verre de dimensions  $13 \times 26 \times 1 \text{ mm}^3$ . Sur la surface du substrat on dispose deux thermomètres, A et B, identiques et juxtaposés (voir le schéma de la figure III-1). Chaque thermomètre est constitué, d'une part, de deux bandes en or pour les plots de contacts, et d'autre part, du film thermométrique. Celui-ci recouvre en partie chacune des deux bandes. Les plots de contacts étant parallèles, on peut considérer que les champs électriques dans le film thermométrique sont parallèles, si bien qu'il n'y a pas d'effet de bord.

Les dimensions des films d'or sont de  $13 \times 3,5 \text{ mm}^2$ , pour une épaisseur de 100 nm, et celles du film thermométrique,  $13 \times 8 \text{ mm}^2$  pour une épaisseur de 15 nm.

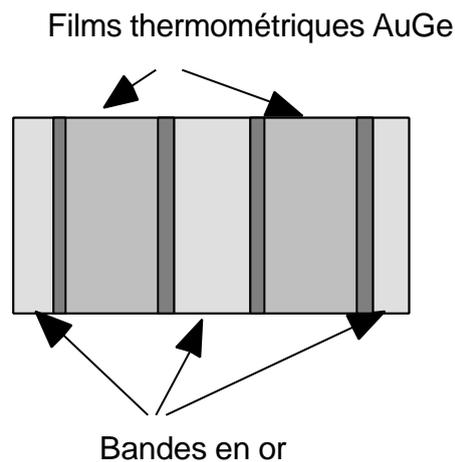


Figure III-1 : Schéma des échantillons de la première série.

Les films sont déposés en deux temps. Ils sont définis géométriquement grâce à des masques — en feuille d'acier inoxydable—, fixés par dessus la surface du substrat. On dépose le film d'or en premier, car il est plus épais et donc moins fragile que le film d'or-germanium. Un processus de dépôt se décompose en une série d'opérations :

- mise en place de plusieurs substrats ainsi que de leurs masques, sur la platine de dépôt ;
- dépôt des bandes d'or ;

- mise en place de l'un des substrats, recouvert de ses bandes d'or, avec le masque qui définit la géométrie du film thermométrique ;
- dépôt du film thermométrique à la composition chimique choisie.

Le dépôt se fait sur un seul échantillon à la fois, cela pour une composition chimique ajustable à volonté. Les deux dernières opérations sont répétées pour chaque échantillon, éventuellement pour des compositions chimiques différentes. On s'attache à garder constants pour tous les dépôts les autres paramètres du dépôt, comme l'environnement du plasma, les courants cible, la température ou l'état de surface.

### Évolution de la résistance avec la température

La caractéristique principale d'un thermomètre est de présenter une propriété variant avec la température : dans notre cas, il s'agit de la résistance électrique. Nous avons ainsi conduit toute une série de mesures de la résistance en fonction de la température, pour les différents échantillons que nous avons fabriqués. Les mesures ont été effectuées en deux temps. Une première série de mesures a été réalisée pour deux ou trois points de température seulement : à la température ambiante (300 K environ), à la température de l'azote liquide (77 K), et pour certains échantillons, à la température de l'hélium liquide (4,2 K). Cette mesure facile permet de contrôler rapidement la qualité des dépôts (en déterminant des rapports résistifs), de s'apercevoir d'un problème éventuel, et de sélectionner les échantillons.

Le deuxième type de mesures consiste à réaliser des mesures de résistivité à une série de températures fixées, entre 20 K et la température ambiante. Pour cela nous avons utilisé un cryostat à circulation d'hélium d'Oxford Instruments. Il est d'une utilisation facile, et il permet de changer les échantillons rapidement.

Les courbes de la figure III-2 montrent la variation de la résistance en fonction de la température de films d'AuGe, pour des compositions chimiques variant entre 15 et 20% d'or, avec un incrément de 1%. Noter l'échelle semi-logarithmique de la figure : à la plus basse température de la mesure l'impédance des films varie de plus de 300%, entre les compositions chimiques extrêmes de 15 et 20% d'or. En fait, on distingue nettement les écarts entre deux compositions chimiques différent seulement d'un pour-cent. On voit aisément que les performances de notre méthode de dépôt contrôlé par ordinateur nous permettent de définir encore plus précisément la composition chimique de nos films.

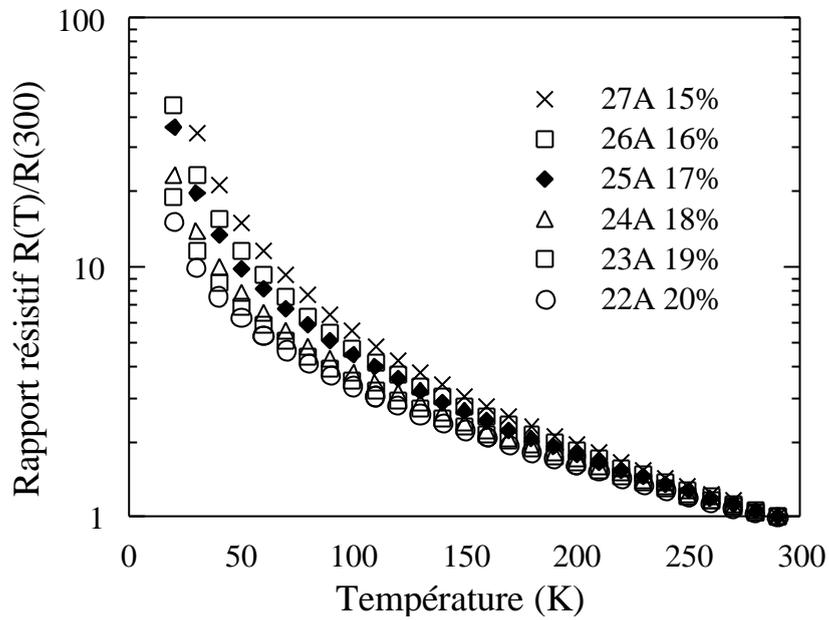


Figure III-2 : Rapport  $R(T)/R(300)$  vs.  $T$ , pour six échantillons d'AuGe, avec des compositions chimiques entre 15 et 20% d'or.

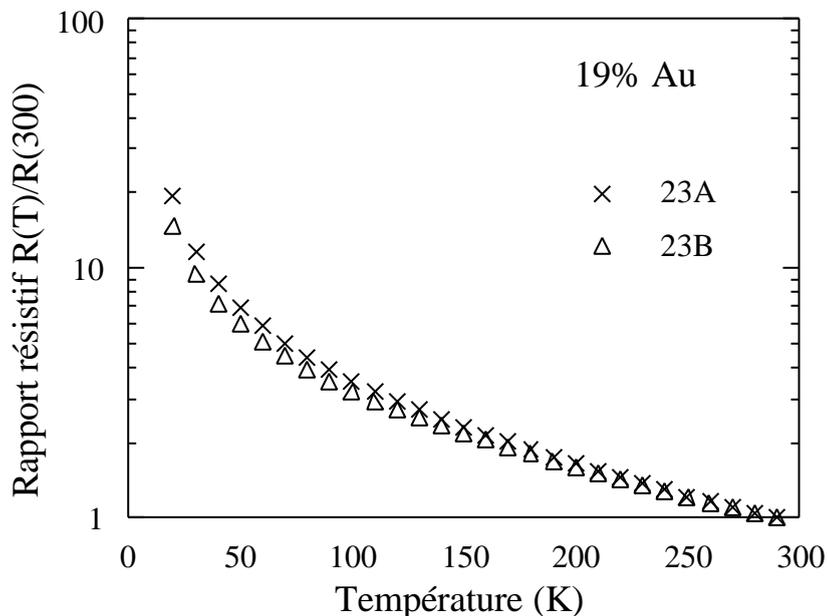


Figure III-3 : Courbes  $R(T)/R(300)$  des parties A et B de l'échantillon N°23, pour une concentration nominale de 19% d'or.

La figure III-3 montre l'effet de la disposition spatiale des cibles d'or et de germanium. Celles-ci sont en effet séparées de 3 cm environ, si bien que les

parties A et B du substrat se trouvent à des distances différentes par rapport aux cibles d'Au et de Ge. Il en résulte un écart dans les proportions relatives de matériaux parvenant sur chaque bord du substrat, et donc un gradient continu de la composition chimique le long du substrat. La figure III-3 montre le résultat pour une concentration nominale de 19% : à 20 K, les rapports résistifs diffèrent de plus de 30%.

Dans la partie consacrée au dépôt (voir le Chap. II, section II-3-a), nous avons présenté le détail des positions relatives des éléments.

### **III-1-c Influence de la température du substrat**

#### Caractéristiques géométriques de la deuxième série d'échantillons

Nous avons été amenés à fabriquer une deuxième série d'échantillons. Comme nous l'avons indiqué précédemment, il s'agissait de réaliser des mesures de nature électrique dans un cryostat capable d'atteindre des températures nettement plus basses (jusqu'à 300 mK). Pour cela il a fallu redéfinir la géométrie de nos échantillons, pour qu'ils soient compatibles avec les dimensions du second cryostat. Travailler à des températures de mesure plus basses impliquait également de réduire la résistance électrique des films thermométriques, pour la ramener à une valeur facilement mesurable. Pour cela, il suffisait de jouer sur le facteur géométrique des films, en réduisant l'espacement entre les bandes d'or. Insistons sur le fait que nous ne désirions pas recourir à l'alternative d'augmenter l'épaisseur du film thermométrique, car l'une des contraintes à satisfaire lors de la fabrication de films thermométriques en vue d'applications bolométriques, est qu'il faut maintenir la capacité calorifique de l'ensemble au minimum, ce qui signifie qu'il faut garder les films les plus minces possibles.

Nous avons ainsi fabriqué des échantillons de test qui répondent à ces critères. Chaque échantillon consiste en un substrat en saphir de  $6 \times 3 \text{ mm}^2$  et de 0,3 mm d'épaisseur. Sur ce substrat nous avons déposé des bandes parallèles en or pour les plots de contacts. Le film thermométrique chevauche les deux bandes d'or de la même façon que pour la première série. Les dimensions des plots de contacts sont  $1 \times 6 \text{ mm}^2$ , sur 100 nm d'épaisseur. Cette épaisseur permet de prendre des contacts facilement, par exemple par thermo-compression de fils d'or ou par soudure de fils électriques standards. L'épaisseur des plots de contacts devra être réduite à l'avenir, lorsqu'il faudra minimiser la capacité calorifique totale. Les dimensions du film thermométrique sont  $3 \times 4 \text{ mm}^2$  par 15

nm d'épaisseur. Le volume actif du film thermométrique est d'environ  $1 \times 4 \text{ mm}^2 \times 15 \text{ nm} = 6.10^{-5} \text{ mm}^3$ .

Sous chaque film nous avons préalablement déposé une sous-couche de titane (0,1 nm), pour améliorer l'adhérence des films sur la surface du saphir. La figure III-4 montre la disposition des films.

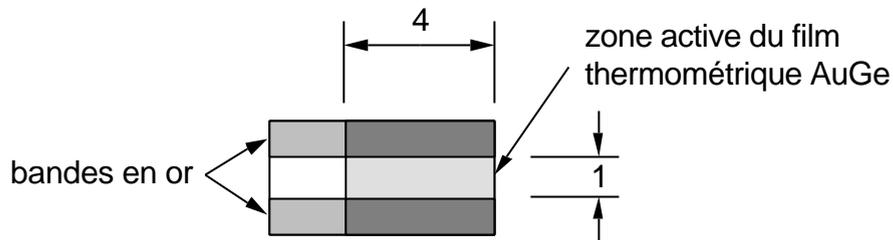


Figure III-4 : Schéma des échantillons de la deuxième série.

Des masques placés sur la surface des substrats en saphir déterminent la forme géométrique et les dimensions latérales des films d'Au et d'AuGe. La géométrie générale reste identique à la première série mais les dimensions ont été réduites. On remarquera sur la figure le grand recouvrement entre les plots de contacts et le film thermométrique. Cette grande surface commune permet d'améliorer le lien électrique entre les films.

#### Mise en évidence de l'action de la température sur les dépôts

La platine de dépôt des films thermométriques permet de chauffer la plaque porte-substrat pendant le dépôt du film. Le chauffage consiste simplement en une résistance de haute puissance dont le revêtement externe la rend compatible avec la gamme de vide présente dans l'enceinte. Le chauffage a été calibré en mesurant l'élévation de température produite par effet Joule, pour une série de puissances injectées. La température n'est pas régulée, mais on ne commence le dépôt qu'après stabilisation de la température. Nous avons choisi de chauffer le substrat à  $100^\circ\text{C}$  (373 K). Nous estimons à  $\pm 5^\circ$  les variations de la température au cours d'un dépôt. Une partie des variations provient de l'échauffement dû au plasma.

Nous avons ainsi étudié l'influence de cette température de substrat sur les caractéristiques des films thermométriques. Cette étude porte sur les échantillons N<sup>os</sup> 95 à 125. L'ensemble se décompose en deux groupes : – d'une part, les échantillons N<sup>os</sup> 103, 105, 107 et 109, pour lesquels les films d'AuGe ont été déposés à température ambiante (c'est-à-dire entre 290 et 295 K), – et d'autre part les autres échantillons, pour lesquels le dépôt a été effectué en chauffant le substrat à la température de  $100^\circ\text{C}$ .

On remarque tout d'abord que l'aspect des films obtenus est différent selon les cas : alors que tous les échantillons déposés à la température ambiante sont brillants et de couleur foncée, la totalité des échantillons déposés à 100°C sont d'aspect mat. Nous pensons que la température plus élevée dans le second cas favorise la ségrégation des atomes d'or à l'intérieur des films d'AuGe, ce qui entraînerait une plus grande granularité des films en surface, d'où la différence de réflectivité de la lumière.

Pour déterminer les qualités thermométriques des films, nous avons mesuré leur résistance électrique à la température ambiante (290-295 K) et à la température de l'azote liquide (77 K). Pour chaque échantillon, nous calculons le rapport des résistances  $R(77)/R(\text{amb})$ , ce qui permet de s'affranchir des variations de dimensions d'un film à l'autre, et ainsi de pouvoir comparer les échantillons entre eux.

Le tableau III-1 présente les caractéristiques des échantillons. Ceux-ci sont classés dans l'ordre des pourcentages d'or croissants, d'abord pour les quatre films déposés à la température ambiante, puis pour ceux déposés à 100°C.

La figure III-5 compare l'évolution du pourcentage d'or à celle du rapport résistif  $R(77)/R(\text{amb})$ , en fonction du rang de l'échantillon dans le tableau, pour le groupe de films déposés à la température ambiante. La figure III-6 montre la même comparaison pour les films déposés à 100°C.

#### Ségrégation de l'or dans les films d'AuGe

Ces courbes montrent que le changement de température du substrat n'a pas fait que modifier l'état de surface des films, mais qu'il a également modifié en profondeur les caractéristiques du matériau déposé. On constate en effet que si dans les deux cas la courbe des pourcentages d'or est *monotone* (puisque les points du tableau ont été classés précisément dans l'ordre croissant), il n'en est pas de même des courbes de rapport résistif. En effet, le rapport résistif pour la température ambiante varie de façon monotone décroissante (figure III-5), alors que le comportement du rapport résistif semble totalement décorrélié de la composition chimique, lorsque le substrat est porté à 100°C (figure III-6).

Rang	N° éch.	% Au	R(amb) [W]	R(77) [W]	R(77)/R(amb)	T substrat
1	103	15	23950	276000	11,5	ambiante
2	105	19	9500	65300	6,9	ambiante
3	107	20	3970	17880	4,5	ambiante
4	109	22	255	305	1,2	ambiante
1	100	13	2807	10300	3,67	100°C
2	104	15	10000	110000	11	100°C
3	117	15,5	2129	9560	4,49	100°C
4	121	16	3700	23900	6,46	100°C
5	118	16,5	7380	71400	9,67	100°C
6	119	16,5	8040	82700	10,3	100°C
7	111	16,5	11500	145000	12,6	100°C
8	125	16,5	15500	220000	14,2	100°C
9	95	17	13000	217000	18	100°C
10	122	17,5	161	182	1,13	100°C
11	124	17,5	2860	13800	4,8	100°C
12	123	17,5	12000	110000	9,17	100°C
13	98	18	1950	4030	2,06	100°C
14	115	18,5	1170	2567	2,19	100°C
15	112	18,5	10200	132000	13,2	100°C
16	120	19	785	1035	1,32	100°C
17	106	19	4600	45000	9,8	100°C
18	116	20	168	209	1,24	100°C
19	108	20	6930	77000	11	100°C
20	96	21	189	222	1,17	100°C
21	110	22	9890	124800	12,6	100°C

Tableau III-1 : Mesures de résistivité à température ambiante et à 77 K, pour les échantillons N<sup>os</sup> 95 à 125.

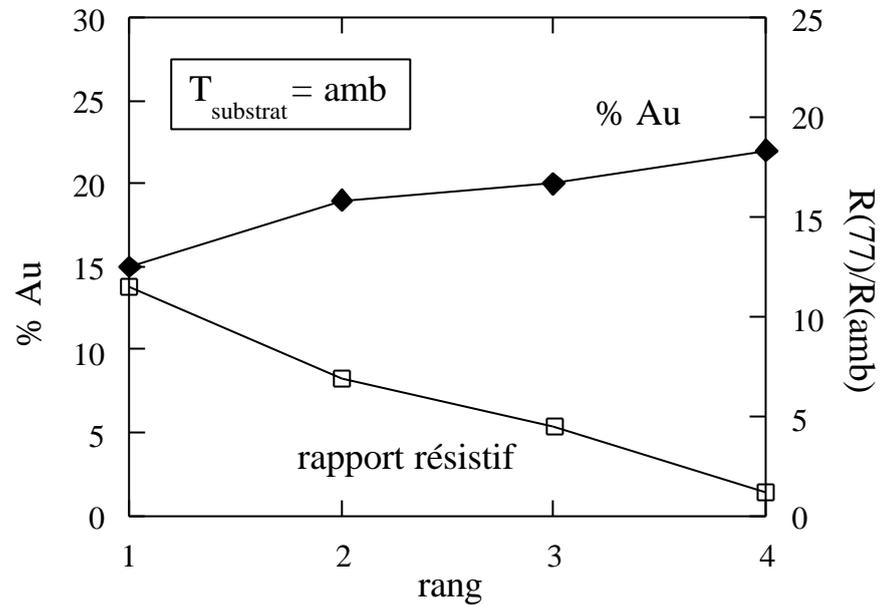


Figure III-5 : Pourcentage d'Au (losanges) et rapport résistif  $R(77)/R(amb)$  (carrés), tracés en fonction du rang de l'échantillon, pour des films déposés sur un substrat à température ambiante.

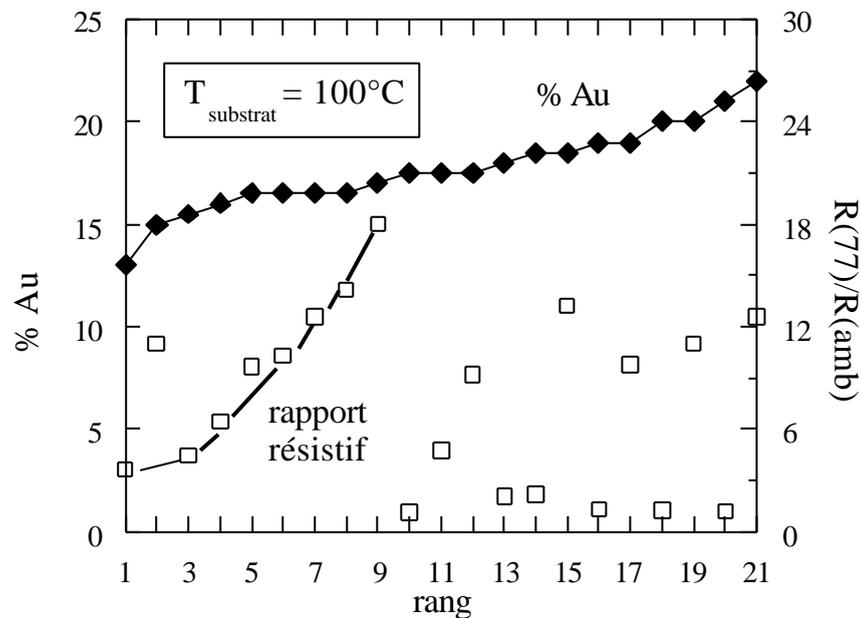


Figure III-6 : Pourcentage d'Au (losanges) et rapport résistif (carrés) tracés en fonction du rang de l'échantillon, pour des films déposés sur un substrat à 100°C. (la ligne du bas sert à guider l'œil).

Les figures III-7 et III-8 montrent d'une autre manière le même comportement, dans des diagrammes  $R(77)/R(\text{amb})$  fonctions du pourcentage d'or.

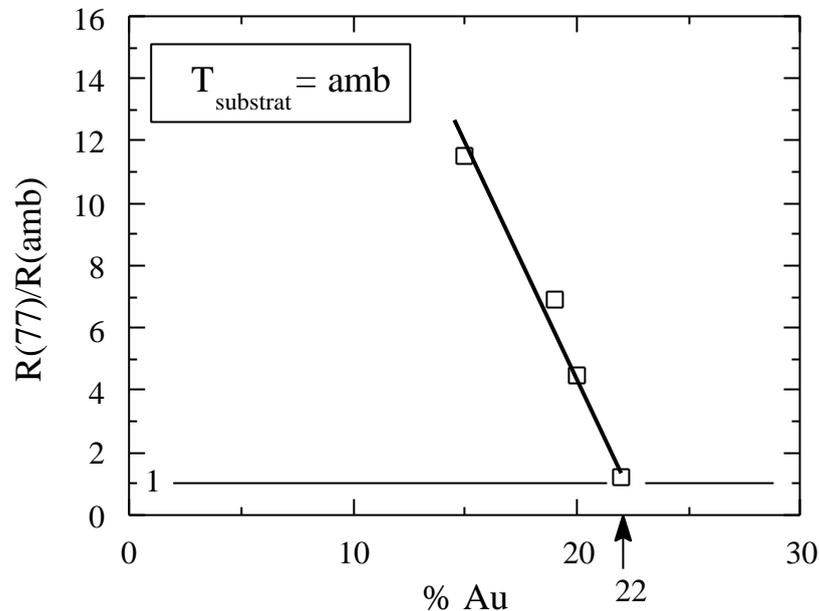


Figure III-7 : Le rapport résistif  $R(77)/R(\text{amb})$  décroît continûment lorsque le pourcentage d'or augmente, pour un dépôt réalisé sur un substrat à température ambiante.

La corrélation entre la composition chimique et le rapport résistif dans le cas des dépôts à la température ambiante (figures III-5 et III-7) est conforme aux résultats obtenus par Dodson et al [4]. On explique simplement le sens de la variation par le fait que lorsqu'on augmente le pourcentage d'or et que l'on fait passer le système à travers la transition métal-isolant, l'alliage AuGe devient de plus en plus métallique, si bien que le rapport résistif diminue.

Pour les échantillons chauffés à  $100^{\circ}\text{C}$  pendant le dépôt, on observe une bonne corrélation entre rapport résistif et composition chimique, pour des compositions inférieures à 17% d'Or (figure III-8). Au-delà de ce seuil, les rapports résistifs semblent complètement décorrélés des concentrations en or. Comme il a été dit précédemment à propos de la métallurgie de l'alliage AuGe (section I-3-c), on sait que les phases ayant des concentrations entre 14 et 21% d'or sont métastables, et que la métastabilité est d'autant plus grande que la température est élevée.

