



HAL
open science

Développement de Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel pour le comptage de photons en astronomie

Corentin Jorel

► **To cite this version:**

Corentin Jorel. Développement de Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel pour le comptage de photons en astronomie. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2004. Français. NNT: . tel-00009943

HAL Id: tel-00009943

<https://theses.hal.science/tel-00009943v1>

Submitted on 16 Aug 2005

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.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

T H E S E

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPG

Spécialité : " Micro et nano électronique "

préparée au Laboratoire d'AstrOphysique de Grenoble et au Service de Physique Statistique,
Magnétisme et Supraconductivité, du CEA-Grenoble.

dans le cadre de l'Ecole Doctorale " ***Electronique, Electrotechnique, Automatique et
Traitement du signal*** "

présentée et soutenue publiquement

par

Corentin JOREL

le 20 décembre 2004

Titre :

**DÉVELOPPEMENT DE JONCTIONS SUPRACONDUCTRICES À EFFET
TUNNEL POUR LE COMPTAGE DE PHOTONS EN ASTRONOMIE**

Directeur de Thèse : Philippe Fautrier

JURY

M. Louis Dumoulin , Président
M. Alain Kreisler , Rapporteur
M. George Waysand , Rapporteur
M. Roger Rimet , Examineur
M. Philippe Fautrier , Directeur de Thèse
M. Jean-Claude Villégier , Co-encadrant

À Yvonne Jorel,
Merci à tous,

Table des matières

Introduction	1
1 Le contexte de la photodétection	5
1.1 Les Jonctions supraconductrices à effet tunnel	6
1.2 Cadre de la photodétection	10
1.2.1 Les détecteurs supraconducteurs	10
1.2.2 Les détecteurs classiques et le comptage de photons	12
1.3 Comparaison et bilan	18
1.3.1 Tableau catalogue	18
1.3.2 Les détecteurs supraconducteurs	20
1.3.3 Comparaison entre détecteurs classiques et détecteurs supraconducteurs	21
1.4 Les applications JSET visées en astronomie	23
1.4.1 les applications concernées	23
1.4.2 Les résultats obtenus en astronomie	24
1.5 Synthèse et objectifs de la thèse	24
2 Théorie des JSET utilisées pour la photodétection	27
2.1 La Supraconductivité	28
2.2 Fonctionnement phénoménologique simplifié des JSET	31
2.2.1 Le courant tunnel de quasiparticules	31
2.2.2 Le courant Josephson de paires de Cooper	33
2.2.3 Principe de la photodétection	35
2.3 L'effet de proximité dans une bicouche supraconductrice	38
2.4 Cinétique de la distribution des quasiparticules photo-excitées	40
2.4.1 Les modèles, de Rothwarf-Taylor à Golubov	40
2.4.2 Les différents mécanismes mis en jeu	42
2.5 Synthèse	43
3 Procédé de fabrication des jonctions	45
3.1 Les techniques de salle blanche	46
3.1.1 Les techniques de dépôt	46
3.1.2 La photolithographie	49
3.1.3 Les techniques de gravure	55
3.2 Les matériaux : choix et dépôts	59
3.2.1 Le choix de l'absorbeur	59
3.2.2 Les substrats	61
3.2.3 Le choix de la barrière	61
3.2.4 Le dépôt de l'absorbeur	62

3.2.5	Le dépôt de l'aluminium	64
3.2.6	La réalisation de la barrière d'alumine	65
3.2.7	Le dépôt de la contre-électrode	66
3.2.8	Séquence de réalisation de la tricouche	67
3.2.9	Choix et dépôt de l'isolant	68
3.3	Le premier procédé de fabrication	68
3.4	La conception du nouveau procédé	70
3.4.1	Les raisons	70
3.4.2	Les étapes	71
3.4.3	Le dessin des masques	73
3.5	Le développement pratique	76
3.5.1	La Gravure Ionique Réactive du Ta et du Nb	76
3.5.2	La gravure de l'aluminium à l'usineur ionique	77
3.5.3	La gravure chimique de l'aluminium	78
3.5.4	De la gravure du SiO ₂ au lift-off	79
3.6	Le procédé étape par étape	81
3.7	Bilan technologique et perspectives	81
4	Caractérisation des dispositifs	83
4.1	Etude de l'absorbeur	84
4.1.1	Etat des lieux	84
4.1.2	Etude des couches de tantale par diffraction des rayons X	85
4.1.3	Caractérisation électrique des films de tantale en fonction de la température de dépôt	87
4.1.4	Bilan	90
4.2	Caractérisation électrique et magnétique des jonctions	90
4.2.1	Configurations instrumentales	91
4.2.2	Caractérisation électrique de la jonction exploitée en photodétection	93
4.2.3	Caractérisation complète d'une mosaïque	95
4.2.4	Tableau de valeurs	96
4.2.5	Exploitation du comportement magnétique	97
4.3	Synthèse	99
5	Photodétection	101
5.1	Le dispositif expérimental	102
5.1.1	Le cryostat à dilution et les conditions d'opération	102
5.1.2	Le banc de mesure	104
5.1.3	La partie optique	104
5.2	Principe de la mesure	107
5.2.1	Configuration préliminaire	107
5.2.2	La calibration	107
5.2.3	La réduction des données	108
5.3	Expériences de photodétection	109
5.3.1	Le comptage de photons	109
5.3.2	Le comptage de photons avec une jonction Nb	111
5.4	Discussion et perspectives	112
	Conclusion	115

Introduction

Introduction générale

Depuis la nuit des temps, les hommes ont toujours scruté le ciel avec fascination, que ce soit dans un but spirituel pour trouver des réponses d'ordre mystique ou comme outil de développement du savoir. L'astronomie est d'ailleurs considérée comme la première discipline des sciences physiques même si elle est restée longtemps liée à l'astrologie et à l'agriculture. Le chemin parcouru depuis les premières éphémérides égyptiennes (5000 av. J.-C.) jusqu'à l'astronomie moderne a été long et particulièrement riche en avancées scientifiques. Ce sont les grecs qui, les premiers, ont cherché à comprendre le monde par l'observation et ont jeté les fondements de l'astronomie scientifique (600 av. J.-C. ; 200). Ensuite il faut presque attendre 1510 avec le formalisme héliocentrique de Copernic, et surtout Galilée et sa lunette un siècle plus tard, pour voir l'astronomie reprendre sa marche en avant. Dans les 4 siècles qui suivirent, le perfectionnement des techniques d'observation permit de progresser constamment avec de temps en temps des découvertes spectaculaires comme les lois de la gravitation universelle de Newton (Fin XVIIème). Au milieu du XIXème, l'introduction des techniques de photographies et de spectroscopie révolutionnèrent l'astronomie : la première en autorisant l'enregistrement lumineux (avec à terme une bonne sensibilité) et la seconde en autorisant l'analyse de la composition et des propriétés des corps célestes. Ensuite au XXème, avec l'apparition de la mécanique quantique et de la théorie de la relativité, c'est toute la science qui était bouleversée.

Depuis, avec le nombre croissant de ses disciplines, l'astronomie est de plus en plus demandeuse de techniques d'observation toujours plus pointues pour voir toujours mieux et toujours plus loin. Le développement des jonctions supraconductrices à effet tunnel¹ (JSET) pour la photodétection s'inscrit directement dans ce contexte. C'est Kurakado qui, en 1982 [Kurakado, 1982], propose l'utilisation des JSET pour la détection lumineuse en observant que la sensibilité intrinsèque des supraconducteurs à basse température devrait permettre la détection de photons individuels² avec des jonctions Supraconducteur - Isolant - Supraconducteur, et ce dans une très large bande spectrale allant des rayons gamma à l'infrarouge. De plus cette sensibilité maximale jusqu'au quantum de lumière s'accompagnait de la connaissance de l'énergie des photons détectés. Les propriétés des JSET fournissaient alors des perspectives exceptionnelles.

Contexte et objectifs de la thèse

Les JSET sont développées à Grenoble depuis le milieu des années 90, surtout en vue d'applications pour l'astronomie dans le visible et l'infrarouge proche : ce travail s'est fait dans le

¹STJ pour Superconducting Tunnel Junction en anglais

²On parle de fonctionnement en comptage de photons.

cadre d'une étude de faisabilité des JSET à vocation pour l'instrumentation astronomique au sol. Cependant, d'autres thématiques émergentes pourraient profiter des qualités remarquables des JSET.

La thèse de Bertrand Delaët (97-00) a véritablement lancé le sujet [Delaët, 2000]. Son travail a permis de développer un premier procédé de fabrication de JSET qui a donné des jonctions niobium de qualité : l'une d'entre elle a permis le comptage de photons à la limite de l'infrarouge proche ($0,78 \mu\text{m}$ de longueur d'onde). Mais le procédé contenait des défauts intrinsèques à sa conception et n'a pas permis d'obtenir la fiabilité recherchée : il était notamment caractérisé par une trop faible proportion de jonctions utilisables par plaque et celles-ci supportaient mal les cyclages thermiques.

Nous avons donc décidé au début de ma thèse de développer un nouveau procédé de fabrication. Ce procédé devait permettre d'améliorer la filière de réalisation sur trois points : l'homogénéité, la reproductibilité et la robustesse³ des jonctions. Par ailleurs, il s'agissait aussi d'introduire des réseaux de dispositifs sous forme de mosaïque de 9 jonctions pour vérifier la faisabilité de détecteurs multi-pixels pour la spectro-imagerie.

L'autre évolution consistait à passer du niobium au tantale, un matériau supraconducteur de température critique plus faible et (donc) intrinsèquement plus sensible. Ce changement supposait un travail sur la qualité des dépôt de Ta en films minces.

Enfin, le but, à terme, était de démontrer le comptage de photons avec ces jonctions de l'ultraviolet jusqu'au proche infrarouge.

La thèse s'est déroulée entre les trois laboratoires partie prenante du projet :

- Le **L**aboratoire d'**a**strophysique de **G**renoble (LAOG) qui est à la fois l'instigateur du sujet et le demandeur des détecteurs. J'y ai bénéficié de l'encadrement de mon directeur de thèse, Philippe Feautrier, et de l'expertise informatique d'Etienne Lecoarer pour la mise en place du programme d'acquisition et de traitement de données issues de la détection lumineuse.
- Le **L**aboratoire de **c**ryophysique (LCP) du CEA-Grenoble (DRFMC/SPSMS⁴) où s'effectue la fabrication des dispositifs. C'est au LCP et dans sa salle blanche que j'ai effectué l'essentiel de mon travail et spécialement le développement technologique sous l'encadrement de Jean-Claude Villégier. La précaractérisation des dispositifs s'est aussi faite au LCP.
- Et le **C**entre de **r**echerche sur les **t**rès **b**asses **t**empératures (CRTBT) qui a apporté son expertise en cryogénie et en électronique de lecture bas bruit avec principalement Alain Benoît et Jean-Louis Bret⁵.

Plan du manuscrit

Le présent mémoire est divisé en 5 chapitres. Le premier sert à exposer le cadre général dans lequel s'inscrit la détection de photons avec les JSET : après avoir présenté le dispositif et ses possibilités, il s'agissait de pouvoir le comparer avec les autres technologies compétitives.

³Autrement dit, la résistance aux cyclages thermiques et au vieillissement

⁴Département de recherche fondamentale sur la matière condensée / Service de physique statistique, magnétisme et supraconductivité.

⁵Il faut aussi citer Philippe Camus et Samuel Leclercq pour leur aide et leur précieux savoir faire.

Dans le second chapitre, je présente la théorie associée à la photodétection avec les JSET en introduisant les différents concepts et grandeurs intervenant dans cette problématique.

Le troisième chapitre est centré sur la technologie de fabrication des jonctions. Il décrit tout le travail de développement des procédés de micro-électronique qui a été nécessaire pour aboutir aux jonctions et autres dispositifs caractérisés dans la suite de la thèse.

Dans le quatrième chapitre, j'expose les résultats de la caractérisation des matériaux et des dispositifs. Ce chapitre montre plus particulièrement les résultats du travail technologique réalisé en amont.

Et enfin, pour finir, je présente les résultats obtenus en comptage de photons avec une jonction à absorbeur de Ta.

On pourrait résumer la structure sous-jacente à ce manuscrit en reformulant la division sous la forme d'un pentateuque : "*Contexte - Théorie - Fabrication - Caractérisation - Exploitation*"

Chapitre 1

Le contexte de la photodétection

Dans ce premier chapitre, je propose un tour d'horizon des différentes technologies compétitives pour le comptage de photons. Cela permet de se familiariser avec le contexte de la photodétection et d'appréhender les problématiques mises en jeu.

Après avoir fait une présentation générale des **Jonctions supraconductrices à effet tunnel (JSET)** et discuté des meilleures performances obtenues (première section), je passe à la description des autres types de détecteur (deuxième section) aussi bien supraconducteurs dans un premier temps que classiques dans un second temps.

Dans la troisième section, je confronte les résultats obtenus de part le monde avec les meilleurs détecteurs en tentant de faire ressortir les forces et faiblesses de chacun d'entre eux.

Puis dans la quatrième section, je reviens sur les JSET pour décrire les principales applications qui devraient en bénéficier ainsi que ce qui est envisagé à Grenoble, puis je présente les premiers résultats en observation astronomique obtenus par l'agence spatiale européenne. Enfin, la dernière section précise les objectifs de la thèse pour conclure.

1.1 Les Jonctions supraconductrices à effet tunnel

Une voie nouvelle a été ouverte au tournant des années 80 et 90 en matière de détection optique à très haute performance en utilisant des **Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel** (JSET) [Kurakado, 1982, Twerenbold, 1986, Perryman *et al.*, 1993, Rando *et al.*, 1993]. Il a été démontré, en effet, que la photo-absorption dans de telles jonctions, à très basse température ($<0,5$ K), permettait théoriquement une détection en régime de comptage de photons cumulant les qualités :

- d'efficacité quantique maximale¹(rapport du nombre de photons détectés au nombre de photons incidents).
- de réponse temporellement satisfaisante : le processus de détection se fait sur une durée inférieure à 0,1 ms.
- de résolution en énergie (ou en longueur d'onde λ), propriété que nous appellerons chromatocité par la suite et qui fait défaut aux solutions établies.
- de forte dynamique (rapport signal sur bruit).

Et ce dans une très large bande de longueur d'onde, des Rayons X à l'infrarouge, limitée simplement par l'absorption dans les matériaux utilisés. Cette technologie serait à même de fournir des détecteurs "tridimensionnels" $((x,y),\lambda, t)$ uniques au monde. La figure 1.1 présente schématiquement une jonction standard.

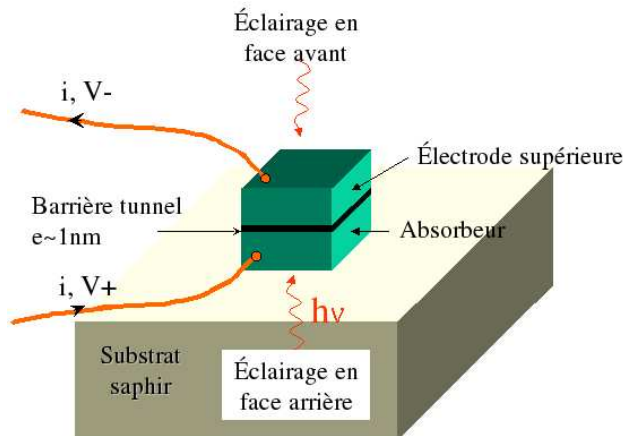


FIG. 1.1: Représentation schématique d'une JSET : deux électrodes supraconductrices séparées par une fine barrière isolante.

Le principe de fonctionnement des JSET est relativement simple et du même type que pour tous les détecteurs directs : l'énergie lumineuse est convertie en une population de charges excitées, les quasiparticules (état excité dans un supraconducteur noté QP) dont le nombre est proportionnel à cette énergie. Ces quasiparticules traversent (sous certaines conditions) la barrière isolante de la jonction par effet tunnel sous l'influence de la tension de polarisation. L'intégration de ce courant permet de calculer le nombre de charges produites et l'énergie du photon incident. La grande différence avec les détecteurs directs classiques, à base de semiconducteurs, vient de la différence entre les bandes interdites plus communément nommées *gap* et notées Δ_g : Tandis qu'un semiconducteur a un *gap* de l'ordre de l'électron-volt (noté eV et valant $1,6 \cdot 10^{-19}$ J), un supraconducteur l'a autour du meV ce qui laisse présager d'une résolution intrinsèque en énergie meilleure d'un facteur 30 ($\sqrt{1000}$). En effet, la résolution idéale d'une JSET s'exprime en première approximation par :

$$\Delta E = 2.355\sqrt{F\epsilon E} \quad (1.1)$$

¹Limitée seulement par les caractéristiques optiques des matériaux en réflexion et en transmission

On parle de résolution de Fano. C'est une résolution intrinsèque idéale² où E est l'énergie du photon incident, ε est l'énergie moyenne nécessaire à la création d'une quasiparticule. elle n'est pas égale à Δ_g pour des raisons que nous détaillerons plus loin, mais elle a été évalué à $1,7\Delta_g$. F est le facteur de Fano : il représente la détérioration de la résolution due à la variation statistique sur le nombre initial de quasiparticules créées. Il a été évalué à 0,2 par simulation numérique pour l'étain [Kurakado, 1982] et le niobium [Rando *et al.*, 1992] et il est communément admis que sa valeur ne dépend pas beaucoup de la nature du supraconducteur métallique. Le coefficient 2,355 vient de la conversion d'une valeur RMS en une valeur de largeur à mi-hauteur.

La résolution dépend donc en premier lieu du gap du supraconducteur considéré. Le tableau 1.1 fait un récapitulatif des caractéristiques des différents supraconducteurs intéressants pour réaliser des JSET. On y trouve aussi le nombre d'excitations créées à l'absorption d'un photon ultraviolet (UV) ou infrarouge (IR) et la résolution spectrale de Fano associée. On voit bien que comme la résolution varie en racine de l'énergie du gap du matériau, l'aluminium de gap 4 fois plus petit que le tantale possède intrinsèquement une résolution double. Mais on voit aussi que la température critique est elle aussi quatre fois moindre. C'est pourquoi les premières réalisations se firent avec des matériaux à gap élevé pour faciliter la cryogénie et valider les possibilités des JSET et que progressivement, les développements "descendent" le tableau vers les matériaux à gap moindre.

TAB. 1.1: Comparaison du nombre de quasiparticules créées et de la résolution spectrale de Fano R_F 1.1 lors de l'absorption d'un photon ultraviolet et infrarouge dans différents supraconducteurs (à $k_B T < \Delta_g$). Les longueurs d'ondes de 121 nm et 2 μm correspondent à 10 et 0,62 eV. Les valeurs de gap et de T_C sont extraites de [HCP, 1999]

Matériau	T_C (K)	Δ_g (μeV)	Nombre de QP N_0		$R_F = \lambda / \Delta\lambda$	
			$\lambda = 121\text{nm}$	$\lambda = 2\mu\text{m}$	$\lambda = 121\text{nm}$	$\lambda = 2\mu\text{m}$
Niobium	9,2	1550	4×10^3	250	60	14
Vanadium	5,4	820	7×10^3	450	78	19
Tantale	4,48	664	8×10^3	500	85	21
Aluminium	1,17	172	3×10^4	2×10^3	170	41
Molybdène	0,92	140	4×10^4	$2,5 \times 10^3$	190	47
Hafnium	0,13	20	3×10^5	$1,8 \times 10^4$	500	120

La courbe 1.2 donne l'évolution de la *résolution tunnel limite* (eq. 1.2) avec l'énergie du photon incident. Cette résolution prend en compte le phénomène dit de "passages tunnel multiples" ("*multiple tunneling*" en anglais) des quasiparticules [Gray, 1978] : en réalité, chaque quasiparticule photo-excitée est susceptible de traverser la barrière par effet tunnel autant de fois que sa durée de vie le lui permet selon un procédé qui sera décrit dans le chapitre suivant. Elle sera donc comptée plusieurs fois. Le nombre moyen de passages tunnel par QP est noté $\langle n \rangle$. Il peut atteindre plusieurs milliers et augmente énormément la sensibilité des JSET. Cependant les variations statistiques autour de cette valeur moyenne entraînent une dégradation de la résolution qui s'exprime au travers du facteur G évalué par [Mears *et al.*, 1993, Goldie *et al.*, 1994] à $1 + 1/\langle n \rangle$:

²Comme pour toutes les résolutions énergétiques évoquées dans ce manuscrit, il s'agit de valeurs correspondant à la largeur à mi-hauteur d'un pic de détection d'une raie monochromatique d'énergie E

$$\Delta E = 2.355 \sqrt{(F + G)\varepsilon E} \quad \text{où } G = 1 + \frac{1}{\langle n \rangle} \quad (1.2)$$

Comme $\langle n \rangle$ est souvent très grand devant un dans les jonctions optimisées on considère que $G = 1$ et on parle de résolution tunnel limite. La détérioration est donc faible et le bilan reste très favorable, d'autant plus que $\langle n \rangle$ est grand.

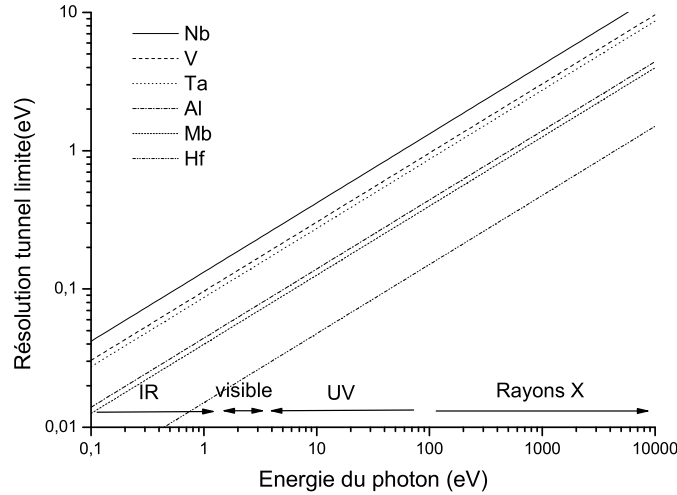


FIG. 1.2: Courbe représentant l'évolution de la résolution tunnel limite en fonction de l'énergie du photon incident pour différents supraconducteurs métalliques

Les travaux pionniers de Twerenbold [Twerenbold, 1986] démontrèrent une résolution prometteuse de 67 eV dans la gamme des rayons X à 5,9 keV avec des jonctions à base d'étain ($\text{Sn}/\text{SnO}_x/\text{Sn}$). Par la suite, la communauté scientifique est rapidement passée au niobium qui résiste mieux aux cyclages thermiques. C'est Mears qui obtint [Mears et al, 1996] la meilleure résolution de 29 eV à 5,9 keV jamais atteinte avec des jonctions Nb. À la même période, l'ESA (agence spatiale européenne) réussit le premier comptage de photons (*single photon counting*) dans le visible [Peacock et al, 1996]. Le passage au tantale, de gap plus petit, a permis à l'ESA d'atteindre 24 eV à 5,9 keV [Brammertz *et al.*, 2001b] et la meilleure résolution atteinte dans le visible, de 0,15 eV à 2,48 eV ($\lambda=500$ nm) [Verhoeve *et al.*, 2002]. À Yale, une double jonction aluminium connectée au même absorbeur de Ta (électrode supraconductrice dans laquelle se fait l'absorption lumineuse) a permis d'atteindre 13 eV à 5,9 keV [Li *et al.*, 2001]. La meilleure résolution atteinte de 12 eV dans les rayons X à 5,9 keV a été obtenue dans le groupe de Munich avec une jonction aluminium superposée à un absorbeur en plomb [Angloher *et al.*, 2001]. Alors que dans le visible, la résolution des jonctions aluminium reste jusqu'ici à 0,2 eV pour 2,48 eV [Brammertz, 2003].

La figure 1.3 présente les résultats en détection dans le visible obtenus à l' ESTEC [Verhoeve, 2000] avec les jonctions de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ à base d'une bicouche Ta-Al. Ils montrent que l'on peut dépasser la résolution tunnel limite prédite en éliminant la contribution de l'électronique au bruit.

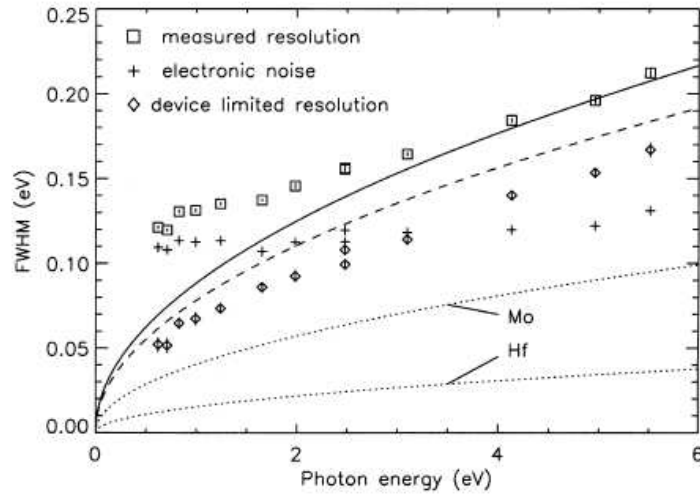


FIG. 1.3: Résolution énergétique mesurée à différentes longueurs d'onde pour une jonction carrée Ta-Al de $50 \mu\text{m}$ de coté. La résolution tunnel limite calculée avec la formule 1.2 est représentée en trait plein pour $\Delta_g=0,67$ eV (gap du tantale) et en pointillés longs pour $\Delta_g=0,52$ eV (valeur mesurée du gap de la jonction). En pointillés courts, la résolution tunnel limite associée au gap du Mo et du Hf [Verhoeve, 2000].

Le tableau présenté fig. 1.4 expose les caractéristiques électriques des JSET réalisées à travers le monde et les résultats en détection qui en découlent. On retrouvera ces résistances électriques³ tout au long de la thèse. La résistance dynamique R_D décrit le le courant de fuite des jonctions qui parasite le courant de photodétection. La résistance normale R_N caractérise la transparence de la barrière isolante : plus elle est élevée (moins la transparence est grande) et moins les QP photo-excitées auront de facilité à traverser la barrière par effet tunnel. Il s'agit donc d'obtenir les meilleure rapports R_N/R_D possibles pour améliorer la détectivité des JSET. Les données proviennent de [Jerjen *et al.*, 2004a] pour le PSI, de [Wilson *et al.*, 2003] pour Yale, de [Angloher *et al.*, 2001] pour Munich, de [Brammertz *et al.*, 2004] pour l'ESTEC, de [Kozin *et al.*, 2004] pour l'université Lomonosov de Moscou et de [Shiki *et al.*, 2004, Otani *et al.*, 2002] pour RIKEN.