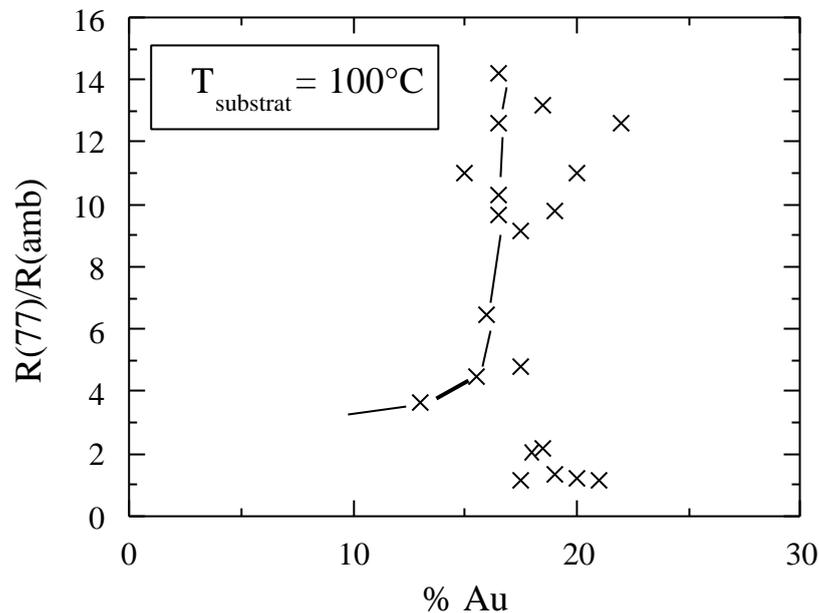


Figure III-8 : Dans le cas où l'on élève la température du substrat à 100°C pendant le dépôt, le rapport résistif ne varie pas de façon prédictive en fonction du pourcentage d'or nominal. La ligne à gauche de la transition sert à guider l'œil.

Nous interprétons donc les comportements observés par le fait qu'au cours du dépôt, les atomes d'or ont pu se redistribuer en amas à l'intérieur du film, par activation thermique : le chauffage favorise la mobilité des atomes d'or, et leur coalescence. Ce comportement surprenant s'explique par la présence d'une transition vers 17% et 100°C [29]. À gauche de la courbe III-8, pour  $x < 17\%$ , le rapport résistif varie lentement avec la composition, avec une pente croissante, et à droite de cette transition, il varie extrêmement rapidement. Les fluctuations que nous observons traduisent alors simplement la mauvaise qualité de la régulation de température du substrat.

#### Prédire le rapport résistif

Les figures III-9 et III-10 montrent toutefois qu'il existe une relation entre la résistance du film et son rapport résistif, indépendamment des conditions de chauffage. Les courbes ont été obtenues en traçant le rapport résistif  $R(77)/R(\text{amb})$  en fonction de la résistance du film à 77 K (figure III-9), ou à la température ambiante (figure III-10). Les films déposés sur un substrat à la

température ambiante sont représentés par les ronds pleins, les films obtenus en chauffant le substrat à 100°C, par les croix.

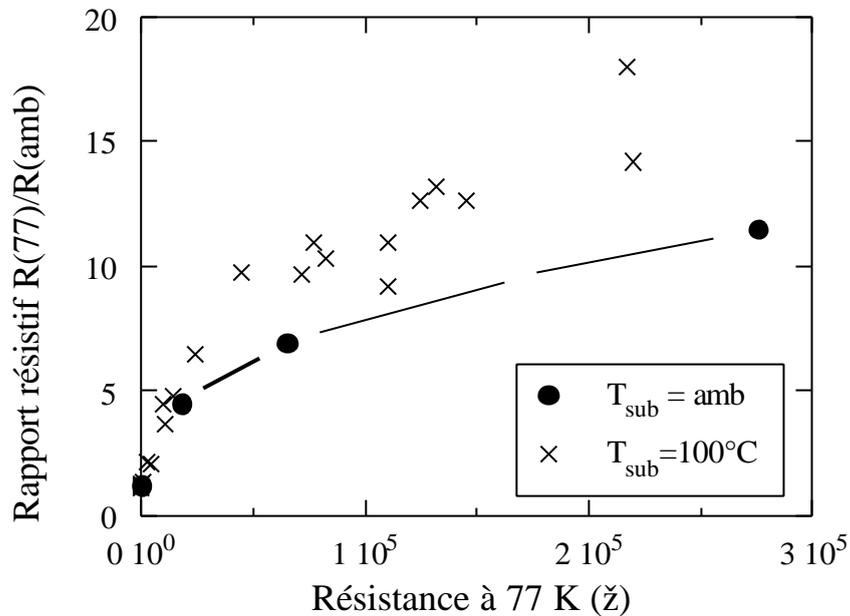


Figure III-9 : Rapport résistif en fonction de la résistance du film à 77 K. Ronds pleins : films déposés à l'ambiante; croix : films déposés à 100°C.

On trouve que le rapport résistif suit grossièrement une variation régulière en fonction de l'impédance du film, mesurée à un point de température fixé (par exemple, 77 K ou 290 K, figures III-9 et III-10). C'est d'autant plus vrai si l'on considère les films déposés à l'ambiante (points sur les figures III-9 et III-10, les traits ne servant qu'à guider l'œil). La valeur de la résistance du film à la température ambiante, pour une dimension de film fixée, constitue donc une bonne indication pour évaluer son rapport résistif.

Comme nous l'avons souligné, les fluctuations importantes du rapport résistif que nous observons pour les dépôts à 100°C (figures III-9 et III-10) peuvent être dues à un mauvais contrôle de la température pendant le dépôt. La mise en place d'une régulation de température dans une version ultérieure de notre dispositif devrait améliorer les résultats.

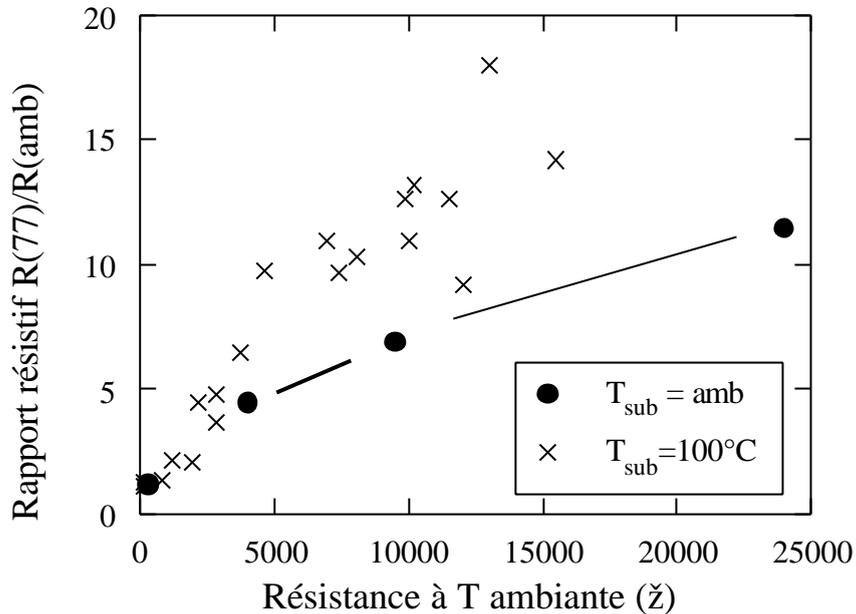


Figure III-10 : Rapports résistifs en fonction de la résistance du film à  $T_{amb}$ . Ronds pleins : films déposés à l'ambiante; croix : films déposés à  $100^{\circ}\text{C}$ .

Pour confirmer cette hypothèse, il faut remarquer qu'il est possible de réduire la résistance des films en chauffant le substrat à  $100^{\circ}\text{C}$  non plus *pendant* le dépôt, mais *après*. Comme on l'a vu sur les figures III-9 et III-10, nous avons la faculté d'utiliser la résistance du film comme moyen de contrôle, si bien que nous sommes capables de la sorte de modifier le rapport résistif du film à volonté : il suffit de recuire les films à haute température pendant un temps ajustable. Notons que la modification apportée aux films est alors irréversible.

En outre, on peut extraire de la courbe de dépôt à l'ambiante la composition chimique qui conduit à un rapport résistif égal à l'unité, qui correspond à un matériau dont la résistivité électrique ne varie pas avec la température. C'est le point de transition. Par extrapolation de la courbe de la figure III-7, on trouve que cette composition critique se situe aux alentours de 22% d'or.

Enfin, un point important concernant cette série d'échantillons est que les dimensions de la partie active du film thermométrique sont plus petites que pour les échantillons de la première série. La nouvelle série est donc moins affecté par l'existence d'un gradient de composition selon la position des substrats par rapport aux cibles. On peut donc accorder une plus grande confiance à ces résultats.

### III-1-d Performances des films à basse température : étude de la puissance de polarisation volumique

Après avoir déterminé dans quelle mesure on peut ajuster la composition chimique du matériau thermométrique, il est souhaitable de caractériser plus en détail les performances des films, non seulement aux plus basses températures, mais aussi lorsque l'on considère des paramètres comme la puissance de polarisation, la sensibilité en température, ainsi que le seuil de détection.

Pour mener cette étude, nous avons sélectionné les échantillons N<sup>os</sup> 113 et 114, parmi les échantillons de la deuxième série. Leurs résistances et leurs rapports résistifs prennent à basse température des valeurs se situant dans la gamme voulue : quelques k $\Omega$  à 77 K. Le tableau III-2 présente leurs caractéristiques:

Échantillon	% Au	Résistance à T <sub>amb</sub> [ $\Omega$ ]	Résistance à T=77K [ $\Omega$ ]	Rapport résistif
113	17	1242	3130	2,5
114	17,5	773	1751	2,26

Tableau III-2 : Résistances des échantillons N<sup>os</sup> 113 et 114.

Nous avons mené des mesures électriques sur ces films à basse température — entre 260 mK et 1 K—, en collaboration avec J.-P. Torre, du Service d'Aéronomie de Verrières. Comme nous allons le voir, ces mesures ont permis de définir les performances thermométriques de l'alliage AuGe sous forme de film mince [6].

#### Puissance de polarisation volumique. Écart à la loi d'Ohm.

Une caractéristique importante d'un film thermométrique est notamment la relation entre la résistance du film et la puissance électrique que l'on peut y injecter. La puissance de polarisation maximale que l'on peut utiliser en service va directement conditionner les performances finales du détecteur que l'on désire équiper de ce film, notamment sa sensibilité en température.

Une technique de mesure "quatre fils" a été employée pour mesurer la résistance des films en fonction de la puissance de polarisation, et cela pour différentes températures de bain froid, comme le montrent les figures III-11 à III-14.

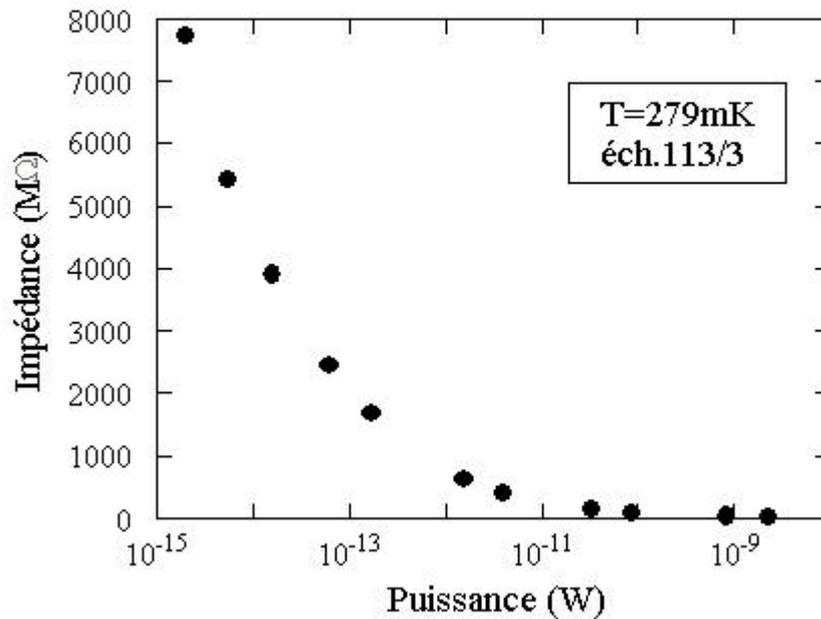


Figure III-11 : Résistance en fonction de la puissance de polarisation , pour l'échantillon N°113 à une température de bain de 279 mK. Ecart à la loi d'Ohm.

Les résultats représentés sur ces figures ont été obtenus en mesurant la résistance  $R$  du thermomètre en fonction de la puissance injectée dans le thermomètre pour cette mesure. Nous verrons que le volume de ce dernier est si faible que les puissances mises en jeu ne provoquent aucun échauffement du bain de phonons ou du thermostat. Il s'agit bien d'un phénomène lié à un écart à la loi d'Ohm extrêmement important. Il trouve son origine dans le gaz d'électrons du thermomètre film mince.

Les courbes II-11 à II-13 montrent que la résistance varie fortement avec la puissance de polarisation du thermomètre. Comme la puissance change de plusieurs ordres de grandeurs lors de ces expériences, on voit donc que la résistance ainsi que les performances du thermomètre en sont notablement modifiées. Cet effet est d'autant plus marqué que la température du bain froid est plus basse.

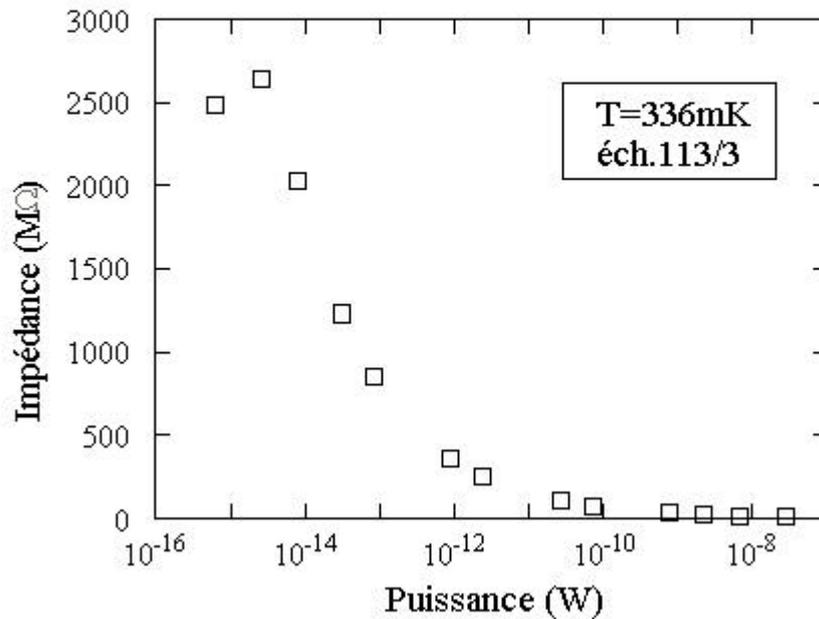


Figure III-12 : Résistance en fonction de la puissance de polarisation pour l'échantillon N°113, à une température de bain de 336mK

Tout d'abord, on peut noter que la résistance électrique prend de très grandes valeurs, caractéristiques d'un comportement isolant, lorsque la puissance de polarisation tend vers zéro. Pour d'autres échantillons ayant un plus grand pourcentage d'or, nous avons trouvé que la résistance croît moins fortement, ou pas du tout : nous sommes bien en présence d'un matériau présentant une transition métal-isolant.

À la température la plus basse, 279 mK (figure III-11), la résistance du film décroît de façon monotone lorsque l'on augmente la puissance de polarisation. Notons au passage que ce comportement n'est pas ohmique. À plus haute température, 336 mK (figure III-12), la résistance décroît toujours lorsque la puissance augmente, mais elle prend des valeurs moins élevées, et la décroissance n'est plus monotone. Un début de plateau semble se dessiner, difficile à préciser du fait du nombre réduit de points de mesure. À plus haute température encore, cependant, un plateau est clairement visible vers les basses puissances de polarisation (figure III-13, à 975 mK). La flèche de la figure marque la fin de ce plateau. Ces comportements sont rassemblés sur la figure III-14. Des comportements semblables ont déjà été remarqués dans d'autres matériaux thermométriques [7]

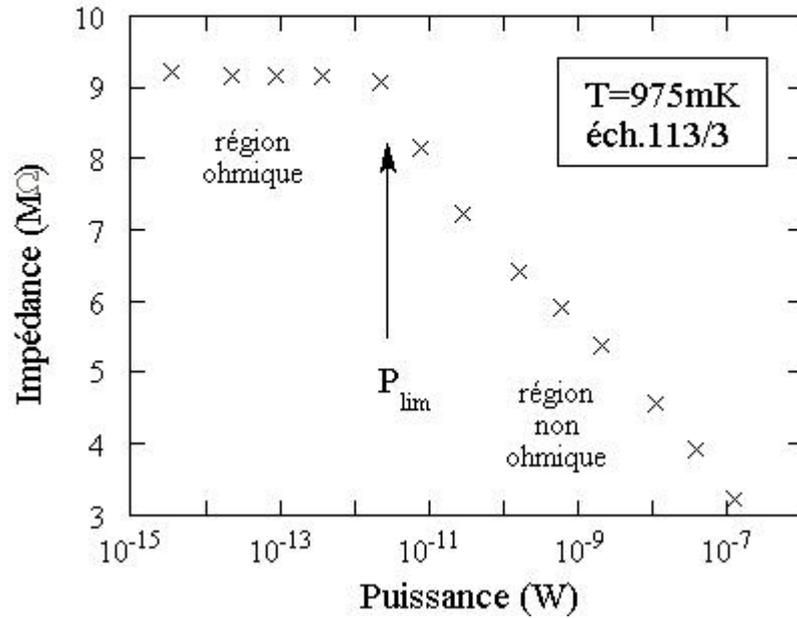


Figure III-13 : la résistance en fonction de la puissance de polarisation pour l'échantillon N°113 à T=975mK

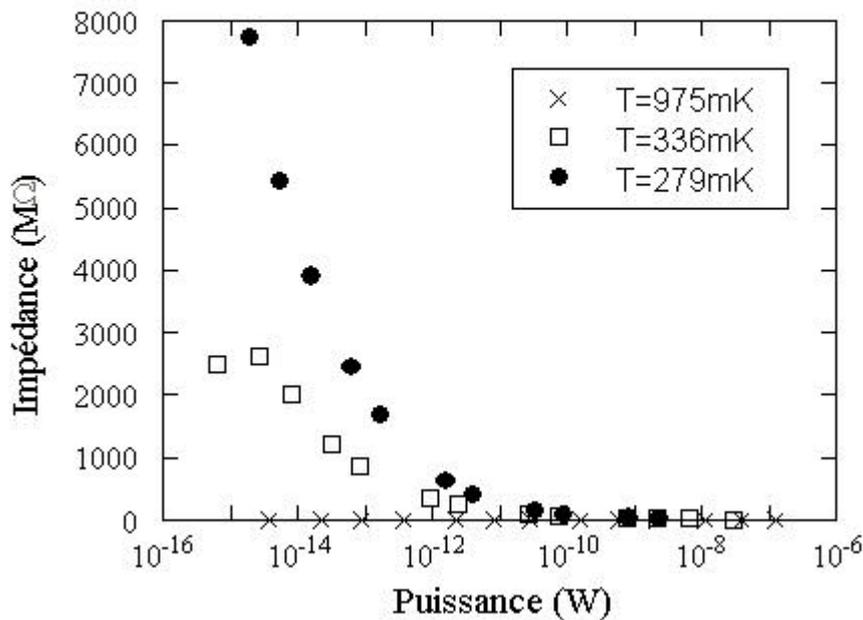


Figure III-14 : Résistance en fonction de la puissance de polarisation pour l'échantillon N°113, aux différentes températures de bain. Ceci permet de comparer les pentes.

### Puissance de polarisation limite

Les plateaux correspondent à un comportement ohmique : la résistance électrique ne dépend ni du courant ni de la tension. Ce comportement n'est observé que dans la gamme des basses puissances, qui ne produisent pas d'auto-échauffement excessif au sein de l'échantillon. On peut penser que dans cette gamme, le thermomètre est en équilibre thermique avec la source froide. Plus précisément, l'équilibre concerne le bain d'électrons et le bain de phonons du film thermométrique, ce dernier bain étant toujours lui-même en équilibre thermique avec le bain de phonons de la source froide.

Notons que la source froide est constituée d'un support porte-échantillon en cuivre, relié à un bouilleur hélium-3 fournissant des températures aussi basses que 279 mK. Le thermomètre de mesure est situé sur le porte-échantillon. Les substrats de saphir sont eux-mêmes collés sur ce support. La température n'est pas réglée lors des mesures, mais la fluctuation de la température de la source froide est inférieure à 1 mK au cours d'une mesure.

Nous pouvons interpréter le comportement du plateau dans le cadre du modèle du découplage électron-phonon [8,9], qui considère un découplage thermique entre les différents bains thermiques. On peut comprendre cela en considérant que la puissance de polarisation injectée dans le film thermométrique entraîne, par effet Joule, une élévation de température du bain d'électrons par rapport au bain de phonons. A partir d'une certaine puissance, la conduction thermique entre les bains devient insuffisante pour maintenir l'équilibre. Par conséquent la résistance électrique diminue, ce qui traduit cette élévation de température.

La température de l'échantillon s'écarte alors de la température mesurée au niveau du support porte-échantillon. Les courbes III-11 à III-13 représentent simplement la variation de résistance du matériau AuGe lorsque la température du bain d'électrons s'élève, de façon analogue à la figure III-2. L'écart de température des bains traduit la limite du couplage électron-phonon au sein du matériau.

Dans le cadre de cette interprétation, on peut facilement expliquer que l'amorce du plateau se décale vers les grandes puissances lorsque la température du bain froid augmente. C'est ce qu'on observe entre 336 et 975 mK (figures III-12 et III-13) :  $P_{lim}$  varie d'environ  $5 \cdot 10^{-15}$  à environ  $3 \cdot 10^{-12}$  W. Cela signifie que pour une température de bain plus élevée, on peut injecter une puissance de polarisation plus grande avant que les bains ne se découplent, c'est-à-dire que la température du bain d'électrons dépasse celle du bain froid.

Cependant, on peut considérer que l'écart à la loi d'Ohm n'est pas seulement dû à l'échauffement du bain d'électrons. La valeur du champ électrique à l'intérieur du film pourrait aussi jouer un rôle. Un champ électrique plus élevé facilite en effet l'activation des électrons, en leur communiquant une énergie cinétique plus grande, si bien que la résistance électrique doit décroître lorsque la tension appliquée aux bornes de la résistance augmente trop. L'effet du champ électrique dans un échantillon peut conduire aux mêmes comportements [10-12]. Nous ne pensons pas que, dans notre cas, l'effet de non linéarité soit une conséquence du champ électrique, car par exemple pour l'échantillon n°113 à la température du bain de 975 mK, l'amorce de la décroissance de la résistance correspond à un champ électrique dans l'échantillon de 2 V/m.

Par ailleurs, l'évolution en température du coude sur les courbes  $R=f(T)$  varie grossièrement en  $T^6$ . Cette loi de variation est celle attendue pour le couplage électron-phonon [9]. À une température donnée, la fin du plateau correspond à la densité de puissance de polarisation *limite* du thermomètre,  $P_{lim}$ , indiquée par la flèche sur la figure III-13. Cette valeur est définie comme la densité au-dessus de laquelle le bain d'électrons se découple du bain de phonons.

Comme la puissance de polarisation est une fonction du nombre d'électrons du système capables de contribuer à la conduction, elle varie proportionnellement au volume actif du thermomètre. Par conséquent, les thermistors à volume réduit seront limités à une valeur maximale de la puissance de polarisation. On trouve pour l'échantillon N° 113 des valeurs de  $8 \times 10^{-2} \text{ W/m}^3$  à  $T=336 \text{ mK}$ , et de  $80 \text{ W/m}^3$  à  $T=975 \text{ mK}$ , pour la densité  $D$  de puissance de polarisation.

#### Sensibilité du matériau thermométrique

À partir de nos mesures, nous pouvons par ailleurs évaluer la pente de la courbe de résistance en fonction de la température du thermomètre, que nous noterons  $\alpha$ . Par définition,  $\alpha$  est donnée par l'expression suivante :

$$\mathbf{a} = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \quad (\text{III-1})$$

Cette quantité représente la *sensibilité* du thermomètre.

On peut exprimer cette pente  $\alpha$  comme une fonction de la tension de mesure  $U$ , ou en fonction de la densité de puissance :

$$\mathbf{a} = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = \frac{dU}{U} \frac{1}{dT} = \frac{I}{P} \frac{dU}{dT} \quad (\text{III-2})$$

où  $I$  est le courant de polarisation.

La figure III-15 présente la dépendance de  $\alpha$  en fonction de la densité de puissance, pour une concentration de 17% d'Au. Pour des densités de puissance inférieures à  $1 \text{ kW/m}^3$ , les grandes valeurs de  $\alpha$  sont atteintes aux températures les plus basses. Ce comportement est celui attendu, car les résistances varient plus fortement aux plus basses températures. Toutefois, les courbes se croisent autour d'une puissance seuil voisine de  $1 \text{ kW/m}^3$ . Au-delà de cette puissance, les valeurs élevées de  $\alpha$  sont obtenues aux plus hautes températures. Le point de croisement sépare donc deux régions : dans la première, les plus grandes valeurs de  $\alpha$  sont obtenues à basse température, et au prix d'une densité de polarisation plus faible ; dans la seconde, les plus grandes valeurs de  $\alpha$  sont obtenues à plus haute température, et avec des densités de puissance plus élevées.

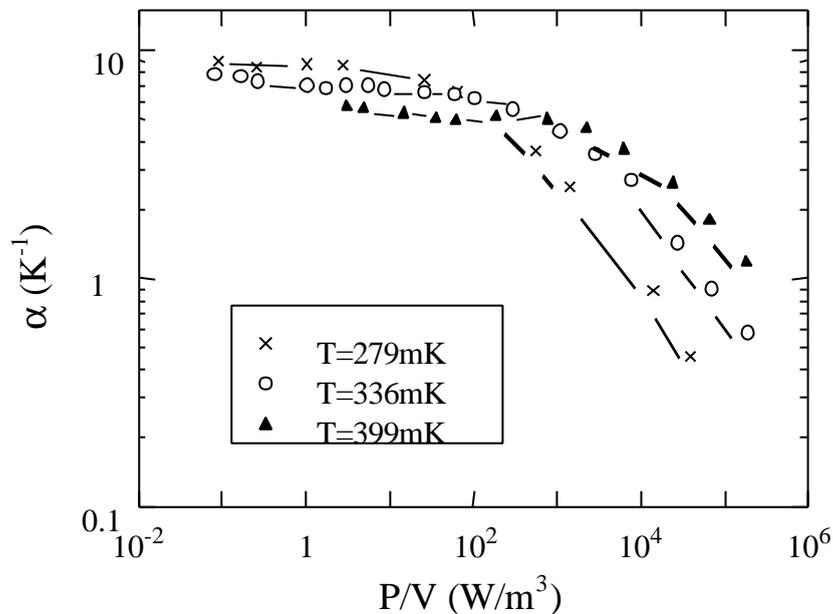


Figure III-15 : Variation de  $\alpha$  en fonction de la puissance de polarisation volumique [6].  $x=17\%$  d'Au.

La première région conviendra bien au cas des bolomètres utilisés pour la recherche de la matière noire. Ces détecteurs doivent nécessairement travailler aux températures les plus basses possibles, afin de réduire la contribution de l'absorbeur. Celui-ci doit en effet avoir un grand volume pour augmenter les chances de détection, en raison de la faible section efficace d'interaction, de telle sorte que la seule façon de réduire sa contribution à la capacité calorifique est de réduire la température.

Inversement, la construction d'une matrice bidimensionnelle de petits détecteurs, en vue de mesures calorimétriques portant sur des échantillons très petits, nécessite de pouvoir injecter une grande puissance de polarisation volumique. Pour une telle situation, les valeurs de  $\alpha$  qui conviennent le mieux se trouvent à plus haute température.

#### Sensibilité du détecteur

Comme on l'a vu précédemment, un détecteur film mince de petite dimension déposé sur un substrat en saphir, présente une capacité calorifique extrêmement petite. La sensibilité d'un élément bolométrique peut être exprimée comme une fonction de l'élévation de température minimale détectable  $\Delta T$  :

$$\Delta T = \frac{1}{a} \frac{B}{U} \mu \frac{1}{aU} \quad (\text{III-3})$$

où B est le bruit en tension de l'amplificateur et U la tension appliquée.

Sur la figure III-16, l'élévation de température minimale détectable  $\Delta T$  est tracée en fonction de la puissance de polarisation volumique, pour différentes températures du bain froid : 279 (croix), 336 (cercles), et 399 mK (triangles pleins).

Au fur et à mesure que la polarisation augmente, on observe que le minimum  $\Delta T$  décroît d'abord, passe par un minimum, puis croît de nouveau. Le minimum de la courbe correspond à la densité optimale pour laquelle la plus petite élévation de température peut être détectée. Quand la température augmente, ce minimum se déplace vers une puissance de polarisation plus élevée : il est d'environ 100 W/m<sup>3</sup> à 279 mK, 1 kW/m<sup>3</sup> à 336 mK, et d'environ 20 kW/m<sup>3</sup> à 399 mK (figure III-16).

De manière analogue à la figure III-15, on observe une région de puissances où les courbes se croisent. Cette région s'étend de 100 à 1000 W/m<sup>3</sup>, pour les températures considérées sur la figure III-16.

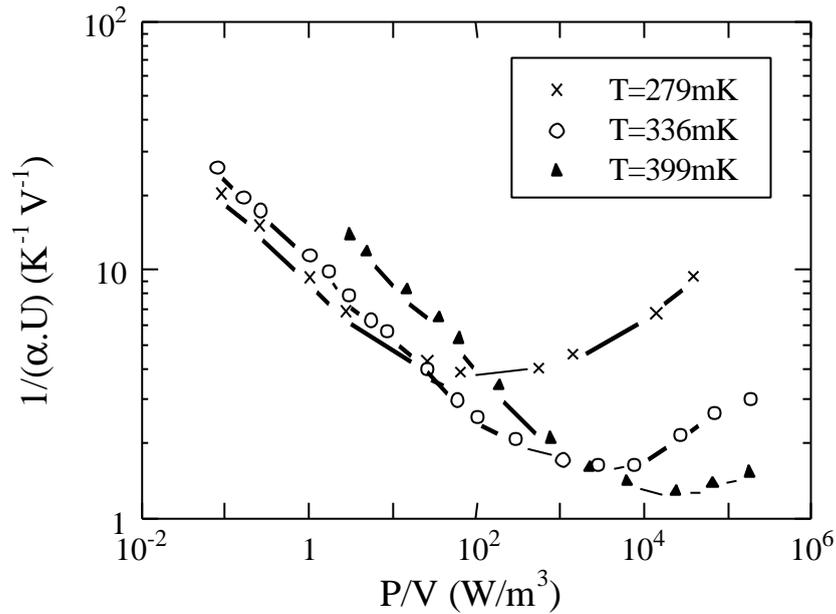


Figure III-16 : Variation de  $\Delta T$  (en fait,  $1/\alpha U$ ) en fonction de la puissance de polarisation volumique,  $P/V$ .

Le minimum de température détectable est donné par l'enveloppe inférieure des trois courbes. En dessous du "point" de croisement, pour des basses valeurs de la densité de polarisation, la meilleure sensibilité est obtenue pour des températures basses, alors qu'au-dessus, pour des densités plus fortes, le minimum détectable est atteint pour des températures plus élevées.

On voit donc que si l'on se limite à un  $\alpha$  d'environ 3 à  $T=0,3$  K, alors on peut atteindre une densité de polarisation très élevée de  $20 \text{ kW/m}^3$ . On peut comparer ce résultat au cas d'un bolomètre germanium dopé dans la masse et refroidi à  $0,3$  K, qui est limité à une puissance de  $3 \text{ kW/m}^3$  au point de fonctionnement [13]. Notre matériau thermométrique est donc capable de performances encore meilleures, et ce dans une conception en film mince et non plus en volume.

## III-2 Les détecteurs au germanium dopé par transmutation nucléaire (NTD)

### III-2-a Introduction

Le dispositif expérimental que nous avons développé permet de maîtriser une métallurgie de film mince en environnement UHV. Cette maîtrise a rendu possible la fabrication d'un matériau thermométrique en volume. Bien qu'ils se présentent sous la forme d'un volume macroscopique, ces matériaux sont indispensables dans les applications à très basse température, où la loi de décroissance en  $T^6$  du couplage électron-phonon ne permet plus d'utiliser des matériaux de très faibles volumes ( $10^{-5} \text{ cm}^3$ ).

Un thermomètre résistif constitue l'un des éléments du circuit de mesure. Il est nécessaire de raccorder cet élément à un dispositif électronique, comme par exemple un pont de résistances. Un point délicat consiste à raccorder les fils de mesure au film mince dont on désire mesurer l'impédance. En particulier, il est primordial d'assurer un bon contact électrique entre les différents éléments. Le rôle du contact est de permettre l'injection du courant électrique dans le film thermométrique. Il réalise donc la jonction entre les fils de mesure du circuit externe et le matériau thermométrique.

Dans cette section, nous décrivons les caractéristiques des contacts électriques nécessaires à deux applications pratiques : – les thermomètres films minces à base d'or-germanium, que nous avons présentés dans la section précédente, – et les détecteurs à base de NTD. Nous commencerons par rappeler le principe des détecteurs au germanium dopé par transmutation nucléaire, puis nous présenterons les techniques de prise de contact que nous avons du mettre au point pour ces détecteurs.

### III-2-b La transmutation nucléaire : le cas du germanium NTD

Le dopage par transmutation nucléaire est l'une des méthodes utilisées pour doper des matériaux en volume. Le dopage résulte de la transmutation des atomes lorsqu'ils sont soumis à une irradiation par des neutrons thermiques, provenant par exemple d'une pile atomique. La transmutation peut consister en une cascade complexe de réactions nucléaires. Les lois qui décrivent les réactions nucléaires permettent de déduire quels atomes seront obtenus par transmutation. Les atomes dopants finaux et stables sont obtenus lorsque toutes

les désexcitations nucléaires sont achevées. La durée de la désexcitation dépend des atomes en jeu. En simplifiant, on peut énoncer que le taux de dopants est fonction des sections efficaces des réactions nucléaires, ainsi que de l'intensité du flux de neutrons. Pour une faible épaisseur du matériau à doper, le flux de neutrons est considéré comme constant avec une bonne approximation, et donc le taux de transmutations reste constant. Il en résulte une très bonne homogénéité des dopants.

La méthode de transmutation nucléaire est plus connue par son abréviation anglo-saxonne : "NTD/Ge" (Neutron Transmutation Doped Germanium).

### Contrôle des dopants

Le dopage du germanium par transmutation nucléaire est pratiqué depuis plus d'une dizaine d'années [14]. L'homogénéité des dopants dans le germanium NTD est l'une des raisons qui expliquent les bonnes performances bolométriques de ce matériau. Le bolomètre de type germanium NTD est une référence en matière de performance. Le taux et le type de dopants dans le matériau définissent les propriétés de transport à basse température.

Il se trouve que le germanium pur est constitué de trois isotopes. On obtient, par transmutation nucléaire des isotopes, précisément les dopants nécessaires, aussi bien en type qu'en nombre. Le germanium est ainsi le seul matériau permettant d'obtenir des bolomètres par ce biais. Le silicium, autre élément du groupe 4 dans le tableau de Mendeleev, peut également être dopé par la méthode NTD. Cependant, bien qu'il ne soit pas applicable pour la bolométrie, il est néanmoins utilisé dans le cadre d'autres applications électroniques. Les réactions nucléaires de transmutation du germanium sont résumées dans le tableau III-3 [15, 16]. Seuls les isotopes ayant une section efficace de transmutation par neutrons non négligeable sont présentés.

Parmi les produits de transmutation, on obtient notamment du gallium, du sélénium et de l'arsenic. Les atomes de gallium jouent le rôle de dopants accepteurs, tandis que les atomes de sélénium et d'arsenic sont des donneurs. Le rapport relatif entre les dopants accepteurs et les dopants donneurs est fixé par les lois physiques régissant les réactions nucléaires. On obtient ainsi le bon rapport entre les dopants donneurs et les dopants accepteurs. Ce rapport est appelé rapport de compensation, noté  $k$ . Il vaut  $k=0,32$ .

Isotope	Abondance %	Réactions nucléaires et capture électronique	Type de dopant
$^{70}_{32}\text{Ge}$	20,5	$^{70}_{32}\text{Ge}(n,\gamma)^{71}_{32}\text{Ge} \rightarrow ^{71}_{31}\text{Ga} + \text{capture électronique}$	p
$^{74}_{32}\text{Ge}$	36,5	$^{74}_{32}\text{Ge}(n,\gamma)^{75}_{32}\text{Ge} \rightarrow ^{75}_{33}\text{As} + \beta^-$	n
$^{76}_{32}\text{Ge}$	7,8	$^{76}_{32}\text{Ge}(n,\gamma)^{76}_{32}\text{Ge} \rightarrow ^{77}_{33}\text{As} + \beta^-$ $\rightarrow ^{77}_{34}\text{Se} + \beta^-$	n

Tableau III-3 : Réactions nucléaires de transmutation dans le germanium.

La concentration des dopants est donnée par la durée d'irradiation du matériau. Il faut tenir compte des réactions de désintégration radioactive qui continuent à se produire après la fin de l'irradiation. Ces réactions sont caractérisées par la demi-vie de chaque isotope radioactif ainsi produit. La demi-vie définit la durée au bout de laquelle la moitié des éléments se sont désintégrés. La plus longue demi-vie, de 11,2 jours, est associée à la réaction qui produit le gallium. Il est indispensable de laisser se terminer la réaction, pendant environ plusieurs demi-vies, typiquement dix. Ceci revient à attendre pendant trois mois [14].

Outre le dopage par irradiation, deux étapes sont nécessaires avant d'obtenir le thermomètre final : la découpe du cristal, puis la prise des contacts électriques. Avant d'aborder le cas des contacts dans les paragraphes suivants, il suffit de dire quelques mots des contraintes imposées par la découpe du cristal de germanium NTD. Il faut en effet que les dimensions de celui-ci soient adaptées à l'application envisagée. La découpe du cristal peut être entièrement mécanique, ou bien elle peut être suivie d'une étape d'attaque chimique de la surface, de façon à réduire les dommages causés en surface par l'action de l'outil mécanique de découpe, comme par exemple une scie.

### III-2-c Les contacts électriques : qualités à réunir

#### Description d'un bon contact

Les contacts électriques permettent d'injecter un courant électrique dans un thermomètre résistif pour mesurer sa résistance électrique, représentative de la

température. La nature du contact pourra changer, selon le type du matériau thermométrique considéré : dans notre cas un film d'or-germanium ou bien un cristal de germanium NTD. Il faut donc tenir compte des deux interfaces, ainsi que de la nature du matériau constituant le contact. Nous exposerons dans ce qui suit les raisons qui nous ont fait choisir le type de contact le mieux adapté dans chaque cas.

Un contact peut être décomposé en trois composantes : — le métal du plot sur lequel est soudé le fil externe de mesure ; — le matériau à contacter ; — et enfin l'interface entre les deux composantes, dont le rôle est de favoriser l'adaptation électrique entre les deux matériaux, et d'améliorer l'adhérence du film métallique à la surface.

La jonction entre les fils du circuit de mesure et la surface du matériau thermométrique est en général le siège de phénomènes électriques dus à la nature différente des deux matériaux de part et d'autre, le premier pouvant être un métal et le deuxième un semiconducteur. Le contact doit ainsi réconcilier la nature différente des deux constituants, en interférant le moins possible avec la grandeur physique à mesurer. Un bon contact doit donc présenter la résistance électrique la plus faible possible, et il ne pas introduire de perturbation dans la mesure.

Pour remplir cette dernière contrainte, le matériau du contact doit obligatoirement être un métal. En effet à basse température, autour de 1 K, la contribution des vibrations atomiques à la résistance électrique devient négligeable devant la contribution due aux diffusions par les impuretés et les défauts cristallins. Cette dernière étant constante, la résistance ne varie plus avec la température. Par suite, le contact ne joue aucun rôle pendant la mesure. La liaison du contact métallique avec les fils de mesure, eux aussi métalliques, constitue alors un problème standard, facile à résoudre. Par contre, la liaison du contact avec le matériau thermométrique est plus problématique.

### Bruits de contact

Par définition un matériau thermométrique doit présenter une résistance qui varie très rapidement avec la température. Ce matériau est généralement un semiconducteur dopé. C'est précisément le cas du germanium NTD. Cependant, la juxtaposition du contact et du thermomètre, un métal et un semiconducteur, donne naissance à une force électromotrice. Cette f.é.m est due à la très grande différence de densité d'électrons au niveau de Fermi, de part et d'autre de l'interface. Ceci revient à placer une diode en série avec la résistance thermométrique à mesurer. Il faut noter que le circuit de mesure comporte deux de ces contacts et donc deux diodes en tout. La courbe courant-tension d'une diode

étant fortement non-linéaire, des erreurs seront introduites dans les grandeurs à mesurer.

De plus le courant de mesure dissipe une puissance parasite dans la diode, qui nuit à la sensibilité du film thermométrique, car l'échauffement produit par effet Joule au niveau de la diode est communiqué au film thermométrique. Outre les bruits générés par suite des fluctuations thermiques, une autre source de problèmes provient d'une mauvaise qualité de surface des matériaux. Une surface rugueuse ou oxydée peut par exemple introduire des résistances supplémentaires, et générer des bruits électriques.

Un aspect très important directement lié au type de mesure envisagée, est la contribution des différents éléments qui forment le contact, à la capacité calorifique totale. La minimisation de cette dernière est un souci permanent dans notre recherche des matériaux les plus appropriés.

Comme exemple de surfaces non contrôlées fréquemment utilisées pour réaliser des contacts électriques, citons les époxy chargées en grains métalliques. Toutefois, elles contribuent fortement aux bruits électriques de type Johnson, et leur capacité calorifique élevée gêne les mesures de calorimétrie.

Tous les problèmes évoqués ici soulignent l'importance de la qualité des contacts de mesure, dans l'optimisation d'un détecteur qui utilise des propriétés de transport. Comme nous allons le voir dans ce qui suit, la technologie film mince que nous avons développée, permet de s'affranchir complètement et facilement de ces problèmes dans l'un des cas : celui des films minces d'AuGe. En revanche, dans le cas des détecteurs dopés par transmutation nucléaire, les contacts posent davantage de problèmes, et ils nécessitent de recourir à un arsenal de solutions beaucoup plus lourdes.

### **III-2-d Le cas du contact pour les films minces AuGe**

Pour nos contacts sur le film mince AuGe, nous faisons se chevaucher le film d'or du contact et le film thermométrique d'AuGe. La surface commune est très grande, comparée aux dimensions caractéristiques de l'échantillon. Les mesures à basses températures ont montré que les contacts suivant cette méthode sont presque parfaitement ohmiques : sur la figure III-13, nous voyons que pour des puissances de polarisation faible la résistance électrique est quasiment insensible à la tension appliquée, un signe de l'ohmicité des contacts.

On peut citer plusieurs raisons pour rendre compte de la qualité de ce contact. Tout d'abord, le contact est un film d'or, alors que le film thermométrique

contient aux alentours de 15% d'or. La diffusion du premier dans le deuxième doit ainsi améliorer le contact. Ensuite, nous ne sommes pas dans le cas classique du matériau semiconducteur, si bien que le problème de la barrière de potentiel ne se pose pas ici.

### **III-2-e Les contacts dans le cas du germanium NTD**

Les détecteurs en germanium NTD posent un problème autrement plus difficile, en raison des effets d'interface que nous avons mentionnés précédemment. Nous avons donc du mettre au point un processus pour réaliser les contacts électriques à la surface des cristaux de germanium. Il faut ainsi distinguer trois étapes pour leur mise en œuvre. La première étape consiste à implanter des atomes de bore au voisinage de la surface du cristal, de façon à réaliser une adaptation à l'interface ; la deuxième étape consiste à décaper la surface du germanium ; enfin, la troisième – effectuée dans la continuité de la précédente –, consiste à déposer le métal du contact électrique proprement dit, ici de l'or. Nous avons traité quatre échantillons par cette méthode. Les échantillons de germanium NTD ont été fournis par J. P. Torre et J. Mangin.

#### La méthode d'implantation du bore

L'implantation du bore consiste à bombarder une surface par des ions énergétiques, qui pénètrent plus au moins profondément dans le matériau cible. L'énergie cinétique des ions est proportionnelle au potentiel électrique accélérateur qu'on leur applique. La profondeur de pénétration des ions dans la matière est directement liée à cette énergie cinétique. Pour un potentiel accélérateur constant, le profil de concentration des atomes implantés prend statistiquement l'allure d'une gaussienne. Le maximum de celle-ci et sa largeur à mi-hauteur sont reliées. Pour étaler une concentration d'ions sur une profondeur plus grande qu'avec une gaussienne, on a recours à une série d'implantation successives à plusieurs énergies d'accélération. Un programme informatique de type "RUMP" [17,18] permet de simuler les profils de concentrations dans un tel cas de multi-implantation.

Par cette méthode, nous pouvons contrôler le gradient de concentration des atomes juste en dessous de la surface du germanium à contacter. La zone ohmique ainsi créée sous la surface évite la superposition du métal et du germanium semiconducteur, qui autrement créerait une barrière de potentiel et conduirait à ajouter des résistances parasites en séries.

### Préparation de l'implantation

Avant le processus d'implantation, les échantillons sont fixés dans un disque porte-échantillon (DPE) spécial. Nous avons construit notre DPE de manière à pouvoir traiter les deux faces des échantillons sans démonter l'échantillon. Ce DPE est compatible avec le système de transfert de notre dispositif de dépôt, en vue des opérations ultérieures. Le DPE permet de fixer trois échantillons simultanément et de positionner des masques sur chaque échantillon, pour délimiter un motif choisi sur les surfaces à traiter. Les échantillons sont placés en une seule fois dans le DPE, car les opérations d'implantation puis de dépôt concernent le traitement des mêmes surfaces. Les échantillons sont inclinés de 7° par rapport à la normale du DPE. Cet angle d'inclinaison évite les problèmes de canalisation entre les plans atomiques des ions implantés.

Toutes les opérations de montage sont exécutées en salle blanche, pour minimiser la présence d'impuretés sur les surfaces des échantillons et du DPE. L'opération d'implantation est réalisée sous une pression de  $10^{-6}$  Torr. Les deux faces des échantillons ont été implantées avec des atomes de bore, au CSNSM d'Orsay, à des énergies de 5 et 15 keV et avec une dose de  $10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup>.

### L'opération de décapage et de dépôt

A la fin de l'opération d'implantation, les échantillons sont introduits dans notre dispositif de dépôt. Toutes les opérations sont réalisées *in situ*, sans remise à l'air.

#### *Le recuit.*

Tout d'abord, le DPE muni de ses échantillons est transféré dans un four préalablement stabilisé à une température de 400°C. L'échantillon est recuit durant une heure à cette température. Ce recuit a pour but de réduire les dommages à la surface dus à l'implantation, et d'activer les dopants en augmentant leur mobilité. Une certaine diffusion des dopants est à prévoir.