³Ramenées à la surface pour pouvoir comparer les dispositifs de différentes tailles entre eux

Groupe	PSI (suisse)	Yale	TU Munich	ESTEC	LMSU Moscou	Riken (Japon)	Riken	Cette thèse
Type de jonction	Ta/Al	absorbeur Ta jonction Al	absorbeur Pb jonction Al	Al	Nb/Al	Nb/Al	Nb/Al	Ta/Al
Taille (μm)	20*20	20*10 losange	100*100	30*30	80*80	100*100	20*20	40*40
R_n ($\mu\Omega\text{cm}^2$)	4	*	100	7	4	8,8	2	40
R_d (Ωcm^2)	2	*	10	1,9	0,13	14	0,08	0,8
Pouvoir de Résolution	2,5 à 500 nm	1,7 à 340 nm	500 à 5,9 keV	10 à 500 nm	75 à 5,9 keV	3 à 20 nm	2,5 à 500 nm	~1 à 780 nm

FIG. 1.4: Tableau de comparaison des JSET réalisées récemment dans les principaux groupes de recherche. Le pouvoir de résolution correspond au rapport de l'énergie du photon détecté sur la résolution (mesurée comme la largeur à mi-hauteur des pics de détection).

1.2 Cadre de la photodétection

1.2.1 Les détecteurs supraconducteurs

D'autres détecteurs de rayonnement capables de compter des photons individuels en utilisant des matériaux supraconducteurs ont été imaginés. On distinguera principalement les détecteurs bolométriques et parmi eux les bolomètres à transition supraconductrice dit **TES** pour *transition edge sensor* et les bolomètres à électrons chauds, **HEB** (*hot electron bolometer*). Les bolomètres⁴ pour la détection lumineuse mesurent le changement de la résistance (capacité ou inductance éventuellement) d'un matériau consécutif à l'échauffement provoqué par l'absorption de photons.

Les TES :

La couche supraconductrice sensible est polarisée au voisinage de la transition supraconducteur - normal (transition SN). On utilise un élément qui possède une transition résistive SN abrupte si bien que l'on peut détecter une large augmentation de la résistance quand un photon est détecté. Le coefficient de résistance $\frac{\partial R}{\partial T}$ des matériaux doit donc être aussi grand que possible et garder le même signe dans la plage de température utilisée en détection. Généralement les TES sont polarisés en tension pour bénéficier d'une rétroaction thermoélectrique favorable qui réduit le temps caractéristique du détecteur [Richards, 1994] : quand un photon est absorbé et que la résistance augmente, on détecte une chute de courant, et l'effet joule (ou échauffement) U^2/R diminue rapidement en facilitant le retour du système à son état initial ; tandis qu'avec une polarisation en courant, Ri^2 commence par augmenter avec R, entraînant la température avec lui : on risque alors l'emballement thermique puisque l'échauffement augmente la résistance, qui à son tour augmente l'effet Joule.

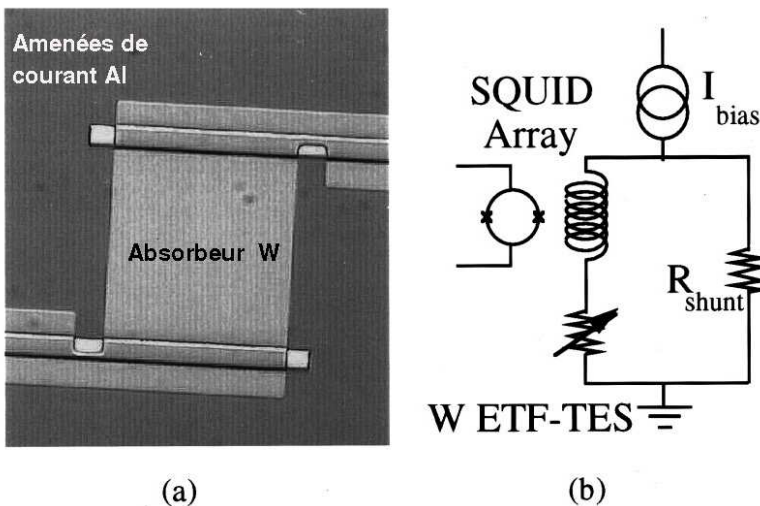


FIG. 1.5: (a) Photographie du TES à absorbeur de tungstène développé par Stanford et le NIST/ (b) Schéma de l'électronique de lecture. Extrait de [Cabrera et al., 1998]

Des matrices de TES de très bonne sensibilité ont été dernièrement développées au NIST [de Korte et al, 2003]. Elles utilisent des amplificateurs de courant à SQUID (*Single quantum interference device*) avec un réseau de lecture multiplexé dans le temps. Les meilleurs résultats en sensibilité des TES dans l'infrarouge proche ont été obtenus à très basse température (0,1 K) avec des films de tungstène au NIST [Miller et al., 2003]. Mais comme dans la plupart des systèmes

⁴Il sont parfois aussi appelés thermomètres.

bolométriques, un compromis doit être trouvé entre sensibilité et rapidité au travers du degré de couplage thermique du détecteur avec le substrat ou plus généralement le bain thermique. En effet, plus celui-ci est faible, et plus l'influence du rayonnement est importante mais plus le mécanisme de retour à l'équilibre est long. Ainsi dans le cas des TES à base de tungstène (figure 1.5) développés au NIST [Miller *et al.*, 2003], le processus se fait sur plus de $20 \mu\text{s}$ et avec une excellente discrimination sur le nombre de photons monochromatiques incidents à $1,55 \mu\text{m}$ (pouvoir de résolution énergétique de l'ordre de 2). À l'opposé, des TES suspendus, à base de YBaCuO épitaxié sur une membrane silicium, fonctionnent à 85K sur des cycles de détection⁵ d'environ $6 \mu\text{s}$ mais leur rapport signal sur bruit est moins favorable. [Méchin *et al.*, 97].

Les HEB :

Leur principe repose sur l'utilisation de "points chauds" normaux qui se nucléent dans un film supraconducteur ultra-mince (quelques nm) [Kadin et Johnson, 1996, Gol'tsman *et al.*, 2001]. Pour obtenir ces points chauds, on place un pont supraconducteur bien en dessous de sa température critique et on maintient une polarisation en courant proche de (ou dans) la transition supraconducteur-normal. Lors de l'absorption d'un (ou plusieurs) photon(s), les caractéristiques du point chaud (principalement sa taille) évoluent avec l'énergie déposée et on mesure les variations de résistance associées.

Ces points chauds sont constitués d'une population de quasiparticules hors équilibre thermodynamique dont la température effective est supérieure celle du bain [Semenov *et al.*, 1995, Il'in *et al.*, 1998, Il'in *et al.*, 2000]. Leurs durées de vie peuvent atteindre des valeurs extrêmement faibles de l'ordre de quelques dizaines de picosecondes sous réserve d'optimiser l'influence relative des interactions électrons-électrons, électrons-phonons, de la recombinaison (désexcitation) et de la diffusion des phonons et des électrons [Prober, 1993].

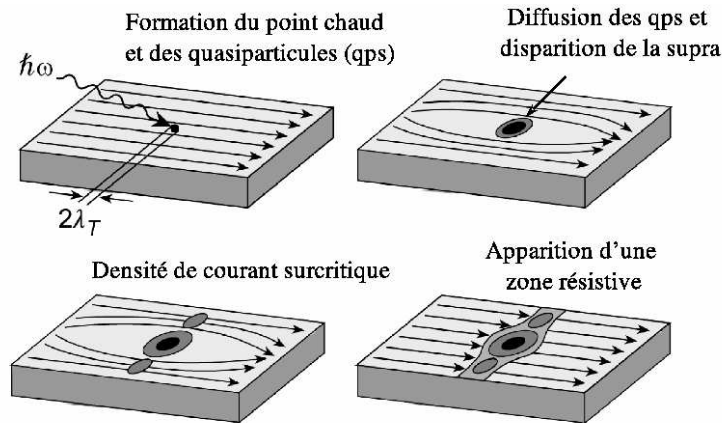


FIG. 1.6: Représentation schématique du processus de détection d'un photon dans un HEB d'après [Gol'tsman *et al.*, 2001].

Dans le cas des HEB destinés à la détection de photons uniques⁶, on utilise des films ultra minces sous forme de ponts de largeur inférieure au μm polarisés en courant dans (ou proche de)

⁵Ou temps minimal entre deux événements lumineux pour que le dispositif puisse les discerner.

⁶De longueur d'onde inférieure à quelques μm

la transition supraconducteur-normal. Dans cette configuration, c'est l'absorption d'un photon qui génère directement un point chaud de quasiparticules hors équilibre. L'apparition de cette zone normale réduit le canal de conduction du courant supraconducteur et comme les dimensions du canal sont de l'ordre de celle du point chaud, la région de constriction⁷ transite sous l'effet d'une densité de courant supérieure à la densité de courant critique. Un pic de tension apparaît alors aux bornes du pont consécutivement à l'apparition de la résistance comme sur la représentation schématique fig. 1.6.

Les HEB en nitrure de niobium ont montré d'excellents résultats en comptage de photons dans le visible [Semenov *et al.*, 2001, Verevkin *et al.*, 2002]; la durée du pic de tension est de l'ordre de la vingtaine de picosecondes et le temps de retour à l'équilibre ou temps-mort est de 30 ps, ce qui laisse imaginer des taux de comptage bien supérieurs au GHz. Des HEB sous forme de méandres de NbN sont réalisés au CEA Grenoble dans la même salle blanche que les JSET de cette thèse, au Laboratoire de Cryophysique [Romestain *et al.*, 2004].

1.2.2 Les détecteurs classiques et le comptage de photons

On entendra ici par détecteur classique, tout détecteur n'incluant pas de matériaux supraconducteurs. Les détecteurs classiques fonctionnent tous autour du comptage de charges photo-excitées. On peut cependant distinguer deux classes d'excitations :

- L'émission pure et simple d'électrons libérés d'un matériau par l'apport d'énergie lumineuse. Le matériau absorbant est appelé photo-cathode.
- La création de paires électrons-trous dans la bande de conduction de semiconducteurs, suite à l'éclairement d'une photodiode.

Ces deux effets sont utilisés, déclinés et parfois combinés dans une infinité de détecteurs dont je décrirai les principaux.

Les photomultiplicateurs

Les tubes photomultiplicateurs [Lallemand, 1955, Wlerick, 1987] fonctionnent en multipliant les électrons libérés par une photo-cathode soumise à un flux lumineux. La figure 1.7 décrit le processus de détection : l'énergie d'extraction d'un électron de la photo-cathode est suffisamment basse pour permettre la photo-émission d'un électron lors de l'absorption d'un photon. Cet électron est ensuite entraîné par un champ électrique d'accélération sur une première électrode métallique appelée dynode. Sous l'effet du choc, des électrons secondaires sont rétro-diffusés et dirigés vers la seconde dynode où, à leur tour, ils libèrent chacun un certain nombre d'électrons secondaires. Le processus se poursuit ainsi jusqu'à la dernière dynode qui fait office d'anode. Sachant que le nombre moyen d'électrons rétro-diffusés par impact est directement piloté par la différence de potentiel entre les deux dynodes successives concernées, on peut piloter le gain du tube de multiplication. La conception des dynodes et leur composition de surface permettent d'atteindre des gains autour de 10^7 avec moins de 10 dynodes et moins de 500 V répartis.

La réponse spectrale, l'efficacité quantique, la sensibilité et le courant d'obscurité (courant de bruit résiduel ne correspondant pas à la conversion de lumière) d'un photomultiplicateur dépendent de la composition de la photo-cathode. Les meilleures photo-cathodes dans le visible ont une efficacité quantique autour de 30 % (ce qui veut dire que 70 % des photons incidents ne

⁷Qui peut donner naissance à un "Phase Slip Center" [Jelila *et al.*, 1998]

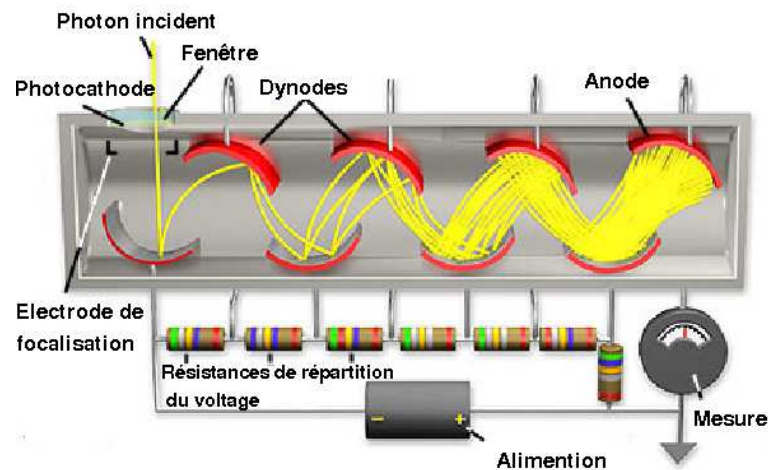


FIG. 1.7: Tube photomultiplicateur : La photo-cathode libère par photo-émission un électron qui se "démultiplie" à chaque collision avec les dynodes.

libèrent pas d'électrons).

Quant au courant d'obscurité d'un photomultiplicateur, il a diverses origines : les électrons émis par la cathode par effet thermoélectrique, le courant de fuite entre les dynodes, et les rayonnements de très haute énergie. Le temps mort des détecteurs est un autre paramètre important : c'est le temps de retour à l'état initial après un événement lumineux. Il fixe la fréquence de détection maximale (son inverse) à laquelle le dispositif peut encore distinguer les événements entre eux. Pour les photomultiplicateurs, il est de l'ordre de quelques ns, ce qui permet d'atteindre des fréquences de détection supérieures au MHz.

Un autre système de multiplication est aujourd'hui couramment utilisé, les MCP ou galettes de micro-canaux (*Micro channel plates*) : à la place d'une succession de dynodes ou utilise des faisceaux de capillaires en verre courbés (torsadés) dont les parois jouent le rôle des dynodes dans un tube de multiplication : la courbure, maintenue par rapport à la direction du champ, force les collisions des électrons sur les parois.

Les réseaux de photomultiplicateurs utilisés jusqu'à aujourd'hui ne sont pas miniaturisés et servent essentiellement à des applications astronomiques pour l'observation des rayons cosmiques hautes énergies et des neutrinos. On peut citer par exemple le réseau de dix milles tubes photomultiplicateurs entourant la sphère acier de 9 m de rayon contenant de l'eau lourde du "*Sudbury Neutrinos Observatory*" pour la détection des neutrinos (www.sno.phy.queensu.ca) ou le réseau de 700 tubes photomultiplicateurs enterrés dans la glace du Pôle Sud à plus de 1 km de profondeur de AMANDA (*Antartic muon and neutrino detector array*) pour la compréhension de l'origine des rayons cosmiques ultra-haute énergie (10^{15} eV) [Arrens et al, 2004].

Les photodiodes à avalanches

La photodiode à avalanche (APD) [Kindt, 1999] est une des applications de l'effet photovoltaïque dans les jonctions semiconductrices (diode). Elle combine également un processus de multiplication sous fort champ électrique. La diode est polarisée en inverse à très haute tension.

Si bien que, malgré la résistance très importante du dispositif, la moindre charge traversant la jonction est accélérée par le champ électrique et arrache des électrons (secondaires) par effet de bombardement. Or les charges photo-excitées sont justement susceptibles de provoquer cette avalanche. Un schéma de fonctionnement simplifié est représenté figure 1.8.

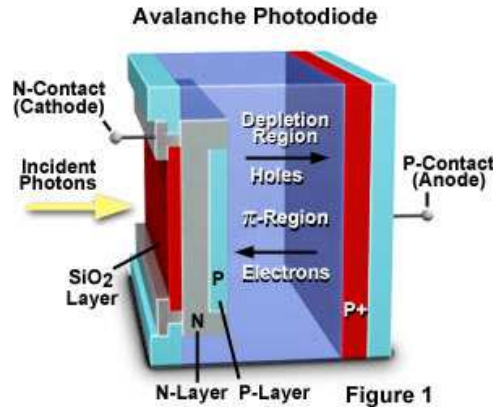


FIG. 1.8: Représentation schématique d'une diode à avalanche : l'excitation des charges se fait dans la région π . L'avalanche se réalise sous l'effet de la forte tension de polarisation. Tirée de *micro.magnet.fsu.edu*

Les gains peuvent atteindre 10^6 au détriment d'une augmentation du courant d'obscurité. Ces photodiodes peuvent atteindre de très bonnes efficacités quantiques jusqu'à 90 % au prix d'un rapport signal sur bruit dégradé et vice versa.

Les photodiodes à avalanche peuvent fonctionner en mode comptage de photons, dit mode Geiger⁸ avec quelques avantages sur les tubes photomultiplicateurs comme la compacité, l'immunité au champ magnétique et une meilleure efficacité quantique. De plus, contrairement aux photomultiplicateurs à tube, elles sont intégrables en réseaux miniaturisés [Vasile *et al.*, 1998, Tae-Yong-Song *et al.*, 2003, Macri *et al.*, 2003]. Cependant, le mode Geiger est aussi caractérisé par un fort courant d'obscurité.

Dans les deux paragraphes suivant, je décris sommairement les deux types de matrices de détecteurs les plus répandus utilisant les procédés de fabrication de la microélectronique. Ils reposent sur l'utilisation de photodiodes silicium (ou autre) à fort potentiel d'intégration.

Les CCD [Howell, 2000]

L'appellation CCD en elle même, qui veut dire dispositif à transfert de charges (*Charge coupled device*), ne décrit pas le type de détecteur mais le mécanisme de lecture des charges produites aux niveau des photodiodes (ou plus généralement des pixels).

Classiquement dans les CCD, une matrice entière est lue par un seul amplificateur situé à un de ses coins. Les charges enregistrées sont transférées successivement lignes par lignes dans des registres en parallèle jusqu'à un registre série. À l'arrivée de chaque ligne dans le registre série, celui-ci transfère successivement à l'amplificateur les charges de chacun des pixels de la ligne. C'est à dire que chaque pixel est lu successivement. On dit alors que les pixels sont multiplexés temporellement vers la sortie. Généralement, il y a 2 types de pixels en même quantité : les pixels de détection lumineuse qui engendrent les charges et les pixels où sont sauvegardés ces charges pendant la lecture. De cette manière, après le temps commun d'intégration pendant lequel chaque pixel de détection enregistre l'information lumineuse, l'ensemble de l'empreinte de l'image constituée est transférée dans les pixels de sauvegarde. Puis durant la lecture et l'amplification individuelle de chacun de ces derniers, une nouvelle séquence d'intégration commence dans la

⁸Caractérisé par une tension de polarisation très élevée

zone photo-sensible. Les deux architectures classiques de caméra CCD sont représentées figure 1.9.

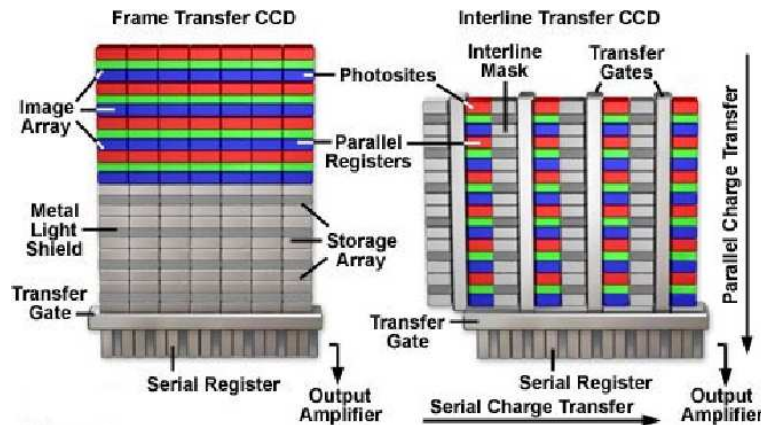


FIG. 1.9: Schéma de représentation des 2 architectures standards de CCD. Tirée de *micro.magnet.fsu.edu*

La simple observation de ce schéma met en évidence les deux facteurs mis en balance :

- D'un côté (à gauche), on a un dispositif à taux de remplissage élevé où les deux fonctions de détection et de sauvegarde sont isolées : on parle de CCD à transfert de trames. La contrepartie réside dans la transmission de l'empreinte de l'image qui doit se faire aussi vite que possible si l'on veut avoir l'image à un instant donné (ou alors il faut envisager de bloquer l'acquisition lumineuse le temps du transfert). En effet, il y a un phénomène de traînée (*smearing* en anglais) laissée par l'illumination qui se poursuit pendant le transfert des lignes vers la zone de sauvegarde puisque celle-ci ne se fait pas instantanément. Ce phénomène est limité par le rapport des fréquences de lecture et de transfert. La fréquence de lecture des pixels de la zone de sauvegarde par l'amplificateur de sortie est bien plus faible que celle du transfert des lignes d'image vers la zone de sauvegarde : c'est à dire que le temps pendant lequel les lignes sont transférées, et donc exposées à la lumière d'autres lignes, est faible devant le temps d'acquisition d'une image.
- De l'autre, les lignes de sauvegarde et d'acquisition lumineuse sont adjacentes, on parle de CCD à fonctions interlacées. Cela se fait au détriment du facteur de remplissage et exige un système de couplage optique plus élaboré avec, quoi qu'il en soit, un coût en efficacité quantique.

De manière générale, la photodiode silicium est le composant absorbant l'énergie lumineuse. Cependant la sensibilité de cette photodiode est réduite par les couches contrôlant le transfert des charges : des grilles en polysilicium gérant la conductivité des canaux de transfert, la fine couche isolante de dioxyde de silicium et la couche de passivation en nitrure de silicium : ces structures absorbent ou réfléchissent les rayonnements lumineux ce qui atténue sérieusement l'efficacité quantique en dessous de 500 nm (longueur d'onde). À faible énergie, c'est l'absorption dans le silicium qui limite l'efficacité quantique des CCD silicium dont le gap devient trop grand : s'il faut une vingtaine de microns de silicium pour stopper 90% du rayonnement à 800 nm il faut en compter 470 à 1000 nm et 7600 à 1,1 μm [Mathieu, 2004].

Par ailleurs, il faut noter un point important : un photon a une probabilité donnée, inférieure à un, de créer un unique électron et ce, indépendamment de sa longueur d'onde. Un disposi-

tif CCD ne possède donc pas intrinsèquement de chromaticité. La chromaticité des CCD peut s'obtenir en filtrant alternativement les longueurs d'onde (triple filtre rotatif tournant à vitesse constante devant la matrice de détection par exemple). Cela se fait au détriment de l'efficacité quantique (on lit successivement une fraction du spectre), de la vitesse et de la simultanéité d'une acquisition.

L'autre méthode consiste à utiliser plusieurs photodiodes adjacentes pour chaque pixel d'image. Chacune des photodiodes d'un pixel étant dédiée à une bande énergétique lumineuse. Il y a un coût en nombre de détecteurs en plus d'un coût en efficacité quantique. En astronomie, on minimise la perte d'efficacité quantique en dispersant la lumière en amont du dispositif : les longueurs d'onde qui arrivent aux photodiodes sont présélectionnées avec des réseaux de Bragg en transmission ou en réflexion.

Il y a divers types de couplage optique associés avec les CCD. On peut par exemple superposer un réseau de micro-lentilles sur les photodiodes pour améliorer le couplage optique vers la surface sensible. Cela revient à améliorer le taux de remplissage. Un autre système amplifie la lumière avant de la distribuer sur la matrice. Il utilise un photomultiplicateur avec un faisceau de capillaires en verre torsadés (*Micro channel plates*) couplé à un écran fluorescent qui reconvertit le flux d'électrons en photons. Un réseau de fibres optiques couple ensuite cette lumière amplifiée avec les photodiodes (on parle de ICCD pour *Intensified CCD*). Ou plus simplement des systèmes CCD sont adaptés au bombardement électronique issu d'un photomultiplicateur disposé en amont (EBCCD pour *Electron bombarded CCD*) [Howell, 2000]. Dans les deux cas, on fait appel à une multiplication des particules incidentes qui est utile pour améliorer la sensibilité du dispositif. Mais le gain en rapport signal sur bruit est nul, cela introduit même une dégradation. Si on cherche avant tout à améliorer le rapport signal sur bruit le plus efficace est de ralentir la cadence d'acquisition et/ou de refroidir le dispositif. On utilise donc ces systèmes à multiplication pour les applications où la rapidité est importante (vision de nuit pour les militaires, fluorescence des cellules dans le médical).

Dans le cadre de l'observation astronomique, on privilégie le refroidissement (jusqu'à l'azote liquide, 77K et parfois jusqu'à l'He liquide pour l'infrarouge lointain) pour diminuer le courant d'obscurité. Pour donner un ordre d'idée, on passe par exemple de 200 électrons/pixel/s à 20°C à 1 électron/pixel/s à -40°C avec le CCD65 de chez e2v (anciennement *Marconi Applied Technologies e2vtechnologies.com*). Par ailleurs une augmentation significative de l'efficacité quantique a été obtenue en effectuant l'illumination en face arrière de CCD à substrat aminci.

La dernière innovation proposée par e2v ouvre des perspectives très intéressantes pour l'imagerie à faible flux lumineux. En essence la structure de départ est très proche de celle des CCD standards [Mackay *et al.*, 2001, Cochrane et Spencer, 2000]. La différence réside dans le registre de sortie série et repose sur un principe de multiplication des charges que l'on retrouve dans la plupart des filières à comptage de photons ; on parle de EMCCD (*Electron multiplied CCD*). Au lieu d'avoir le même nombre de pixels que les lignes de détection, le registre de sortie est allongé par un registre de multiplication qui, en gros, double le nombre d'éléments. Ce registre de multiplication est alimenté à une tension nettement plus élevée que celle que nécessiterait un simple transfert des charges : cela a pour conséquence (en fonction de cette tension) de générer des porteurs de charge additionnels sous l'effet de l'accélération des électrons, dans la même logique que les diodes à avalanches. Par exemple, une caméra CCD de 600*300 pixels avec un registre de multiplication de 600 étages dans lequel la probabilité de dédoublement d'un électron est de 1% donne une multiplication moyenne de $1,01^{600} \approx 400$. Cette amplification, qui permet

de rendre négligeable le bruit de lecture du CCD, s'accompagne d'une dégradation du rapport signal sur bruit d'un facteur en $\sqrt{2}$ (à rapprocher du facteur de Fano des JSET) du à la dispersion dans la multiplication et équivalent à la division par 2 de l'efficacité quantique [Mackay *et al.*, 2001]. Cependant à très faible flux (à beaucoup moins d'un photon/pixel/s), quant on se contente d'une réponse binaire, absorption ou non, cette dégradation perd de son importance. La difficulté étant alors de réduire suffisamment le courant d'obscurité.