#### *Le décapage et le dépôt.*

Avant le dépôt de la couche métallique sur les deux faces des échantillons de germanium NTD, nous avons opéré un décapage des surfaces. Ce décapage présente deux avantages : — d'une part, il permet d'enlever les premières couches de la surface des échantillons ; celles-ci sont en effet oxydées à l'air, et ce traitement améliore l'adhérence de la couche métallique ; — d'autre part, la

couche métallique est ainsi déposée directement en contact avec la région de concentration maximum des dopants implantés.

Le décapage est effectué grâce au bombardement de la surface par les ions du plasma. Les échantillons sont portés à une tension négative (de -150 V), qui permet d'attirer les ions argon du plasma. Il suffit d'une durée de 22 secondes de décapage pour enlever une épaisseur d'environ 5 nanomètres. Une simulation du décapage nous a permis d'estimer cette durée. Cette simulation a consisté tout d'abord à déposer une couche de germanium d'une épaisseur de 100 nm, pour imiter le matériau germanium NTD ; une partie du dépôt a ensuite été masquée, pour être utilisée comme référence ; puis la couche a été décapée durant un temps fixé. L'attaque de la couche de germanium par les ions d'argon du plasma pour une série de tensions croissantes, nous a permis d'estimer le taux de décapage à 0,26 nm/s, pour une tension de polarisation de -150 V. Cette valeur n'est qu'une estimation, car nous avons dû faire quelques approximations : – d'une part, nous avons extrapolé linéairement les tensions de polarisation et la durée de décapage à partir des valeurs mesurées ; – d'autre part, nous n'avons pas tenu compte de la différence de structure entre la couche de germanium déposée et le cristal de germanium dopé NTD, ni d'une possible redéposition du matériau pulvérisé.

#### Le dépôt de la couche métallique

L'opération de dépôt doit débuter immédiatement après le décapage, de manière à éviter toute oxydation de la couche. Le dépôt consiste en d'une sous-couche d'adhésion et de la couche métallique proprement dite. Le passage du mode "décapage" au mode "dépôt" prend moins d'une seconde. C'est le temps nécessaire pour commuter les alimentations haute tension des différentes cibles ou échantillons. La couche métallique – de l'or– est déposée juste après la sous-couche. Son épaisseur est de 100 nm. Le temps très court entre les opérations de décapage et les deux dépôts permet de minimiser les problèmes de contamination des interfaces.

Un problème est apparu, quand il s'est agi de choisir l'élément de la sous-couche. Lors du premier essai de prise de contact sur le germanium NTD, nous avons utilisé du titane. Malheureusement, la solution chimique que nous utilisons pour attaquer le matériau germanium NTD a pour inconvénient d'attaquer également le titane, et par conséquent de retirer la couche métallique déposée. Pour le deuxième essai, nous avons opté pour une sous-couche en palladium, qui ne réagit pas avec la solution chimique. Dans les deux cas l'épaisseur de la sous-couche est de 20 nm.

Chaque face des échantillons a subi le même processus. Le retournement des échantillons est effectué *in situ* sous vide, grâce au système de retournement de DPE, auquel on accède par le système de transfert.

#### Les tests des échantillons

Le matériau initial de germanium NTD sur lequel nous avons pris des contacts par la méthode décrite ci-dessus, a ensuite été découpé pour obtenir quatre échantillons [19]. Les échantillons sont destinés à fournir des détecteurs pour la recherche de la matière noire. Les mesures préliminaires de la résistance des échantillons à température ambiante et à 4,2 Kelvin, résultats résumés dans le tableau III-4, permettent d'affirmer que les résistances de contact sont inférieures à 1  $\Omega$ . On remarque aussi la très faible variation de résistance entre les deux températures, qui témoigne d'un matériau fortement dopé. Ces mesures ont été réalisés en collaboration avec L. Dumoulin [20].

Echantillon	R1	R2	R3	R4
Résistance à $T_{amb}$	1,3	2,2	1,1	1,5
Résistance à 4,2 K [ $\Omega$ ]	3,37	2,48	4,5	2,45
Dimensions mm <sup>3</sup>	1x1x0,8	1x1x0,8	1x1x0,8	2x1x0,8

Tableau III-4 : Valeurs des résistances mesurées à température ambiante et à 4,2 Kelvin, pour les quatre échantillons.

Trois des échantillons ont les mêmes dimensions de 1x1x0,8 mm<sup>3</sup> et le dernier mesure 1x2x0,8 mm<sup>3</sup>, c'est-à-dire qu'il est deux fois plus large. Les surfaces de contact électrique sont les plans 1x1 mm<sup>2</sup> espacés de 0,8 mm.

Les premiers tests à basse température ont permis de caractériser les échantillons, notamment la relation résistance-température. Les courbes de la figure III-17 ont l'allure typique des germanium NTD à basse température.

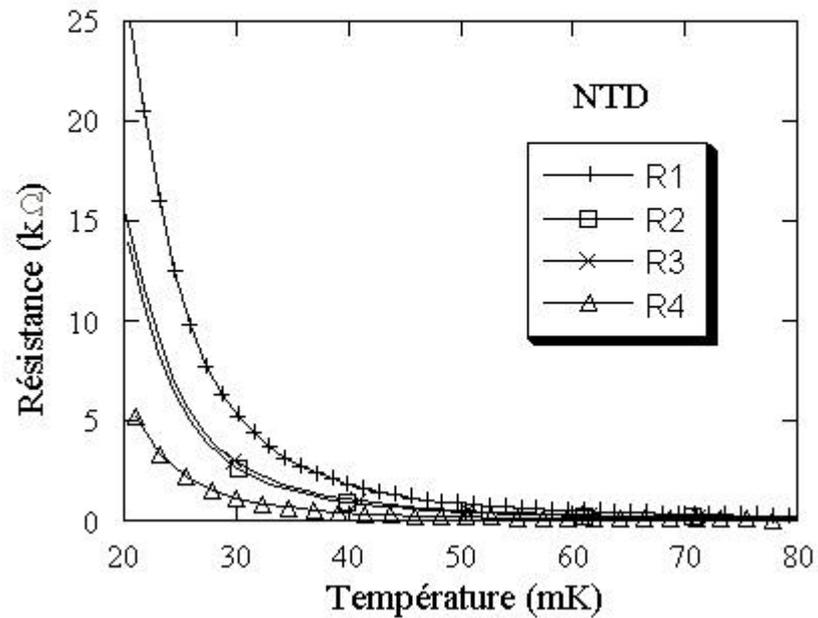


Figure III-17 : Courbes de résistance en fonction de la température pour les quatre échantillons.

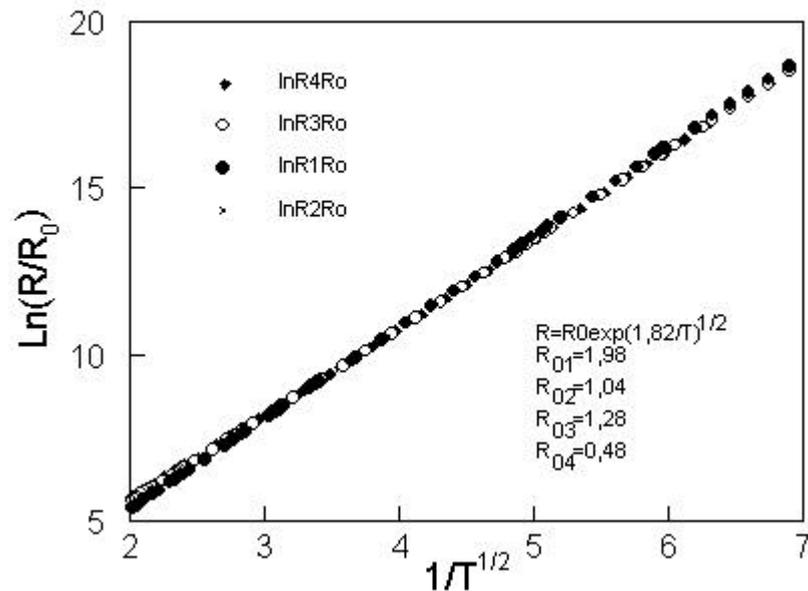


Figure III-18: Résultat des ajustement des points expérimentaux suivant le modèle de la conduction électrique par sauts à portées variables.

Les deux courbes pour les échantillon de taille identique R2 et R3 sont proches l'une de l'autre, et celle de l'échantillon R4 dont la surface de contact est deux fois plus large présente bien une résistance environ deux fois plus faible, comme prévu. La raison de la résistance plus élevée de l'échantillon R1 n'est pas comprise.

Les points expérimentaux ont été ajustés à l'aide du modèle de la conduction électrique par sauts à portées variables ("variable range hopping conduction") [21], selon l'expression (I-8), qui s'écrit :

$$R(T) = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III-4})$$

où  $R_0$  et  $T_0$  sont des paramètres constants pour des échantillons fabriqués de manière identique. Un bon ajustement des points expérimentaux est trouvé en prenant pour l'un des paramètre du matériau la valeur  $T_0=1,82$  K, et en laissant libre  $R_0$ . Les courbes et les résultats sont présentées sur la figure III-18

Les courbes de polarisation (tension en fonction du courant) à différentes températures sont présentées sur la figure III-19, pour l'échantillon R1. On remarque la partie linéaire initiale des courbes aux plus basses puissances de polarisation, puis la partie non-ohmique quand la puissance dissipée par effet Joule dans l'échantillon augmente. L'agrandissement de la région linéaire de la courbe près de l'origine, montré sur la figure III-20, indique que l'extrapolation des courbes passe par l'origine. Ceci suggère qu'il n'y a pas d'effet de diode au niveau des contacts. Ce résultat valide la méthode de prise des contacts mise au point, ainsi que le dépôt par pulvérisation.

La région non linéaire est le signe qu'échauffement du bain d'électron du matériau se produit, suite à son découplage thermique du bain de phonon. La conséquence de cet échauffement est la chute de la résistance électrique que l'on observe sur la figure III-19. Le comportement non linéaire est bien décrit par le modèle phénoménologique du découplage électron-phonon, qui stipule que la conduction thermique entre le bain de phonons et d'électrons du matériau varie comme :

$$P = g (T_{\text{électron}}^6 - T_{\text{phonon}}^6) \quad (\text{III-5})$$

où  $g$  est la conductance thermique entre les bains. L'ajustement des courbes donne une valeur pour  $g$  de l'ordre de  $15 \text{ W.cm}^{-3}.\text{T}^{-6}$ . Cette valeur est cent fois plus faible que celle trouvée pour les films thermométrique de type SiNb [22].

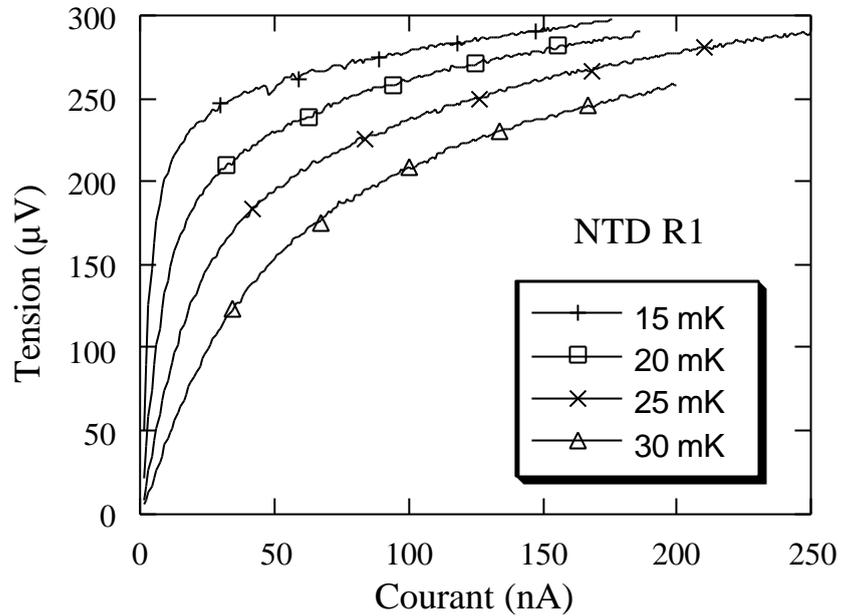


Figure III-19 : Courbes de polarisation de l'échantillon ntdR1 à différentes températures.

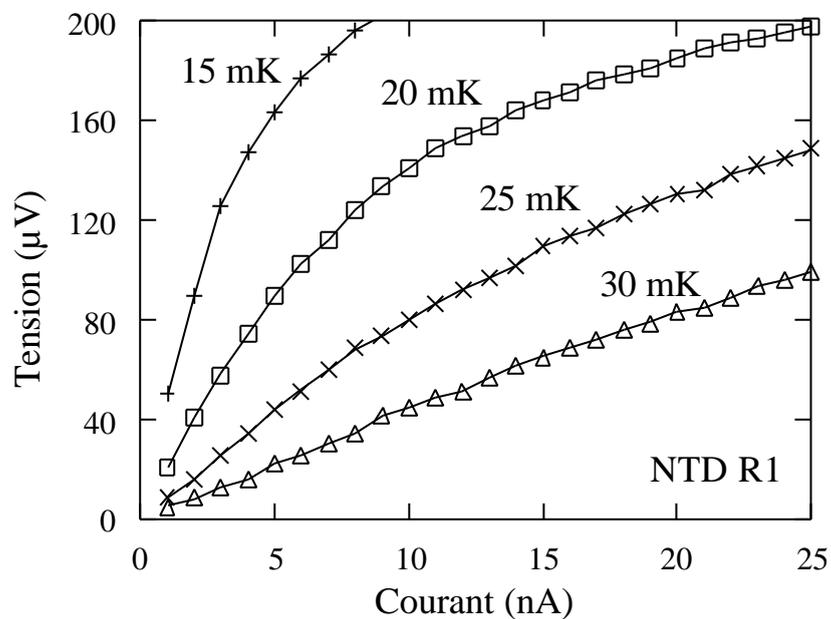


Figure III-20 : Agrandissement de la figure III-19. On voit que les courbes passent par l'origine.

Nous avons trouvé de même que les films thermométrique de type AuGe ont par ailleurs un meilleur couplage entre les bains électrons et phonons que les

cristaux de germanium dopés, mais à des températures autour de 0,3 Kelvin. Ceci constitue un avantage certain pour les films thermométriques sur les cristaux germanium traditionnels.

### III-3 Application du matériau : réalisation de bolomètres prototypes

#### **III-3-a Introduction**

Grâce à la mise au point de notre matériau thermométrique, présenté dans la section III-1, nous avons réalisé deux bolomètres prototypes : d'une part, une matrice de cinq détecteurs disposés en croix, et d'autre part, un détecteur interdigité.

Les bolomètres présentent tous un bruit en "1/f" à basse température, dont l'origine se trouve non pas dans le mécanisme de transport électronique au sein du matériau, mais dans le bruit mécanique de l'environnement. C'est dans le but de s'affranchir des bruits parasites que nous avons développé la matrice de cinq détecteurs, qui permet, grâce aux quatre détecteurs périphériques, de soustraire et d'éliminer le bruit d'environnement.

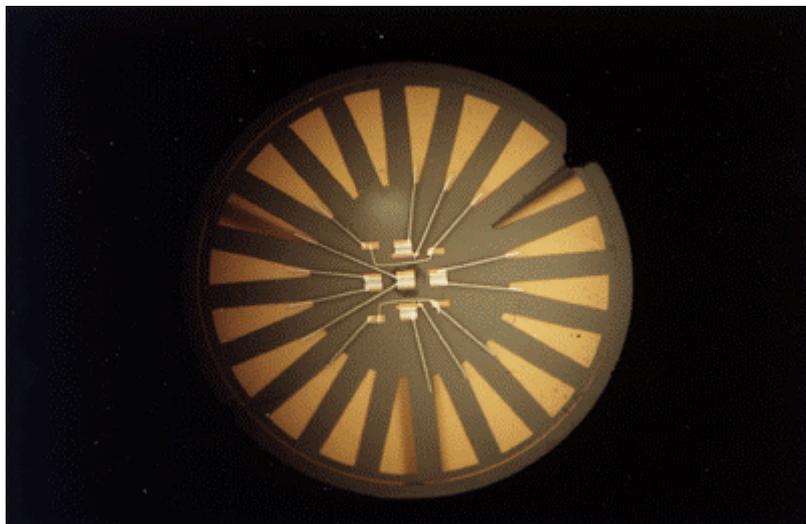


Figure III-21 (A) : Photographie de la matrice de cinq détecteurs. Le substrat a un diamètre externe de 25 mm.

### III-3-b Les masques pour la matrice bolométrique

La matrice de cinq bolomètres est présentée sur les figures III-21(A) (photographie), et (B) (schéma des éléments de la matrice). Elle est constituée de cinq thermomètres et de deux chauffages, ainsi que des contacts externes pour mesurer les signaux électriques aux bornes de chacun des éléments.

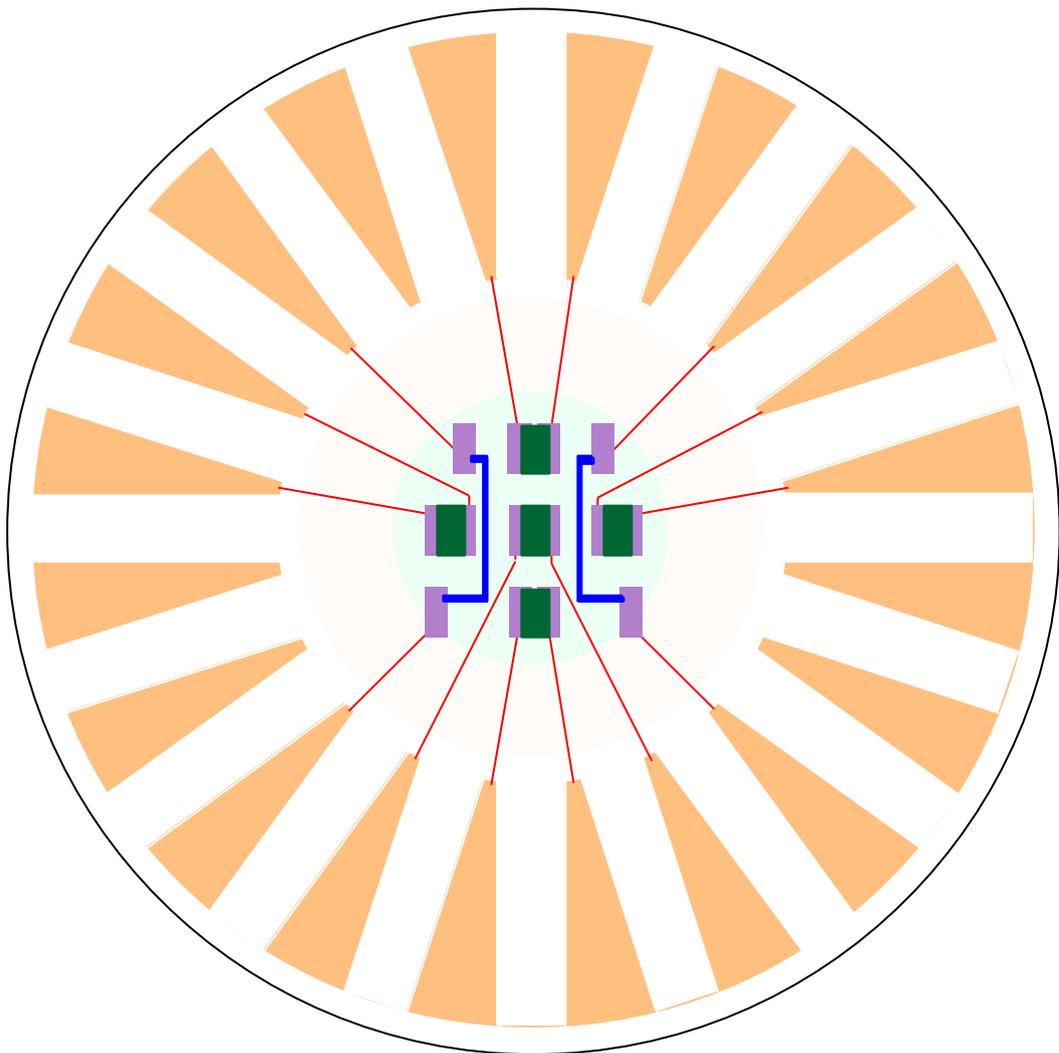


Figure III-21 (B) : Schéma de la matrice de cinq détecteurs.

Le diamètre du disque est de 25 mm ( figure III-21(A)). La partie centrale du disque, où sont rassemblés les détecteurs, est représentée en grisé sur la figure III-21(B) ; elle fait environ 6 mm de diamètre.

Pour réaliser cette matrice de détecteurs, il nous a fallu concevoir et réaliser deux ensembles de masques, de façon à créer les deux sortes de motifs. Cinq masques et quatre matériaux différents sont nécessaires pour réaliser ce motif.

### Contacts externes

Le premier masque, montré sur la figure III-22, permet de déposer 20 plots de contacts externes, de symétrie circulaire. Le matériau est de l'or, et son épaisseur est typiquement de 50 nm. Cette dernière valeur n'est pas critique, car ces contacts sont situés sur la périphérie du substrat, et que celui-ci est censé être épais à cet endroit, alors que la zone des détecteurs devra être aussi mince que possible. Au contraire des quatre films suivants, il n'est donc pas nécessaire de diminuer au maximum l'épaisseur du film pour réduire sa contribution à la capacité calorifique de l'ensemble. En revanche, le film doit être assez épais pour autoriser la prise de contacts pour les mesures thermiques, soit mécaniquement, soit par soudure (par exemple par thermocompression).

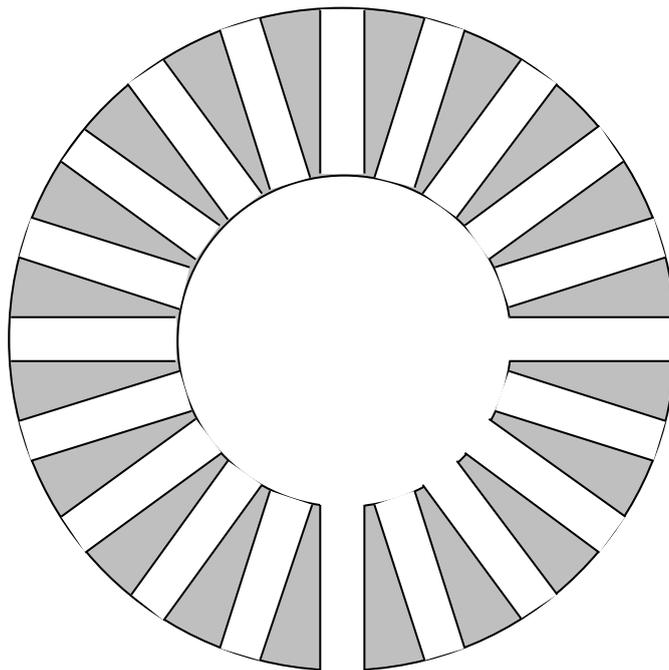


Figure III-22 : Masque pour les plots de contacts externes.

### Contacts internes

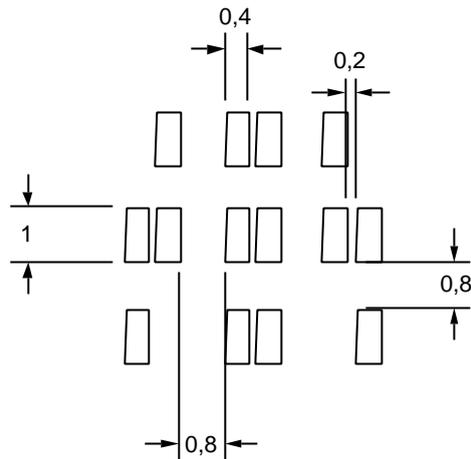


Figure III-23 : Masque pour les plots de contacts internes.