Les imageurs CMOS

Leur nom provient de l'utilisation directe de la structure CMOS (*Complementary metal oxide semiconductor*) standard comme dispositif de multiplexage. Et au vu de la maîtrise et des performances de l'industrie de la microélectronique dans l'intégration des dispositifs CMOS, on peut facilement envisager les avantages de ce type de systèmes notamment en terme de coût. Cependant, les détecteurs CMOS furent délaissés au profit des CCD à cause de leurs piètres performances en terme de sensibilité jusqu'au début des années 90. C'est à cette époque que les avancées dans la conception des CMOS laissaient entrevoir des matrices plus grandes avec plus de pixels de plus petite taille (or la résolution spatiale de l'image est en surface de la matrice / surface des pixels) et des fonctions de traitement intégrées plus intéressantes. L'autre avantage principal est lié à la faible consommation électrique des structures CMOS avec un gain en puissance dissipée de l'ordre de 5 par rapport au CCD.

Leur principe de fonctionnement est très proche de celui des matrices CCD : ils utilisent aussi des photodiodes pour collecter la lumière et stockent les charges photo-excitées dans des puits de potentiel pendant le temps d'intégration (illumination). La principale différence est que contrairement aux CCD qui transfèrent les charges produites avant le traitement, les imageurs CMOS convertissent les charges en tension, directement au niveau des pixels, et ce sont ces tensions qui sont lues, de manière non destructive, par les structures CMOS. C'est d'ailleurs là une des différences fondamentales entre les deux systèmes : là où une matrice CCD lit l'information de manière destructive en transférant les charges, les imageurs CMOS lisent le potentiel lié à l'excitation sans l'affecter. Une "circuiterie" de remise à 0V des pixels doit donc être intégrée pour intervenir entre chaque acquisition d'image.

On peut distinguer deux types de réseau de détecteurs CMOS : Ceux qui sont destinés à opérer dans le visible et qui utilisent le silicium comme matériau photo-sensible et ceux qui sont destinés à l'infrarouge poche (IRCMOS) et qui sont dans l'obligation d'utiliser des matériaux de gap plus faibles comme le HgCdTe, dont la composition en Cd permet de déterminer la valeur du gap dans la plage [0,1 ; 1,6 eV]. Dans le premier cas, le gap du silicium (1,24 eV \leftrightarrow 1 μ m de longueur d'onde, c'est un gap indirect) est suffisamment faible par rapport à l'énergie d'un photon visible pour pouvoir intégrer dans une filière silicium les fonctions de détection et de lecture sur un seul substrat. Dans le second cas, on sépare les deux fonctions sur deux plaquettes différentes : la première avec la matrice d'éléments sensibles (jonctions N⁺N/P) et la seconde avec la circuiterie CMOS. Les deux fonctions sont superposées mécaniquement pour faire correspondre chaque pixel de détection avec le pixel correspondant de lecture et connectées électriquement pixel par pixel avec des billes d'indium (voir la référence [Castelein *et al.*, 2004] pour une description de ce type de procédure).

Cependant la sensibilité moindre de cette technologie ne devrait pas lui permettre de remplacer les CCD pour les applications les plus exigeantes en terme de réponse aux faibles flux

lumineux. Cette différence a principalement deux origines :

- le fait qu'en entrée de l'amplificateur de sortie d'un réseau CCD, s'enchaînent alternativement le niveau de base et le signal lié à un pixel, permet à l'amplificateur (de fonctionner en "anode différentielle" et) de supprimer le bruit corrélé à basse fréquence⁹.
- le nombre de couches nécessaires à l'intégration des fonctions de détection et de lecture de la technologie CMOS. Il diminue singulièrement la probabilité pour un photon d'arriver jusqu'à la zone sensible par la face avant et il rend particulièrement difficile l'amincissement des substrats pour un éclairage en face arrière comme pour les CCD.

On retrouvera donc les détecteurs CMOS de plus en plus dans les objets du quotidien (caméra, scanner, fax, automobile, lecteurs de code barre...) et dans les applications préférant leur capacité à acquérir des images très rapidement avec une grande résolution spatiale à leur efficacité quantique (inspection industrielle, systèmes d'armement, diagnostic médical, vision nocturne [Castelein et *al*, 2004, Perelman et Ginosar, 2001]).

On peut noter pour finir que divers prototypes de photodétecteurs sont réalisées par les techniques de la microélectronique en incluant sur le substrat une électronique de lecture CMOS à proximité de la fonction de détection (par exemple avec des diodes à avalanche [Rochas et *al*, 2003]).

1.3 Comparaison et bilan

1.3.1 Tableau catalogue

Le tableau 1.10 fait le bilan des caractéristiques des détecteurs à comptage de photons les plus compétitifs. Les deux premiers dispositifs sont des photodiodes à avalanches (notées APD) disponibles dans le commerce. On voit que l'infrarouge est accessible en changeant de matériau mais au prix d'un rapport efficacité quantique sur courant d'obscurité dégradé avec le système proposé par Id Quantique.

La diode à avalanches suivante (pour le visible) [Rochas et *al*, 2003] a donné ses premiers résultats récemment : efficacité quantique et courant d'obscurité ne sont pas très bons mais devraient s'améliorer et les possibilités de multiplexage CMOS sont intéressantes. La quatrième ligne décrit les caractéristiques du VLPC (Visible Light Photon Counter) développé par une collaboration entre Stanford et Mitsubishi [Takeuchi *et al.*, 1999, Kim *et al.*, 1999]. Le nom désigne le système complet déployé autour de la fonction détectrice, une double diode à avalanche en silicium. Ce sont les meilleurs résultats atteints avec les photodiodes à avalanche et contrairement aux dispositifs de comptage standards qui ne détectent que la présence ou l'absence de photons, le VLPC a la possibilité de discriminer le nombre de photons incidents (entre 1 et 4) pendant la fenêtre temporelle d'acquisition [Waks et *al*, 2003].

Les deux lignes suivantes présentent les caractéristiques de deux photomultiplicateurs à tube de chez Hamamatsu, à tubes (PMT) ou avec un faisceau de microcanaux en verre torsadés ("MCP pour Micro Channel Plates") (voir le paragraphe p. 12). On retrouve une plus faible sensibilité dans le visible que pour les photodiodes à avalanche pour globalement moins de courant d'obscurité et on peut noter la meilleure réponse aux UV. La ligne suivante décrit les dispositifs CCD à multiplication des électrons (EMCCD, voir le paragraphe p. 14) développés par e2v sous le nom 3LCCD (pour Low Light Level CCD). On voit que les performances atteintes dans le visible sont exceptionnelles que ce soit en terme d'efficacité quantique ou de courant d'obscurité.

⁹C'est à dire de fréquence faible par rapport à celle de l'horloge de lecture (on parle aussi de fréquence pixel).

	Résolution E/ ΔE	Efficacité quantique		Courant d'obscurité cps*s-1	Température d'opération	Réseaux	Fréquence maximale Hz	Résolution temporelle
		% à	longueur d'onde					
APD Si (modules) [Perking-Elmer]	aucune	5%	400 nm	25	\longleftrightarrow 5 - 40 °C	1 pixel	10 MHz	350 ps
		65%	650 nm			4 pixels		
		10%	1 μ m					
APD InGaAs/InP [Id Quantique]	aucune	10%	1,3-1,5 μ m	50000	10 - 30 °C	mono	100 kHz	800 ps
APD Si (CMOS tech.) [Rochas, 2003]	aucune	20%	420 nm	900	ambiante	prévu	10 MHz	50 ps
			620 nm					
			750 nm					
APD Si [Takeuchi, 1999]	Dis. 1 à 4 photons [Kim, 1999]	88%	à 700 nm	2E4	6,9 K	mono		2 ns
		80%		6000				
		40%		300				
PMT [Hamamatsu]	aucune	40%	500 nm	100 à 0°C		mono	10 MHz	
			600 nm					
PMT-MCP [Hamamatsu]	aucune	20%	280 nm	2000		mono	10 MHz	25 ps
			720 nm					
			40%					
EMCCD [e2v]	aucune	30%	350 nm	200 /pixel	20°C	625*576	5 MHz/pixel 14Hz/image	faible
			950 nm	1 /pixel	-40°C			
			88%	700 nm	négligeable			
JSET Al [Brammertz 2004]	12,5 à 1 μ m	de 10 à 20% entre 100 et 1000 nm *	N/C	50 mK	prévu	10 kHz	< 0,1 μ s	
	15 à 500 nm							
	22 à 250 nm							
JSET Ta/Al [Verhoeve, 2000]	18 à 1 μ m	~ 70% entre 310 et 720 nm	N/C	0,32 K	12*10	10 kHz	< 0,1 μ s	
	25 à 500 nm							
	33 à 250 nm							
TES tungstène [miller, 2003]	2 à 1,55 μ m 20 à 400 nm	40%	entre 200 et 1000 nm	1E-3	< 0,1 K	4*4	10 kHz	< 0,1 μ s
		20%	1 - 1,8 μ m					
HEB NbN [Korneev, 2004]	Dis.	20 %	400-800nm	1E-3	4,2 K	mono	2 GHz	< 18 ps
		~10 %	1,3-1,55 μ m	3000				
		20%	1,26 μ m	1E-7!				
JSET Ta/Al Cette thèse	< 2 à 780 nm	non mesurée	N/C	0,1 - 0,3 K	3*3	10kHz	échant. à 0,8 μ s	

FIG. 1.10: Tableau de comparaison des différents détecteurs compétitifs pour le comptage de photons. Mono est utilisé pour monodétecteur et dis. pour discrimination. N/C pour non concerné : on peut négliger les coups d'obscurité dans les JSET en mode comptage de photons et le courant d'obscurité (non lié au signal lumineux) se traduit dans la dégradation de la résolution sans introduire de faux événements.

Notons cependant que la multiplication dégrade le rapport signal sur bruit d'un facteur $\sqrt{2}$ ce qui revient à diviser par deux l'efficacité quantique par rapport aux valeurs indiquées dans le tableau. La limitation principale de ces dispositifs provient du manque de résolution intrinsèque de la caméra : sur une acquisition, elle ne sait pas indiquer autre chose que l'absorption ou

la non absorption de lumière. On a donc ni accès à un nombre de photons, ni à la longueur d'onde. Obtenir la chromatocité imposerait d'utiliser une optique de dispersion des longueurs d'onde. Le deuxième inconvénient est son fonctionnement limité au visible. Ajoutons enfin que le fonctionnement en comptage de photons n'est pas encore satisfaisant car le gain qu'il est nécessaire d'appliquer dégrade de manière rédhitoire le nombre de coups d'obscurité¹⁰, c'est à dire la fréquence des "faux" événements ne correspondant pas à l'absorption d'énergie lumineuse.

Les 4 lignes suivantes rassemblent les caractéristiques des détecteurs supraconducteurs les plus compétitifs. On retrouve les deux principaux types de JSET de l'ESTEC (ESA), les TES en W développés par une collaboration entre le NIST et Stanford et les HEB en NbN développés par une collaboration entre l'université de Rochester et celle de Moscou. Enfin, en dernière ligne on trouve les jonctions Ta/Al développées pendant cette thèse.

1.3.2 Les détecteurs supraconducteurs [Romestain *et al.*, 2004]

Faisons un bilan sur les détecteur supraconducteurs. On peut d'abord distinguer d'un coté le couple JSET-TES (Bolomètre à transition supraconductrice) qui propose une résolution énergétique et de l'autre les HEB NbN qui autorisent du comptage ultrarapide au delà du GHz avec la résolution temporelle associée. Pour les premiers, il faut aussi rappeler qu'ils sont sensibles sur une très large bande spectrale, des Rayons X jusqu'à l'infrarouge proche là où les HEB pour des raisons d'épaisseur de couche très faible, ne sauraient être sensibles dans les hautes énergies à partir des UV. La compétition entre le couple JSET/TES et les HEB est donc réduite aux applications pour lesquelles la rapidité et la chromatocité ne sont pas critiques. Les HEB sont particulièrement adaptés aux applications de cryptographie quantique pour les télécommunications à 1,3 et 1,55 μm (codage ou tomographie [Sobolewski *et al.*, 2003]) et les tests de défaillances pour les circuits intégrés [Zhang *et al.*, 2003] alors que le couple JSET/TES est plus flexible et devient compétitif dès que la chromatocité ou la large bande spectrale (à faible flux) entre en ligne de compte.

Au niveau de l'efficacité quantique, il est important de noter que les pertes pour le couple JSET-TES sont presque exclusivement optiques, c'est à dire lié au couplage optique des photons dans l'absorbeur supraconducteur. Il s'agit essentiellement du coefficient de réflexion des couches en question. Ce qui veut dire qu'il est possible d'utiliser des couches anti-reflets qui permettraient d'atteindre 100% avec la contre-partie d'une spécification de la bande spectrale d'opération puisque les couches anti-reflets sont adaptées en longueur d'onde. Dans le cas des HEB, l'épaisseur de l'absorbeur (quelques nm) joue aussi un rôle en limitant l'absorption des photons, mais on peut aussi envisager une très nette amélioration de l'efficacité quantique par l'optimisation du couplage optique. Dans cette perspective, les travaux de Rajteri *et al.* [Rajteri *et al.*, 2000] qui déposent des films de type $(a - \text{SiN}_x : \text{H}_x)$ sur le niobium et l'aluminium sont très encourageant pour les JSET.

Les JSET et les TES sont donc deux types de détecteurs très proches en terme de performances et qui visent les mêmes applications. En résumé, ils permettent le comptage de photons (*single photon counting*) avec de la chromatocité et une précision sur l'instant d'arrivée de l'ordre de la centaine de ns. Ces propriétés sont valables sur une très large bande énergétique, de l'infrarouge proche (résolution énergétique faible à plus de 2 μm) aux rayons X (résolution 1000) avec une bonne efficacité quantique et potentiellement proche de 100%. On peut cependant noter quelques différences :

¹⁰On parle aussi de bruit ou de courant d'obscurité

- la taille des pixels TES est imposé par la capacité calorifique là où elle est flexible pour les JSET [Cabrera *et al.*, 1998].
- les jonctions Ta/Al de la matrice S-Cam 3 (12*10, voir le paragraphe 1.4.2) fonctionnent à 0,3K là où les TES exigent 0,1K. Ce qui autorise l'utilisation de cryostat à adsorption d'³He pour les premières et impose un cryostat à dilution ou à désaimantation adiabatique pour les seconds. Le coût cryogénique est donc plus élevé pour les TES.
- Les TES sont lus par des amplificateurs à SQUID, les JSET peuvent aussi être lus avec des transistors à effet de champ (FET).
- La résolution des JSET est légèrement meilleure dans le visible (plus faible dans les X d'un ordre de grandeur)
- Un réseau de 12*10 pixels, S-Cam 3 [Martin *et al.*, 2004], a été testé cet été (juillet 2004) au Télescope William Herschel de La Palma. Les réseaux TES testés sont de 2*2 pixels couplés par fibre optique. Un réseau de TES 8*4 est en développement.
- Les possibilités de multiplexage temporel ont été démontrées pour les TES [de Korte *et al.*, 2003], alors que la conception est encore en cours pour les JSET.
- Comme pour les HEB, l'illumination des TES se fait sans dégradation en face avant, ce qui autorise un choix de substrat plus large et un couplage optique plus évident. Les JSET doivent prévoir un substrat transparent et adapté à la croissance cristalline de l'absorbeur (voir paragraphe 3.2.2).

La compétition entre ces deux technologies est donc importante et on peut citer pour l'illustrer, le programme XEUS (*X-ray evolving universe spectroscopy*) de l'ESA qui devrait utiliser les deux types de détecteurs [Bavdaz *et al.*, 2002]. C'est un projet ambitieux de satellite d'observation pour l'analyse de la formation des tout premiers trous noirs et amas de galaxies qui exige de la spectroscopie des UV aux rayons X (50 eV à 10 keV). Il est prévu d'utiliser des JSET pour la bande 50 eV - 2 keV et des TES Ti-Au pour la bande 2 - 10 keV [Bruijn *et al.*, 2004]. Mais le décollage du satellite est prévu dans la fourchette 2012-2015 et le choix définitif des détecteurs n'est pas encore figé.

1.3.3 Comparaison entre détecteurs classiques et détecteurs supraconducteurs

- Le détecteur de photon idéal permet de mesurer pour chaque quantum de lumière incident :
- l'instant d'arrivée du photon (t).
 - la position (x,y) de la détection. Cela demande autant de pixels que possible et une grande surface pour le maximum de précision.
 - la longueur d'onde du photon (λ).

On parle de détecteur tridimensionnel ($(x,y),t, \lambda$). Il s'agit donc de s'approcher autant que possible de ces exigences. Les dispositifs décrits jusqu'ici n'y répondent qu'en partie.

Les TES et les JSET sont les seuls détecteurs tridimensionnels fonctionnant en comptage de photons mais la construction de matrices à grand format n'est pas encore d'actualité. De l'autre côté, les CCD proposent les matrices à grand format et les récents développements des CCD à multiplication des électrons (EMCCD) devraient naturellement aboutir d'ici peu au comptage de photons dans le visible avec une bonne efficacité quantique. Faisons un tour d'horizon de leurs différentes caractéristiques en commençant par les points négatifs pour les détecteurs supraconducteurs :

1. la nécessité de les refroidir à très basse température (< 1 K) est un inconvénient majeur

pour leur opération sur télescope. Les EMCCD sont refroidis à -60°C par un simple système Peltier ou à 70 K (azote liquide) quand il faut encore diminuer le courant d'obscurité. Ce défaut n'est cependant pas rédhibitoire puisque des missions spatiales comme Planck et Herschel utilisent des systèmes cryogéniques embarqués à 0,1 K.

2. Le format des EMCCD est d'ores et déjà aux alentours des 30.000 pixels alors que la plus grande matrice de JSET a 120 pixels.
3. Le multiplexage des détecteurs supraconducteurs n'a été mis en oeuvre que dans de rares cas même si ses possibilités sont démontrées pour les TES.
4. Au niveau des moyens mis en oeuvre, les CCD bénéficient d'une logique de développement industrielle et le leadership de e2v est maintenu à grand renfort de subventions européennes qui se chiffrent en MEuros. C'est ce qui a permis de stabiliser la filière technologique et de réaliser de manière uniforme et reproductible des dispositifs à grand nombre de pixels. Les détecteurs supraconducteurs, quant à eux, sont pourtant des objets "rustiques" en terme de microélectronique (si on les compare à une structure CCD). Mais les moyens déployés en laboratoire n'ont pas encore été suffisants pour obtenir la reproductibilité et l'homogénéité nécessaires à l'intégration d'un grand nombre de pixels. En effet, l'utilisation des petits formats actuels de JSET (100 pixels) est rendu particulièrement délicate du fait du manque d'homogénéité entre les pixels.

Du coté des points en faveur des détecteurs supraconducteurs :

1. Les CCD à électrons multipliés ne fonctionnent pas encore bien en comptage de photons. Les CCD intensifiés (ICCD pour Intensified) comptent mieux les photons, mais leur rendement reste faible (mauvaise efficacité quantique et fort courant d'obscurité).
2. Du fait de leur grand format, les détecteurs classiques sont plus lents que les petites matrices de JSET.
3. La chromaticité est intrinsèque pour les JSET et les TES. Elle est possible avec les CCD associés à une optique dispersive. Mais il est impossible d'associer comptage de photons et dispersion avec les CCD à moyen terme.
4. La multiplication des charges dans les CCD entraîne une dégradation du rapport signal sur bruit équivalente à une division par deux de l'efficacité quantique par rapport aux valeurs indiquées dans le tableau fig. 1.10 [Mackay *et al.*, 2001].

Dans le visible :

Dans l'état actuel des choses, on comprend bien que les détecteurs supraconducteurs ne sont pas compétitifs pour les applications préférant le grand format. Cependant leurs qualités intrinsèques justifient la poursuite des efforts vers les grands formats même si il est difficile de prévoir quand ils seront disponibles. Les CCD ont considérablement amélioré l'imagerie astronomique et sont de plus en plus utilisés. Citons par exemple l'optique adaptative NAOS (*Nasmith adaptive optics system*) mis en place au VLT (*Very large telescope*) à Paranal (Chili) par un consortium français (LAOG, Observatoire de Paris Meudon, ONERA). Il utilise un CCD "Fiera" pour réaliser l'analyse de surface d'onde visible et piloter la correction en temps réel des distorsions d'image induites par l'atmosphère [Feautrier, 2002]. NAOS produit actuellement des images dont la finesse des détails est supérieure à celle du télescope spatial Hubble!

Cependant les performances des CCD citées dans le tableau fig. 1.10 ne le sont pas en mode comptage de photons où la balance efficacité quantique sur courant d'obscurité est nettement

moins favorable. Notons finalement que les performances pures des détecteurs supraconducteurs font de ceux-ci les détecteurs de choix de toute application en comptage de photons n'exigeant que quelques pixels.

Dans l'infrarouge :

La situation est moins figée. Les photodiodes à avalanche qui proposent du comptage de photons ont toujours à choisir entre faible courant d'obscurité et efficacité quantique. Elles ne permettent donc pas de détecter des photons uniques avec une bonne probabilité. De plus, elles restent fragiles d'utilisation. Par ailleurs, l'ensemble des dispositifs à photodiode silicium sont inadaptés à l'infrarouge (du fait du gap trop élevé du silicium). D'autre part, Les CCD réalisés dans un matériau sensible au proche IR, comme InGaAs/InP ou HgCdTe, sont encore largement dominés par le bruit électronique de lecture et le courant d'obscurité. Les possibilités des détecteurs supraconducteurs dans l'infrarouge, et donc des JSET, sont donc du tout premier intérêt.

1.4 Les applications JSET visées en astronomie

1.4.1 les applications concernées

Deux classes d'applications profiteraient radicalement de la détection tridimensionnelle :

- la **spectro-imagerie** bénéficierait au premier chef de la résolution en énergie. On peut ainsi concevoir des modes spectro-imageurs qui gagneraient en signal sur bruit, temps d'observation ou simplification opto-mécanique par rapport à tout montage actuel.
- toute technique observationnelle requérant une grande résolution temporelle sans perte de rendement quantique ni de signal sur bruit et en tout premier lieu la **haute résolution angulaire** : l'imagerie ultra-rapide¹¹ d'un télescope, ou d'un système de franges (interférométrie), ou d'un ensemble de senseurs de front d'onde en optique adaptative ont un besoin critique de récepteurs offrant un rendement quantique excellent sur un champ éventuellement grand, couvert par un grand nombre de pixels. Cette dernière propriété est malheureusement la limitation principale des capteurs JSET aujourd'hui.

Le Laboratoire d'astrophysique de Grenoble s'intéresse plus particulièrement aux observations interférométriques utilisant de l'optique guidée pour recombinaison des faisceaux qui viennent des différents télescopes [Malbet *et al.*, 1999]. Pour cette application, le nombre requis de pixels est faible, ce qui nous permet de nous affranchir des difficultés de réalisation et d'opération des réseaux de JSET. Par contre, toute observation interférométrique demande à la fois un bruit le plus faible possible avec un excellent rendement quantique et un codage temporel de l'information, notamment lors du balayage des franges. Et les JSET répondent très bien à ces critères. On peut facilement imaginer coller une barrette linéaire de plusieurs détecteurs JSET sur la tranche d'un guide d'onde ou d'un recombineur de faisceau en optique guidée. Reste à s'assurer de la compatibilité entre ces techniques d'interférences et la température nécessaire pour que les JSET puissent fonctionner (0,3K). Les défis technologiques à surmonter sont encore nombreux pour intégrer les JSET dans ce type d'instrumentation et remplacer les détecteurs plus conventionnels.

¹¹Pour figer les phénomènes de turbulences atmosphériques notamment

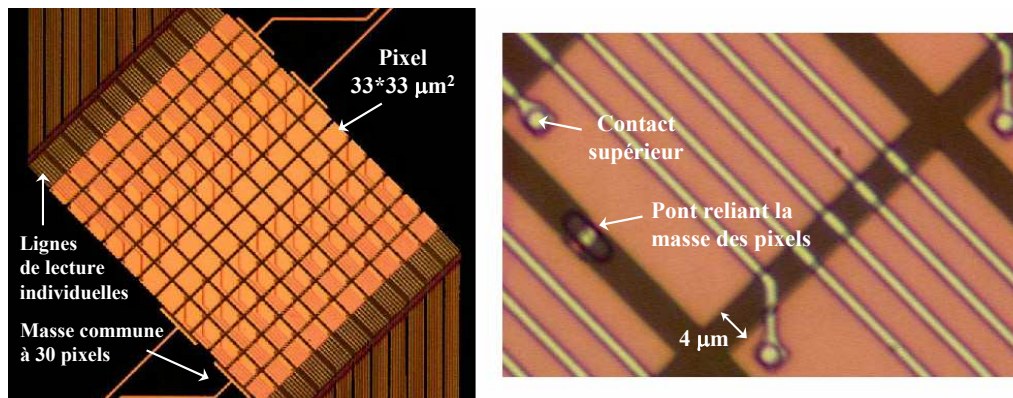


FIG. 1.11: Photos de la caméra S-Cam 3 réalisé pour l'ESTEC. Vue d'ensemble à gauche où on entrevoit la difficulté de lire tous les pixels indépendamment. Zoom sur la droite. Extrait de [Martin et al., 2004]

1.4.2 Les résultats obtenus en astronomie

La caméra S-Cam (*Superconducting Camera*) développé par l'ESA a déjà obtenu des résultats en observation en 1999 et 2000 [de Bruijne *et al.*, 2002a]. La caméra utilisée est de la seconde génération S-Cam 2. Elle comprend 6×6 pixels qui couvrent chacun $0.6 \times 0.6 \text{ arcsec}^2$ pour un champ de vue global de $4 \times 4 \text{ arcsec}^2$. La précision sur l'arrivée du photon est de $5 \mu\text{s}$, le pouvoir de résolution en longueur d'onde de 8 à $\lambda = 500\text{nm}$. Elle est sensible sur la bande 310-720 nm. La coupure à 720 nm est imposée par des filtres qui rejettent l'infrarouge, car sinon apparaissent des problèmes de bruit de fond thermique. Les observations ont eu lieu sur le télescope William Herschel de 4,2 m à Las Palmas aux Canaries. Elles ont concerné divers objets astronomiques comme les bouffées de rayons- γ , les pulsars ou les naines blanches et ont donné lieu à plusieurs publications. Citons notamment la détection directe du décalage vers le rouge ("*redshift*") de quasars avec une précision inégalée [de Bruijne *et al.*, 2002b], et des mesures de température concernant 4 variables cataclysmiques [Reynolds *et al.*, 2003].