Le deuxième masque sert à prendre les contacts internes, tant sur les thermomètres que sur les chauffages (figure III-23). Ce sont des plots d'or de forme rectangulaire et typiquement épais de 10 nm. Ils sont conçus pour maximiser la surface de contact avec les films thermométriques (voir à ce sujet la discussion du paragraphe III-2-c à propos de la qualité des contacts électriques). Ce sont des rectangles de  $1 \times 0,4 \text{ mm}^2$ . Dix d'entre eux sont associés en cinq paires distantes de 0,2 mm, les quatre restants sont organisés en deux paires associées aux deux éléments chauffants.

### Thermomètres

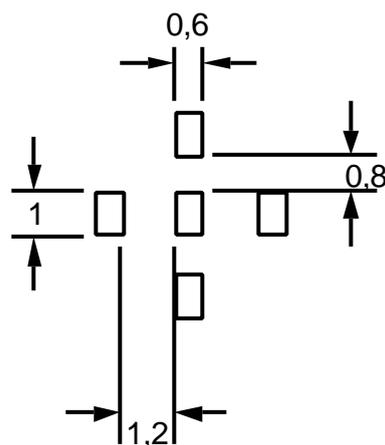


Figure III-24 : Masques pour le film thermométrique AuGe.

Le troisième masque, présenté sur la figure III-24, concerne les films du matériau thermométrique en or-germanium que nous avons décrit dans la section III-1. Les thermomètres sont constitués de rectangles  $1 \times 0,6 \text{ mm}^2$ , et les films sont épais de 10 nm. Ces motifs sont conçus pour maximiser la surface de contact avec les plots d'or de contact internes (figure III-23). La dimension utile de chaque thermomètre est donc égale à l'espacement entre les plots de contact, c'est-à-dire  $1 \times 0,2 \text{ mm}^2$ . Le reste de l'aire des films est en effet court-circuitée par les films d'or.

### Chauffages

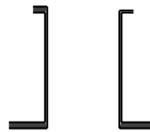


Figure III-25 : Masque pour les éléments chauffants.

Le quatrième masque sert à déposer les films des éléments chauffants (figure III-25). Il s'agit de minces bandes de titane, larges de 0,1 mm et épaisses de 10 nm.

### Liens électriques et thermiques

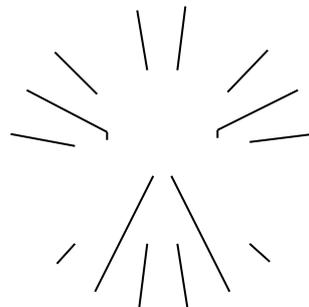


Figure III-26 : Masque pour les liens électriques.

Enfin le cinquième masque, sur la figure III-26, est utilisé pour créer les liens électriques entre les plots de contacts internes (figure III-23) et les plots de contact externes (figure III-22). Nous avons choisi un matériau supraconducteur, le niobium, pour optimiser les performances de ces liens : Premièrement, aux basses températures de la mesure bolométrique (c'est-à-dire en dessous de 1 K), la contribution de ce matériau à la capacité calorifique totale de la matrice sera négligeable, puisque la chaleur spécifique électronique d'un supraconducteur

décroît exponentiellement avec la température, loin sous la température critique (et que la contribution des vibrations de réseau est petite à ces températures). Deuxièmement, la conduction électrique est infinie dans l'état supraconducteur, si bien que toute dissipation par effet Joule sera évitée le long de ces liens. Troisièmement, la conduction de la chaleur est nulle dans l'état supraconducteur (tout du moins pour ce qui concerne la contribution des électrons), car les paires de Cooper ne transportent pas d'entropie, ce qui fait que la conduction thermique entre la zone des détecteurs et les contacts externes ne sera assurée que par le substrat.

La superposition des différents motifs, chacun associé à un matériau spécifique, permet ainsi d'obtenir une matrice de cinq bolomètres et de deux chauffages, équipée de ses plots de contacts externes. Le dépôt des cinq matériaux à travers les cinq masques se fait *in situ* en environnement ultra-vide, dans notre dispositif de pulvérisation cathodique équipé de son système de transfert. Ceci permet de garantir la qualité de propreté et de pureté des films.

Dans un premier temps, nous avons réalisé un prototype sur un substrat de verre. À l'avenir, la même technique sera appliquée cette fois à un substrat plus mince, si possible une membrane monocristalline la plus mince possible, comme par exemple du saphir de 1  $\mu\text{m}$ , ou du silicium de 0,1  $\mu\text{m}$ . La zone mince utile à la détection thermique a été représentée par la zone centrale grisée, sur la figure III-21.

### III-3-c Évaluation de la capacité calorifique de la matrice

Nous allons évaluer la capacité calorifique de la partie centrale de la matrice de détecteurs, sans la couronne de contacts externes. En effet, les contacts externes sont déposés sur un substrat plus épais, mais la partie centrale en est découplée thermiquement, grâce à la finesse de la membrane.

Les valeurs utilisées pour les évaluations proviennent de divers ouvrages [23,24].

#### Chaleur spécifique de l'AuGe

On rappelle (voir la section I-3-c) que la chaleur spécifique de l'or est la somme des contributions dues aux phonons et aux électrons, soit :

$$C_{\text{Au}} = (6,8 \cdot 10^{-5} T + 4,2 \cdot 10^{-5} T^3) \quad [\text{en J.K}^{-1}.\text{cm}^{-3}] \quad (\text{III-6})$$

et que pour le germanium à basse température, seuls les phonons contribuent à la chaleur spécifique, soit :

$$C_{\text{Ge}} = 2,7 \cdot 10^{-6} T^3 \quad [\text{en J.K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-3}] \quad (\text{III-7})$$

On a vu que l'on pouvait estimer la chaleur spécifique de l'alliage comme étant  $C_{\text{AuGe}} \approx (x \cdot C_{\text{Au}} + (1-x) \cdot C_{\text{Ge}})$ , en supposant que l'on néglige toute modification par effet d'alliage. La capacité calorifique  $c_{\text{AuGe}}$  d'un film thermométrique d'AuGe de volume  $V$  s'écrit alors :

$$c_{\text{AuGe}} = V \cdot C_{\text{AuGe}} \approx V \cdot (x \cdot C_{\text{Au}} + (1-x) \cdot C_{\text{Ge}}) \quad (\text{III-8})$$

#### Capacité calorifique d'un élément détecteur

Un élément détecteur de la matrice est constitué d'une paire de contacts internes en or (10 nm) et de son film thermométrique (15 nm). Le volume d'or de la paire de contact est :

$$v_{\text{ci}} = 2 \times (0,1 \times 0,04 \times 10^{-6}) = 8 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \quad (\text{III-9})$$

Sa capacité calorifique à 0,3 K est de :

$$c_{\text{ci}} = C_{\text{Au}} \cdot v_{\text{ci}} = 0,18 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-10})$$

D'autre part, le volume d'un élément thermométrique  $v_{\text{th}}$  vaut :

$$v_{\text{th}} = 0,06 \times 0,1 \times 1,5 \cdot 10^{-6} = 9 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \quad (\text{III-11})$$

La chaleur spécifique d'un alliage AuGe avec  $x=17\%$  d'Au à 0,3 K vaut :

$$C_{\text{AuGe}} \approx 6,1 \cdot 10^{-6} \text{ J/K} \cdot \text{cm}^3 \quad (\text{III-12})$$

La capacité calorifique d'un thermomètre est donc :

$$c_{\text{th}} = C_{\text{AuGe}} \cdot v_{\text{th}} \approx 0,06 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-13})$$

La capacité calorifique d'un élément thermométrique est donc :

$$c_{\text{élément}} = c_{\text{ci}} + c_{\text{th}} \approx 0,24 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-13})$$

### Capacité calorifique des liaisons électriques

Nous pouvons maintenant évaluer la contribution des liaisons électriques en niobium. Ce dernier est un supraconducteur dont la température de transition est de 9,2 Kelvin. Aux basses températures d'utilisation du détecteur, environ 0,3 Kelvin, le niobium est supraconducteur. Par conséquent la contribution des électrons est négligeable. Il reste la contribution du réseau à la chaleur spécifique. Elle est donnée par :

$$C_{Nb} = 8,62 \cdot 10^{-6} T^3 \quad [\text{en J.K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-3}] \quad (\text{III-14})$$

L'épaisseur du film de niobium est de 10 nm. Les brins ont une largeur de 0,01cm, et une longueur totale de 4,5 cm. Le volume total des liens est donc de :

$$V_{\text{liens}} = 4,5 \times 0,01 \times 10^{-6} = 4,5 \cdot 10^{-8} \quad \text{cm}^3 \quad (\text{III-15})$$

On en déduit la capacité calorifique des liens électriques à 0,3 K :

$$C_{\text{liens}} = V_{\text{liens}} \cdot C_{Nb} \approx 0,01 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-16})$$

### Capacité calorifique des chauffages

Les deux chauffages (10 nm) correspondent à un volume  $v_{\text{ch}} \approx 10^{-8} \text{ cm}^3$  de titane. La capacité calorifique des éléments en titane à 0,3 K vaut :

$$c_{\text{ch}} = (3,3 \cdot 10^{-4} T + 2,47 \cdot 10^{-6} T^3) \cdot v_{\text{ch}} \approx 1 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-17})$$

En ajoutant la contribution des deux paires de contacts en or, d'environ 0,3 pJ/K, la contribution totale des éléments de chauffage est de :

$$C_{\text{chauf}} = 1,3 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-18})$$

### Capacité calorifique totale (hors support)

On arrive à la capacité calorifique totale de la matrice de détecteurs :

$$C_{\text{tot}} = 5 \cdot C_{\text{élément}} + C_{\text{liens}} + C_{\text{chauf}} \approx 2,5 \text{ pJ/K, à 0,3K.} \quad (\text{III-19})$$

### Capacité calorifique du support

La contribution du support va dépendre du type de membrane utilisé. Par exemple, pour une membrane d'alumine de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, la capacité calorifique de la zone utile ( $\varnothing=6 \text{ mm}$ ) serait de l'ordre de 0,3 pJ/K à 0,3 K, qui contribuerait moins que les détecteurs. En perdant un ordre de grandeur sur l'épaisseur (10  $\mu\text{m}$ ), la capacité calorifique totale resterait de l'ordre de 6 pJ/K.

Cette performance est tout à fait prometteuse, si l'on considère l'un des objectifs de notre dispositif expérimental, à savoir la mesure des propriétés thermodynamiques de surfaces ou de films ultra-minces. Pour des films épais seulement de quelques couches atomiques, les capacités calorifiques en jeu à 0,3 K sont en effet de l'ordre de 10 pJ/K [25], si bien que la contribution calorimétrique d'une telle matrice de détecteurs serait tout à fait convenable.

### III-3-d Les masques pour le détecteur interdigité

Comme nous l'avons montré, la transition métal-isolant permet de réaliser un excellent thermomètre en film mince. La sensibilité du film thermométrique,  $\alpha = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT}$ , peut être ajustée à volonté, en modifiant la température  $T_0$  de la transition métal-isolant. En dérivant l'équation (I-8), nous obtenons en effet :

$$\alpha = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = \frac{1}{2} (T_0)^{\frac{1}{2}} T^{-\frac{3}{2}}$$

La recherche d'une valeur élevée de  $\alpha$  implique donc une augmentation de la température  $T_0$ , ce qui conduit malheureusement à des valeurs trop élevées de la résistance  $R$  du film thermométrique. L'utilisation d'un peigne interdigité permet de réduire cette impédance.

#### Le système interdigité

Un système interdigité est un motif déposé qui permet de réduire la résistance de l'élément en changeant le rapport géométrique, pour une résistivité du film donnée. La résistance  $R$  d'un film est donnée par :

$$R = \rho \frac{L}{l \cdot e} \quad (\text{III-20})$$

où  $\rho$  est la résistivité du film,  $L$  sa longueur,  $l$  sa largeur, et  $e$  son épaisseur.

Le détecteur interdigité est présenté sur la figure III-27. C'est un détecteur unique par opposition à la première réalisation de la matrice de détecteurs. L'objectif de cette réalisation est de montrer la faisabilité de créer un détecteur interdigité par des opérations de masquage mécanique. La méthode par lithographie est certes bien meilleure en précision mais n'est pas transférable en ultra-vide. L'intérêt du peigne interdigité est de réduire de façon simple et compacte la résistance du film thermométrique, en jouant sur le rapports

géométrique  $L/l$  (équation III-20). Ces films font couramment quelques nanomètres d'épaisseur et par conséquent ont des résistances qui peuvent monter à quelques  $G\Omega$ , ce qui complique leur utilisation. Ce problème a motivé la réalisation du peigne interdigité, afin de gagner entre un et deux ordres de grandeur sur la résistance. En fait, avec cette structure initiale, nous avons divisé par trois la taille de l'échantillon des premières mesures (voir la figure III-4), et divisé par plus de dix la résistance du film thermométrique, sans changer l'épaisseur du film.

Le détecteur interdigité nécessite cinq masques et quatre matériaux pour sa réalisation. Il est représenté sur la figure III-27. La partie grisée centrale représente le dépôt du film thermométrique et le film absorbeur, qui ont la même taille. C'est aussi la dimension de la membrane qui découple la partie centrale du reste du support avec les contacts externes.

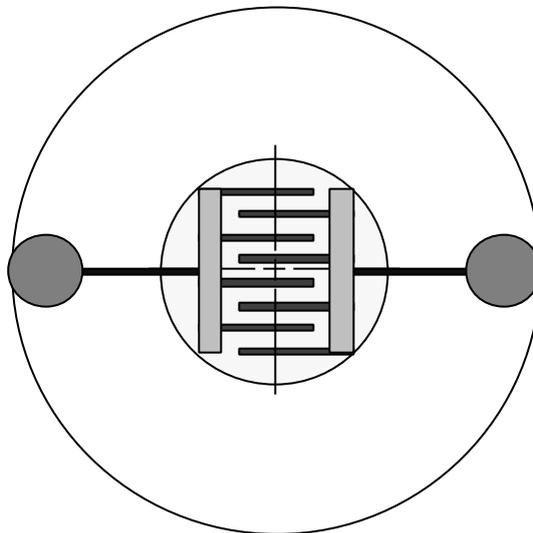


Figure III-27 : Le détecteur interdigité.

#### Contacts externes

Le masque des contacts externe permet de déposer deux surfaces de 1mm de diamètre (figure III-28). Le matériau utilisé pour les contacts est de l'or. L'espacement des deux plots de contacts est suffisant pour qu'ils soient à l'extérieur de la surface de la membrane sur laquelle le reste du motif est déposé.

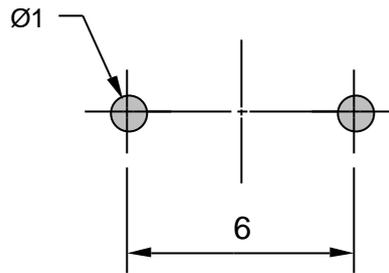


Figure III-28 : Le masque des contacts externes (dimensions en mm).

### Les liaisons électriques

Le niobium est utilisé pour les liaisons électriques qui forment le lien entre la partie centrale et les contacts externes (figure III-29). Le niobium a été choisi pour les mêmes raisons que précédemment dans le cas de la matrice de détecteurs.

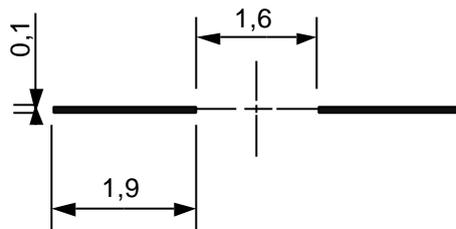


Figure III-29 : Masque des liaisons électriques (dimensions en mm).

### Le peigne

Le masque du peigne est le masque principal (figure III-30). Il est aussi le plus délicat par plusieurs aspects. Premièrement, par la précision des usinages. Le peigne est en réalité une superposition de deux masques : le masque des doigts interdigités et le masque d'interconnexion des doigts. Le masque critique des doigts interdigités, nécessite une précision meilleure que 0,02 mm. Deuxièmement, la dimension des plus petites ouvertures dans le masque, égale à 0,1 mm, est la même que l'épaisseur de la tôle. Dans ce cas les problèmes d'ombrage deviennent gênants, car les cibles ne sont pas exactement en face des masques. Pour réduire ces effets, la distance cible-substrat doit être la plus grande possible. Le peigne interdigité et actuellement réalisé en or.

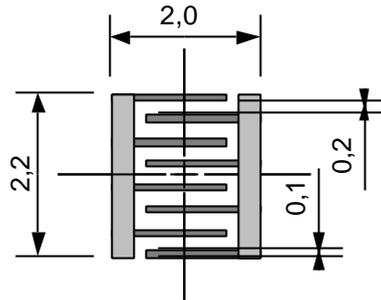


Figure III-30 : Le masque des doigts interdigités et le masque des interconnexions sont représentés superposés. Ils ont été grisés différemment pour qu'on puisse les distinguer (cotes en mm).

### Le thermomètre

Le masque du film thermométrique est le plus simple, comme on peut le constater sur la figure III-31. Son diamètre de 3 mm évite tout problème d'ombrage et donc de défaut d'homogénéité du film AuGe. Par commodité, ce masque est aussi utilisé pour déposer le film de bismuth absorbant. Chaque film est déposé sur une face opposée de l'échantillon, grâce au système de retournement.

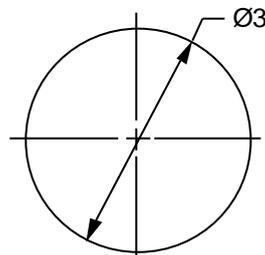


Figure III-31 : Le masque du film thermométrique et de l'absorbant consiste simplement en une ouverture circulaire de 3 mm. Cela permet de recouvrir entièrement le peigne.

### **III-3-e Évaluation de la capacité calorifique**

Nous allons évaluer la capacité calorifique de cet élément mono-détecteur interdigité. Comme précédemment, nous ne tiendrons pas compte de la contribution des contacts externes.

#### Capacité calorifique des liaisons électriques

Les deux liaisons électriques sont en niobium supraconducteur. Leur volume est de :

$$V_{\text{liens}} = 2 \times (0,19 \cdot 0,01 \cdot 10^{-6}) = 3,8 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \quad (\text{III-21})$$

La contribution du réseau à 0,3 K, la seule qui reste, est :

$$C_{\text{liens}} = V_{\text{liens}} \cdot C_{\text{Nb}} \approx 1 \text{ fJ/K} \quad (\text{III-22})$$

#### Capacité calorifique du peigne

Le peigne correspond à un volume d'or de :

$$V_{\text{peigne}} = 2,4 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^3 \quad (\text{III-23})$$

La capacité calorifique est donc, à 0,3 K :

$$C_{\text{peigne}} = V_{\text{peigne}} \cdot C_{\text{Au}} \approx 0,5 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-24})$$

#### Capacité calorifique du film thermométrique

Nous n'avons pas cherché à optimiser la dimension du film thermométrique. Le film consiste en un dépôt circulaire d'AuGe de diamètre 3 mm et d'épaisseur 15 nm, ce qui revient à un volume  $v_{\text{th}} = 1,1 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^3$ . La chaleur spécifique du film à 17% d'or à 0,3 K est donnée par l'équation (III-12), ce qui donne pour le film thermométrique :

$$C_{\text{th}} = C_{\text{AuGe}} \cdot v_{\text{th}} = 6,1 \cdot 10^{-6} \times 1,1 \cdot 10^{-7} \approx 0,7 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-25})$$

#### Capacité calorifique de l'absorbeur

La contribution de l'absorbeur en bismuth est significative, car pour réaliser l'adaptation électrique avec le vide, l'épaisseur du film doit être plus épaisse, typiquement de 60 nm. Son volume est de  $v_{\text{abs}} = 4,2 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^3$ , et sa capacité calorifique,  $C_{\text{abs}} = v_{\text{abs}} \cdot C_{\text{Bi}} \approx 0,72 \text{ pJ/K}$ .

#### Capacité calorifique du substrat

Considérons par exemple une membrane de saphir de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et de 4 mm de diamètre, ce qui donne un volume de  $1,3 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3$ . La chaleur spécifique du saphir à 0,3 K étant de  $9,5 \cdot 10^{-9} \text{ J/K.cm}^3$ , la capacité calorifique du substrat serait donc  $C_{\text{sub}} = 1,2 \text{ pJ/K}$ .

#### Capacité calorifique totale du détecteur

La capacité calorifique totale du détecteur est donc évaluée à :

$$C_{\text{détect}} = C_{\text{liens}} + C_{\text{peigne}} + C_{\text{th}} + C_{\text{abs}} + C_{\text{sub}} \approx 3,1 \text{ pJ/K} \quad (\text{III-26})$$

Ce résultat peut être encore amélioré jusqu'à 2 pJ/K, simplement en réduisant les dimensions des films thermométrique et d'absorbeur au strict nécessaire, et en utilisant le niobium pour le matériau du peigne. Dans ce cas le terme dominant devient le substrat de saphir. Il est évident qu'en abaissant la température, des gains substantiels sont possibles. On remarque sur le tableau III-5 que l'on peut gagner un ordre de grandeur sur la capacité calorifique totale du détecteur en abaissant la température de 0,3K à 0,1K.

Capacité calorifique [J/K]					
	1,2K	0,6K	0,3K	0,2K	0,1K
Thermomètre	2,0E-11	3,0E-12	6,8E-13	3,5E-13	1,4E-13
Substrat	7,9E-11	9,8E-12	1,2E-12	3,6E-13	4,6E-14
Absorbeur	3,9E-11	5,0E-12	7,2E-13	2,6E-13	6,3E-14
Peigne	3,7E-12	1,2E-12	5,1E-13	3,3E-13	1,6E-13
Liaison	5,7E-14	7,1E-15	8,8E-16	2,6E-16	3,3E-17
<b>Total</b>	1,4E-10	1,9E-11	3,1E-12	1,3E-12	4,1E-13

Tableau III-5 : Contribution des divers éléments du détecteur interdigité et sa capacité calorifique totale à différentes températures.

On remarque que la contribution du film thermométrique est faible relativement à l'ensemble, pour des températures supérieures à 0,3K. On peut envisager d'augmenter l'épaisseur du film AuGe pour réduire la résistance électrique si nécessaire, sans qu'il n'y ait trop de répercussions sur la capacité calorifique. Au-dessous de 0,3 K, le terme dominant est le film thermométrique.

La capacité calorifique du saphir domine, sauf aux plus basses températures. L'épaisseur du saphir considérée est de 10  $\mu\text{m}$ , mais il est difficile de diminuer cette épaisseur. Il est possible de réduire sa contribution en diminuant son volume en créant des ouvertures. Cette solution sera utilisée de façon à moduler la valeur de la fuite thermique du détecteur.

La capacité calorifique totale du détecteur est de 0,14 nJ/K à 1,2 Kelvin, qui est la température minimale habituelle d'un cryostat  $^4\text{He}$  pompé. Cette valeur est suffisamment petite pour rendre possible des expériences sans avoir à utiliser des cryostats à dilution, plus difficiles à employer.

### III-3-f Estimations des performances

La résolution limite est donnée par les fluctuations thermodynamiques décrites par l'équation (III-27).

$$\Delta E = \sqrt{k_B T^2 C} \quad (\text{III-27})$$

où C est la capacité calorifique totale, et T la température de fonctionnement du bolomètre.

Pour notre détecteur, et en utilisant les valeurs du tableau III-5, on peut calculer cette résolution pour différentes températures. Ces valeurs sont résumés dans le tableau III-6.

Température	$\Delta E$ (eV)
0,1	1,5
0,2	5,3
0,3	12
0,6	61
1,2	330

Tableau III-6 : Résolution estimée pour le détecteur à différentes températures.

Nous allons estimer les performances du détecteur appliqué à la détection d'ions  $^4\text{He}$ , appelés "particules alpha", provenant par exemple d'une source de  $^{241}\text{Am}$ , avec une énergie de 5,48 MeV.