La nouvelle génération plus performante (cf. tableau fig. 1.10), S-Cam 3 (photos en fig. 1.11) [Martin *et al.*, 2004], de 12×10 pixels a fait sa première campagne d'observation dans le même cadre en juillet 2004. Elle a conduit à l'acquisition d'une grande quantité de données dont l'exploitation est en cours. Les pixels recouvrent chacun $0.8 \times 0.8 \text{ arcsec}^2$ pour un champ de vue global de $11 \times 9 \text{ arcsec}^2$ et la caméra peut compter les photons jusqu'à 10^4 photons/s/pixel

Le créneau astrophysique pour lequel cette caméra est adaptée, c'est principalement l'observation en mode spectroscopie à faible résolution de sources faibles extra-galactiques. L'amélioration de ces observations passe par :

- une augmentation du pouvoir de résolution en longueur d'onde.
- une augmentation du nombre de pixels, avec éventuellement l'introduction du multiplexage.
- une extension de la sensibilité spectrale vers l'infrarouge proche avec l'ajout de filtres de suppression du fond thermique avec une bande passante plus large.

1.5 Synthèse et objectifs de la thèse

Si les nouveaux détecteurs EMCCD semblent devoir prendre le pas sur les caméras JSET pour le comptage de photons monochromatique dans le visible sur large réseau, ce n'est pas le cas en dehors de la fenêtre [300 ; 900 nm]. Et les possibilités tridimensionnelles (position, instant, longueur d'onde) des JSET en font toujours un candidat de choix pour le futur dans toutes les

applications de spectro-imagerie nécessitant une sensibilité jusqu'au quantum de lumière. Les domaines qui bénéficieraient de cet détection quasi-optimale sont aussi divers que l'astronomie (qui nous intéresse ici), la médecine et les télécommunications.

La thèse de Bertrand Delaët [Delaët, 2000], qui m'a précédé sur le sujet, a ouvert la voie. Un premier procédé de fabrication des jonctions a été développé avec succès et a permis d'obtenir des jonctions Nb/Al de bonne qualité et des résultats en comptage de photons à $0,78 \mu m$ de longueur d'onde. Cela a démontré la faisabilité de la fabrication de tels dispositifs dans la salle blanche du Laboratoire de CryoPhysique du CEA-Grenoble. Cependant, ce procédé avait 3 principaux défauts :

- l'absence de couche de passivation des dispositifs.
- la non superposition des électrodes qui laissait exposée à l'air une partie non négligeable de l'absorbeur. Cette zone ayant une forte densité de sites de recombinaison pour les quasiparticules photo-excitées, elle entraînait une perte de photo-signal significative.
- la faible tenue des jonctions aux cyclages thermiques.

D'autre part, ce procédé n'avait pas permis de stabiliser la réalisation des jonctions de manière reproductible et homogène et était caractérisé notamment par une forte proportion de jonctions défectueuses par plaque.

Les objectifs de la thèse étaient donc de trois types :

- le passage au tantale, un supraconducteur plus sensible (cf fig. 1.2). Cela a impliqué un travail sur l'optimisation cristalline des dépôts et l'adaptation des conditions de sa manipulation en salle blanche.
- la conception et le développement d'un nouveau procédé de fabrication pour corriger les points susnommés et proposer de nouvelles géométries de détecteurs (mosaïques $3*3$ pixels, jonctions en forme sinusoïdale, larges absorbeurs lus par plusieurs jonctions...)
- la démonstration du comptage de photons sur une large bande spectrale, des UV au proche IR.

Chapitre 2

Théorie des JSET utilisées pour la photodétection

Dans ce chapitre, j'aborde l'aspect théorique de la photodétection avec les jonctions Josephson. Il commence par une courte présentation des propriétés générales des métaux supraconducteurs.

Ensuite, je présente le fonctionnement simplifié des JSET afin d'introduire les concepts et les grandeurs que l'ont retrouvera tout au long de ce manuscrit.

Puis dans les deux dernières parties, je présente les derniers développements des modèles permettant de mieux préciser la physique de la photodétection avec les JSET, principalement au niveau de l'évolution énergétique de la population des charges photo-excitées. Mais étant donné que les simulations qui auraient pu en découler n'ont pas été menées, je me contente d'une description succincte.

2.1 La Supraconductivité

Les quelques rappels sur la supraconductivité évoqués ici permettront d'introduire des notions très utiles comme la température critique, la longueur de cohérence, le *gap* supraconducteur ou encore la longueur de pénétration du champ magnétique.

C'est en 1911 que H.K. Onnes [Onnes, 1911]¹ découvre la supraconductivité. Il constate que pour certains matériaux, la résistance tombe rigoureusement à 0 en dessous d'une *température critique* de transition notée T_C .

En 1914, il met en évidence l'existence d'un champ magnétique critique $H_C(T)$ qui marque la valeur maximale du champ autorisant la supraconductivité. Cette courbe $H_C(T)$ présentée figure 2.1 se met sous la forme (loi empirique de Tuyn) :

$$\frac{H_C(T)}{H_C(0)} = 1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^2 \quad (2.1)$$

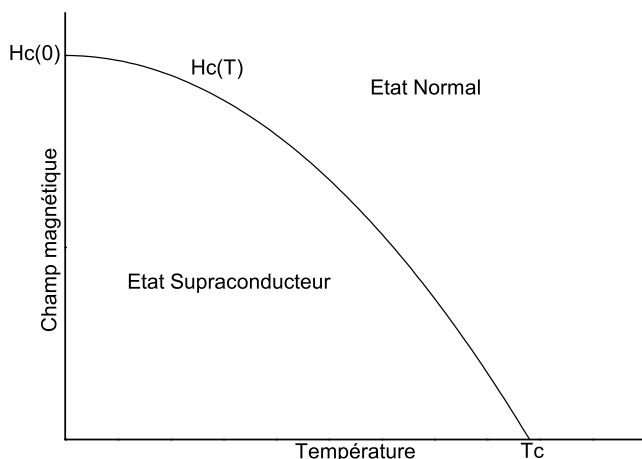


FIG. 2.1: Courbe de dépendance en température du champ critique.

En 1933, Meissner et Oschenfeld découvrent que, outre la résistance qui tombe à 0, les matériaux supraconducteurs expulsent le champ magnétique de leur corps. Celui-ci ne pénètre qu'à la surface et décroît exponentiellement sur une longueur λ_L dite *longueur de pénétration de London* : c'est le célèbre "Effet Meissner" [Meissner et Oschenfeld, 1933].

En 1950, Lev Landau et Vitali Ginzburg proposent la première description phénoménologique de la supraconductivité dans une publication qui restera inconnue en dehors de l'URSS pendant plusieurs années [Ginzburg et Landau, 1950]. Ils annoncent l'existence d'une fonction d'onde unique décrivant l'état de l'ensemble des électrons cohérents d'un supraconducteur. Leur théorie a permis d'expliquer les sauts de chaleur spécifique à la transition supraconductrice et mis en évidence les deux types de supraconducteurs. Les supraconducteurs de type I, à transition du premier ordre² en champ magnétique, qui regroupent l'essentiel des supraconducteurs métalliques purs. Et les supraconducteurs de type II, qui ont une transition magnétique (du second ordre³) en deux étapes : quand on part de l'état supraconducteur à champ nul et que l'on augmente progressivement le champ, on passe une première valeur critique H_{C1} au delà de laquelle

¹Ou plutôt son étudiant, Gilles Holst

²Discontinuité de la dérivée.

³Continuité de la dérivée.

le champ commence à pénétrer le matériau supraconducteur sous forme de vortex localisés à l'intérieur desquels on retrouve l'état normal. Si l'on continue à augmenter le champ, les vortex se multiplient et finissent par se regrouper et occuper tout l'espace à partir de H_{C_2} qui marque la disparition de la supraconductivité.

C'est en 1957 que Bardeen, Cooper et Schrieffer introduisent la première et seule explication microscopique de la supraconductivité (de type I), la fameuse *théorie BCS* [Bardeen *et al.*, 1957]. En principe, au zéro absolu, les électrons remplissent tous les états disponibles sous l'énergie de Fermi (on parle de mer de Fermi) en obéissant au principe d'exclusion de Pauli. En fait, pour les supraconducteurs, cette situation est instable. L'explication de cette instabilité commence avec la constatation que les électrons sont bien plus mobiles que les ions, et quand un électron passe au voisinage d'un ion, celui-ci se met à osciller. Cette oscillation se poursuit après le passage de l'électron, et est capable d'influencer un autre électron. En d'autres termes, un phonon peut être échangé entre 2 électrons par l'intermédiaire de l'oscillation du réseau ionique. Cet échange de phonons produit une cohérence entre 2 électrons et il peut en résulter un potentiel attractif qui s'oppose à la répulsion coulombienne. L'attraction devient suffisante quand un électron de vecteur d'onde \vec{k} entraîne un excès de charge positif temporaire dans son sillage (par déplacement des ions du réseau) que subit l'électron de vecteur d'onde $-\vec{k}$. Naturellement cette cohérence n'est possible que si la température est suffisamment basse pour que les ions oscillent moins par agitation thermique que par interaction avec les électrons. Dès que la température est suffisamment basse pour favoriser l'interaction entre les électrons, des paires se forment et l'équilibre de la mer de Fermi est rompu. La supraconductivité est l'observation directe du fait qu'en dessous d'une température critique T_c , la formation de paires électroniques, dites *paires de Cooper*, minimise l'énergie potentielle et explique ses propriétés essentielles : conduction et diamagnétisme parfait. Bardeen, Cooper et Schrieffer déterminèrent la probabilité d'occupation ν_k^2 d'un état de paire de Cooper ($\vec{k} \uparrow, -\vec{k} \downarrow$) avec \vec{k} le vecteur d'onde et \uparrow le spin :

$$\nu_k^2 = \frac{1}{2} \left(1 - \frac{\varepsilon_k}{E_k} \right) \quad , \quad \text{avec} \quad E_k = \sqrt{\Delta_g^2 + \varepsilon_k^2} \quad (2.2)$$

où ε_k est l'énergie d'un électron libre de moment $\hbar\vec{k}$ par rapport au niveau de Fermi :

$$\varepsilon_k = \frac{\hbar^2 \vec{k}^2}{2m^*} - E_F \quad (2.3)$$

et Δ_g le *gap* du supraconducteur. La longueur caractéristique de cette interaction est appelé *longueur de cohérence* ξ_0 et s'exprime à l'aide de la vitesse de Fermi v_F : $\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta_g(0)}$ (les 0 précisent "à température nulle"). Elle est typiquement bien plus large que la distance interatomique et illustre la délocalisation des paires de Cooper dans le supraconducteur.

En 1958, Bogoliubov et Valatin [Bogoliubov, 1958, Valatin, 1958] calculent indépendamment la valeur des excitations de l'état fondamental supraconducteur que l'on appellent quasiparticules (quasiparticules de Bogoliubov qui s'est simplifié en quasiparticules dans l'usage courant)⁴. L'énergie d'une quasiparticule de moment $\hbar\vec{k}$ est donné par E_k selon l'équation 2.2. La figure 2.2 donne la variation de cette énergie en fonction de ε_k . Cette figure montre qu'à la surface de Fermi ($\vec{k} = \vec{k}_F$), l'énergie minimale d'excitation est Δ_g dans l'état supraconducteur là où elle est nulle dans l'état normal. C'est de là que provient la terminologie de bande interdite ou *gap*, Δ_g , des supraconducteurs. On constate par ailleurs l'existence de deux états pour une énergie

⁴Bogoliubov propose dans son article une formulation mathématique beaucoup plus élégante de la théorie BCS et réintroduit la fonction d'onde et le paramètre d'ordre de la théorie phénoménologique de Ginzburg-Landau.

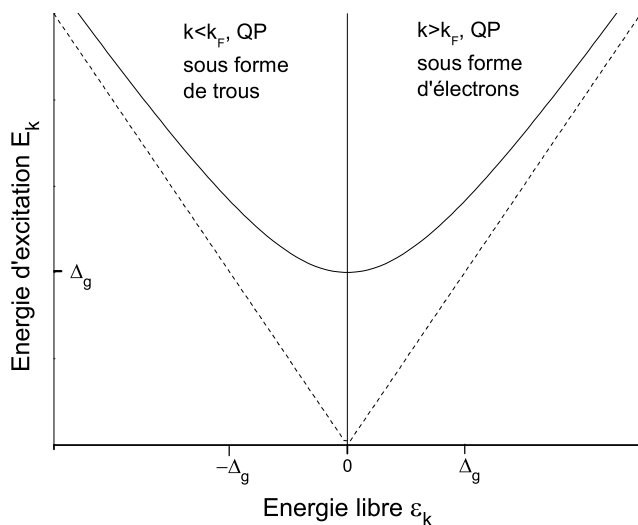


FIG. 2.2: Energie d'excitation des quasiparticules E_k en fonction de l'énergie ε_k d'un électron libre relative à l'énergie de Fermi. En trait plein l'état supraconducteur, en pointillé, l'état normal

d'excitation supérieure à Δ_g : un état avec $|\vec{k}| < |\vec{k}_F|$, on a alors une quasiparticule sous forme de trou et un état avec $|\vec{k}| > |\vec{k}_F|$ sous forme d'électron. En fait chaque excitation en dehors de l'état fondamental supraconducteur est une superposition des deux états avec une probabilité ν_k^2 pour la forme de trou et $1 - \nu_k^2$ pour la forme électronique.

La densité d'état excitée dite densité d'état BCS (issue de la théorie BCS) et notée $N(E)$ est donnée par :

$$\frac{N(E_k)}{N_0} = \begin{cases} \frac{E_k}{\sqrt{E_k^2 - \Delta_g^2}} & \text{si } E_k > \Delta_g \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.4)$$

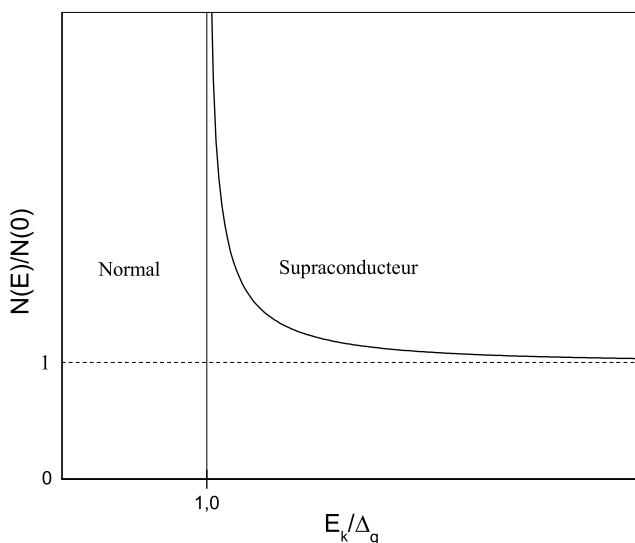


FIG. 2.3: Densité d'état des quasiparticules normalisée à $N(0)$ en fonction de l'énergie d'excitation E_k normalisée à Δ_g . En trait plein l'état supraconducteur, en pointillé, l'état normal. $N(0)$ est la densité d'état électronique au niveau de Fermi dans l'état normal.

Où $N(0)$ est la densité d'état électronique au niveau de Fermi dans l'état normal. La courbe fig. 2.3 représente la densité d'état en fonction de l'énergie d'excitation des particules pour les états normal (pointillés) et supraconducteur (plein). Dans les deux cas le nombre total d'états est le même (les intégrales en énergie des deux courbes entre 0 et l'infini sont égales).

Dans le cadre de la théorie BCS, le *gap* d'un supraconducteur à *couplage faible* s'exprime par $\Delta_g(0) = 1,76k_B T_C$ où k_B est la constante de Boltzman. L'évolution de ce *gap* avec la température est représenté fig. 2.4 et peut être approximée par [Tinkham, 1996] :

$$\Delta(T) \simeq \begin{cases} \Delta(0) - e^{-\Delta(0)/k_B T} \sqrt{2\pi\Delta(0)k_B T} & \text{pour } T \ll T_C \\ 1,74 \Delta(0) \sqrt{1 - T/T_C} & \text{pour } T \approx T_C \end{cases} \quad (2.5)$$

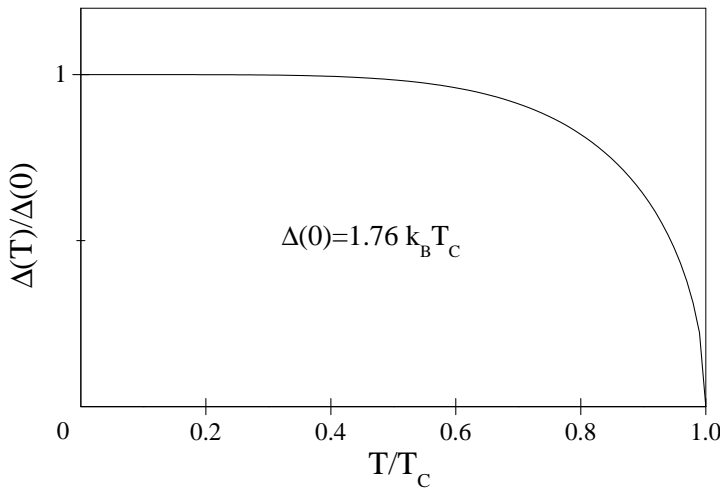


FIG. 2.4: Variation de l'énergie du *gap* d'un supraconducteur à couplage faible en fonction de la température.

L'histoire des développements de la supraconductivité est passionnante et constitue une illustration remarquable des évolutions de la physique au cours du XXème siècle. L'ouvrage de Jean Matricond et Georges Waysand, "la guerre du froid" [Matricon et Waysand, 1999] propose une mise en perspective originale de cette évolution en l'abordant à la fois du point de vue scientifique que de celui de l'épistémologie et des relations entre sciences et société.

Pour conclure ce paragraphe, je voulais re-signalier l'analogie que l'on peut établir entre les *gaps* supra et semiconducteurs. La principale différence étant dans leur ordre de grandeur, le meV (milliélectron-Volt) pour les supraconducteurs et l'eV pour les semiconducteurs. C'est ce qui rend la sensibilité des matériaux supraconducteurs aux rayonnements lumineux particulièrement intéressante jusqu'aux ondes submillimétriques (1,24 meV \Leftrightarrow 1 mm de longueur d'onde).

2.2 Fonctionnement phénoménologique simplifié des JSET

Les Jonctions Supraconductrice à Effet Tunnel, présentées sec. 1.1, sont constituées de deux électrodes supraconductrices isolées entre elles par une fine barrière nanométrique (voir le schéma 1.1).

2.2.1 Le courant tunnel de quasiparticules

On parle d'effet tunnel quand une particule traverse une barrière de potentiel du fait que sa probabilité de présence est non nulle de l'autre côté de la barrière. Dans le cas des jonctions

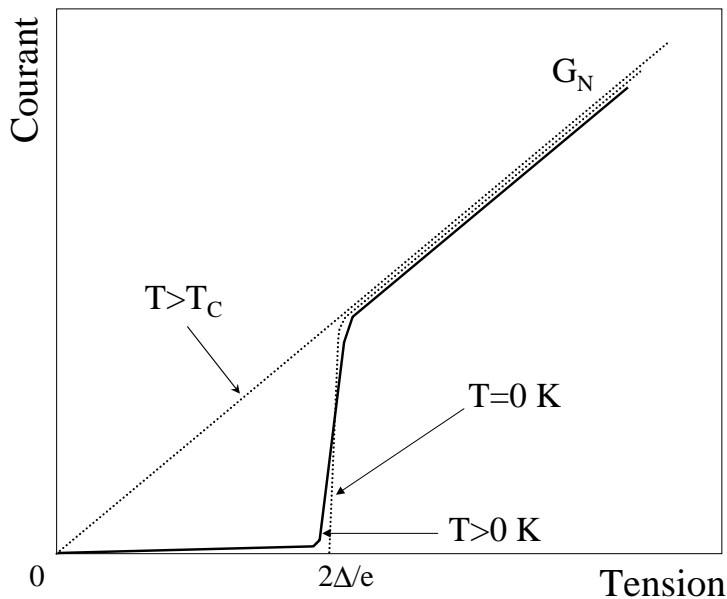


FIG. 2.5: Représentation schématique du courant de quasiparticules en fonction de la tension à $T=0\text{ K}$, $T>0\text{ K}$ et $T>T_C$ d'une JSET symétrique. G_N est la conductance normale. Le courant Josephson n'est pas représenté.

Supra/Isolant/Supra, il suffit que la barrière isolante soit suffisamment fine (quelques nm) pour que les fonctions d'ondes dans les deux matériaux supraconducteurs se recouvrent.

Dans l'état normal, la polarisation de la jonction à une faible tension provoque, en écartant les niveaux de Fermi (sans affecter la barrière), l'apparition d'un courant tunnel proportionnel à cette différence de potentiel appliquée. On parle de comportement résistif, normal. Dans l'état supraconducteur à température nulle, aucun courant de quasiparticules n'apparaît tant que la différence de potentiel n'atteint pas la somme des *gaps* des deux supraconducteurs. Une fois cette tension atteinte, l'état fondamental supraconducteur d'une des deux électrodes est au même niveau énergétique que les premiers états excités de l'autre électrode et la caractéristique courant-tension (notée I-V par la suite) rejoint très rapidement le courant tunnel normal comme le montre la figure 2.5.

Notons qu'à température non nulle, l'agitation thermique, $k_B T$, donne lieu à l'apparition d'un courant résiduel de quasiparticules. À ce courant vient s'ajouter un courant dû à des défauts dans la barrière tunnel ou à sa périphérie et qui ne dépend pas de la température. La somme de ces deux courants est un courant de fuite et correspond au *courant d'obscurité* des JSET évoqué dans le chapitre précédent (les deux dénominations seront équivalentes dans la suite du manuscrit), et qui conditionne le niveau de bruit de la détection. Ce courant constitue le bruit pour la détection lumineuse et est à l'origine de la dégradation de la résolution énergétique. Par contre, à l'inverse des autres détecteurs et grâce à la dynamique de détection des JSET, il n'entraîne pas de détection de "faux événements" d'origine non lumineuse. Classiquement, on considère que le courant de fuite thermique devient stable en température et minimal en dessous de $T_C/10$, l'agitation thermique vaut alors $k_B T_C/10$ pour un *gap* de $1,76 k_B T_C$ et la probabilité d'excitation thermique des quasiparticules devient négligeable. C'est pourquoi les JSET doivent fonctionner en dessous de cette valeur.

2.2.2 Le courant Josephson de paires de Cooper

Dépendance en tension : effet Josephson continu et alternatif

B.D. Josephson a montré en 1962 dans l'article qui lui a valu le prix Nobel [Josephson, 1962] qu'un courant supraconducteur persistant de paires de Cooper peut se maintenir dans une jonction Josephson⁵ sans qu'il y ait de différence de potentiel à ses bornes. On parle d'*effet Josephson continu*. La valeur de ce courant ne dépasse cependant pas une valeur limite J_C , dit courant critique de la jonction et donnée à 0 K par :

$$J_C = \frac{\pi \Delta_g}{2e R_N A} \quad (2.6)$$

où $R_N A$ est la résistance tunnel normale multipliée par la surface de la jonction (normalisation). On notera aussi ce produit r_N . On montre facilement [Barone et Paterno, 1982], que ce courant est lié à la différence de phase φ de la fonction d'onde aux bornes de la barrière (de la jonction) et vaut :

$$J = J_C \sin \varphi \quad (2.7)$$

avec J_C la densité de courant critique. La variation de φ en fonction du temps est liée au potentiel V appliqué à la jonction :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = \frac{4\pi e V}{h} \quad (2.8)$$

Cette équation 2.8 met en évidence l'effet continu mais aussi l'*effet Josephson alternatif*. En effet, on voit tout de suite que l'application d'une tension continue $V = V_0$ conduit à l'apparition d'un courant alternatif :

$$J(t) = J_C \sin \left(\frac{4\pi e V_0}{h} t + \varphi_0 \right) = \sin(\omega_0 t + \varphi_0) \quad (2.9)$$

où ω_0 , la pulsation Josephson, est telle que $\omega_0/V_0 = 2\pi/\Phi_0 = 483.6 \text{ MHz } /\mu\text{V}$. Avec $\Phi_0 = h/2e$, le quantum de flux magnétique en supraconductivité.

Electrodynamique

L'électrodynamique de la jonction Josephson est décrite par l'équation de phase de Sine-Gordon 2.10 [Barone et Paterno, 1982]. Cette équation tient compte du champ magnétique à l'intérieur de la jonction (champ extérieur plus champ propre), et de la densité de courant $J = J_S + J_N$.

$J_S = J_C \sin \varphi$ est le courant de paires et $J_N = G_N E$, (où $\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = -\partial \vec{B} / \partial t$) est le courant de quasiparticules.

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} - \frac{1}{v^2} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} - \frac{\beta^2}{v^2} \frac{\partial \varphi}{\partial t} = \frac{1}{\lambda_J^2} \sin \varphi \quad (2.10)$$

où :

- $\lambda_J = [\Phi_0 / (2\pi \mu_0 d J_C)]^{1/2}$ est la longueur de Josephson qui représente la profondeur de pénétration des courants et des champs magnétiques dans le plan de la jonction,
- $v = c(t/\epsilon_r d)^{1/2}$ est la vitesse de Swilhart [Barone et Paterno, 1982] des ondes électromagnétiques dans la barrière d'épaisseur t , avec c la célérité de la lumière dans le vide,

⁵Supra-Isolant-Supra

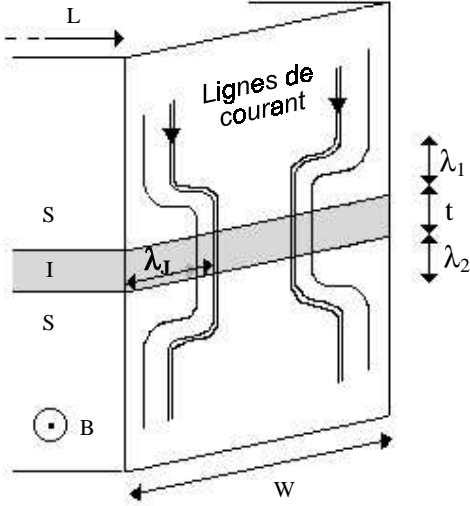


FIG. 2.6: Représentation schématique des paramètres électromagnétiques de la jonction SIS.

- $\beta = (r_N C_S)^{-1}$ avec r_N la résistance tunnel multipliée par la surface et $C_S = \epsilon_0 \epsilon_r / t$ la capacité par unité de surface,
- et $d = \lambda_1 + \lambda_2 + t$ représente la longueur de pénétration du champ magnétique dans la jonction en ajoutant l'épaisseur de la barrière et les longueurs de pénétration du champ dans les deux électrodes (voir figure 2.6).

Dépendance en champ magnétique

Comme l'illustre la figure de diffraction de Fraunhofer (fig. 2.7), le courant Josephson est très sensible au champ magnétique présent dans le plan de la jonction. En effet, dans le cas des jonctions courtes ($L < 2\lambda_J$) et en présence d'un champ magnétique parallèle au plan de la jonction, la différence de phase obéit à l'équation :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial x} = \frac{2\pi d}{\Phi_0} B \quad \text{soit en un point } x \text{ de la barrière} \quad \varphi(x) = \frac{2\pi d}{\Phi_0} Bx + \varphi_0$$

et la densité de courant locale s'écrit donc $J(x) = J_C \sin[(2\pi d/\Phi_0)Bx + \varphi_0]$.

Le courant total est obtenu en intégrant cette relation sur la surface de la jonction ($L.W$) et en considérant J_C uniforme sous champ nul :

$$I_C(\Phi) = I_C(0) \left| \frac{\sin\left(\pi \frac{\Phi}{\Phi_0}\right)}{\pi \frac{\Phi}{\Phi_0}} \right| \quad (2.11)$$

avec $\Phi = BLd$ et $I_C = J_C LW$. Expérimentalement, la courbe $I_C(\Phi)$ permet de déduire de deux annulations successives, la longueur caractéristique $d = \lambda_1 + \lambda_2 + t = \Phi_0 / \delta B * L$.

D'autre part, on voit qu'il est relativement facile d'annuler le courant Josephson par l'application d'un champ magnétique, afin d'être en mesure d'exploiter uniquement les mécanismes tunnel des quasiparticules. Soulignons enfin que les points de la courbe fig. 2.7 sont obtenus expérimentalement avec une jonction Ta refroidie à 200 mK.

Résonances de Fiske

Une jonction de longueur L finie présentant une désadaptation d'impédance à ses extrémités se comporte comme une cavité résonnante. D'après l'équation de Sine-Gordon (2.10), à tension

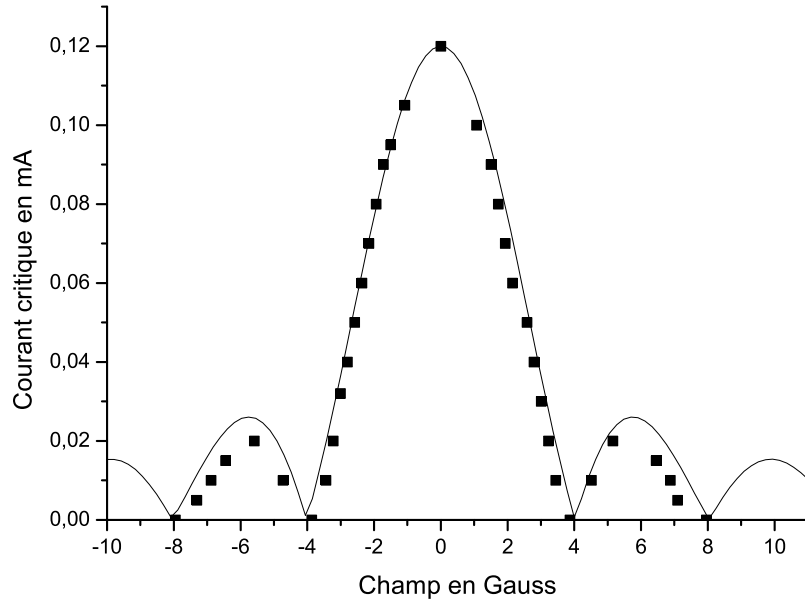


FIG. 2.7: Figure typique de diffraction du courant critique en fonction du flux magnétique induit par un champ parallèle au plan d'une jonction Josephson. Les points sont obtenus expérimentalement avec une jonction Ta de $50\mu\text{m}$ de côté, refroidie à 200 mK et ajustés par un sinus cardinal.

non nulle, une onde électromagnétique peut se développer dans la jonction et rentrer en résonance pour des fréquences $\omega_n = 2\pi v \lambda_n^{-1}$, où les $\lambda_n = 2L/n$ sont les longueurs d'ondes des modes de résonance de la structure et v , la vitesse de phase de ces modes (vitesse de Swilhart). Ces modes d'oscillations de phases de petites amplitudes sont alimentés par le courant Josephson battant à la fréquence $\omega = \frac{2\pi V}{\Phi_0}$. On parle de résonance de Fiske dans les jonctions courtes, et de résonances de vortex Josephson dans les jonctions plus longues (la phase tourne alors de 2π). On observe l'existence de ces modes par des pics de courant aux tensions :

$$V_n = \frac{n\Phi_0 c}{2L} \sqrt{\frac{t}{\epsilon_r d}} \quad (2.12)$$

donc, en déterminant V_n et n , on peut assez facilement remonter à l'épaisseur effective de la barrière t , une fois d évalué par diffraction du champ, et à la capacité de la structure [Villégier, 1977] :

$$C_S = \epsilon_0 \epsilon_r / t \quad (2.13)$$

Notons que ces modes de Fiske, alimentés par l'effet Josephson alternatif, donnent des structures définies sur la caractéristique courant-tension. Celles-ci sont parfois difficiles à éliminer par application d'un champ magnétique et susceptibles d'empêcher la détection lumineuse (voir le chapitre 5).

2.2.3 Principe de la photodétection

Le principe général de la détection de photons est relativement simple. L'énergie apportée par le photon est absorbée dans l'une des deux électrodes supraconductrices et entraîne la rupture

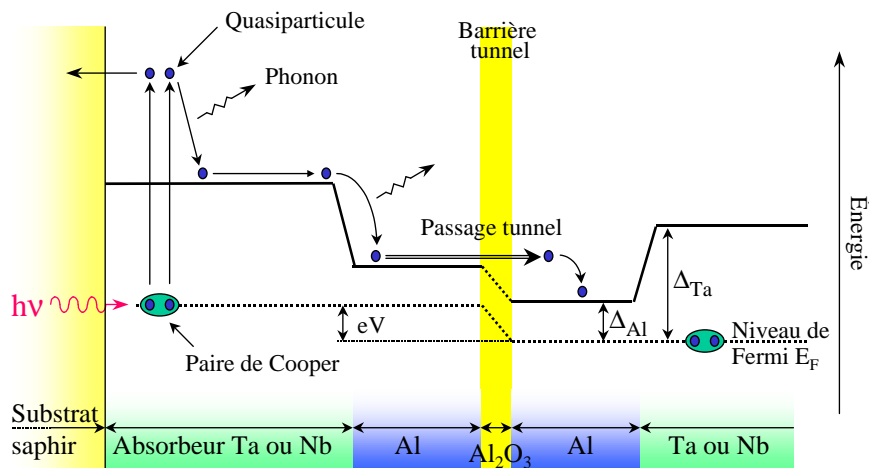


FIG. 2.8: Schéma de principe de la détection dans une JSET de forme $S_1S_2IS_2S_1$ (S pour Supra et I pour Isolant) dans une représentation à la manière de celle des semiconducteurs. L'énergie du photon absorbé est convertie en quasiparticules qui relaxent (en générant des phonons qui brisent des paires de Cooper), diffusent jusqu'à la barrière et la traverse par effet tunnel grâce à la polarisation (eV).

d'un nombre de paires de Cooper directement lié à cette énergie. Il en résulte l'apparition d'une population hors équilibre de quasiparticules qu'il ne reste plus qu'à collecter. Pour ce faire, on applique une différence de potentiel constante entre les deux électrodes, qui permet aux quasiparticules en excès de traverser la barrière par effet tunnel. On intègre ensuite le courant tunnel à l'aide d'un amplificateur de charge. On remonte ainsi au nombre de charges créées et à l'énergie E du photon :

$$\frac{Q_0}{e} = N_0 = \frac{E}{\epsilon} \quad (2.14)$$

où Q_0 est la charge initialement créée, e , la charge de l'électron, N_0 , le nombre de charges initialement créées, et ϵ , l'énergie minimum d'excitation (ou énergie effective requise pour générer une quasiparticule). ϵ calculé par simulation numérique vaut $1,7\Delta_g$ pour le niobium [Kurakado, 1982] et le tantale [Rando *et al.*, 1992], et non Δ_g car une partie de l'énergie est perdue, principalement sous forme de phonons dont l'énergie est inférieure à $2\Delta_g$.

Quand un photon arrive dans l'absorbeur, il génère deux quasiparticules par paire de Cooper brisée (voir la fig. 2.8 pour une représentation du processus de détection). Les quasiparticules créées relaxent très rapidement (\sim ps) à une énergie proche du *gap* en générant des phonons. Ces phonons à leur tour sont susceptibles de briser des paires tant que leur énergie est supérieure à $2\Delta_g$. De cette manière, on obtient par cascade, une population de quasiparticules hors équilibre et de phonons d'énergie inférieure à $2\Delta_g$. C'est en grande partie cette population de phonons et l'énergie moyenne légèrement supérieure au *gap* des quasiparticules qui est à l'origine de la différence entre ϵ (l'énergie moyenne nécessaire à la création d'une quasiparticule) et Δ_g (voir eq. 2.14) [Perryman *et al.*, 1993].

Dans le but d'augmenter la probabilité tunnel des quasiparticules, N.E. Booth [Booth, 1987] a démontré l'intérêt d'une couche de piégeage entre l'absorbeur et la barrière isolante. Cette couche de piégeage est constituée d'un matériau de *gap* plus petit que celui de l'absorbeur. On

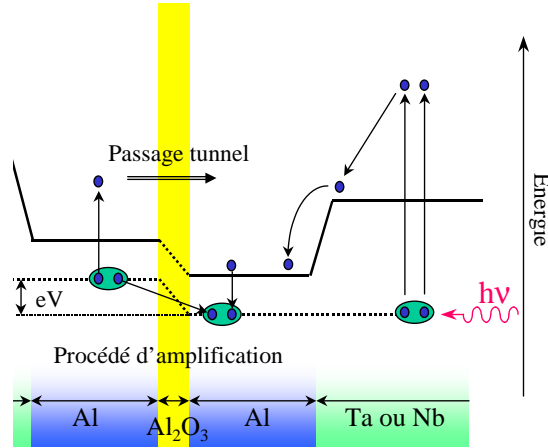


FIG. 2.9: Schéma de principe de la détection de l'absorption en face avant malgré la polarisation, qui met en évidence le processus permettant à chaque quasiparticule photo-excitée d'entraîner plusieurs passages tunnel.

utilise l'aluminium pour le tantale et le niobium (voir tab. 1.1) comme sur la figure 2.8. Cette couche permet de confiner les quasiparticules au voisinage de la barrière de potentiel.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, il existe une amplification du courant photo-induit ("*multiple tunneling*" en anglais [Mears *et al.*, 1993, Goldie *et al.*, 1994]). Deux mécanismes permettent d'expliquer ce phénomène. Le premier présenté figure 2.9 met en jeu le couplage de paires de Cooper à travers la barrière. Par exemple, une quasiparticule à droite se recombine avec l'un des électrons d'une paire de Cooper à gauche. Le deuxième électron de la paire devient alors une quasiparticule susceptible de traverser la barrière par effet tunnel.

La manière théorique de voir le processus considère la dualité de l'états des quasiparticules, à la fois trous et électrons. Alors que le passage de l'électron est favorisé dans un sens par la polarisation (de gauche à droite sur la fig. 2.9), celui du trou l'est dans l'autre sens. On comprend donc bien, étant donné la probabilité associée à chacun des deux états, que les quasiparticules traversent la barrière tunnel dans les deux sens aussi longtemps que leur durée de vie le leur permet, et que les deux contributions s'additionnent (les trous sont chargés positivement). On a de cette manière une amplification du courant de détection. Par ailleurs, cela explique que c'est la polarisation qui fixe le sens du courant et non pas l'électrode dans laquelle a eut lieu l'absorption lumineuse. On peut donc éclairer la jonction en face avant et lire le courant dans le même sens comme sur la fig. 2.9.

Ce processus d'amplification du courant améliore la réponse de la jonction et profite de l'effet de confinement introduit par la couche de piégeage. Cependant les variations statistiques autour du nombre moyen de processus tunnel par quasiparticule, $\langle n \rangle$, entraînent une dégradation dans l'identification du nombre de quasiparticules photo-excitées et donc de l'énergie lumineuse absorbée. On détecte $\langle n \rangle N_0$ processus tunnel. C'est ce qui fait passer l'expression de résolution de celle, idéale de Fano présentée en 1.1, à celle, dite résolution tunnel limite présentée en 1.2 que je réécris ici :

$$\Delta E = 2.355 \sqrt{\left(F + 1 + \frac{1}{\langle n \rangle}\right) \varepsilon E} \quad (2.15)$$

où le facteur de Fano F représente les variations statistiques sur N_0 (2.14) et où $1 + \frac{1}{\langle n \rangle}$ est classiquement noté G et représente la dégradation induite par la multiplication. Comme $\langle n \rangle$ est facilement très grand (plusieurs milliers) pour les jonctions SS'IS'S (S' de *gap* plus faible) suffisamment transparentes (peu résistive ou r_N faible), G est souvent pris égal à un. On constate quoi qu'il en soit, que comparé à F qui vaut typiquement 0,2, l'influence de G sur la dégradation de la résolution est bien plus importante.

2.3 L'effet de proximité dans une bicouche supraconductrice

La stabilisation des électrons dans un matériau supraconducteur par l'appariement sous forme de paires de Cooper n'est pas sans effet sur les matériaux adjacents. On parle d'effet de proximité. Ainsi, lorsqu'on met en contact un supraconducteur et un métal normal, les paires de Cooper du premier diffusent à l'intérieur du second sur une distance de l'ordre de la longueur de cohérence dans le supraconducteur. On dit alors qu'une partie du métal normal est devenue supraconductrice par effet de proximité.

Dans notre cas, ce sont deux couches supraconductrices S_1 et S_2 qui sont en contact dans chaque électrode. S_1 étant l'absorbeur et S_2 un matériaux de *gap* plus petit, l'aluminium pour la plupart des JSET. Quand S_1 et S_2 sont mis en contact, leur propriétés s'influencent mutuellement sur une distance de quelques fois la longueur de cohérence ξ dans les matériaux massifs. Les quantités physiques importantes qui dépendent de cette interaction sont l'énergie de liaison d'une paire de Cooper Δ (ou paramètre d'ordre), la densité d'état $N(E)$ des quasiparticules et la température critique T_C . Δ n'est pas égal au *gap* Δ_g . Il évolue dans une électrode selon l'axe perpendiculaire aux couches entre une valeur proche du *gap* de S_1 massif (Δ_{g,S_1}) et une valeur proche de celle de S_2 (cf fig. 2.10). Le *gap* effectif de la bicouche Δ_g reste constant du fait de la délocalisation des paires de Cooper, et reflète en quelque sorte une moyenne de Δ . Cette uniformité du *gap* est d'ailleurs le résultat principal de l'effet de proximité dans des bicouches dont l'épaisseur est de l'ordre de la longueur de cohérence, et traduit la non localisation des paires de Cooper.

La détermination de ces quantités dans un supraconducteur en limite sale, c'est à dire dont le libre parcours moyen électronique (dans l'état normal sans la contribution des phonons) est plus petit que la longueur de cohérence, est possible dans le cadre des équations d'Usadel [Usadel, 1970]. Usadel a montré que si le mouvement des électrons est pratiquement isotrope, les équations de diffusion d'Eilenberger [Eilenberger, 1968] se simplifient sous forme d'une équation diffusive avec laquelle on obtient toutes les informations pour un supraconducteur en limite sale. C'est Golubov qui a proposé le premier modèle théorique adapté aux électrodes supraconductrices des JSET [Golubov *et al.*, 1994].

Comme la résolution numérique des équations mises en jeu nécessitait des expériences de caractérisation étendues supplémentaires des bicouches Ta/Al ou Nb/Al [Gurvitch, 1986] qui n'ont pas été menées et ne sont pas nécessaires pour démontrer le comptage de photons, je ne décrirai pas le détail du modèle et des calculs qui permettent d'aboutir au trois grandeurs citées plus haut (T_c , N et Δ).

Cependant comme les résultats obtenus à l'ESTEC permettent d'éclairer l'influence de l'effet de proximité sur le comportement des électrodes Ta/Al utilisées dans cette thèse, je les présente brièvement.

Le modèle repose sur la détermination des deux paramètres décrivant la nature de l'interface entre les deux matériaux (S_1 et S_2) :

$$\gamma = \frac{\rho_{S_1} \xi_{S_1}}{\rho_{S_2} \xi_{S_2}} \sqrt{\frac{T_{C,S_1}}{T_{C,S_2}}} \quad \text{et} \quad \gamma_{BN} = \frac{r_B}{\rho_{S_2} \xi_{S_2}} \sqrt{\frac{T_{C,S_1}}{T_{C,S_2}}} \quad (2.16)$$

Ici, ρ_{S_1} et ρ_{S_2} sont les résistivités résiduelles de l'état normal et R_B la résistance de l'interface S_1 - S_2 multipliée par sa surface. γ peut être compris qualitativement comme une mesure de la force de l'effet de proximité entre S_1 et S_2 et γ_{BN} décrit l'effet de la transparence (ou plutôt la résistance) de l'interface entre les deux couches.

γ peut être calculé à partir des valeurs de résistivité résiduelle des films pris isolément [Zehnder *et al.*, 1999] et de l'expression de ξ_{S_i} tiré du modèle de Golubov et Kupriyanov [Golubov *et al.*, 1995] pour des supraconducteurs en limite sale et des jonctions courtes⁶ :

$$\xi_{S_i} = \sqrt{\frac{\hbar D_i}{2\pi k_B T_{C,S_i}}} \quad , \quad \text{avec} \quad D_i = (\rho_i e^2 N_i(0))^{-1} \quad (2.17)$$

où D_i est le coefficient de diffusion électronique. Cependant les valeurs obtenues de résistivité résiduelle ne prennent pas en compte l'état cristallin réel des couches dans les deux électrodes [Gurvitch, 1986], ce qui donne à γ une valeur indicative (et une mesure sur une bicouche donnerait une valeur effective sur les 2 couches). Des résultats plus significatifs et sensiblement différents sont obtenus en considérant à la fois γ et γ_{BN} comme les paramètres libres de l'ajustement proposé par le modèle décrit en ref. [Brammertz *et al.*, 2001a].

À partir du couple (γ, γ_{BN}) , on peut tracer les courbes de potentiel d'attraction $\Delta(x)$ en fonction de la position dans la bicouche, et la densité d'état à différentes positions en fonction de l'énergie. Les courbes présentées fig. 2.10 ont été obtenues par Brammertz *et al* et illustrent le comportement typique des bicouches Al-Ta. Les paramètres retenus, $\gamma = 0,05$ et $\gamma_{BN} = 3$, sont représentatifs et on peut les comparer avec $\gamma = 1,3$ (soit 20 fois plus) et $\gamma_{BN} = 2,7$ typiquement obtenu avec Al-Nb (aussi dans [Brammertz *et al.*, 2001a]). Cela montre la faiblesse de l'effet de proximité dans les bicouches Al-Ta et explique les courbes obtenues. On constate que la discontinuité à l'interface Ta/Al est particulièrement marquée et le comportement du Ta est pratiquement celui du matériau massif avec un potentiel d'appariement constant et un pic très raide dans la densité d'état au niveau de $\Delta_{g,Ta}$. En dessous de cette énergie le nombre d'état

⁶Ces deux conditions sont toujours vérifiées pour les jonctions que nous avons fabriquées.

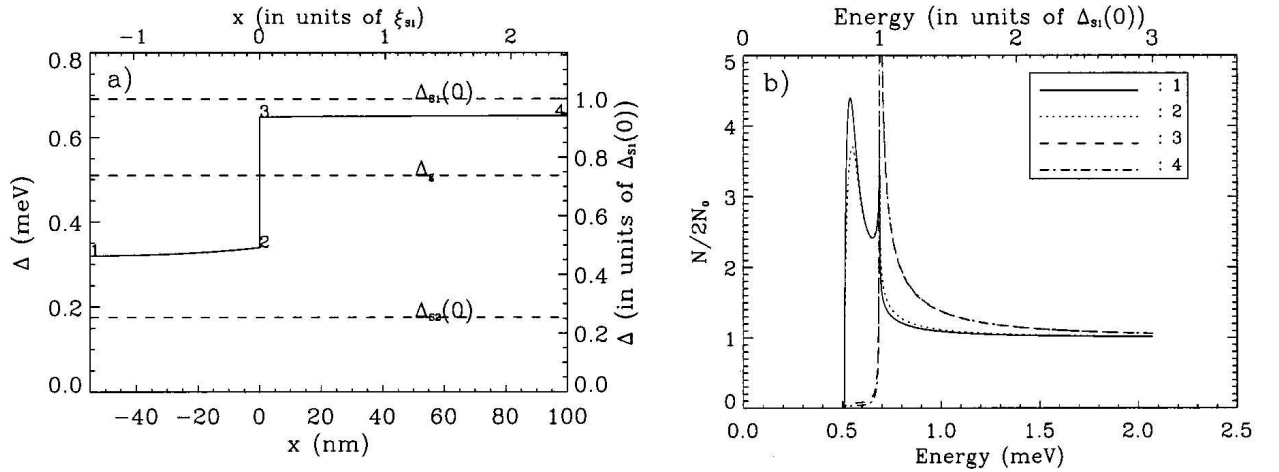


FIG. 2.10: (a) Variation spatiale du potentiel d'appariement des paires Δ dans une bicouche Al(pour $x \in [-60 \text{ nm}; 0]$, S_2) - Ta(pour $x \in [0; 100 \text{ nm}]$, S_1) en trait plein. Les pointillés supérieurs représentent le gap du Ta, ceux du milieu le gap effectif de la bicouche et ceux du bas, le gap de l'Al. Les points numérotés 1 à 4 sont utilisés pour positionner dans la bicouche les courbes de densité d'état (N) présentées à droite. (b) Courbes de densité d'état normalisées à la densité d'état au niveau de Fermi ($2N(0)$ ici) dans les deux matériaux aux interfaces libres et commune. Elles sont obtenues avec $\gamma = 0,05$ et $\gamma_{BN} = 3$. Les courbes 3 et 4 sont pratiquement superposées. Extrait de [Brammertz *et al.*, 2001a].

dans le Ta est réduit, mais suffisant pour justifier la valeur uniforme du *gap* dans la bicouche. Dans l'Al, le pic de densité d'état est situé au niveau du *gap* de la bicouche. On observe aussi une légère augmentation de la densité d'état au niveau du *gap* du Ta introduit par sa proximité. La différence de densité d'état dans les 2 matériaux explique le confinement introduit par la couche d'Al et permet de comprendre pourquoi malgré la valeur uniforme du *gap*, la plus grande partie des états excités proche de cette énergie sont dans l'Al. Par ailleurs, la discontinuité de N induit des réflexions d'Andreev - Saint James à l'interface [De-Gennes et Saint-James, 1963, Saint-James, 1964], renforçant ainsi le confinement des quasiparticules dans l'Al [Golubov *et al.*, 1995].

2.4 Cinétique de la distribution des quasiparticules photo-excitées

2.4.1 Les modèles, de Rothwarf-Taylor à Golubov

Nous avons dit plus haut que le nombre de quasiparticules N_0 créées par un photon d'énergie E se note E/ε où ε ($1,7\Delta_g$) est l'énergie effective utilisée pour créer une quasiparticule. Ces N_0 quasiparticules sont en excès du bain de quasiparticules générées par l'agitation thermique. Cette valeur de ε implique que les N_0 quasiparticules relaxent toutes après leur apparition jusqu'à l'énergie du *gap*, c'est à dire que cette relaxation se fait bien plus vite que tous les autres processus (recombinaison, piégeage, passage tunnel...). Cette condition (de vitesse) est facilement remplie à haute énergie au début du processus. Mais comme nous l'avons vu dans la section précédente (2.3) avec la courbe de densité d'état (courbe (b) fig. 2.10) les états libres dans l'absorbeur deviennent nettement moins nombreux à l'approche du *gap* et la relaxation rentre en compétition avec les autres processus⁷ (voir fig. 2.12 plus loin).

Le premier modèle expliquant la réponse des JSET s'appuyait sur les équations d'équilibre de Rothwarf-Taylor [Rothwarf et Taylor, 1967] et considérait comme point de départ que toutes les quasiparticules photo-excitées sont à l'énergie du *gap*. Par la suite, après avoir constaté que la distribution énergétique des quasiparticules restait relativement large durant tout le processus de détection, Poelaert *et al* [Poelaert, 1999] introduirent le concept d'énergie d'équilibre E_{eq} . Cette énergie moyenne légèrement supérieure au *gap* rendait compte de la compétition entre le processus de relaxation et les autres. Les constantes de temps des différents processus étaient ensuite calculées pour toutes les quasiparticules à cette énergie d'équilibre, qui servait elle-même de paramètre d'ajustement. Ce n'est que récemment que Brammertz *et al* [Brammertz *et al.*, 2003] ont proposé un modèle prenant en compte la dépendance en énergie des différents processus.

Ce dernier modèle permet de calculer l'évolution temporelle de la distribution des quasiparticules dans les électrode pendant le processus de photodétection. Il utilise 5 paramètres d'ajustement : la durée de vie des quasiparticules, le temps d'échappement des phonons hors du dispositif, le nombre de pièges disponibles, leur profondeur et la probabilité de piégeage. Ces paramètres sont déterminés en ajustant les deux courbes expérimentales :

- de réponse en nombre de quasiparticules détectées en fonction de l'énergie du photon absorbé.
- de temps de décroissance du photo-courant aussi en fonction de l'énergie du photon absorbé.