Pour la détection de particules alpha, le saphir est un bon absorbeur. Pour une particule alpha de 5,48 MeV, la distance d'arrêt ou d'absorption dans le saphir est d'environ 0,12 mm [26,27]. L'épaisseur du substrat doit être portée à 0,2 mm. Dans ce cas, le volume du substrat est de  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3$ , sa capacité calorifique à 0,3 K est de 24 pJ/K. La capacité calorifique totale du détecteur avec le peigne, le film thermométrique et les liaisons électriques, vaut alors 25 pJ/K, ce qui conduit à une résolution thermodynamique  $\Delta E$  de 35 eV. La résolution relative sur la mesure de l'énergie de la particule  $\alpha$  est donc en principe de :

$$\frac{\Delta E}{E} \approx \frac{35}{5,48 \cdot 10^6} \approx 10^{-5}$$

Évidemment ceci est la résolution théorique, car nous n'avons pas tenu compte des répercussions du bruit de l'électronique de mesure et des bruits de conversion d'énergie dans le saphir. En reprenant les valeurs typiques pour le bruit électronique dans la résistance de  $10\text{ M}\Omega$  du bolomètre, de 150 eV, et le bruit du préamplificateur, de 200 eV, alors la résolution pratique dans ce cas est de 390 eV. La résolution pratique est donc d'environ 0,1 ‰. Cette résolution est excellente, bien que l'absorbeur ne soit pas optimisé.

Ce résultat peut être comparé au cas de particules  $\alpha$  de même énergie, détectées avec une largeur à mi-hauteur de 10,5 keV [28], ce qui correspond à une résolution relative de 2 ‰, cela à une température de 0,38 K. Cependant, ce dernier résultat est obtenu avec un absorbeur trop fois plus petit que dans notre cas, ce qui permet d'envisager que nous pourrions encore améliorer notre résolution si nous diminuons la quantité d'absorbeur dans la même proportion.

# **Chapitre IV :**

# **Microbolomètres**



## **Chapitre IV : Microbolomètres**

### **IV-1 Gravure et imagerie par faisceau d'ions focalisé**

#### **IV-1-a Introduction**

Ce chapitre présente une méthode originale de fabrication de microbolomètres. Nous montrerons que la mise au point d'un matériau thermométrique film mince performant permet la conception et la réalisation de micro détecteurs thermiques de très faibles dimensions (les éléments de la structure ont une dimension d'environ  $0.5 \mu\text{m}$ ). Les applications ultra-vide envisagées dans le futur ont imposé l'utilisation d'un outil de gravure compatible avec l'environnement UHV. Ceci nous a conduit à développer un dispositif de gravure et d'imagerie par faisceau d'ions focalisé en ligne avec notre environnement UHV.

La première partie de ce chapitre présentera le dispositif de gravure et d'imagerie. Nous décrirons ensuite son principe de fonctionnement et ses réglages, puis les étapes de la fabrication, le résultat obtenu ainsi que les performances théoriques d'un bolomètre d'une dimension latérale de  $10 \mu\text{m}$ .

Cette source d'ions, son dispositif de balayage et de collection des électrons secondaires peuvent être aussi utilisés comme un microscope à balayage. L'ensemble permet, en lien avec le reste de notre dispositif UHV, de réaliser des cycles de dépôt, gravure et imagerie, sans retour à l'air. Le dispositif de gravure, basé sur une source d'ions focalisée, se prête bien à une utilisation dans un environnement ultra-vide. Sa résolution est bonne :  $40 \text{ nanomètres}$  [1,2]. Sa faible vitesse de gravure,  $0,1 \mu\text{m}^3$  par seconde, ne pose aucun problème lorsqu'il est utilisé pour graver des films d'épaisseur submicronique.

Le faisceau d'ions focalisé est constitué d'une source d'ions à métal liquide, ainsi que d'un dispositif de focalisation et de déviation électrostatique du faisceau, qui permet de déplacer l'image de la source à la surface de la zone gravée. L'enceinte, sur laquelle il est placé, contient un dispositif mécanique de positionnement et de transfert de l'échantillon, ainsi qu'un dispositif de collection des électrons secondaires résultant de l'impact des ions sur la surface.

Ce dispositif original ouvre de nombreuses perspectives. Il est utilisé dans ce projet pour graver des films minces et des membranes d'épaisseur micronique destinées à la détection thermique.

#### IV-1-b Le dispositif de gravure

##### La source d'ions à métal liquide

La source est du type source d'ions à métal liquide (SIML). Elle nous a été fournie par la société Orsay Physics [3]. Les caractéristiques de cette source permettent un usage relativement facile, prolongé et fiable, grâce à sa construction robuste et simple. La source est constituée d'un enroulement de fil de tungstène et d'une aiguille, également en tungstène, soudée par points en son centre. L'enroulement est utilisé comme chauffage pour la réserve de métal qui se trouve entre les spires. La pointe est du type épingle à cheveux ("hairpin") à chauffage direct. Elle est présentée sur la figure IV-1.

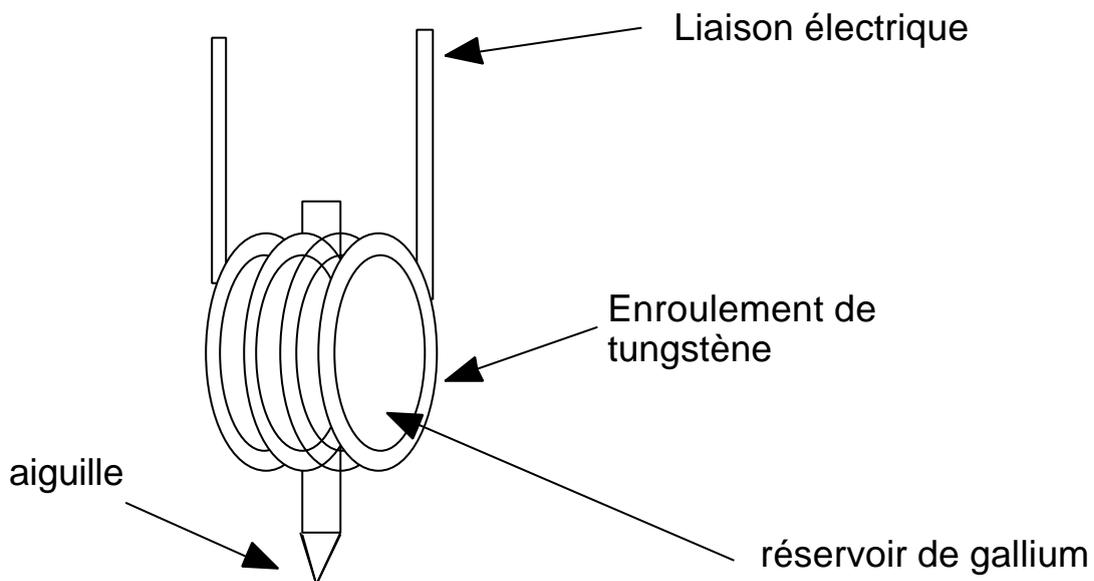


Figure IV-1 : Montage de la pointe avec son dispositif de chauffage.

Le métal source des ions est le gallium. La faible tension de vapeur et la basse température de fusion du gallium de 29,8°C réduisent les problèmes de chauffage et d'évaporation dans le bâti. Son affinité avec le tungstène est

suffisante pour bien mouiller l'aiguille, sans la dissoudre. Elle présente ainsi une faible impédance au flux du métal liquide et donc une excellente stabilité de la source. Le chauffage permet la fusion du gallium, qui reste liquide même après coupure de celui-ci par suite d'un phénomène de surfusion.

Soumis aux forces de tensions superficielles, une goutte liquide se forme en bout d'aiguille en forme de ménisque. La pointe de tungstène mouillée par le gallium liquide est placée à 0,5 mm du diaphragme d'extraction. Lorsqu'une tension d'environ 10 kV est appliquée entre la pointe et le diaphragme, soit 20 MV/m, le ménisque s'allonge en forme de cône. Ce cône, dit "cône de Taylor" [4], est responsable de l'émission des ions formés par les atomes du métal liquide. L'ensemble de la source est porté à un potentiel variable pouvant atteindre 30 kV. Ceci permet d'ajuster l'énergie du faisceau d'ions. La figure IV-2 nous montre les deux étapes de la formation d'un cône de Taylor.

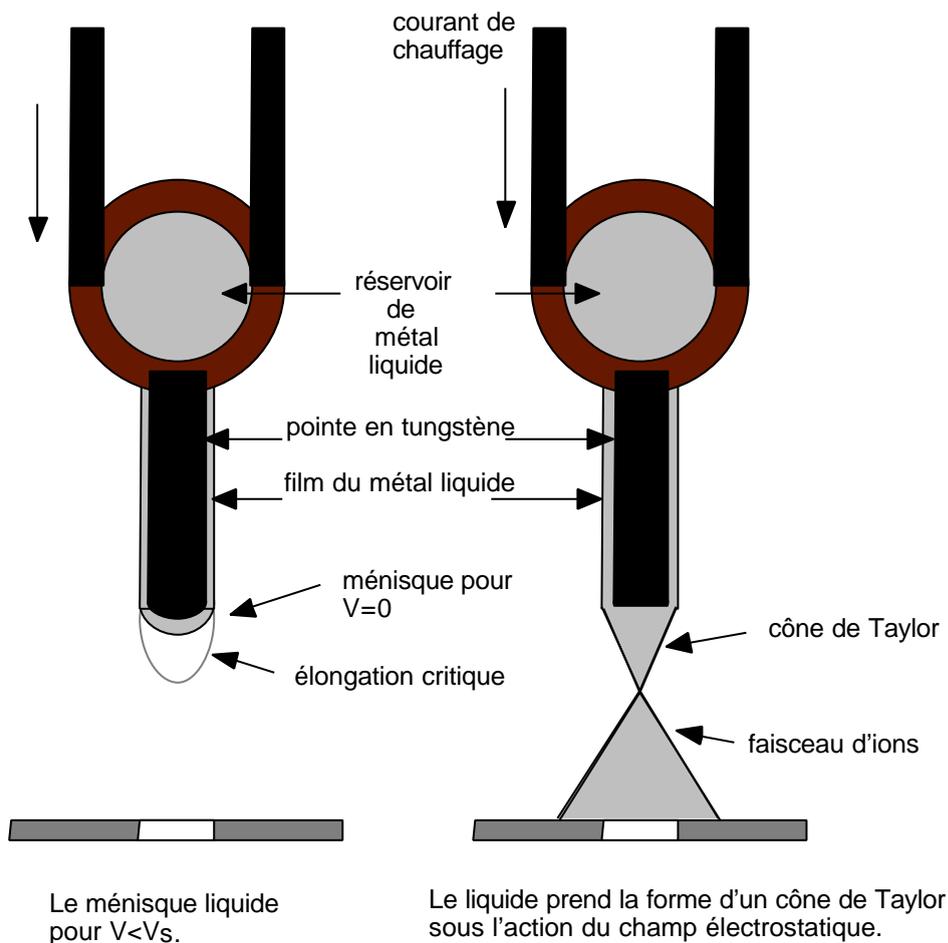


Figure IV-2 : Formation du cône de Taylor sous l'action du potentiel  $V$ .

### IV-1-c Caractéristique de la source d'ions à métal liquide

Comme nous l'avons évoqué précédemment, la pointe appelée cône de Taylor est à la fois stabilisée par le champ électrique, et responsable de l'émission ionique. Sur la figure IV-3, nous avons tracé le courant d'émission ionique en fonction du tension d'extraction. Après amorçage du faisceau d'ions, et pour des tensions supérieures à  $V_s$ , le courant augmente fortement. On peut maintenant réduire le courant d'ions en réduisant la tension jusqu'à la tension d'extinction  $V_e$ , inférieure à  $V_s$ . Nous sommes donc en présence d'un phénomène métastable, cependant après amorçage la pente de la caractéristique courant-tension est extrêmement forte, et bien reproductible pour des tensions supérieures à  $V_e$ . Elle est représentée en trait gras sur la figure IV-3, et elle s'étend du seuil d'extinction  $V_e$  à la région de fort courant ionique. C'est dans la partie inférieure cette zone, au voisinage de  $V_e$ , que l'on obtient la plus petite dimension de la source d'ions et la meilleure résolution. En contrepartie, le courant ionique est faible.

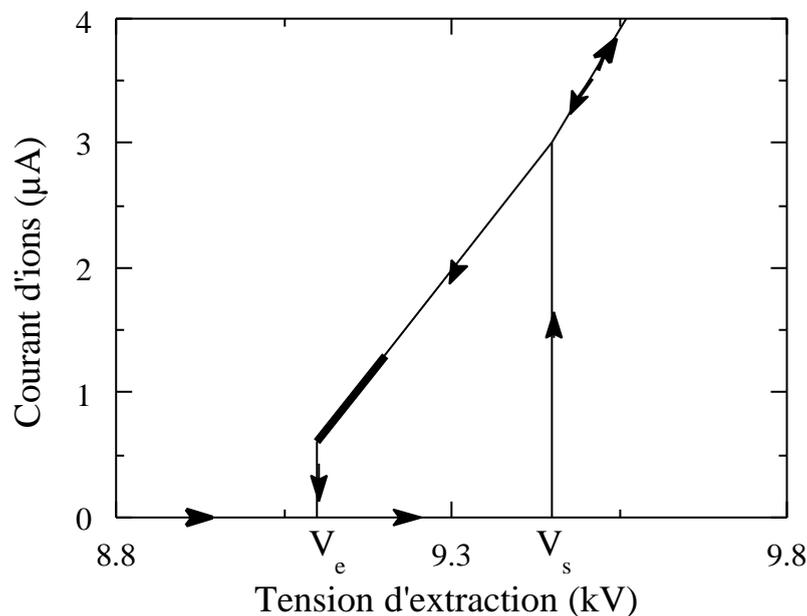


Figure IV-3 : Courant ionique émis par la source de métal liquide, en fonction du potentiel d'extraction entre la pointe et le diaphragme.

Il en va tout autrement du seuil d'amorçage, qui dépend de manière critique de l'état de surface du métal de la pointe. De ce point de vue l'installation dans un environnement UHV est un atout. Une petite pompe ionique, assignée

exclusivement au pompage de la zone d'extraction ionique, permet de maintenir en fonctionnement un vide d'environ  $10^{-9}$  Torr, qui assure un comportement extrêmement stable et régulier de la source. Une vanne permet d'isoler la source d'ions de son optique de focalisation et de balayage. La forte pente de la relation entre le courant ionique et la tension d'extraction pose le problème particulier de la stabilité des alimentations qui fournissent les potentiels responsables de l'extraction. Nous avons utilisé des alimentations haute tension bien stabilisées, avec un  $\Delta U/U$  inférieur à  $10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  [1]. Cependant une dérive à long terme probablement d'origine thermomécanique apparaît. Elle interdit la gravure d'objets très complexes, à résolution maximale, si un dispositif de corrections des dérives n'est pas mis en place. De fait, le domaine de fonctionnement stable et conduisant à une source d'ions de faibles dimensions est limité au voisinage du seuil  $V_e$ . En pratique, il n'est donc pas possible de modifier sur plusieurs ordres de grandeurs le courant d'ions en jouant sur la tension d'extraction. Le choix du courant d'ions doit être réalisé en sélectionnant la partie centrale du faisceau, grâce à un diaphragme de sélection situé entre les deux lentilles L1 et L2, comme indiqué sur la figure IV-4.

Schématiquement, le fonctionnement de l'optique peut être décrit de la manière suivante : la première lentille forme à partir de la source un faisceau d'ions de divergence nulle, de direction parallèle à l'axe optique L1-L2. Le diaphragme permet de prélever dans la zone centrale du faisceau une région circulaire de taille variable. En pratique on dispose de cinq diaphragmes, que l'on commute manuellement sous vide. La lentille L2 focalise ce qu'il reste de ce faisceau parallèle pour former une image de la source dans le plan objet, situé à environ 20 mm de la lentille L2.

#### **IV-1-d La procédure de réglage et d'alignement du faisceau**

Les optiques électrostatiques sont les seules qui puissent être mises en œuvre pour obtenir facilement des effets de focalisation sur un faisceau d'ions lourds de gallium ou d'or d'une vingtaine de kV, sur des distances inférieures au décimètre. En contrepartie, elles possèdent de multiples aberrations [5], ce qui impose un alignement très rigoureux de la colonne. Le schéma de principe présenté sur la figure IV-4 permet de comprendre les degrés de liberté dont nous disposons pour réaliser cet alignement. Contrairement aux optiques électroniques, qui permettent d'obtenir un facteur de réduction très important, les optiques ioniques utilisées ici ne réalisent qu'un simple transfert d'image. En

conséquence, les procédures d'alignement sont beaucoup plus délicates. C'est pourquoi nous les décrivons avec précision.

Les deux points fixes de la colonne de focalisation sont les deux centres des lentilles électrostatiques L1 et L2. Une bonne focalisation sera obtenue lorsque le faisceau passera exactement par le centre optique de chacune de ces lentilles. La procédure d'alignement consiste donc à déplacer la source d'ions et le diaphragme de sélection du courant d'ions pour les placer sur la droite L1-L2.

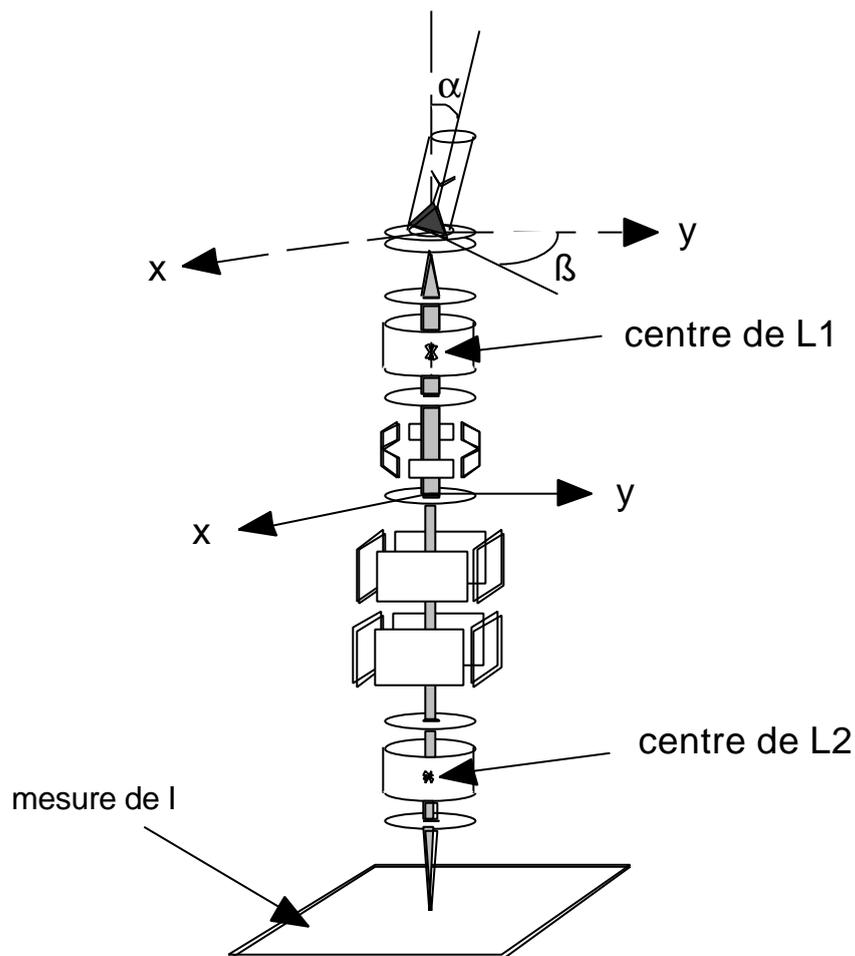


Figure IV-4 : Source d'ions, son optique, et degrés de liberté mis en œuvre pour l'alignement de la source et de l'optique.

Afin de permettre cet alignement, la source d'ions est montée sur un soufflet qui permet deux déplacements  $x$  et  $y$  et deux déplacements angulaires  $\alpha$  et  $\beta$ . Les alignements des déviateurs  $x$  et  $y$ , ainsi que celui de l'octopole du stigmatiseur, sont réalisés électriquement en créant une dissymétrie sur les tensions aux bornes des plaques des déviateurs. Lorsque le faisceau ne passe pas exactement par le

centre du déviateur, les deux électrodes  $x_a$  et  $x_b$  ne jouent plus exactement le même rôle. Cette perte de symétrie provoque une déviation du faisceau qui, à son tour, provoque un déplacement apparent de l'image, formée en balayant la surface dans le plan objet. C'est ce déplacement apparent qui est utilisé pour aligner le faisceau. Le diaphragme, que l'on doit aussi aligner, possède deux degrés de liberté en x et y.

#### **IV-1-e Alignement de la source et interdépendance des réglages.**

La difficulté principale provient de la très forte interdépendance des réglages. On cherche donc à mettre en œuvre une procédure qui tende à séparer les contributions des différents éléments. La première étape de l'alignement consiste à placer grossièrement le centre de la source et la direction d'émission des ions dans la direction de l'axe de symétrie de la colonne. Les lentilles L1 et L2 ne sont pas utilisées. On sélectionne simplement le diaphragme de taille maximum, de manière à minimiser son rôle et l'on mesure le courant d'ions reçu dans le plan objet. La source est alors déplacée pour maximiser le courant ionique reçu par le porte échantillon.

Un réglage plus précis est ensuite obtenu en effectuant un balayage centré et symétrique de la surface d'un échantillon uniforme et en analysant l'image (une tache lumineuse) fournie par les électrons secondaires. On ajuste alors le gain du photomultiplicateur, de façon à obtenir une tache lumineuse qui révèle la distribution spatiale de la densité ionique autour de l'axe du faisceau (figure IV-4). La source est alors déplacée pour que la tache soit située au centre de l'écran. Ceci provoque une augmentation du courant reçu par le porte-substrat. On réduit le gain du photomultiplicateur pour obtenir sur l'écran une zone lumineuse plus ou moins centrée et l'on recommence la procédure d'alignement de la source.

#### **IV-1-f Alignement du diaphragme sur le centre de la lentille objet L2.**

Le même balayage centré et symétrique est utilisé pour former l'image à vitesse vidéo de la surface d'un échantillon bien contrasté. La seule polarisation électrique de la lentille L2 permet avec un diaphragme suffisamment grand de focaliser les ions dans le plan objet. C'est cette image qui peut être utilisée pour parfaire l'alignement. Pour ce faire, la tension de L2 est légèrement modulée à une fréquence de l'ordre du Hertz. Si le faisceau ne passe pas exactement par le centre de L2, la dissymétrie du potentiel électrique provoque une déviation latérale du faisceau dans la direction du décentrage. Cette déviation du faisceau provoque donc un glissement de l'image. La modulation de L2 conduit ainsi à un déplacement périodique de l'image à la fréquence de modulation de L2, dans la direction du décalage. L'alignement du diaphragme sur l'axe de la source avec L2 est obtenu lorsque la modulation ne provoque plus aucun déplacement de l'image.

La même procédure de modulation de la tension est utilisée sur L1 pour vérifier que l'axe de cette lentille se trouve bien sur l'axe source-L2-diaphragme. Si l'on n'observe aucun déplacement de l'image, l'alignement est terminé, si à l'inverse l'image se déplace, c'est la source puis le diaphragme qui doivent être déplacés dans la direction opposée. La procédure doit alors être reprise à l'étape de l'alignement de L2. Cette procédure est longue mais elle permet par itération de réaliser systématiquement un excellent alignement de la colonne.