Les calculs fait sur des jonctions à base de Ta et de Nb montrent que la distribution des quasiparticules photo-excitées convergent vers un quasi-équilibre en quelques fractions de microseconde,

⁷Diffusion, piégeage, passage tunnel, pertes et recombinaison

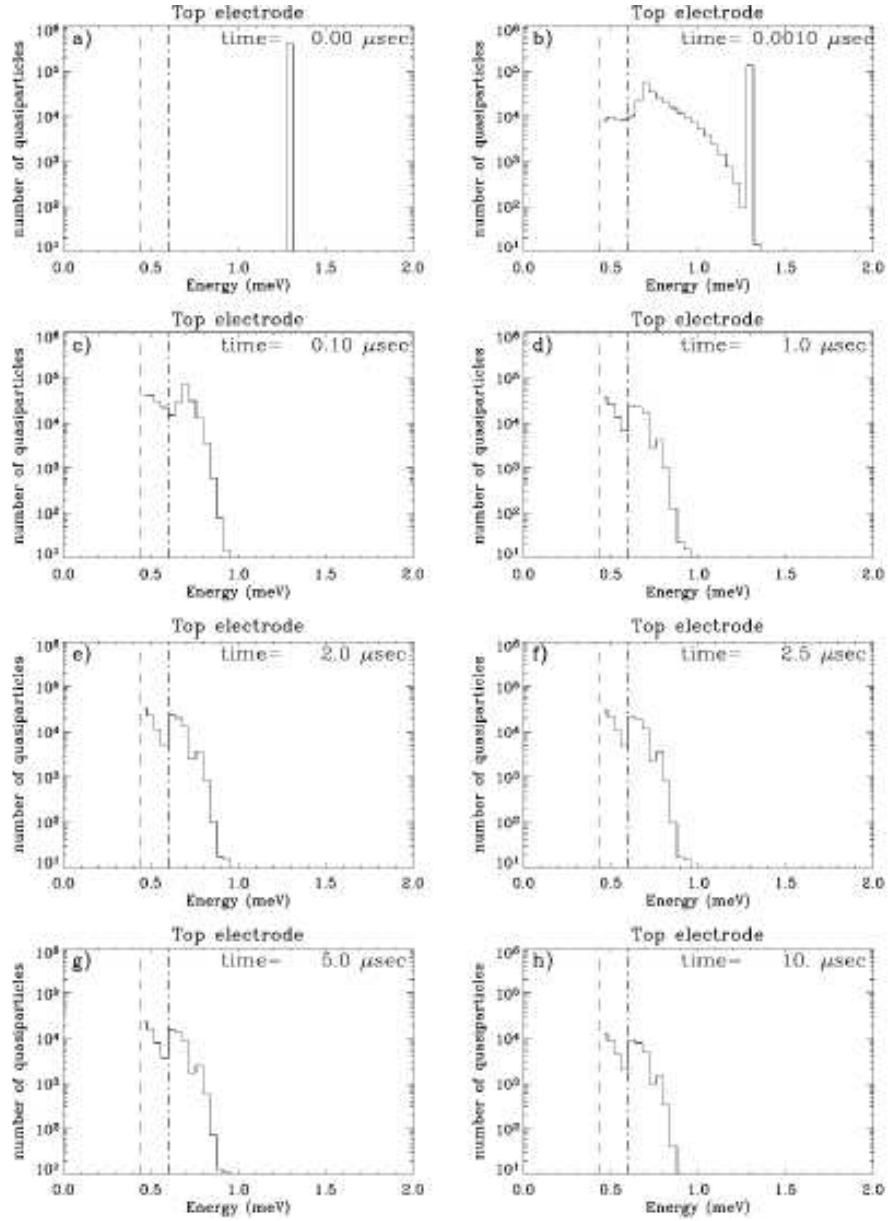


FIG. 2.11: Distribution énergétique simulée typique des quasiparticules photo-excitées à différents instants après l'absorption d'un photon de 300 eV dans une jonction Ta/Al. On parle de quasi-équilibre puisque les proportions représentées ne changent plus avec le temps après quelques fractions de μ s. En tirets le gap effectif de la jonction et en pointillés alternés la valeur du gap à laquelle on a ajouté l'énergie de polarisation eV_{pol} . Extrait de [Brammertz, 2003].

c'est à dire que la distribution normalisée au nombre de quasiparticules ne change plus avec le temps, alors que ce nombre décroît. La forme de cette distribution de quasi-équilibre est donnée fig. 2.11 pour une jonction Ta-Al ayant absorbé un photon de 300 eV. Cette distribution effectivement large présente des augmentations régulières du nombre de quasiparticules tous les eV_{pol} : cela provient du fait qu'à chaque processus tunnel les quasiparticules gagnent cette énergie. Au point de départ ($t=0$), toutes les quasiparticules sont prises dans un état de haute énergie

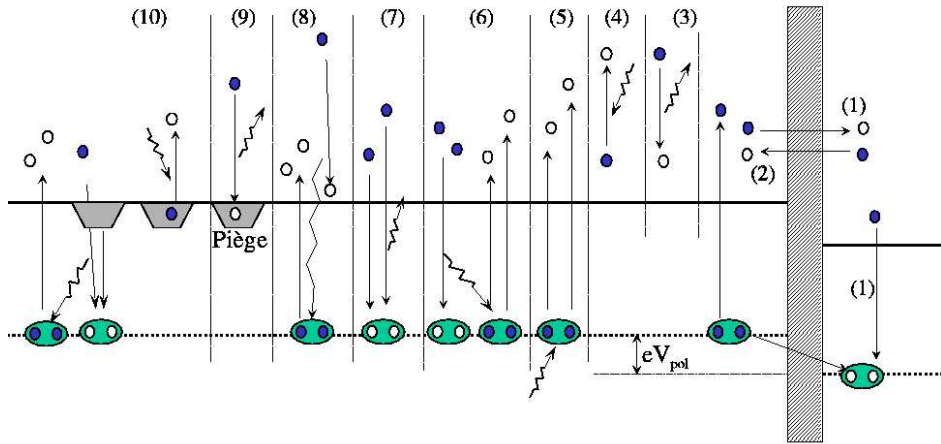


FIG. 2.12: Représentation des différents processus en compétition après l'absorption d'un photon (lire de droite à gauche). (1) Courant tunnel de détection : direct et par multiplication. (2) Courant tunnel d'annulation (pour simplifier, le courant d'annulation par multiplication n'est pas représenté). (3) Relaxation d'une quasiparticule avec émission d'un phonon. (4) excitation d'une quasiparticule par absorption d'un phonon. (5) Paire de Cooper brisée. (6) Echange énergétique par l'intermédiaire d'une recombinaison (7) Recombinaison d'une paire de Cooper. (8) Multiplication des quasiparticules. (9) Piégeage d'une quasiparticule par relaxation. (10) Dé-piégeage d'une quasiparticule par absorption d'un phonon ou par l'intermédiaire d'une recombinaison. D'après [Brammertz, 2003].

dans l'électrode d'absorption qui joue très peu sur le quasi-équilibre obtenu par la simulation [Brammertz, 2003].

2.4.2 Les différents mécanismes mis en jeu

On pourrait croire en se fondant sur la proportionnalité entre l'énergie déposée et le nombre de quasiparticules excitées, que la réponse des JSET est linéaire en énergie. Cependant plusieurs processus de perte énergétique ne sont pas linéaires en énergie. La figure 2.12 présente les principaux processus⁸ en compétition après une absorption lumineuse. Il faut leur en ajouter un onzième : la perte de quasiparticules par diffusion hors de la jonction, dans les amenées de courant. Ce dernier phénomène est généralement limité par l'emploi d'un matériau de *gap* plus élevé que celui de l'absorbeur pour la réalisation des amenées de courant. Ainsi, on utilise des lignes Nb pour connecter les électrodes en Ta et bloquer la diffusion des quasiparticules hors de la jonction.

La description exhaustive de ces onze processus ainsi que leur expression générale en fonction de l'énergie peut être trouvée en réf. [Brammertz *et al.*, 2003]. Ici je ne présenterai que les deux constantes de temps qui nous intéressent en premier lieu :

- le temps de confinement ou temps tunnel τ_t associé au premier processus (fig. 2.12) et qui correspond au temps moyen entre 2 processus tunnel
- et la durée de vie effective des quasiparticules τ_{QP} qui rend compte de l'ensemble des processus de pertes.

L'expression générale de τ_t pour une quasiparticule d'énergie ε_α dans l'électrode de gauche qui traverse la barrière tunnel vers l'électrode de droite ou elle se retrouve à l'énergie $\varepsilon_\alpha + eV_{pol}$ est donnée par [de Korte *et al.*, 1992, Golubov *et al.*, 1994] :

⁸Ceux qui sont pris en compte dans le modèle.

$$\tau_t(\varepsilon_\alpha \rightarrow \varepsilon_\alpha + eV_{pol}) = 2eR_N A \frac{\int_{Electr_g} N(0)(x)N_g(x, \varepsilon_\alpha)dx}{N_g(0, \varepsilon_\alpha)N_d(0, \varepsilon_\alpha + eV_{pol})} \quad (2.18)$$

où $N(0)$ est la densité d'état au niveau de Fermi dans l'état normal (sa dépendance en x est juste là pour indiquer que le matériau n'est pas le même dans toute l'électrode), R_N est la résistance normale de la jonction, A la surface, V_{pol} la tension de polarisation positive entre l'électrode de gauche et celle de droite, N la densité d'état et x la coordonnée associée à l'axe (orthogonal au plan des couches) qui traverse la jonction.

Cette expression se simplifie en première approximation en négligeant l'effet de proximité (en considérant une seule électrode de *gap* Δ_g) avec la densité BCS et en considérant toutes les quasiparticules à l'énergie du *gap*. On obtient l'expression simplifiée suivante :

$$\tau_t = 2eN(0)R_N V \frac{\sqrt{(\Delta_g + V_{pol})^2 - \Delta_g^2}}{\Delta_g + V_{pol}} \quad (2.19)$$

où V est le volume de la couche de confinement de l'électrode de gauche et $N(0)$ sa densité d'état. La résistance de la jonction est le principal paramètre libre pour minimiser ce temps.

La durée de vie effective des quasiparticules, τ_{QP} , rend compte des processus de recombinaison, de piégeage et de perte ((7), (9) et (11)). Cette valeur se mesure facilement lors de l'absorption d'un photon : elle correspond au temps de montée du signal d'intégration du pic de courant photo-induit. En effet on considère ainsi la durée effective pendant laquelle les quasiparticules produisent du courant.

Le rapport de ces deux temps caractéristiques permet de rendre compte de l'efficacité de la jonction et d'évaluer $\langle n \rangle$, le nombre moyen de processus tunnel (de gauche à droite) par quasiparticule photo-excitée : $\langle n \rangle = \tau_{QP}/\tau_t$. Ces deux temps seront étudiés au chapitre 5.

2.5 Synthèse

Ce chapitre a débuté par la présentation des principales propriétés des matériaux supraconducteurs au travers d'un bref recensement des grandes étapes de l'évolution de la physique de la supraconductivité. Puis le fonctionnement phénoménologique simplifié des Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel est décrit et le principe de la photodétection en comptage de photons est exposé.

Enfin, les deux dernières sous-parties proposent une revue succincte des derniers développements théoriques effectués (en collaboration) en Hollande entre l'université de Twente et l'ESTEC. En premier lieu je donne les courbes de densité d'état obtenues pour une bicouche supraconductrice Ta/Al à partir du modèle de l'effet de proximité (de Golubov) [Brammertz, 2003]. Puis je présente le modèle utilisé pour décrire l'évolution temporelle de la distribution énergétique des quasiparticules pour aboutir aux deux temps caractéristiques qui nous intéressent particulièrement : le temps de confinement τ_t et la durée de vie effective des quasiparticules τ_{QP} .

Chapitre 3

Procédé de fabrication des jonctions

Dans ce chapitre, je présente les procédés de fabrication des jonctions en salle blanche. Il s'agit de techniques standard de la microélectronique. La réalisation s'est faite dans la salle blanche PROMES du Laboratoire de Cryophysique du DRFMC au CEA-Grenoble. C'est une salle blanche de classe 10000, c'est à dire avec moins de 10^4 particules de plus $0,5 \mu\text{m}$ de diamètre par 28 litres d'air (1 pied^3), avec des plafonds d'aspiration de classe 1000 sur les postes de manipulation physico-chimique des échantillons. Le chapitre est divisé en plusieurs sous-parties :

- Une première qui présente de manière très générale les techniques de salle blanche mises en jeu.
- La seconde se concentre sur l'aspect matériaux des jonctions. Il décrit les choix et les modes de dépôt.
- La troisième décrit succinctement le procédé de fabrication des jonctions existant au début de mon travail.
- La quatrième présente la conception de ce qui sera régulièrement référé comme le "nouveau" procédé de fabrication
- La suivante décrit le développement pratique du procédé et les adaptations qui ont été mises en place par rapport aux méthodes initialement prévues.
- Enfin, la dernière partie présente sous forme synthétique les étapes du procédé tel qu'il a été validé avec les dernières générations de substrat.

3.1 Les techniques de salle blanche

3.1.1 Les techniques de dépôt

Il y a deux grandes familles de méthodes de dépôts de couches minces [Seshan, 2001] : Les dépôts en phase vapeur chimique, on parle de "CVD" (*Chemical Vapor Deposition*), et les dépôts physiques en phase vapeur, on parle de "PVD" (*Physical Vapor Deposition*). La CVD est une méthode dans laquelle le ou les constituants réagissent chimiquement par décomposition en phase vapeur pour former un film solide sur un substrat chauffé. La PVD n'utilise pas de réaction chimique pour former les matériaux à déposer. On distingue principalement trois types de "PVD" : l'évaporation thermique où le matériau à déposer est évaporé par chauffage sous vide (Epitaxie par jet moléculaire, évaporation par faisceau d'électrons), la pulvérisation par ablation laser et la pulvérisation cathodique décrite dans ce chapitre [Wasa et Hayakawa, 1992].

La pulvérisation cathodique

Tous les matériaux déposés dans la salle blanche sont déposés par pulvérisation cathodique. Cette dernière consiste à bombarder le matériau cible à déposer avec un flux entretenu de gaz neutre ionisé (le plus souvent de l'argon, parfois du xénon). Les atomes de la cible sont arrachés par l'effet physique du bombardement, c'est à dire que l'énergie cinétique des ions incidents est nettement supérieure à l'énergie de liaison des atomes. Les atomes pulvérisés, le plus souvent électriquement neutres, sont libérés dans tout le bâti et se condensent notamment sur le substrat. Comme une grande partie de l'énergie incidente est convertie en chaleur il est nécessaire de refroidir les électrodes. La figure 3.1 schématise le groupe de dépôt Alcatel SCM 600 qui, malgré ses particularités, illustre bien le fonctionnement de la pulvérisation cathodique en général.

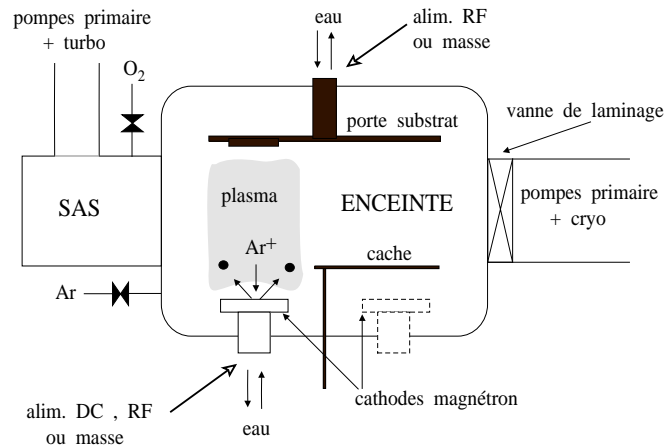


FIG. 3.1: Schéma de principe du groupe de pulvérisation cathodique Alcatel SCM 600.

Le gaz inerte introduit après le pompage secondaire (ou ultravide si disponible) de la chambre de dépôt est ionisé par le fort champ électrique (de l'ordre de 100 V/cm) installé entre le porte-substrat fixé à l'anode et la cible intégrée à la cathode. Il se forme un plasma d'ions positifs qui bombarde la cathode portée à un potentiel négatif. Un potentiel continu¹ maintenu entre

¹On parle de pulvérisation en DC

les deux électrodes permet de déposer des films de matériaux conducteurs à des vitesses allant jusqu'à une centaine d'Å/s.

Si on utilise le plasma DC pour pulvériser un matériau isolant, les charges positives s'accumulent à la surface de la cible sans pouvoir être évacuées jusqu'à ce qu'elles finissent par écranter le champ électrique. L'utilisation d'une polarisation radiofréquence (RF) de la cathode (13,56 MHz) permet d'évacuer ces charges positives à chaque alternance (des électrons viennent bombarder la cible une alternance sur 2) et de maintenir le bombardement de la cible par les ions du plasma. Le substrat échappe en grande partie au bombardement lorsqu'il est laissé à un potentiel flottant [Shah et Glocker, 1996].

La présence du minimum d'impuretés dans la chambre (dans les cibles et les gaz utilisés aussi) est critique pour la qualité du dépôt. Ainsi, le vide résiduel avant l'introduction du gaz inerte est le plus souvent inférieur à 10^{-6} Pa, et durant le dépôt, une circulation du gaz est maintenue par pompage dynamique pour favoriser sa pureté. On peut introduire un certain pourcentage de gaz actif comme l'azote ou l'oxygène dans le gaz inerte pour former des couches nitrurées ou des oxydes. Sur la figure 3.1 on voit qu'une polarisation RF peut être installée entre l'anode (substrat) et le cache mis à la masse : c'est un système courant qui permet de décaper par un plasma inversé les substrats ou les couches avant les dépôts.

Un pré-dépôt est toujours réalisé sur le cache avant d'exposer le substrat : le plasma est d'abord installé entre le cache et la cible. Cela permet à la fois de nettoyer la surface de la cible et de stabiliser la pulvérisation avant de démarrer le dépôt proprement dit. La puissance du plasma est montée progressivement pendant cette étape et on laisse ainsi la cible atteindre un équilibre thermodynamique. Avec le retrait du cache, on commence le dépôt en lui-même.

L'effet magnétron [Bessot, 1985]

La décharge électrique (diode DC) entre les deux électrodes est entretenue par les électrons secondaires éjectés de la cathode sous l'effet du bombardement ionique. Ces électrons secondaires s'éloignent perpendiculairement à la cathode et sont captés par l'anode s'ils ne rencontrent pas de molécules de gaz. Or, l'efficacité du dépôt est directement liée à la densité du plasma et l'ionisation des molécules du gaz inerte (l'argon) est principalement engendrée par les chocs avec les électrons secondaires rétro-diffusés. Il devient donc intéressant de confiner ces électrons au voisinage de la cathode pour améliorer la probabilité d'ionisation. Ce confinement est réalisable en superposant un champ magnétique perpendiculaire au champ électrique. Les trajectoires électroniques s'enroulent alors autour des lignes de champ magnétique dans des trajectoires hélicoïdales et cela augmente considérablement les chances de collision avec l'argon (cf. fig 3.2). Ce système, en augmentant le degré d'ionisation du gaz, permet, soit de gagner en vitesse de dépôt, soit de diminuer la pression de travail tout en satisfaisant les conditions de stabilité de la décharge plasma. Or, augmenter la vitesse de dépôt, c'est améliorer la pureté des couches ; et diminuer la pression du plasma, c'est améliorer la pureté de l'atmosphère pendant le dépôt en augmentant la dynamique de pompage (de la vapeur d'eau ou des résidus organiques). L'effet magnétron permet aussi de minimiser l'échauffement et la dégradation des couches déposées sous l'effet du bombardement des électrons secondaires énergétiques.

Résumons les principaux paramètres de contrôle de la pulvérisation cathodique :

- Le **vide limite** atteint dans l'enceinte avant le dépôt. Il joue directement sur la pureté, et donc la qualité des dépôts.
- La **pression de dépôt** contrôle la densité du plasma et le libre parcours moyen des cations. Or, plus le libre parcours moyen est important, plus le flux des cations est homogène et unidirectionnel et plus le plasma est efficace. D'autre part, la dynamique du pompage

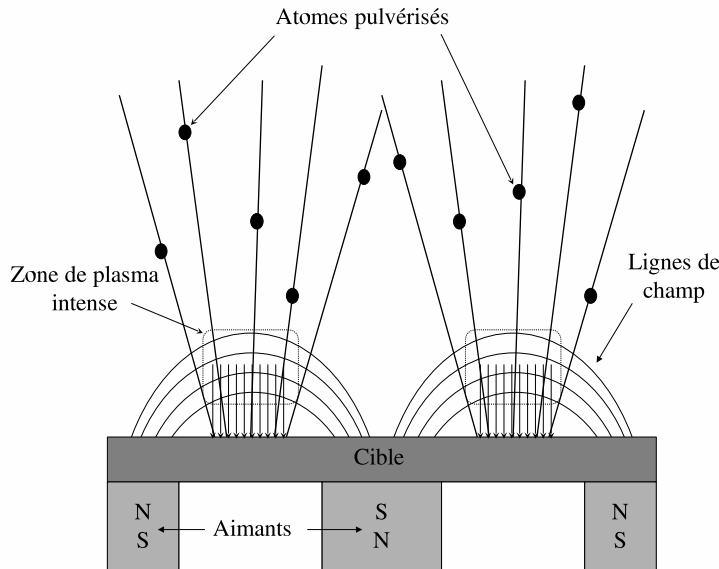


FIG. 3.2: Schéma de principe d'une cathode magnétron

est meilleure à basse pression, ce qui permet d'améliorer la pureté de l'atmosphère pendant le dépôt. Mais diminuer la pression, c'est aussi augmenter les inclusions d'argon dans les couches déposées du fait de l'intensification du bombardement qui découle de l'augmentation du libre parcours moyen des atomes d'Ar. Et quoi qu'il en soit, l'allumage et le maintien du plasma ne permettent pas de descendre à des pressions d'argon inférieures au Pascal.

Le niveau des contraintes dans les films déposés est fonction de la pression de dépôt [Bessot, 1985] : à trop basse pression, les contraintes en compression deviennent trop importantes, principalement du fait des inclusions d'Ar, et les films ont alors tendance à perdre leur adhérence et à se soulever du substrat pour relaxer. Plus de détails sur les pressions de dépôt sont donnés dans la partie suivante.

- Le **courant de décharge** correspond directement à la vitesse de la pulvérisation et donc à celle du dépôt. On utilise donc le plus fort courant possible pour augmenter la pureté des couches. La limitation provient de l'échauffement de la cible : en effet, malgré le refroidissement par circulation d'eau de la cathode, on peut facilement porter à son point de fusion le matériau qui soude la cible à son support. On détériore alors la cible irrémédiablement. Il y a cependant d'autres restrictions à cette augmentation. Par exemple, pour les couches de faible épaisseur, une trop grande vitesse dégrade la reproductibilité des dépôts en terme d'épaisseur, puisque les temps de dépôt deviennent très courts. D'autre part, quand l'apport du matériau déposé devient trop intense, les grains monocristallins n'ont plus le temps de grossir de manière organisée et la qualité cristalline de la couche diminue. Enfin, dans le cas de nos empilements, l'augmentation de la température du substrat sous l'effet d'un bombardement trop intense peut conduire à la dégradation de la barrière tunnel en alumine.
- Le choix de la **température du substrat** permet d'améliorer la qualité cristalline des couches (cf sec. 3.2.4).

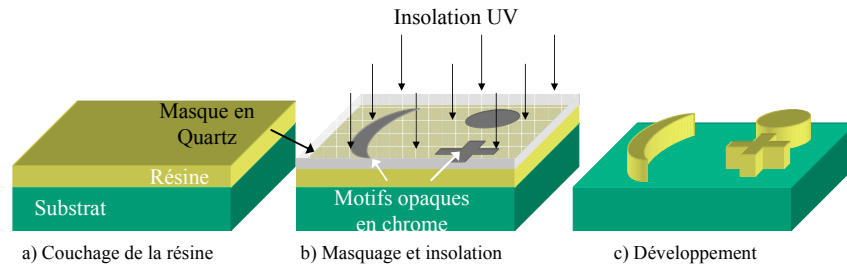


FIG. 3.3: Les trois étapes de la photolithographie avec une résine positive

- On peut souvent effectuer le dépôt en **statique** ou en **rotation**, c'est à dire en choisissant de faire tourner ou non le porte-substrat devant la cible. En effet, dans la plupart des groupes de dépôt, les différentes cibles (différents matériaux) sont disposées sur un cercle autour de l'axe central de l'enceinte : on a alors un porte substrat et un cache tournant autour de cet axe pour faire les différents dépôts et prédépôts (voir fig. 3.1).

Si l'on choisit de faire tourner le porte-substrat pendant le dépôt, l'échantillon passe sous la pulvérisation quelques instants à chaque tour. Cela permet aux atomes déposés de mieux relaxer entre chaque exposition (temps et énergie cinétique supplémentaires). Le pendant de cette amélioration est la réduction de la vitesse de dépôt et donc de la pureté de la couche déposée. Sur le groupe de dépôt Alcatel SCM 600, la rotation du porte-substrat induit une division par 7 de la vitesse du dépôt qui correspond à l'angle solide représenté par la cible depuis l'axe de rotation.

3.1.2 La photolithographie

La photolithographie [Moreau, 1988] permet de transposer par insolation, des motifs opaques pré-dessinés, sur une couche de résine comme l'illustre la figure 3.3. Le substrat recouvert uniformément de résine est mis en contact avec un masque en quartz par aspiration ; sur le masque et du coté du contact sont définis les motifs opaques en chrome à transmettre à la résine. On soumet alors les zones de résine non protégées par le chrome à une insolation ultraviolette de quelques secondes. Les zones de résines exposées sont rendues chimiquement sensibles (ou insensibles) à une solution chimique spécialement adaptée, le révélateur (ou "*développeur*"²). Lorsque ce sont les parties exposées à la lumière qui se dissolvent dans le révélateur, on parle de résine positive : les motifs chromés opaques sont ceux que l'on retrouve sur la résine. Et lorsque ce sont les zones non exposées qui disparaissent, on parle de résine négative.

Cette transposition de motifs va permettre de définir la géométrie de nos dispositifs sur des dimensions latérales de l'ordre du micron selon les deux méthodes présentées figure 3.4 :

- Soit la résine est positionnée sur la (ou les) couche(s) à graver et les zones couvertes par la résine sont protégées durant la gravure qui suit et on parle alors de photolithogravure.
- Soit la résine est disposée avant le dépôt de la couche et la partie qui est déposée sur la résine se détache lors du retrait de la résine : on parle de "lift-off". Pour qu'un lift-off se déroule bien, il faut que la résine puisse se détacher sans encombre sous la couche déposée. Cela implique plusieurs choses : que la couche déposée soit moins épaisse que la résine, qu'elle ne recouvre pas les passages de marche (de résine) et que l'échauffement induit par

²Anglicisme couramment utilisé

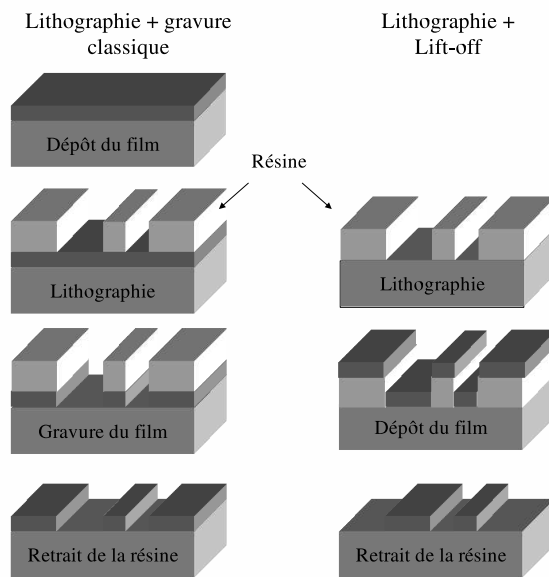


FIG. 3.4: Schéma de comparaison entre les deux modes de définition des motifs : la gravure et le lift-off. La technique de lift-off ne requiert pas la gravure des couches.

le dépôt ne détériore pas la résine.

La photolithographie doit aussi permettre d'enchaîner différentes étapes de gravure ou de lift-off afin de réaliser des dispositifs de plusieurs couches : c'est à dire d'utiliser successivement différents masques, chacun d'entre eux étant positionnable par rapport aux réalisations déjà présentes sur les échantillons.

La photolithographie met donc en jeu des masques, de la résine, un aligneur-insolateur et un développeur ; des étapes de gravure et de retrait de la résine y sont aussi associées.

Les masques.

Les masques utilisés durant cette thèse sont des plaques de quartz de 2-3 mm d'épaisseur, transparentes aux ultraviolets et réalisées par Dupont Photomasks³ (<http://www.photomasks.com>). Leur dimension (4 pouces²) permet de couvrir les substrats 3 pouces utilisés dans la salle blanche. Ils sont recouverts sur une de leurs faces d'une couche de chrome qui a été chimiquement gravée aux motifs désirés pour nos couches. Les masques présentent des motifs de l'ordre du micron. Ils sont fabriqués par lithographie électronique : c'est à dire que la résine utilisée est sensible au bombardement électronique en lieu et place d'être sensible à la lumière. Pour effectuer l'insolation électronique, on déplace sur la résine un faisceau d'électrons programmé réalisant la géométrie visée. Les insolateurs électroniques industriels sont des Microscopes Électroniques à Balayage (MEB) spécialement adaptés, dont le faisceau est piloté par ordinateur et asservi à un dessin.

Le masque est donc le moule optique des dispositifs réalisés. De même que pour un moule, tout défaut (rayure, saleté, poussière, trace grasse ou résidu de résine) est susceptible de se retrouver sur les échantillons. C'est pourquoi avant et après chaque utilisation, on trempe le masque pour une quinzaine de minutes dans un bain de "remover" soumis à des ultrasons (Remover Shipley 1112). Le *remover* est une solution essentiellement composée de solvants et de savons particulièrement adaptés à la dissolution des traces de résines, qui sont la première pollution des masques. En effet, le seul contact matériel des masques dans leur zone active se fait avec les

³Dupont Photomasks a cessé son activité de réalisation de masques à l'unité

couches de résine. Et il se fait par aspiration sous vide pour assurer le meilleur contact possible et rendre impossible la diffraction des rayons ultraviolets sous le chrome. On peut donc considérer que chaque aspiration de contact laisse des traces de résine sur les masques : cela implique un nettoyage si un premier positionnement est incompatible avec le bon alignement du masque avec les motifs déjà présents sur la plaquette⁴. Notons enfin que les masques sont conservés dans des boîtiers adaptés minimisant les risques de rayures.

D'autres types de supports en verre, meilleurs marché que le quartz, peuvent être utilisés comme le "SL" ou le "SLW". Mais ces matériaux sont en limite de transparence aux longueurs d'onde utilisées pour l'insolation et sont nettement moins robustes, notamment en terme de sensibilité aux rayures ; cela les rend attractifs pour le développement de masques tests à faible durée de vie mais impropres à l'utilisation prolongée dans un procédé stabilisé. Ainsi la différence de coût est-elle insuffisante pour les faibles quantités utilisées ici, surtout quand les masques sont pratiquement assurés d'être définitifs. La validité de ce choix s'est d'ailleurs confirmée dans la pratique, puisqu'un seul jeu de masque⁵ a été réalisé durant cette thèse.

Les résines

Les résines photo-sensibles sont des liquides visqueux composés d'un polymère de base (le novolak le plus souvent), d'un photo-sensibilisateur (ou **Composé Photo-Activé**, couramment la naphthaloquinine diamide) et de solvants (PGMEA) [Hoechst, 1994]. Le photo-sensibilisateur agit comme inhibiteur de la dégradation en solution de développement, selon qu'il ait été photo-activé (résine négative) ou photo-désactivé (résine positive). La procédure classique de lithographie (ici positive) fait intervenir la succession d'étapes suivantes : étalement, pré-recuit, insolation, développement, post-recuit.

L'étalement. On peut étaler les résines en couche très uniforme par rotation rapide des échantillons avec ce que l'on appelle une tournette. La tournette est un dispositif constitué d'un moteur à vitesse et durée de rotation réglables et d'un système de pompage pour maintenir les substrats durant la rotation. En pratique, on dispose le substrat sur le porte-substrat adapté, on réalise l'aspiration, on dépose une petite flaque de résine au centre de la plaque et on lance la rotation avec une vitesse et une durée pré-réglée. Les épaisseurs de résine obtenues sont de l'ordre du micron et directement liées à la vitesse de rotation par la relation $\text{épaisseur} = \text{constante} * (V_{\text{rotation}})^{-\frac{1}{2}}$. Pour la reproductibilité de l'étalement, on utilise classiquement des durées de rotation de l'ordre de la minute. Dans la salle blanche PROMES, la durée type d'étalement des résines photo-sensibles est de 50 secondes pour des vitesses entre 3500 et 4000 tours/min et des épaisseurs entre 1 et 1,3 micron.

Le recuit préliminaire (ou *prebake*). Le substrat, une fois recouvert de résine, est recuit entre 40 et 75 s sur plaque chauffante à une centaine de degrés C. Cette étape permet de sécher la résine en évaporant la plupart des solvants qu'elle contient pour autoriser le contact avec un masque.

L'insolation. La plupart des résines sont sensibles aux ultraviolets et les lampes à mercure sont couramment utilisées pour réaliser les insolutions en quelques secondes. Dans le cas classique, l'exposition permet de transformer la naphthoquinone diamide (CPA) en acide carboxylique. C'est cet acide qui est ensuite dissout dans un développeur alcalin. La bande de longueurs d'onde dans

⁴Dans cette thèse, il s'agit essentiellement d'alignement à 2-3 microns près.

⁵Pour le "nouveau" procédé.

laquelle la résine est sensible est déterminée par deux facteurs : en dessous de 310 nm, la résine novolak est très absorbante et ne laisse pas pénétrer suffisamment le rayonnement ; au niveau de 440 nm, la naphthoquinine diamide devient photo-sensible ; et à partir de 475 nm, les résines deviennent transparentes. C'est pourquoi les résines sont maintenues et utilisées dans une pièce sous lumière jaune. Un taux d'humidité fixe au dessus de 30% (en dessous, la photo-sensibilité chute de manière critique) et une température ambiante constante sont nécessaires pour rendre les durées d'insolation reproductibles. Dans la salle blanche, le taux d'humidité est régulé à 45 ± 1 %.

Le développement. Les parties exposées de la résine sont dissoutes pendant le développement. Les développeurs sont des solutions alcalines aqueuses basées, soit sur l'hydroxyde de sodium (développeur inorganique), soit sur le tetra-méthyl hydroxyde d'ammonium, TMHA (développeur organique). Les temps de développement doivent être optimisés par couple résine-développeur. Dans la plupart des cas, la durée est comprise entre 20 et 50 secondes. On utilise deux développeurs inorganiques dans la salle blanche : l'AZ 351B dilué à 1 : 4 (un volume de AZ 351B pour 4 d'eau désionisée⁶ et "l'AZ developer" dilué à 1 : 2. Le deuxième, un peu moins efficace que le premier en terme de vitesse de développement, possède l'énorme avantage d'attaquer très peu l'aluminium là où le premier le grave presque aussi bien qu'une solution dédiée. On privilégie donc le second dès que de l'aluminium est présent dans les échantillons.

Le recuit final (*postbake*). Il permet de stabiliser la résine avant la gravure (ou le dépôt dans le cas du lift-off) et d'améliorer son adhésion. La température maximale autorisée dépend de chaque résine. Les valeurs typiques sont entre 110 et 130°C pendant 50 secondes sur plaques chauffantes. À trop haute température, la résine flue : son épaisseur diminue et ses formes changent (les angles s'adoucissent), particulièrement pour les petits motifs. Il faut considérer ce recuit comme une étape de préparation à la gravure : si celle-ci n'est pas effectuée dans l'heure qui suit, il est préférable de répéter le recuit juste avant.

Trois résines photo-sensibles ont été utilisées au cours de cette thèse :

L'AZ 1512HS de chez Hoechst [Hoechst, 1994]. C'est une résine positive classique. Pour les résines Hoechst, les deux derniers chiffres donnent l'épaisseur de résine obtenue pour un étalement à 4000 tours par minute, soit ici 1,2 μm . Le photo-sensibilisateur est sensible entre 310 et 440 nm aux trois raies (i,g et h) du mercure. Cette résine a été spécialement adaptée aux gravures chimiques pour lesquelles l'adhérence est le critère déterminant. De cette amélioration a résulté une plus grande sensibilité lumineuse qui est à l'origine du suffixe HS pour photo-sensibilité *High Speed*.

L'AZ 5214. C'est une résine réversible qui a la particularité de pouvoir être développée à la fois en positif et en négatif. Elle est particulièrement adaptée au lift-off parce que ses flancs ont un profil dit négatif après le développement, c'est à dire que le haut des plots de résine est plus large que leur base (autrement dit, leur inclinaison est supérieure à 90°). En comparaison, les résines positives ont des flancs à profil positif avec des inclinaisons de l'ordre de 75 à 85°. Leurs marches sont donc nettement plus susceptibles d'être recouvertes pendant le dépôt, rendant les

⁶De résistivité entre 10 et 15 Mohm à la sortie des bouteilles de résines de désionisation mais entre 5 et 10 MOhm en utilisation (suivant l'état des bouteilles de résines).

lift-off beaucoup plus délicats.

On l'utilise donc principalement pour inverser des masques destinés initialement à fournir des lithographies positives pour la gravure et ainsi permettre les mêmes géométries en lift-off (cf. fig. 3.4).

Le *principe* de l'inversion est le suivant : on utilise d'un agent passivateur qui ne devient actif qu'après une exposition à une température supérieure à 110°C et, ce qui est plus important encore, seulement dans les zones de résine insolée. La combinaison de cet agent et du composé photo-activé insolé donne une substance quasiment insoluble (dans le développeur) et insensibilisée à la lumière, alors que les zones inexposées se comportent toujours comme une résine positive standard non-insolée. Il suffit alors d'une exposition globale pour les dissoudre dans un développeur pour résine positive. Au final, on obtient un négatif du masque.

Or, l'inclinaison "positive" des résines positives provient de l'absorption de la lumière par le composé photo-activé. L'intensité lumineuse diminue avec la profondeur dans la résine et en conséquence, on obtient une vitesse de dissolution plus importante en surface qu'en profondeur. Dans le cas de l'inversion, les zones les plus insolées vont donc devenir les plus résistantes au développeur après le recuit, et on obtient des profils négatifs.

En résumé, les étapes s'enchaînent comme suit : étalement, insolation (légèrement plus faible que pour une résine positive pour favoriser l'inclinaison "négative"), recuit d'inversion, exposition globale et développement. L'étape critique de cette procédure est le recuit d'inversion : sa température doit faire l'objet d'une détermination spécifique. Nous l'avons établi à $120 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

La S1813 de chez Shipley. Une résine positive très proche de l'AZ1512 et qui n'a pas nécessité d'adaptation de la procédure. Elle a été employé dans un second temps par facilité d'approvisionnement.

Alignement et insolation

L'aligneur est l'outil qui permet de positionner les échantillons sous le masque avant l'insolation pour permettre une bonne superposition des motifs issus des différentes étapes du procédé de fabrication. Ce positionnement délicat doit souvent permettre d'aligner avec une précision de l'ordre du micron les motifs du masque sur ceux déjà présents sur l'ensemble d'une plaquette (de 3 pouces). Cela implique de pouvoir réaliser des mouvements sub-micrométriques dans les deux directions latérales et en rotation pour aligner les axes du masque et ceux de la plaquette. Pour réaliser l'alignement, on dispose sur les masques des croix d'alignement du type de celle représentée schématiquement fig. 3.5.

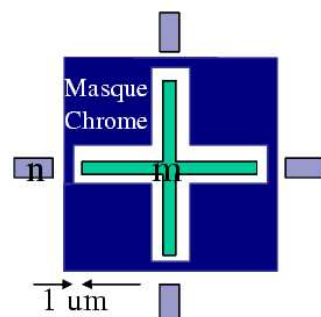


FIG. 3.5: La croix réalisée précédemment dans la couche "m" permet d'aligner le masque du niveau "p". Les motifs de la couche "n" permettent de vérifier un éventuel décalage.

Avec ce type de croix, on peut aligner la couche "p" sur la couche "m" tout en vérifiant que le décalage avec la couche "n" reste raisonnable. Dans le cadre du procédé développé dans cette thèse, il s'agit par exemple d'aligner les amenées de courant avec les trous dans la couche de passivation tout en vérifiant le décalage avec les jonctions. Ces deux alignements successifs (trou dans la couche de passivation puis amenées de courant sur ces trous) doivent se faire avec une précision supérieure à 3 microns. En pratique et pour minimiser les décalages successifs, les alignements se font au micron près.

Une fois l'alignement réalisé, c'est à dire vérifié sur quatre points aussi distants que possible du centre du masque⁷, on effectue une aspiration entre l'échantillon et le masque pour optimiser le contact et limiter la diffraction et la réflexion des rayons ultraviolets sous le chrome. On passe ensuite à l'insolation ultraviolette qui dure quelques secondes. Sa durée dépend de la puissance de la lampe, de la répartition spectrale de sa puissance, et de la dose nécessaire à la résine utilisée (typiquement autour de 200mJ/cm²).

Deux aligneurs sont disponibles en salle blanche :

- **Le Karl Süß MJB3** : c'est un aligneur de masque manuel qui accepte des échantillons de taille partant de quelques millimètres jusqu' à 3 pouces et des masques de 2 à 4 pouces. C'est donc un appareil versatile, entièrement manuel et d'utilisation aisée permettant l'insolation d'échantillons très variés. Mais ses possibilités d'alignement sont réduites : un seul microscope à résolution réduite et faible profondeur de champ, et un fonctionnement en proximité (échantillon - masque) difficile pour l'alignement fin. Sa résolution atteint difficilement le micron. Cela pose de plus en plus de problèmes au fur et à mesure de l'enchaînement des niveaux d'architecture (masque). De plus, l'aspiration de mise sous vide du contact échantillon - masque déplace toujours l'échantillon et parfois sur quelques microns : on doit alors reprendre l'alignement en nettoyant le masque ou en prenant le risque d'avoir des traces de résine dessus. La lampe à vapeur de mercure de UV 400 de 200W est réglée régulièrement pour émettre 10mW/cm² à 365 nm de longueur d'onde (raie i du mercure). Ce qui donne, d'après les données constructeur, 16 mW/cm² pour la bande entre 400 et 450 nm (raie g et h à 435 et 405 nm). Or, la pratique a consacré des durées d'insolation pour les deux résines positives entre 7 et 8 secondes. On retrouve donc bien des doses entre 180 et 210 mJ/cm² (7 ou 8s · 26mW/cm²) proches de la valeur de 200 mJ/cm² recommandée par les fournisseurs de résines.

- **Le Karl Süß MA750** : c'est un aligneur de masque semi-automatique permettant une résolution d'alignement inférieure au micron. Les déplacements du masque et du porte-substrat sont motorisés, et le porte-substrat peut être déplacé par pas de 0,1 μm. Le porte-substrat est également motorisé en z (vertical) et fait un réglage automatique du contact. Cela permet le passage automatique du mode contact au mode proximité : c'est à dire que lors de l'alignement fin (microscope au grossissement maximum), on arrive à visualiser correctement à la fois la surface de la plaquette et le chrome en mode contact pour donner les consignes de déplacement à 0.1 μm. La routine réalise automatiquement la séparation (passage au mode proximité), le déplacement programmé et le retour au contact. Autre avantage conséquent, la présence de deux microscopes à champs séparés qui permettent de faire l'alignement simultanément sur deux motifs éloignés, ce qui facilite énormément l'alignement angulaire.

Le même type d'ampoule à vapeur de mercure est utilisé avec cet aligneur mais sans atténuation réglable du faisceau pour des émissions de 65 mW/cm² sur les trois lignes du mercure, ce qui correspond bien au 3 ou 4 secondes utilisées pour l'insolation des mêmes résines à la place

⁷Les point cardinaux de la plaquette en pratique.

de 7 ou 8 secondes nécessaire à la MJB3.

On utilise de préférence le MA 750 dès que l'on a un alignement exigeant à réaliser (avec des dimensions de l'ordre du micron) et une plaque entière 3 pouces, seul format accepté par le porte-substrat. La MJB3 servant au développement technologique à une étape, à tous les échantillons autres que les pleines plaques 3 pouces, aux alignements rudimentaires (précision au delà de 10 microns) et aux expositions globales.

3.1.3 Les techniques de gravure

Il existe deux grands types de gravures : la gravure humide, par voie chimique en solution et la gravure sèche, par bombardement ionique réactif ou non.

La gravure chimique :

Elle met en jeu les réactions en solution aqueuse de types oxydoréduction ou acido-basique. Elle est le plus souvent isotrope, ce qui veut dire que la gravure latérale sous les plots de résine se fait aussi vite que la gravure verticale. Cet effet est souvent sans conséquence puisque les épaisseurs à graver sont rarement supérieures à quelques centaines de nm pour des dimensions latérales de plusieurs μm . Cependant, on comprend bien que ce type de gravure ne permet pas de définir des motifs dont les dimensions latérales sont comparables à l'épaisseur. Certaines gravures chimiques sont anisotropes quand des axes cristallins sont plus faciles à graver que d'autres. Le cas le plus connu est celui du silicium monocristallin dans une solution basique de potasse (KOH).

La gravure sèche :

Il y a deux techniques classiques de gravure sèche : l'usinage ionique qui utilise un bombardement ionique neutre du même genre que la pulvérisation cathodique, et la Gravure Ionique Réactive, communément appelée GIR (ou RIE en anglais). Cette dernière combine l'effet physique du bombardement avec une réaction chimique entre les atomes incidents et le matériau gravé.

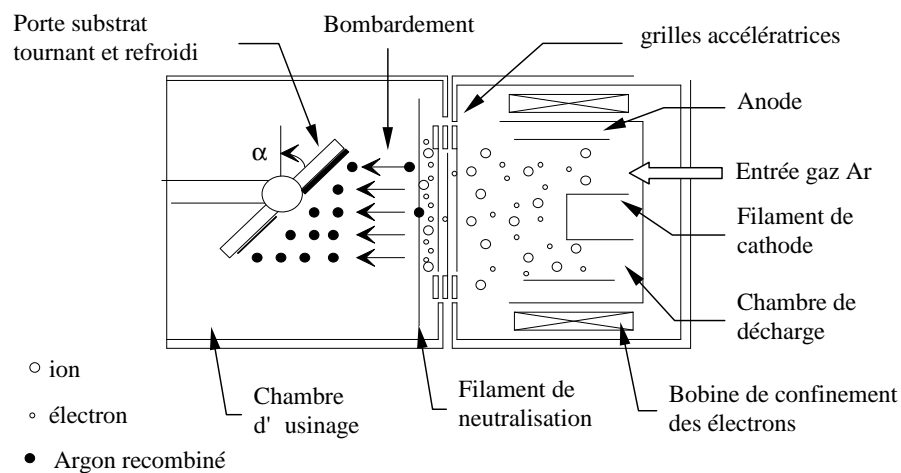


FIG. 3.6: Schéma de principe de fonctionnement de la gravure par bombardement ionique.

L'usinage ionique.

De même que pour la pulvérisation cathodique, l'usineur ionique schématisé sur la figure 3.6 utilise l'effet de bombardement par des atomes lourds ionisés de gaz inerte comme l'argon ou le xénon. Cette gravure se fait à basse pression autour de 10^{-2} Pa pour améliorer sa précision. Les usineurs possèdent classiquement deux chambres : une première chambre dans laquelle on ionise le gaz par décharge plasma entre deux électrodes et la chambre de gravure. Comme pour l'effet magnétron, un champ magnétique est appliqué avec un solénoïde. Cela concentre les électrons émis par la cathode en tungstène au centre de l'anode cylindrique et leur donne des trajectoires hélicoïdales, favorisant ainsi les contacts ionisants avec les atomes d'argon. Les ions Ar^+ (ou Xe^+) sont accélérés dans une direction par deux grilles alignées optiquement entre lesquelles on applique une tension de plusieurs centaines de volts. On obtient après le passage d'un filament de neutralisation, un faisceau d'atomes parallèle hautement énergétique (entre 0,1 et 1 keV). Ce type de système permet de graver de manière anisotrope la plupart des matériaux sans sélectivité autre que celle découlant des différences de vitesse de gravure. Son anisotropie est particulièrement forte et permet d'obtenir un rapport [vitesse de gravure verticale] / [vitesse de gravure latérale] très élevé.

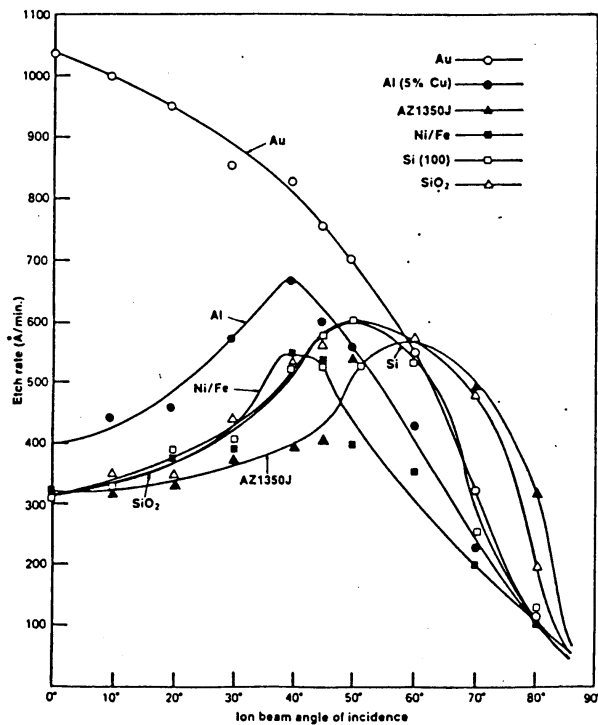


FIG. 3.7: Vitesse de gravure théorique en Å/s de différents matériaux en fonction de l'angle d'incidence des atomes d'Ar. L'angle est donné ici par rapport à la normale aux couches gravées. (Données constructeur)

L'usineur VECCO/VAS utilisé en salle blanche possède un plateau tournant inclinable : c'est à dire que l'on peut le positionner avec un angle α compris entre 0 et 90 degrés avec la direction du faisceau d'ions et que sa rotation sur lui même assure l'homogénéité de la gravure dans toutes les directions de la plaque. La vitesse de gravure des matériaux dépend d'ailleurs de l'angle α comme le montre la figure 3.7. Le choix de α est donc important à la fois pour la géométrie des flancs de gravure (précision) mais aussi pour l'optimisation du rapport des vitesses de gravure des différents matériaux.

Les différents paramètres de l'usinage sont :

la pression : elle pilote le libre parcours moyen des atomes d'argon : quand elle diminue, les chocs entre les atomes sont plus rares et la dispersion de la distribution des vitesses des atomes avec la vitesse moyenne imposée par les grilles d'accélération, diminue. On obtient ainsi une gravure plus efficace et plus anisotrope. L'usinage se fait donc à des pressions aussi faibles que possible, c'est à dire proches de la limite d'établissement du plasma d'ionisation des ions d'argon. La pression couramment utilisée est de $2,5 \pm 0,05 \times 10^{-4}$ Torr.

le courant de cathode : Il paramètre la vitesse de gravure en jouant sur la densité d'ionisation des atomes d'argon. Il permet donc de jouer sur la proportion d'argon accélérée vers la chambre de gravure et d'améliorer encore le libre parcours moyen sans diminuer la pression dans la chambre d'ionisation. Il ne peut cependant être trop faible pour maintenir un flux constant d' Ar^+ et une bonne statistique de gravure. On cherche à l'établir et à le stabiliser autour de $0,4 \text{ mA/cm}^{-2}$ (à $\pm 0,02 \text{ mA/cm}^{-2}$) pendant la pré-gravure (période d'un dizaine de minutes pendant laquelle on stabilise le faisceau d'ions sur le cache qui protège l'échantillon)

la tension d'accélération : elle détermine l'énergie cinétique des atomes d'Ar incidents sur l'échantillon. Une accélération trop forte dégraderait la résine de photo-masquage par l'effet du bombardement trop énergétique. On la règle entre 400 et 500 V. Elle est relativement stable (à 10 V près) et c'est le courant de décharge qui a tendance à dériver. En cas de dérive⁸, on peut trouver des valeurs de courant de cathode de 0,3 à 0,5 mA/cm^{-2} .

le choix du gaz : deux lignes de gaz sont disponibles : l'argon et le xénon. L'utilisation du xénon, plus massique, permet de réaliser les gravures difficiles plus efficacement, mais son coût nettement plus élevé rend son usage limité à certaines gravures, comme celle de l'YBaCuO.

l'angle d'usinage : il permet d'optimiser la gravure selon le matériau à graver et éventuellement de jouer sur le rapport de vitesse de gravure de plusieurs matériaux pour établir une certaine sélectivité (cf. 3.7). Cette sélectivité est utile pour les fins de gravure. Sur l'usineur Veeco/Vas, il n'y a pas de dispositif de détection de fin d'attaque autre que l'oeil, et il peut être très intéressant quand on grave à la durée de terminer sur une couche qui se grave très peu à l'angle sélectionné : on peut alors majorer le temps de gravure sans prendre le risque de creuser la couche suivante. Enfin, l'angle d'usinage joue sur la géométrie des flancs de gravure : plus l'angle d'incidence des atomes d'Ar avec la normale à la couche à graver est faible, plus les flancs de gravure sont verticaux.

La Gravure Ionique Réactive.