#### **IV-1-g Le réglage de l'octopole du stigmatiseur.**

Le réglage du stigmatiseur ne joue un rôle que pour obtenir une focalisation très fine du faisceau. Cette focalisation ne peut être obtenue que pour de faibles courants d'ions, soit dans l'utilisation en microscope à balayage ionique, soit lorsque la résolution ultime du dispositif est recherchée. Ce réglage ne concerne donc que les diaphragmes les plus petits correspondant à des courants d'ions inférieurs à 100 pA. La même technique de modulation est utilisée pour ajuster les valeurs de tension du stigmatiseur. On utilise pour ce faire un objet bien contrasté, qui présente des lignes fines parallèles aux directions de balayage x et y. Pour chaque direction x ou y, on ajuste les tensions de l'octopole et la position du diaphragme pour produire une image la plus fine possible des lignes de l'objet.

La difficulté principale de ce dispositif tient au fait que tous ces réglages sont interdépendants. Ceci a une conséquence sur le réglage du diaphragme. Le porte-diaphragme permet, grâce à un choix de cinq diaphragmes de tailles

croissantes, d'ajuster le courant ionique reçu par l'objet entre 50 et 2000 pA. Comme la résolution ultime ne peut être obtenue que pour le diaphragme le plus faible, on aurait souhaité pouvoir modifier le diaphragme au cours d'une opération de gravure, pour alterner des découpes grossières mais rapides avec des découpes fines mais lentes.

Cette procédure s'est révélée très lourde, car la modification du diaphragme entraîne actuellement une reprise de nombreux réglages. Ce problème pourrait être résolu soit par un dispositif de réglage mécanique du diaphragme parfaitement reproductible, soit par une procédure de réglage automatique de l'alignement du faisceau. Toutes deux sortent du cadre de la présente étude.

## IV-2 Manipulation de l'échantillon

### **IV-2-a Le pompage de l'enceinte principale et la source**

Le pompage de la source est assuré par une petite pompe ionique d'une capacité de pompage de  $25 \text{ l.s}^{-1}$ . Elle assure un vide limite de  $10^{-9}$  Torr lorsque la source est en activité. La qualité du vide autour de la pointe est une condition nécessaire à une bonne durée de vie de la pointe. L'étuvage de la source est réalisé à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  en utilisant au préalable les conditions standard de nettoyage UHV.

### **IV-2-b Le dispositif de positionnement de l'échantillon**

Le dispositif de déviation électrostatique du faisceau d'ions ne permet d'explorer qu'une zone réduite de la surface à graver. Cette zone carrée de  $300 \text{ } \mu\text{m}$  de côté est réduite à  $100 \text{ } \mu\text{m}$  lorsque l'on recherche la résolution maximum. En effet, par suite des aberrations des optiques électrostatiques, le dispositif de déviation ne peut maintenir la meilleure focalisation du faisceau que pour de faibles déviations [5]. Il est donc indispensable de déplacer l'échantillon mécaniquement sous la source d'ions, si l'on désire graver un champ de dimension supérieure à  $300 \text{ } \mu\text{m}$ .

Le dispositif de déplacement mécanique doit permettre de couvrir un champ carré de  $15 \text{ mm}$  de côté. Il doit être compatible avec l'environnement UHV, posséder une résolution meilleure que  $50 \text{ } \mu\text{m}$ , et présenter une stabilité mécanique au moins égale à la taille du faisceau, soit  $40 \text{ nm}$ .

La précision absolue n'a pas besoin d'être meilleure que la résolution car, comme nous le verrons dans ce qui suit, le dispositif d'imagerie peut être utilisé pour connaître avec précision la position de l'échantillon.

#### **IV-2-c Limitations des vibrations**

Afin de s'affranchir des phénomènes de vibrations mécaniques transmises par le support, l'ensemble du dispositif UHV est installé sur une dalle de marbre montée sur amortisseurs, qui présente une fréquence de coupure ( un filtre passe-bas), à 2 Hz. L'ensemble du dispositif mécanique est suffisamment rigide pour se comporter comme un filtre passe-haut. La fréquence de résonance pour les déplacements transversaux a pu être déterminée en analysant les battements produits avec la fréquence de balayage vertical du faisceau d'ions. Grâce au filtre passe-bas, cette fréquence n'est jamais excitée, et nous disposons d'un excellent découplage des vibrations transmises par le sol.

#### **IV-2-d Le dispositif de positionnement de l'échantillon**

Le dispositif de déplacement mécanique UHV a été conçu et réalisé de manière à satisfaire aux exigences présentées ci-dessus. Il est présenté sur la figure IV-5. Il comprend trois mouvements de translations, en x, en y et en z, et un mouvement de rotation. La contrainte d'un environnement UHV, de bonne qualité et facile à étuver en moins de 12 heures, impose une température d'étuvage de 300 °C. Le dispositif mécanique est donc réalisé complètement en acier inoxydable, à l'exception du ressort de précontrainte.

La difficulté principale provient des dilatations thermiques du système mécanique pendant la période d'étuvage. La stabilité mécanique de 40 nm ne peut être réalisée que grâce à une mécanique très rigide et sans jeux. Ces conditions ont pu être réalisées grâce au dispositif de glissières présenté sur la figure IV-6. Le chariot A peut se déplacer sur deux arbres guidés par trois points d'appui.

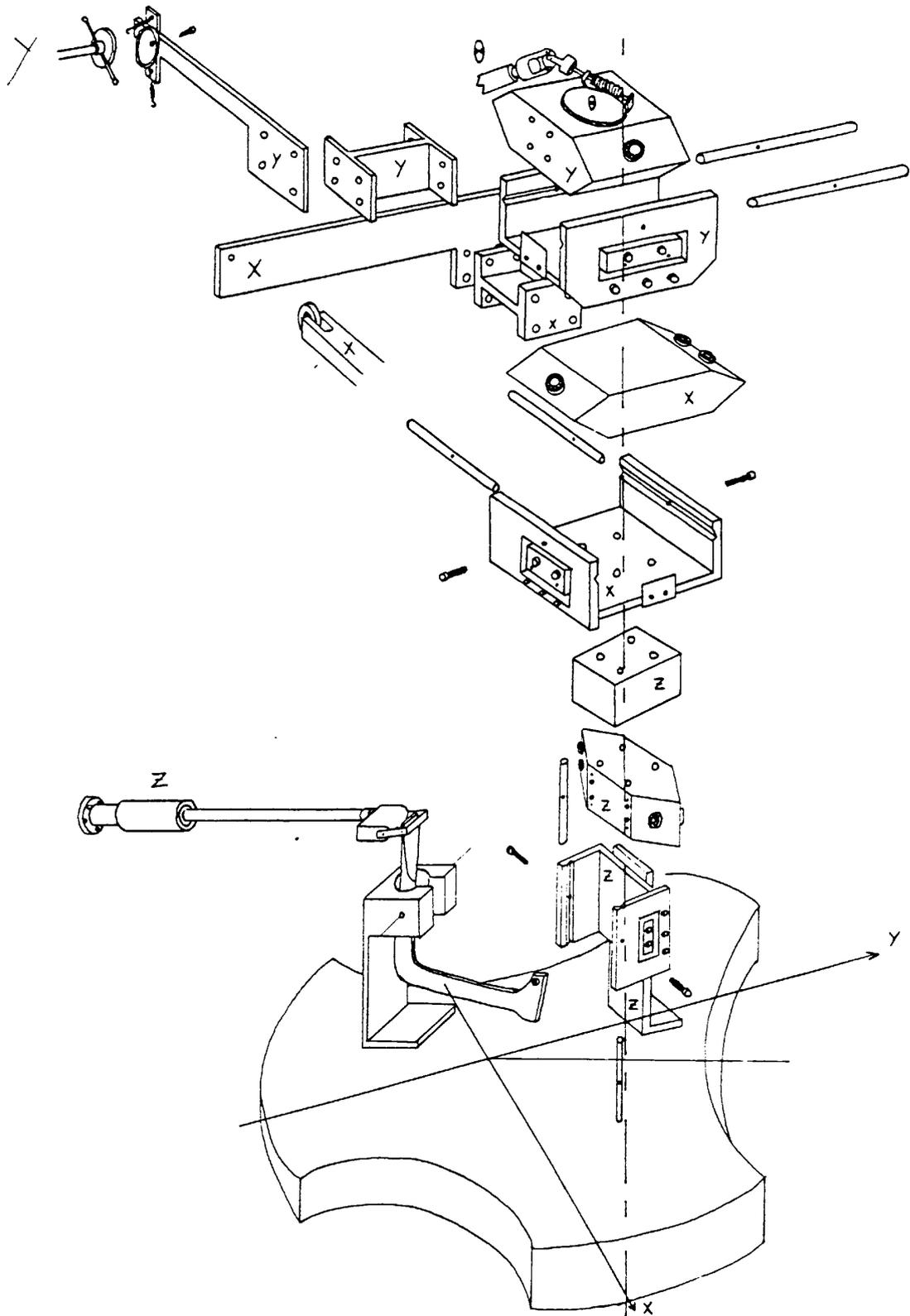


Figure IV-5 : Vue d'ensemble éclatée du dispositif de positionnement X,Y,Z, $\Theta$ .

La réalisation mécanique conduit à un parallélisme aussi parfait que possible des axes. Les points d'appui sont réalisés par trois ensembles de roulements à billes inoxydable de faibles dimensions [6] lubrifiées au bisulfure de tungstène.

Il est essentiel que la force d'appui des billes sur le chemin de roulement ne dépasse pas la limite élastique, au cours de l'étuvage à 300°C. Dans ce but, les deux arbres ne sont pas fixés rigidement mais leur position d'appui sur le chariot est imposée par un ressort B qui détermine la force d'appui et assure le rattrapage du jeu. Dans ces conditions, le système peut être étuvé statiquement, c'est-à-dire sans déplacement mécanique à 300 °C, et sans risque de blocage mécanique.

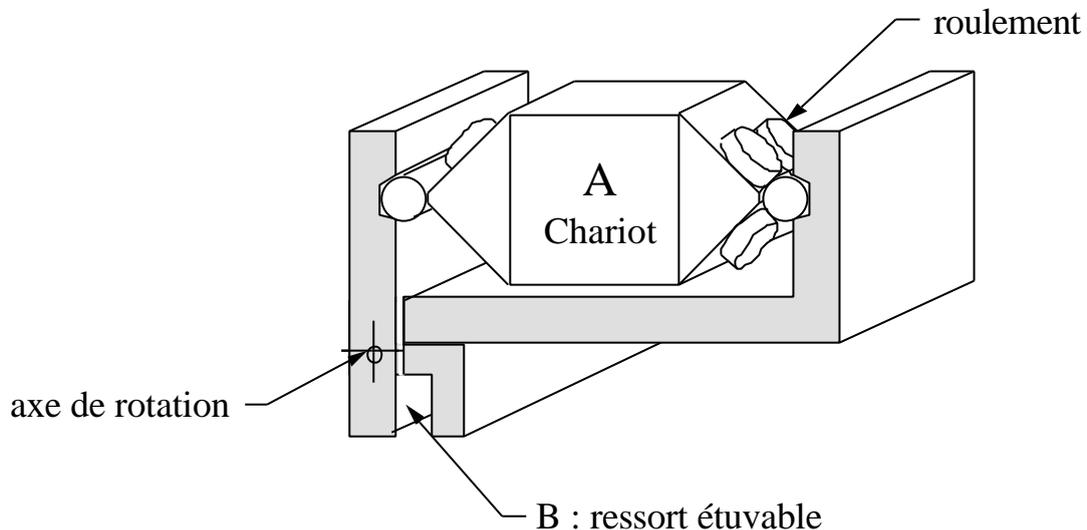


Figure IV-6 : Glissière UHV utilisée pour le mouvement mécanique de haute stabilité.

Le mouvement de rotation est présenté sur le haut de la figure IV-5. Le train d'engrenage, roue et vis sans fin, est monté avec un petit jeu qui est rattrapé par le ressort axial. Le dispositif de commande mécanique est réalisé grâce à un ensemble de trois translations à soufflet métallique. Le jeu est ici aussi rattrapé par des ressorts. Pour le déplacement supérieur x, le déplacement est assuré par le dispositif présenté en haut à gauche de la figure IV-5. Une bille, de diamètre 3 mm, est placée entre deux coupelles. Elle permet la transmission d'un mouvement axial tout en laissant toute liberté aux mouvements y et z. Ce dispositif a donné d'excellents résultats : il permet le déplacement de l'échantillon dans un environnement UHV.

#### **IV-2-e Le transfert de l'échantillon et la mesure du courant d'ions.**

Sur la partie supérieure du mouvement mécanique est fixé un dispositif réceptacle porte-échantillon de type axial pouvant recevoir un disque porte-échantillon (voir la section II-4). Ce réceptacle est isolé de la masse par une rondelle d'alumine. Il est relié par un conducteur souple à un passage électrique UHV qui permet de mesurer les charges déposées sur l'échantillon par le faisceau. Pour mesurer le courant d'ions, le faisceau est d'abord utilisé pour graver un trou profond qui sera utilisé comme une cage de Faraday de manière à éviter que le courant électronique secondaire vienne fausser la mesure du courant d'ions. Cette mesure est très importante, d'une part pour calibrer le taux de gravure, d'autre part pour l'alignement de la colonne ionique, le meilleur alignement étant obtenu pour un maximum du courant d'ions.

Le transfert de l'échantillon est réalisé à partir du bâti de transfert en utilisant une canne à couplage magnétique portant un réceptacle porte-échantillon latéral. La rotation et le déplacement z du mouvement xyz sont tous deux utilisés pour effectuer le transfert de l'échantillon. Ce transfert peut être réalisé sans modifier les réglages de la source d'ions. La seule contrainte concerne le photomultiplicateur, qui doit être mis hors service pour éviter de le saturer avec la lumière utilisée pour observer le porte échantillon pendant le transfert.

#### **IV-2-f Le mode vidéo analogique**

Comme nous l'avons vu précédemment, l'alignement de la colonne ionique est réalisé pour l'essentiel en observant le glissement de l'image lorsque l'on module les tensions des lentilles et l'énergie des ions. L'observation du mouvement de l'image est effectuée grâce à un système de balayage et d'acquisition fonctionnant à vitesse vidéo (voir la figure IV-7). Le balayage est effectué en dents de scie, non entrelacées, à une vitesse de 25 images par seconde et une fréquence de ligne de 16 kHz. Le générateur de balayage fournit à la fois les tensions de balayage x et y, ainsi que les signaux de synchronisation utilisés par le moniteur TV pour former l'image à partir du signal des électrons secondaires convenablement amplifié et mis en forme.

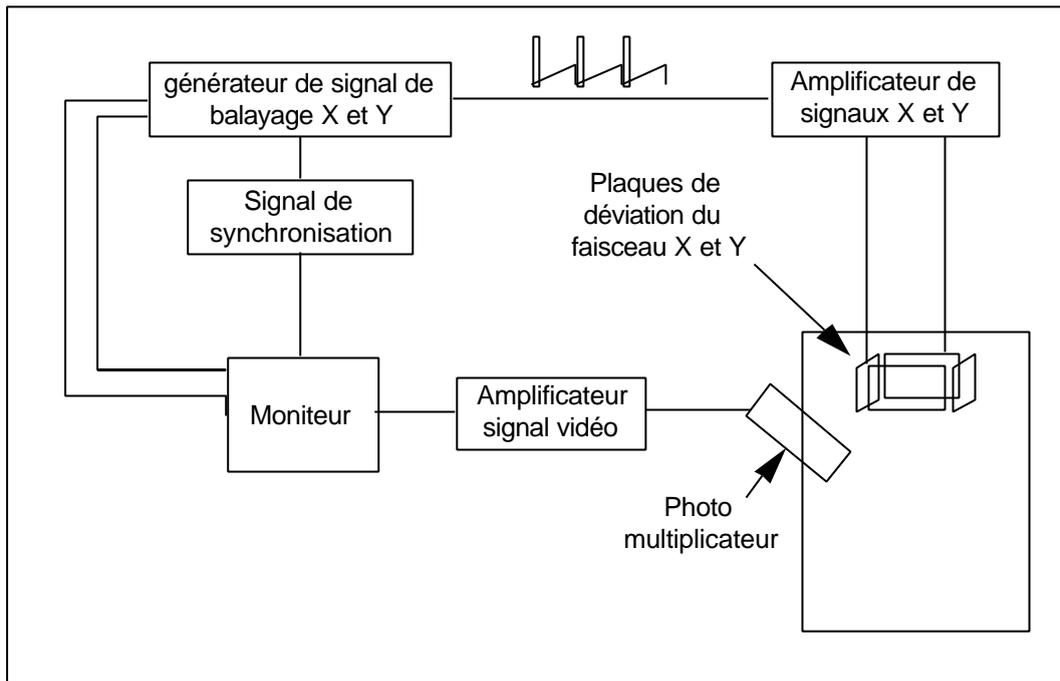


Figure IV-7 : Schéma de principe du système de balayage et d'acquisition.

Le déviateur électrostatique du faisceau d'ions possède pour chaque voie x ou y la même sensibilité de  $1 \mu\text{m.V}^{-1}$ . Le dispositif de déviation est attaqué par deux signaux en opposition de phase fournis par un montage amplificateur en pont. Ils permettent de balayer un champ de  $100 \mu\text{m}$  par  $100 \mu\text{m}$  à vitesse vidéo. Un soin particulier a été apporté à la réalisation pour protéger les amplificateurs contre d'éventuelles surtensions en provenance de la partie haute tension de la source d'ions, et contre les courts-circuits.

Le signal vidéo est formé à partir des électrons secondaires résultant de l'impact des ions. Le scintillateur, porté à un potentiel pouvant atteindre 12 kV, est formé par une couche active recouverte par une mince couche d'aluminium transparente aux électrons de haute énergie et jouant le rôle de réflecteur pour les photons créés par l'impact des électrons. Cette couche est déposée sur la face avant d'un cylindre de verre qui sert tout à la fois de support mécanique, d'isolant électrique et de guide de lumière. Ce cylindre est placé au centre d'un tube qui permet d'écranter le potentiel haute tension du scintillateur, et de modifier le taux d'électrons secondaires collectés. Le potentiel de ce tube peut être ajusté entre -300 et +300 Volts. Il permet alors de collecter une bonne partie des électrons secondaires qui quittent la surface de l'échantillon.

Ce dispositif de collection est placé sur la face interne d'une fenêtre UHV en verre, qui permet au photon transmis par le guide de lumière d'être injecté dans la

photocathode d'un photomultiplicateur situé à l'extérieur de l'enceinte UHV. Ce dernier est polarisé entre -300 et -1700 Volts, selon le gain recherché. L'anode est mise à la masse par une résistance de 1 k $\Omega$ , ce qui conduit à une bande passante de l'ordre de 100 MHz. Le photomultiplicateur est suivi d'un amplificateur vidéo de gain 10, qui réalise une adaptation d'impédance à 50  $\Omega$ . Pour l'utilisation en mode analogique vidéo, cet amplificateur est suivi d'un amplificateur intégrateur et d'un décalage de niveau qui permet de régler séparément la luminosité et le contraste.

Pour l'utilisation en mode numérique, le signal est envoyé sur un échantillonneur-bloqueur qui possède un temps d'ouverture de porte de 100 ns. Ce système d'acquisition numérique permet d'échantillonner au rythme de 10 MHz. Dans ces conditions, pour un courant ionique de 50 pA et pour un rendement électronique unitaire, le courant électronique correspond à 30 électrons par période d'acquisition. En supposant que les fluctuations peuvent être correctement décrites par une loi gaussienne, ceci correspond à un rapport signal-sur-bruit fondamental de 6, qui est tout juste suffisant pour former une image et ce dispositif permet d'obtenir des images satisfaisantes même à vitesse vidéo.

En fait, le gain du scintillateur est suffisant pour rendre négligeable le bruit propre du photomultiplicateur, si bien que le bruit observé sur l'image est pour l'essentiel le résultat du bruit statistique associé au faible nombre d'ions ou d'électrons secondaires dans la période d'acquisition.

### IV-3 Application à la fabrication de microbolomètres

L'ambition de ce chapitre est de montrer la réalisation d'un détecteur thermique très sensible d'une dimension d'environ 10  $\mu\text{m}$  par 10  $\mu\text{m}$ . La réalisation d'un tel microbolomètre se heurte à de nombreuses difficultés. La première concerne les contacts électriques. Les méthodes de dépôt en UHV présentées au chapitre II permettent de prendre des contacts de très bonne qualité sans apport significatif à la capacité calorifique du dispositif thermique. La deuxième difficulté est en relation avec l'épaisseur du matériau thermométrique. Nous avons montré au chapitre III que cette difficulté peut être facilement surmontée, grâce à la mise au point d'un nouveau matériau thermométrique en film mince qui utilise les propriétés de la transition métal-isolant. La composition chimique du film d'épaisseur décananométrique permet d'ajuster la température de la transition métal-isolant, et par là même, la sensibilité  $\alpha$  du film dans la gamme de température de fonctionnement envisagée. En contrepartie, au vu de

la très faible épaisseur du matériau actif, la meilleure sensibilité conduit à une valeur élevée de l'impédance carrée du film. L'équation (I-8) fournit l'évolution de la résistivité en fonction de la température  $T_0$  de la transition métal isolant. Nous la reproduisons dans l'équation (IV-1). En la différenciant, on en tire la sensibilité  $\alpha$  en fonction de la température  $T_0$  de la transition métal isolant, équation (IV-2) :

$$R(T) = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^2 \quad (\text{IV-1})$$

$$\alpha = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = -\frac{1}{2T_0} \left(\frac{T_0}{T}\right)^2 \quad (\text{IV-2})$$

En fait la valeur  $R_0$  dépend peu de la valeur de  $T_0$ , mais par suite d'effets de non-linéarité ou de surchauffe du gaz d'électrons, elle dépend significativement de la valeur du champ électrique appliqué pendant la mesure à basse température [7]. Le choix du facteur géométrique de l'élément thermométrique permet d'introduire un degré de liberté qui permet de ramener l'impédance électrique du thermomètre à une valeur bien adaptée aux amplificateurs très faible bruit. Dans le cas de la détection infrarouge submillimétrique, la bande passante recherchée – de l'ordre de 100 Hz –, conduit à une impédance optimale d'environ 1 à 10 M $\Omega$ . Cette valeur est d'au moins deux ordres de grandeur au-dessous de l'impédance carrée du film décananométrique. Nous devons donc introduire un facteur géométrique supérieur à 100.

Comme au chapitre III, cette réduction d'impédance est réalisée grâce à la fabrication d'électrodes de contact en forme de peigne interdigité. L'ensemble des deux peignes présente une dimension de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . Pour cette dimension, un facteur géométrique de 200 conduit à une distance entre électrodes de 450 nm. La source d'ions que nous avons décrite fonctionnant en ligne avec l'ensemble des autres fonctions UHV, nous allons montrer qu'elle a permis de réaliser cet objectif. Elle a pu être mise en œuvre grâce à un logiciel Proxy-writer (Raith), qui nous a été prêté à titre de démonstration par la société Orsay Physics. Le dessin formé grâce à un éditeur graphique sur l'écran de l'ordinateur est transféré automatiquement sous forme de commande de balayage du faisceau, qui réalise ainsi la forme de gravure recherchée. Il nous a été ainsi possible de réaliser un peigne interdigité découpé dans une couche d'or de 10 nm. Ce peigne est présenté sur la figure IV-8.

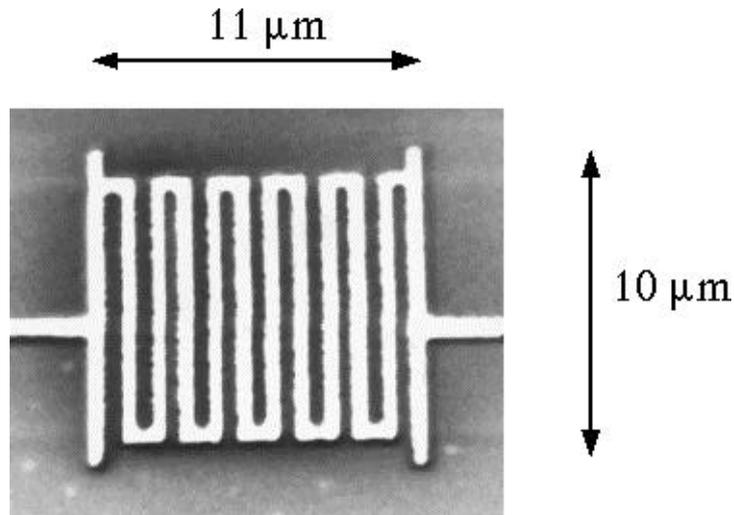


Figure IV-8 : Peigne interdigité gravé et imagé à l'aide de la source d'ions focalisée.

Pour la gravure, nous n'avons pas utilisé la résolution ultime, mais plutôt un diaphragme, qui conduit à un courant de 100 pA. Le temps de gravure est ainsi réduit à moins de 200 secondes, ce qui permet de s'affranchir des dérives thermiques de la colonne. On obtient ainsi un objet de dimension  $11\ \mu\text{m}$  par  $10\ \mu\text{m}$ , avec une distance inter-électrode de 450 nm, et un facteur géométrique de 220. Le volume de matière retirée est inférieur à  $1\ \mu\text{m}^3$ .

L'image présentée sur la figure IV-8 a été réalisée avec la source d'ions en utilisant le plus petit diaphragme. Elle montre bien l'excellente résolution de notre microscope à balayage ionique. Elle permet de montrer que la résolution de la gravure est certainement meilleure que 50 nm lorsque l'on utilise le plus petit diaphragme.

Ce peigne interdigité permet de fabriquer un microbolomètre dont nous allons évaluer théoriquement les performances, le test basse température des performances réelles de ce dispositif dépassant les objectifs de cette étude. L'étude sera faite à 0,35 Kelvin pour un temps de réponse de 10 ms et une bande passante de 10 à 100 Hz.

Le matériau thermométrique mis en œuvre (voir le chapitre III), d'une épaisseur de 10 nm, possède grâce au peigne interdigité une impédance de  $10\ \text{M}\Omega$  en condition de fonctionnement, c'est-à-dire une valeur bien adaptée à l'amplificateur faible bruit [8]. Ce dernier présente pour cette impédance et dans cette bande passante un bruit total, composé du bruit de courant et du bruit de tension, de 100 nV. Le volume du matériau thermométrique actif, c'est-à-dire celui qui est situé entre les électrodes, est de  $0,5\ \mu\text{m}^3$ . Le matériau thermométrique peut être polarisé à  $10\ \text{kW}/\text{m}^3$ . Pour une impédance de  $10\ \text{M}\Omega$ , ceci conduit à

une tension de polarisation de 200  $\mu\text{V}$ , d'où un rapport signal-sur-bruit de 2000. Dans ces conditions de polarisation, la sensibilité  $\alpha$  vaut 5  $\text{K}^{-1}$ .

Ceci permet d'évaluer le  $\Delta T$  minimum détectable dans cette bande passante,  $\Delta T = 100 \mu\text{K}$ . Les évaluations faites au chapitre III nous ont montré que la conception d'un bolomètre tout film mince conduit à des valeurs de la capacité calorifique inférieure à 1  $\mu\text{J}/\text{mm}^2\cdot\text{K}$ . Ceci permet de prévoir une capacité calorifique totale de  $10^{-16} \text{ J/K}$ . Le temps de réponse thermique de 0,01 seconde impose un lien thermique d'environ  $10^{-14} \text{ W/K}$ .

Ces valeurs conduisent à une résolution théorique de 6 eV ou à une puissance équivalente de bruit de  $10^{-18} \text{ W}$  dans cette bande passante, pour une résolution spatiale de 10  $\mu\text{m}$ . Ces valeurs doivent bien sûr être vérifiées expérimentalement. Elles ouvrent cependant de nombreuses perspectives dans le domaine de la détection thermique ultime à l'échelle micronique.

Comme nous l'avons noté précédemment, la conception tout film mince nous permet de choisir le volume, et par conséquent la capacité calorifique, de chacun des constituants. Nous pouvons dans ce contexte chercher quelle est la température optimale de fonctionnement. Le point de vue conventionnel est que toute réduction de température doit conduire à un accroissement de la sensibilité. Ici, nous montrons qu'il n'en est rien lorsque le volume de chaque constituant peut être choisi.

La température de fonctionnement optimale est déterminée en calculant la puissance équivalente de bruit, le NEP, en fonction de la température. Le NEP s'exprime comme le produit de la conductance thermique  $G$  du bolomètre vers la source froide, par l'événement thermique minimum détectable,  $\Delta T$  :

$$\text{NEP} = G \cdot \Delta T \quad (\text{IV-3})$$

Le minimum détectable  $\Delta T$  s'exprime simplement en fonction du bruit  $B$  de la mesure électronique dans la bande de fréquence concernée, de la sensibilité du film thermométrique,  $\alpha = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT}$ , et de l'amplitude  $U$  de la tension de polarisation :

$$\Delta T = \frac{1}{\alpha} \frac{B}{U} \quad (\text{IV-4})$$

La valeur maximale de  $U$  est liée à la densité de puissance de polarisation  $D$  du matériau thermométrique.  $D$  est le rapport de la puissance de polarisation  $P$  au volume  $V$  du thermomètre :

$$D = \frac{P}{V} \quad (IV-5)$$

La puissance, dissipée par effet Joule, s'exprime simplement comme  $P = U^2/R$ , où  $R$  est l'impédance électrique du thermomètre, fixée par l'électronique de lecture. La bande passante est fixée par le temps de réponse  $\tau = C/G$  du bolomètre, où  $C$  est la capacité calorifique totale du bolomètre. Le NEP s'écrit donc :

$$NEP = \frac{C}{\alpha\tau} \cdot \frac{B}{\sqrt{RVD}} \quad (IV-6)$$

La température optimale de fonctionnement peut maintenant être évaluée en étudiant la variation de température du NEP. La puissance de polarisation varie comme  $T^6$  [9], et la sensibilité  $\alpha$  varie comme  $T^{3/2}$  [10,11], ainsi que l'indique l'équation (IV-2). On obtient alors la variation du NEP :

$$NEP \propto C T^{-3/2} \propto (\gamma T + \beta T^3) \cdot T^{-3/2} \quad (IV-7)$$

Cette équation présente une valeur minimum pour une température  $T_m$  pour laquelle le terme de phonons  $\beta T_m^3$  est égal au tiers du terme électronique  $\gamma T_m$ . La température de fonctionnement optimale n'est donc pas la température minimale [12].

Dans ce calcul, nous avons négligé les fluctuations thermodynamiques. Ceci est justifié dans notre cas, car leur contribution au NEP est faible devant celle de l'électronique.

Nous montrons ainsi que contrairement à l'opinion admise pour des détecteurs de très faible volume, la température de fonctionnement optimale n'est pas la température la plus basse.



# **Conclusion**



## **Conclusion**

La mesure thermique d'un dépôt d'énergie, malgré sa grande simplicité, reste parmi les méthodes les plus sensibles. Le développement considérable des détecteurs bolométriques au cours de la dernière décennie en porte témoignage. L'utilisation de températures de fonctionnement de plus en plus basses a permis d'accroître très significativement leur sensibilité. Notre étude se situe dans le cadre de la recherche d'une résolution ultime en énergie et en position. Elle vise à permettre la fabrication d'une matrice de détecteurs thermiques de sensibilité ultime.

Cette étude nous a conduits à mettre en œuvre un matériau thermométrique film mince (10 nm) utilisant les propriétés de la transition métal-isolant. Nous avons mis au point un dispositif ultravide de dépôt, de décapage, de recuit, de masquage et de gravure. Il a rendu possible l'optimisation des conditions de dépôt, d'adhésion et de traitement thermique des détecteurs. La capacité de transférer l'échantillon sous ultravide entre les différentes enceintes permet de réaliser des contacts électriques et thermiques reproductibles et de bonne qualité.

Nous disposons ainsi d'un matériau thermométrique en film mince, d'épaisseur décanométrique, de très bonne sensibilité, et de très faible capacité calorifique. Le choix de cette technologie nous a été dicté par la volonté de développer un bolomètre entièrement constitué de films minces. Cette approche autorise, grâce à un masquage mécanique et à une gravure ionique, la définition du volume et de la forme de chacun des éléments du bolomètre composite. C'est ainsi que nous pouvons en toute liberté concevoir un détecteur pour lequel la capacité calorifique, le temps de réponse thermique et l'impédance électrique de chaque élément peuvent être définis en jouant sur l'épaisseur des films et leur facteur de forme.

Deux bolomètres prototypes ont été fabriqués par cette méthode. L'un est destiné à l'astrophysique spatiale, et en particulier à la détection infrarouge submillimétrique. L'autre, formé d'une matrice de cinq détecteurs thermiques, est destiné à des mesures calorimétriques de très haute résolution, grâce à la possibilité de soustraire le bruit d'environnement. La caractérisation à basse température de ces bolomètres dépasse le cadre de cette étude, mais leurs performances théoriques ont été évaluées.

L'utilisation de films minces permet de réduire le volume du matériau actif dans la détection de l'événement thermique. Une limite à cette réduction de taille

apparaît cependant à basse température. Nous avons montré que cette limite est liée à la décroissance très rapide du couplage électron-phonon avec la température. Elle a été évaluée, sur le plan théorique, dans le cas d'un peigne interdigité conduisant à la réalisation d'un microbolomètre de  $10\ \mu\text{m}$  par  $10\ \mu\text{m}$ . Elle nous a conduits à montrer que la réduction de la température de fonctionnement aux plus basses températures ne représente pas un optimum pour un microbolomètre.

# **Références bibliographiques**



## Références bibliographiques

### Références bibliographiques du chapitre I

- [1] P. Curie et A. Laborde, C.R. Acad. Paris, **136** (1903) 673.
- [2] Infrared detectors, Benchmark papers in optics, 2ème Edition, R.D. Hudson, 1975.
- [3] T.O. Niinikoski et F. Udo, Cern preprint, N.P. internal report 74-6 (1974).
- [4] T.O. Niinikoski, *Liquid and solid helium* (Wiley 1975), p.145.
- [5] N. Coron, G. Dambier, G.J. Focker, P.G. Hansen, G. Jegoudez, B. Jonson, J. Leblanc, J.P. Moalic, H.L. Ravn, H.H. Stroke, et O. Testard, Nature **314** (1985) 75.
- [6] S.H. Moseley, J.C. Mather, et D. McCammon, J. Appl. Phys. **56** (1984) 1257.
- [7] D. McCammon, S.H. Moseley, J.C. Mather et R.F. Mushotzky, J. Appl. Phys. **56** (1984) 1263.
- [8] C. Kittel, *Introduction à la physique de l'état solide*, (Dunod, 1983).
- [9] F. Reif, *Fundamentals of statistical and thermal physics*, (McGraw Hill, 1981).
- [10] A. de Bellefon, 2ème école "Détection de rayonnements aux très basses températures", La Londe Les Maures, France, 1992.
- [11] A. von Kienlin, Doktorarbeit (Universität Mainz, 1993).
- [12] A. Alessandrello, D.V. Camin, E. Fiorini, A. Guiliani, M. Buraschi, G. Pignatelli, N.I.M. **B31** (1988) 462.
- [13] A. Alessandrello et al., IEEE Nucl. Sci. Symp., Orlando, 1988.
- [14] J.W. Zhou, P. de Marcillac, G. Artzner, N. Coron, C. Goldbach, J. Leblanc, G. Nollez et H.H. Stroke, NIM A **349** (1994) 225.
- [15] A. Alessandrello, D.V. Camin, E. Fiorini, A. Guiliani, Phys. Lett. B **202** (1988) 611.
- [16] B. Cabrera, L.M. Krauss et F. Wilczek, Phys. Rev. Lett. **55** (1985) 25.
- [17] N. Coron, J.W. Zhou, A. de Bellefon, G. Dambier, Y. Giraud-Héraud, C. Goldbach, L. Gonzalez-Mestres, P. Goret, J. Leblanc, P. de Marcillac, et G. Nollez, Astron. Astrophys. Lett. **278** (1993) L31.
- [18] B. Sadoulet, *Searches for dark matter particles*, comptes-rendus de l'école de Gif/Yvette, 1989.
- [19] B. Sadoulet, IEEE Trans. Nucl. Sci. **35** (1988) 47.
- [20] H. J. Meier, Doktorarbeit (Universität Mainz, 1994).
- [21] N. E. Booth, P. L. Brink, R. J. Gaitskell, D. J. Goldie, A. D. Hahn, G. I. Salmon et A. M. Swift, J. Low Temp. Phys. **93** (1993) 521.
- [22] L. Dumoulin, 1ère école "Détection de rayonnements aux très basses températures", Aussois, France, 1991.
- [23] B.W. Dodson, W.L. McMillan, J.M. Mochel et R.C. Dynes, Phys. Rev. Lett. **46** (1981) 46.

- [24] François Ladieu, Thèse de doctorat (Université de Paris VI, 1994).
- [25] P. P. Edwards et M. J. Sienko, *Phys. Rev.* **B17** (1978) 2575.
- [26] A.L. Efros et B.I. Shklovskii, *Electronic properties of doped semiconductors*, (Springer-Verlag, New York, 1984).
- [27] X. X. Wang, C. J. Martoff et E. Kaczanowicz, *Physica B* **194-196** (1994) 11.
- [28] L. Dumoulin, L. Bergé, J. Lesueur, H. Bernas et M. Chapellier, *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 301.
- [29] M. Hansen et K. Anderko, *Constitution of binary alloys*, Metallurgy and metallurgical engineering series, (Mac Graw Hill, 1958), p. 206.
- [30] Bulletin of alloy phase diagrams **5** (1984) 601.
- [31] S. Ikegawa, S. Komatsu, S. Arai, A. Kikitsu et N. Yasuda, *J. Vac. Sci. Technol.* **A6** (1988) 1855.
- [32] Zhang Renji, Li. Li et Wu Ziqin, *J. of Materials Science* **28** (1993) 1705.
- [33] H. S. Randhawa, L. K. Malhotra et K.L. Chopra, *J. Appl. Phys.* **49** (1978) 4294.
- [34] S. Mader, *The use of thin films in physical investigations*, édité par J. C. Anderson, (Academic Press, London, 1966), p. 433.
- [35] R. L. Kelley, S. H. Moseley, C. K. Stahle, A. E. Szymkowiak, M. Juda, D. McCammon et J. Zhang, *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 225.
- [36] H.H. Andersen, *N.I.M* **B15** (1986) 722.
- [37] H.H. Andersen, *N.I.M* **B12** (1985) 437.
- [38] *Alpha-, Beta- and Gamma-ray Spectroscopy*, édité par K. Siegbahn (North Holland, Amsterdam, 1965), p. 25.

## **Références bibliographiques du Chapitre II**

- [1] R.R. Conte, *Eléments de cryogénie* (Masson, Paris, 1970).
- [2] D. P. Woodruff et T. A. Delchar, *Modern Techniques of surface Science*, édité par R. W. Cahn, E. A. Davis et I. M. Ward, Cambridge Solid State Science Series (Cambridge University Press, 1986).
- [3] Y.-M. Jiang, Thèse de doctorat (Orsay, 1992).
- [4] Y.-M. Jiang, J.-P. Torre, K. Wang, F. Pesty et P. Garoche, *Rev. Sci. Instrum.* **64** (1993) 247.
- [5] J-M Jiang, J.-P. Torre, K. Djotni, K. Wang, F. Pesty et P. Garoche, à paraître.
- [6] J. P. Torre, G. Chanin, *Rev. Sci. Instrum.* **56** (1985) 318.
- [7] P. Sudraud et G. Ben Assayag, *Courrier du CNRS, Images de la Physique* 1988, Supplément au n° 71, p. 84.
- [8] J. Klebanoff, V. H. Ritz and R. E. Thomas, *J. Vac. Sci. Technol. A* **2** (1984) 1396.

- [9] R. Raval, M. A. Harrison, D. A. King and G. Caine, J. Vac. Sci. Technol. A **9** (1991) 345.
- [10] Meca 2000, 37 rue Saint-Léger, BP32, 78540 Vernouillet.
- [11] Riber, 133 Bd National, BP231, 92503 Rueil-Malmaison.
- [12] Ces cannes sont vendues par Huntington, Fisons, ou Méca 2000.

### **Références bibliographiques du Chapitre III**

- [1] pour une revue, voir : L. Dumoulin, 1ère école "Détection de rayonnements aux très basses températures", Aussois, France, 1991.
- [2] N. F. Mott, J. Non-Crystal. Solids, **1** (1968) 1.
- [3] N. F. Mott, *Metal-Insulator Transitions*, (Taylor and Francis, London, 1974).
- [4] B.W. Dodson, W.L. McMillan, J.M. Mochel et R.C. Dynes, Phys. Rev. Lett. **46** (1981) 46.
- [5] X. X. Wang, C. J. Martoff et E. Kaczanowicz, Physica B **194-196** (1994) 11.
- [6] K. Djotni, J. P. Torre, K. Wang, F Pesty, L. Dumoulin et P. Garoche, J. low Temp. Phys. **93** (1993) 325.
- [7] D.McCammon, S.H. Moseley, J.C. Mather et R.F. Mushotzky, J. Appl. Phys. **56** (1984) 1263.
- [8] N. Wang, F.C. Wellstood, B. Sadoulet, E.E. Haller et J. Beeman, Phys. Rev. B **41** (1990) 3761.
- [9] J.R. Cooper, W.P. Beyermann, S.W.Cheong, G.Grüner et S. von Molnar, Phys. Rev. **B36** (1987) 7748.
- [10] T.W Kenny, P.L. Richards, I.S. Park, E.E. Haller et J.W. Beeman, Phys. Rev. **B39** (1989) 8476.
- [11] M. L. Roukes, M. R. Freeman, R. S. Germain et R. C. Richardson, Phys. Rev. Lett. **55** (1985) 422.
- [12] T.F. Rosenbaum, K. Andres et G.A. Thomas, Sol. St. Commun. **35** (1980) 663.
- [13] K. Djotni, Magister Thesis (HCR-Algeria, 1991).
- [14] N.P. Palaio, M. Rodder, E.E. Haller et E. Kreysa, Int. J. of Infrared and Millim. Waves **4** (1983) 933.
- [15] Ning Wang , PhD. Thesis (Université of Berkeley, 1991).
- [16] P. Goret, thèse de doctorat (Université de Paris VI, 1993)
- [17] L. R. Doolittle, Nucl. Inst. and Meth. **B9** (1985) 344.
- [18] J. W. Mayer, L. Eriksson et J. A. Davies, *Ion implantation in semiconductors, silicium and germanium*, (Academic Press, 1970).
- [19] Le découpage des échantillons a été réalisé par J. Mangin et collaborateurs.
- [20] Je voudrais remercier L. Dumoulin, L. Bergé et S. Stefanopoulos pour leur aide.
- [21] A.L. Efros et B.I. Shklovskii, *Electronic properties of doped semiconductors*, (Springer-Verlag, New York, 1984).

- [22] L. Dumoulin, L. Bergé, J. Lesueur, H. Bernas et M. Chapellier, *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 301.
- [23] N.W. Ashcroft et N.D. Mermin, *Solid State Physics*, (Holt Saunders, Philadelphia, 1981).
- [24] C. Kittel, *Introduction à la physique de l'état solide*, (Dunod, Paris, 1983).
- [25] K. Djotni, K. Wang, F. Pesty et P. Garoche, *Superconductivity and Particle Detection*, édité par T.A. Girard, A. Morales et G. Waysand (World Scientific, Singapour, 1995), p. 129.
- [26] F. Hubert et al., *Atomic data and nuclear tables*, **46** (1990) 1.
- [27] L. C. Northcliff et R. F. Schilling, *Nuclear data tables* **A7** (1970) 233.
- [28] N. Coron, 1ère école "Détection de rayonnements aux très basses températures", Aussois, France, 1991.
- [29] O. Béthoux, R. Brusetti, J.C. Lasjaunias, et S. Sahling, *Cryogenics* **35** (1995) 447.

### **Références bibliographiques du Chapitre IV**

- [1] H. Ahmed, *J. Microscopie* **139** (1985) 167.
- [2] J.R.A. Cleaver, H. Ahmed, J.P. Heard, P.D. Prewett, G.J. Dunn et H. Kaufman, *Microelectronic Engineering* **3** (1985).
- [3] Orsay Physics, 29 rue Jean Rostand, Parc Club, 91893 Orsay cedex.
- [4] G.I. Taylor, *Proc. Roy. Soc.* **A280** (1964) 313.
- [5] P.D.Prewett et G.L.R.Mair, *Focused ion beams from liquid metal ion sources, Electronic and electrical engineering research studies, Microengineering series vol. 1* (Research studies press, Tauton, 1991), p149.
- [6] roulements GRW SE 693, distribués par ISO Roulements, 79bis rue Preny, BP 648, 75017 Paris.
- [7] T.W. Kenney, P.L.Richards, I.S. Park, E.E. Haller, J. Beeman, *Phys. Rev.* **B39** (1989) 8476.
- [8] W. Stockwell, D. Yvon, É. Aubourg et al., *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 755.
- [9] J.R. Cooper, W.P. Beyermann, S.W.Cheong, G.Grüner et S. von Molnar, *Phys. Rev.* **B36** (1987) 7748.
- [10] X.X. Wang, C.J. Martoff, E. Kaczanowicz, *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 349.
- [11] L. Dumoulin, L. Bergé, J. Lesueur, H. Bernas et M. Chapellier, *J. Low Temp. Phys.* **93** (1993) 301.
- [12] K. Djotni, J.-P. Torre, K. Wang, F. Pesty, L. Dumoulin, J. Mangin et P. Garoche, à paraître dans les comptes-rendus de LTD6 (28 août -1er septembre 1995, Interlaken, Suisse).

Nom : DJOTNI

Prénom : Karim

Sujet: Étude et réalisation d'une matrice de détecteurs bolométriques de très haute résolution. Intérêt d'une conception en couches minces.

Résumé :

Le développement considérable des détecteurs bolométriques au cours de la dernière décennie témoigne de la puissance et de la sensibilité de la mesure thermique d'un dépôt d'énergie. Notre étude se situe dans le cadre de la recherche d'une résolution ultime en énergie et en position.

Nous avons mis au point un dispositif ultravide qui a rendu possible l'optimisation des conditions de dépôt, d'adhésion et de traitement thermique des détecteurs, grâce à la capacité de transférer l'échantillon entre les différentes enceintes, sans remise à l'air. Cet appareillage nous a permis de développer un bolomètre entièrement constitué de films minces, centré sur un matériau thermométrique de 10 nm d'épaisseur, ayant une très faible capacité calorifique et une très bonne sensibilité, grâce aux propriétés de la transition métal-isolant.

Le volume et la forme de chacun des éléments du bolomètre composite sont définis par un masquage mécanique et une gravure ionique, ce qui nous permet de concevoir un détecteur pour lequel la capacité calorifique, le temps de réponse thermique et l'impédance électrique de chaque élément peuvent être définis en jouant sur l'épaisseur des films et leur facteur de forme.

Deux bolomètres prototypes ont été fabriqués par cette méthode. L'un est destiné à l'astrophysique spatiale, l'autre est destiné à des mesures calorimétriques de monocouches atomiques.

Nous montrons qu'une limite à la réduction de la taille du volume actif du matériau apparaît à basse température, et que cette limite est liée à la décroissance très rapide du couplage électron-phonon avec la température. Elle est évaluée, sur le plan théorique, pour un microbolomètre de 10  $\mu\text{m}$  par 11  $\mu\text{m}$ . Ceci nous conduit à montrer que la réduction de la température de fonctionnement aux plus basses températures ne représente pas un optimum pour un microbolomètre.

Mots clés : Bolomètres, capteurs, thermométrie, couches minces, gravure