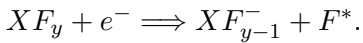
Cette gravure mixte, qui combine effets chimique et physique, se fait à plus haute pression que l'usinage ionique, entre 0,1 et 10 Pa, pour permettre l'interaction chimique des éléments. Elle est réalisée dans une enceinte sous atmosphère contrôlée par pompage dynamique et débitmètre dans laquelle on installe un plasma RF entre deux électrodes (cf. fig. 3.8). Il s'agit en fait du même système que pour la pulvérisation cathodique RF (cf. 3.1.1), sauf que dans ce cas, c'est l'échantillon qui est mis à la cathode. De cette manière le bombardement s'effectue sur l'échantillon.

Les gaz utilisés dans la gravure ionique réactive sont fluorés (SF_6 , CF_4 , CHF_3 , C_2F_6) et quand cela est possible, chlorés (CCl_4) : l'usage des gaz chlorés est très coûteux à mettre en place du fait de leur dangerosité, mais permet des gravures réactives plus difficiles comme celle

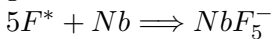
⁸Stabilisation illusoire du courant pendant la pré-gravure

de l'aluminium. La salle blanche PROMES n'est pas équipée pour l'utilisation des gaz chlorés. Sur le GIR 100 Alcatel utilisé en salle blanche, on dispose d'une ligne de CF_4 , d'une de SF_6 , d'une de CHF_3 et d'une ligne d'oxygène.

Chimie de la gravure : Les collisions dans le plasma produisent différentes espèces : des électrons, des photons, des ions, des radicaux, des atomes simples, tous dans différents états d'excitation. Ce sont les atomes de fluor excités (F^*) qui réagissent avec les matériaux à graver. Ils apparaissent par collision du gaz utilisé avec des électrons selon la réaction :



Ces atomes de fluor excités viennent s'adsorber à la surface et réagissent avec le matériau à graver. Pour le niobium par exemple, on a la réaction suivante :



Le produit volatil de la réaction s'élimine naturellement. Parallèlement aux réactions de surface, le bombardement ionique va aider à l'élimination des produits et favoriser les réactions au niveau des défauts qu'il fait apparaître dans le matériau.

Des polymères sont aussi formés par réaction entre les molécules, notamment avec celles libérées par la gravure de la résine présente sur l'échantillon. Ces polymères, non volatils, sont particulièrement handicapant car ils polluent la surface des échantillons et sont difficiles à enlever malgré le bombardement ionique. C'est une des raisons pour lesquelles le SF_6 est le réactif le plus utilisé : il limite la formation de ces polymères là où les gaz hydrogénés la favorise [Goniche, 1984]. De plus, il produit plus d'atomes de fluor que les autres et surtout, il permet l'élimination du soufre sous forme de SF_4 volatil alors que le carbone des autres gaz s'adsorbe à la surface et doit se recombiner avec le fluor ou de l'oxygène additionnel pour être éliminé.

Le GIR 100 Alcatel est muni d'un système de détection de fin de gravure qui fonctionne par suivi de la réflectivité des matériaux en cours de gravure : un laser est pointé sur la couche gravée et le coefficient de réflexion est mesuré. Quand on passe d'une couche à l'autre ce coefficient change de manière suffisamment significative dans la plupart des cas. Par exemple, lorsque l'on grave du tantale pour s'arrêter sur une couche d'aluminium plus réfléchissante, l'intensité réfléchie augmente rapidement à l'approche de l'interface pour se stabiliser à une valeur classiquement 3 fois plus élevée à la fin de gravure.

Les différents paramètres de la gravure ionique réactive sont la puissance RF, la pression, le débit de gaz et la concentration relative d'oxygène :

Le débit gazeux doit être optimisé pour la gravure. Un débit trop élevé ne permet pas aux espèces d'interagir et inversement.

L'ajout d'un **complément d'oxygène** lors de la gravure améliore considérablement l'élimination

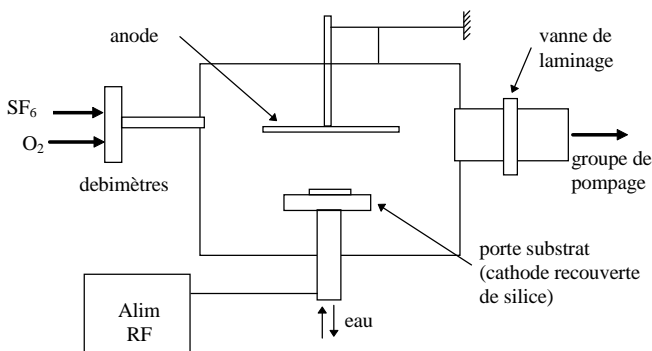


FIG. 3.8: Schéma de principe de fonctionnement du GIR 100.

des produits de réaction, notamment le polymère. Cependant, elle augmente aussi énormément la vitesse de gravure de la résine ce qui peut poser problème pour les longs temps de gravure. Mais c'est surtout la gravure latérale de la résine qui est problématique. Elle donne une sur-gravure latérale et des flancs inclinés aux couches gravées. Or, cette inclinaison rend les couches plus sensibles aux défauts et favorise les courants de fuite dans les jonctions. Par exemple, un rapport de 10 % du débit d'oxygène sur le débit du SF₆ dans la gravure des flancs de jonction (Nb ou Ta), donne un bon compromis entre inclinaison des flancs et propreté de l'échantillon après gravure. **La puissance RF** joue sur l'énergie des particules chargées et sur leur concentration : plus elle augmente, plus les chocs sont nombreux et énergétiques, plus on obtient d'ions et plus leur énergie cinétique est grande. Jouer sur la puissance, c'est donc régler l'influence relative du bombardement ionique par rapport à la "gravure chimique".

Comme pour l'usinage ionique, l'homogénéité cinétique et l'énergie du flux d'ions sont d'autant plus grandes que la **pression** est faible (libre parcours moyen élevé). Cependant on peut chercher à augmenter la pression pour densifier les réactions à la surface des échantillons et favoriser l'effet chimique : cela se fait au détriment de la bonne évacuation des résidus de gravure et de son anisotropie. C'est pourquoi on travaille à basse pression et faible puissance (1,5 Pa et 30 W typiquement).

L'utilisation de ce type de gravure réactive permet d'obtenir une gravure "propre" et rapide avec une très bonne sélectivité entre les différents matériaux, notamment dans le cas des gravures sur aluminium qui ne réagit pas aux plasmas fluorés et constitue une excellente couche d'arrêt de gravure.

3.2 Les matériaux : choix et dépôts

Dans cette partie on aborde le sujet des différents matériaux utilisés pour la fabrication des jonctions, tant du point de vue de leur choix et des raisons sous-jacentes que de leur utilisation. Mais avant de commencer il est intéressant de souligner les trois critères essentiels qui font la qualité d'une jonction pour la détection lumineuse :

- Une couche absorbante de haute qualité cristalline afin de favoriser la durée de vie des charges photoexcitées (τ_{QP})
- un faible courant de fuite sous le *gap* (autour de $2\Delta/10$) là où l'on polarise la jonction en tension
- et une forte transparence tunnel pour favoriser le courant de photodétection (cf. les courants dans les jonctions p. 31).

Les deux dernier points sont reliés à la problématique de la barrière tunnel et s'exprime de manière équivalente en terme de résistance par une forte résistance dynamique R_D ⁹ et une faible résistance normale R_N . On utilisera d'ailleurs le facteur de qualité $r = R_D/R_N$.

3.2.1 Le choix de l'absorbeur

L'absorbeur, c'est l'électrode dans laquelle s'effectue la conversion de l'énergie lumineuse en charges excitées selon les procédés décrits au chapitre précédent. C'est donc du choix de ce supraconducteur que dépendent les caractéristiques des détecteurs. Il faut aussi ajouter que les jonctions doivent être symétriques en terme de *gap* pour empêcher l'apparition d'un courant de fuite élevé à faible tension, à la différence des deux *gaps* (voir le premier chapitre de [Barone et

⁹Mesurée dans la zone de polarisation

Paterno, 1982]). Le choix du matériau porte donc sur les deux électrodes.

Le tableau 1.1 p. 7, présenté dans le premier chapitre, donne les caractéristiques des différents matériaux candidats. Comme nous l'avons déjà vu, la sensibilité et la résolution augmentent tout naturellement à mesure que la température critique (et donc le *gap*) de l'absorbeur diminuent. Mais cette amélioration se fait au détriment d'une plus grande difficulté d'opération puisqu'en détection lumineuse, le courant de fuite d'origine thermique devient acceptable en dessous de $T_C/10$. Donc pour la détection lumineuse on voit que quel que soit le matériau utilisé, il faut immédiatement envisager des températures de travail au-dessous du Kelvin.

Cependant on constate que pour les dispositifs à base de Niobium (Nb-Al de T_C autour de 9 K) et Vanadium (Va-Al de T_C autour de 5 K), on peut utiliser une simple canne à la température de l'hélium liquide (4.2K) pour la pré-caractérisation des jonctions. Pour les jonctions à base de tantale (Ta-Al de T_C autour de 4 K) un cryostat à ^4He pompé (1-2 K) suffit à cette pré-caractérisation. Dans le cas du tantale, du vanadium et du niobium, le temps de mise en œuvre des jonctions est inférieur à la demi journée. Pour les matériaux de *gap* plus faible, il est supérieur à la journée et nécessite directement l'opération de la dilution affectée à la détection lumineuse et aux températures inférieure au kelvin. Or, dans le cadre du développement d'un procédé, il est crucial de pouvoir tester aussi facilement que possible les dispositifs produits avant d'envisager la détection lumineuse.

C'est pour cette raison que le niobium constituait le candidat idéal pour valider la technologie JSET à Grenoble lors de la thèse de Bertrand Delaët [Delaët, 2000] même si sa résolution intrinsèque idéale est limitée dans l'infrarouge. L'idée était, dès le départ, d'évoluer ensuite vers les plus faibles *gaps*. Je me suis donc concentré durant cette thèse sur le développement de jonctions à absorbeur de tantale (empilement Ta/Al-AlO_x-Al/Ta). La réalisation d'une plaquette tout aluminium est envisagée dans le cadre de la poursuite du développement des JSET à Grenoble.

En effet, des jonctions tout aluminium de qualité ont déjà été développées pour l'ESTEC par Cambridge MicroFab Ltd ([Brammertz, 2003] et [Brammertz *et al.*, 2004]), et dans une moindre mesure aux universités de Yale [Wilson *et al.*, 2001] et de Munich [Angloher *et al.*, 2000] comme le montre le tableau 3.1. Cependant les résultats en détection sont toujours de moins bonne qualité que ceux obtenus avec les jonctions Ta/Al. À noter que les jonctions tout aluminium de Yale n'ont pas été testées en dessous de 220 mK, d'où une résistance dynamique faible exagérée par le courant de fuite d'origine thermique. Les premières jonctions à base de molybdène de l'ESTEC ne laissent pas présager de réalisations utilisables en détection dans un futur proche.

TAB. 3.1: Comparaison des résistances des jonctions tout aluminium réalisées dans différents groupes. Résistance dynamique dans le régime de polarisation opérationnel entre 30 et 100 μV

Lieux	$R_N(\mu\Omega\text{cm}^2)$	$R_D(\Omega\text{cm}^2)$	R_D/R_N
ESTEC	7	1.9	2.7×10^5
Munich	100	5	5×10^4
Yale	10	0.03	3×10^3

3.2.2 Les substrats

Deux types de substrats ont été utilisés au cours de cette thèse : des substrats silicium passivés par oxydation thermique et des substrats saphir. Le Si passivé, de moindre coût, a servi pour les tests technologiques ne requérant pas la transparence optique du substrat (test ou calibration de gravure, de vitesse de dépôt) et pour la première génération de jonctions à absorbeur de Nb polycristallin réalisé avec le nouveau procédé développé pendant cette thèse.

Nous avons choisi les substrats saphir plan R [1 $\bar{1}$ 02] fabriqués par Kyocera Industrial Ceramic Corporation [americas.kyocera.com/kicc/industrial/products/crystal.htm] pour l'hétéro-épitaxie du Ta et du Nb et la photodétection en face arrière. On parle d'hétéro-épitaxie quand le matériau déposé et le support ne sont pas les mêmes. La surface du saphir plan R est vicinale : il présente des marches de 4 Å tous les 200 Å environ. Le choix de ce saphir était évident pour deux raisons :

- La maille présentée en surface (4.765 Å) qui est quasiment adaptée à celle du Nb et du Ta et permet leur hétéro-épitaxie.
- Sa transparence aux longueurs d'ondes visées qui autorise l'illumination en face arrière et l'utilisation comme absorbeur, de la couche cristalline de qualité déposée à sa surface. Pour 1 mm d'épaisseur, le saphir a un facteur de transmission global supérieur à 80% pour une longueur d'onde comprise entre 0,25 et 4 μm . Or les substrats utilisés dans cette thèse font 0,43 mm d'épaisseur.

De plus, ce substrat cumule plusieurs qualités : grande stabilité mécanique, haute résistance à la chaleur et bonne conductivité thermique dans une large plage de température. Cette dernière qualité est à la fois utile pour permettre le dépôt à haute température et pour faciliter le refroidissement des dispositifs. Les substrats fournis sont recouverts d'une couche de silicium épitaxié initialement pour des filières SOS (Silicon On Sapphire). La gravure chimique de cette couche se fait à l'acide fluorhydrique par lot et impose des précautions spécifiques¹⁰ dues à la dangerosité de l'acide.

La procédure de nettoyage final de ces deux types de substrat avant un dépôt est la même :

- bain de trichloro-éthane dans un bac à ultrasons pendant 5 minutes.
- bain d'acétone dans un bac à ultrasons pendant 5 minutes.
- rinçage à l'isopropanol.

Le substrat est ensuite introduit tel quel dans le groupe de dépôt.

3.2.3 Le choix de la barrière

La barrière tunnel est un élément très important et très délicat à réaliser. Une barrière transparente et bien homogène est essentielle pour limiter les fuites de courant localisées et une éventuelle dépendance spatiale aux zones d'impact des photons sur la jonction. Il est aussi nécessaire qu'elle soit reproductible et réalisable dans le même groupe de dépôt que les autres films constitutifs de la jonction, ou du moins sans remise à l'air, pour éviter des oxydations de surface non contrôlées et toutes les contaminations.

Le choix d'une barrière en alumine s'imposait donc pour cinq raisons :

- L'alumine ou oxyde d'aluminium (Al_2O_x) est un isolant avec une permittivité ϵ de l'ordre de 10 formant une couche d'oxyde natif suffisamment homogène et d'épaisseur autour de la dizaine d'Å. Elle permet d'atteindre les densités de courant souhaitées ($> 100 \text{ A/cm}^2$)

¹⁰Notamment l'utilisation de sur-gants, casques, récipients et ustensiles en plastique spécialement dédiés. On pratique trois étapes de rinçage sur plusieurs minutes

et des résistances normales autour du $\mu\Omega \text{ cm}^2$. Une barrière homogène plus fine obtenue avec des matériaux de permittivité plus faible (pour être équivalente) serait beaucoup plus délicate à obtenir. Elle devrait notamment être réalisée à une pression d'oxygène beaucoup plus basse.

- L'oxyde d'aluminium est stable dans le temps et ne se détériore pas non plus lorsqu'il subit des cycles en température (de 30 mK à 200 °C). Ce qui est nécessaire à la fois pour l'opération à très basse température et pour la bonne tenue à chaud durant les dépôts [Shiota *et al.*, 1992].
- L'opération d'oxydation thermique du film d'alumine en atmosphère d'oxygène gazeux est plus simple que le dépôt d'un matériau isolant, qu'il est difficile d'imaginer réaliser de façon uniforme à l'échelle de l'angström. Elle est réalisable sous atmosphère d'oxygène contrôlée dans le sas du groupe de dépôt Alcatel SCM 600 sans remise à l'air.
- La nécessité d'une sous couche d'aluminium concorde avec son utilisation comme couche de piégeage pour des jonctions niobium et tantale (cf 2.2.3). Cette couche d'aluminium peut aussi être suffisamment fine pour ne pas dégrader (augmenter) le *gap* de dispositifs à base de molybdène ou d'hafnium.
- Les barrières en alumine sont utilisées avec succès pour diverses applications : logique Josephson, mélangeur SIS pour la radio-astronomie, transistor à un électron. Et une expertise existait déjà au laboratoire pour la réalisation d'amplificateur à SQUID [Cyrille *et al.*, 1998].

La barrière est donc réalisée par oxydation statique d'une couche d'Al sous atmosphère d'oxygène pur contrôlée en pression dans le sas du groupe de dépôt de la tricouche. (Tricouche est le terme consacré pour définir l'empilement des trois matériaux Ta / Al / Ta)

3.2.4 Le dépôt de l'absorbeur



FIG. 3.9: Photo du groupe de pulvérisation cathodique Alcatel SCM 600. Sur la gauche, les baies de contrôle et à droite l'enceinte, le sas et le bras de chargement)

La qualité cristalline de l'absorbeur est un des paramètres critiques des jonctions puisque

d'elle dépend directement la durée de vie des quasiparticules photo-excitées au travers de la taille des grains et du libre parcours moyen. Il faut par ailleurs qu'il ait une épaisseur suffisante pour que les rayonnements (jusqu'à l'ultraviolet) soient absorbés, c'est à dire compter de l'ordre de 100 nm pour excéder la longueur d'absorption optique des UV dans les métaux de transition comme le Ta et le Nb. Le dépôt des matériaux constitutifs des électrodes sont faits par pulvérisation cathodique DC dans le groupe Alcatel SCM 600 représenté schématiquement en fig. 3.1 et en photographie fig. 3.9.

Les deux matériaux considérés, niobium et tantale sont deux métaux de transition très proches¹¹ de la même colonne du tableau périodique, au point qu'ils ne sont pas séparés à l'état naturel et qu'ils n'ont été différenciés qu'en 1846 [en.wikipedia.org/wiki/Niobium].

Comme nous l'avons vu dans la section précédente 3.1.1, les paramètres importants sont : le vide résiduel, la pression partielle de dépôt, le courant ionique (vitesse) et la température du substrat. Auxquels il faudrait ajouter la pureté des cibles et du gaz inerte : les deux cibles fournies par SCM (SuperConductor Materials) ont une pureté supérieure à 99.999%, le plus haut standard actuel. Le Nb est de loin la principale impureté dans la cible Ta (et vice versa¹²) avec 1 ppm comme l'indique les compte rendu d'analyse SCM et l'argon a une pureté annoncée de 99,995%.

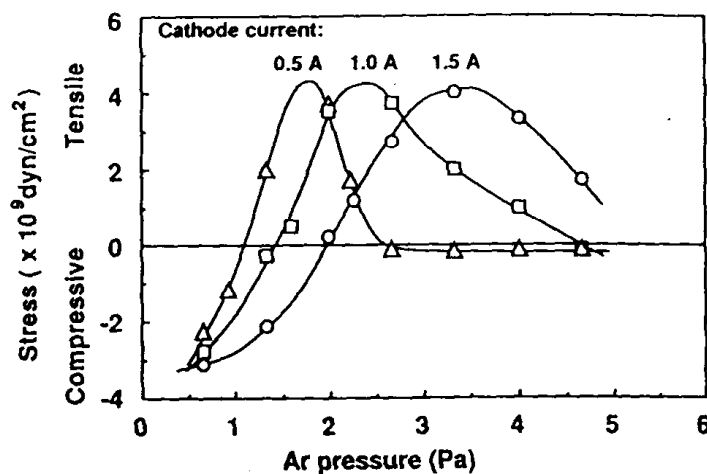


FIG. 3.10: Comportement des contraintes dans un film de niobium en fonction de la pression d'argon pour trois courants de polarisation de cathode différents [Imamura et al., 1992].

Le vide résiduel est un paramètre sur lequel nous avons eu peu d'influence et qui dépend strictement des caractéristiques de pompage des bâtis. Dans notre cas, les pressions classiques de dépôt à froid atteignent 10^{-7} mbar après plusieurs heures de pompage et s'améliorent après les premiers dépôts jusqu'à quelques 10^{-8} mbar. Mais l'absorbant est déposé sur un substrat chauffé entre 500 et 620°C. Le chauffage fait dégazer l'enceinte par rayonnement, entraînant une très importante dégradation du vide limite. C'est pourquoi on réalise un chauffage très progressif (par étape) sur 24 heures pour maintenir la dynamique de pompage de la pompe cryogénique et accompagner le dégazage. Quand ce vide limite se dégrade trop, nous avons quelques solutions d'amélioration : on laisse refroidir avant de relancer le cycle de chauffage jusqu'à obtenir une pression suffisamment basse ou on réalise un long prédépôt sur la cible que l'on compte utiliser (plasma entre le cache et la cible). Généralement, nous arrivons à obtenir des pressions autour de $5 \cdot 10^{-7}$ mbar à 550°C et de 10^{-6} mbar à plus de 600°C.

La pression de dépôt pilote directement la qualité des films. Au-delà d'une certaine valeur

¹¹Niobé est la soeur de Tantale dans la mythologie grecque

¹²Le Ta est de loin la principale impureté des cibles de Nb

[Imamura *et al.*, 1992], 2 Pa pour le niobium, l'ensemble des caractéristiques (supraconductivité, morphologie, cristallinité) se dégrade rapidement. Par contre, une fois qu'elle est suffisamment basse, celle-ci joue essentiellement sur les contraintes dans les films pulvérisés. La figure 3.10 extraite de [Imamura *et al.*, 1992] l'illustre bien. Les études menées au laboratoire par Jean-Claude Villégier [Villégier *et al.*, 2001] ont établi la pression idéale de dépôt du Nb et du Ta autour de 1,8 Pa à 5 A pour le groupe Alcatel SCM 600.

Le courant de décharge permet de contrôler la vitesse de dépôt. On utilise généralement le courant maximum autorisé pour accélérer le dépôt et améliorer sa pureté (cf. p. 48). Cependant, lorsqu'on cherche à hétéro-épitaxier un matériau, il devient intéressant de réduire le courant en début de dépôt pour permettre aux premières couches atomiques de mieux relaxer pour compenser le désaccord de maille. C'est pourquoi les dépôts se font souvent en deux étapes : une première à vitesse réduite et la seconde à plein régime. Le courant de décharge utilisé pour le Nb est de 5 A à plein régime pour une cible de diamètre 150 mm alors qu'il est limité à 2,5 A pour la cible de Ta de diamètre 100 mm : en effet, le rapport des surfaces de cible est d'environ 1/2 et l'échauffement est lié à la puissance dissipée sur la cible par cm^2 (proportionnel à I/S). Fin 2003, nous avons mis en place un nouveau couple cathode-cible de Ta de 150 mm de diamètre qui a permis de passer à un courant de décharge de 5 A pour le dépôt du Ta.

La température du substrat saphir pendant le dépôt favorise énormément la relaxation des premières couches atomiques déposées de Nb et de Ta [Brammertz, 2003] [Wilson, 2002] [Li *et al.*, 1993] [Kirk *et al.*, 2000] et constitue un facteur clé dans l'élaboration de film épitaxié. Idéalement, elle devrait être aussi proche que possible de la température de fusion des deux matériaux (2477°C pour le Nb et 3017 °C pour le Ta). Cependant, l'augmentation de la température se fait au détriment du vide limite. Le système mis en place dans le groupe, qui a été développé en collaboration avec Thermocoax [www.thermocoax.com], est un radiateur disposé en face arrière du substrat et constitué d'un enroulement en spirale de câble "thermocoax" microsoudé. Le dispositif est asservi en température et/ou en puissance de chauffe. Deux radiateurs ont été utilisés au cours de cette thèse : le premier permettait d'atteindre des températures jusqu'à 700 °C, mais il a malencontreusement fondu à la suite d'un mauvais bridage de la puissance. Le second, moins efficace ne permet plus de dépasser les 600 °C.

3.2.5 Le dépôt de l'aluminium

	Vide limite (mbar)	Pression d'Ar (Pa)	Courant de décharge (A)	Puissance (Wcm^{-2})	Vitesse de dépôt (Å/s)
Niobium	$\sim 5 \cdot 10^{-7}$	1,8	5	10,6	45 ± 2
Tantale		1,8	5	11	50 ± 2
Aluminium		1,7	2	11,5	68 ± 5

FIG. 3.11: Paramètres standards de dépôt des matériaux dans le groupe Alcatel SCM 650.

Le dépôt d'Al polycristallin mouille très bien le Nb et Ta. On obtient une plus faible rugosité quand il est déposé à basse température. C'est pourquoi, dans les groupes où cela est possible, on utilise un poste de dépôt refroidi à l'azote liquide pour pulvériser l'Al. Dans notre cas, nous ne disposons que d'un circuit de refroidissement par circulation d'eau à 10°C.

Idéalement, le dépôt des différentes couches doit s'enchaîner avec le moins d'attente possible pour obtenir des interfaces de bonne qualité. Mais la première couche d'Al se dépose après l'absorbant et le substrat est alors à plus de 500°C. On attend donc son refroidissement jusqu'à la tempé-

rature ambiante (environ 6 heures, soit souvent une nuit en pratique). Cette attente conduit inévitablement à l'apparition d'une couche d'oxyde natif à la surface de l'absorbeur et ce, quelle que soit la qualité du vide de l'enceinte. On effectue donc un bombardement RF de décapage avant de déposer l'Al (les jonctions réalisées sans décapage présentent une barrière isolante supplémentaire à l'interface absorbeur/Al). Le décapage standard se fait à 1,25 Pa (pression partielle d'argon) et 100 W pendant 1'30". Le dépôt de l'Al se fait à 1,7 Pa et 2 A (cible de 100mm de diamètre) pour une vitesse de dépôt de $\sim 70 \pm 5$ Å/s. Les paramètres standards de dépôts sont résumés dans tableau fig. 3.11.

3.2.6 La réalisation de la barrière d'alumine

L'oxydation de l'aluminium ne peut se faire dans l'enceinte où l'oxygène polluerait les cibles. Après le dépôt de la première couche d'Al, le bras de chargement(/déchargement) vient récupérer le substrat dans l'enceinte et le dépose dans le sas du groupe préalablement pompé. La pompe turbo-moléculaire du sas n'est pas adaptée au refoulement d'oxygène, ce qui n'autorise pas l'oxydation en dynamique, c'est à dire en maintenant un débit constant d'oxygène. Dans le sas, un jeu de microvannes et une (multi-) jauge(s) de pression à large sensibilité permet de régler la pression d'oxydation statique au dessus de 0,1 mbar. Cependant, pour obtenir une bonne uniformité de la barrière, les oxydations en statique sont très rarement réalisées en dessous de quelques dixièmes de mbar. Une fois le temps d'oxydation écoulé¹³, on relance le cycle d'introduction du substrat dans l'enceinte de dépôt. L'oxygène utilisé est garanti pur à 99,995 % et les lignes de gaz en faible surpression par rapport à l'air ambiant de la salle blanche, sont re-pompées avant chaque cycle d'oxydation afin d'assurer la pureté du gaz.

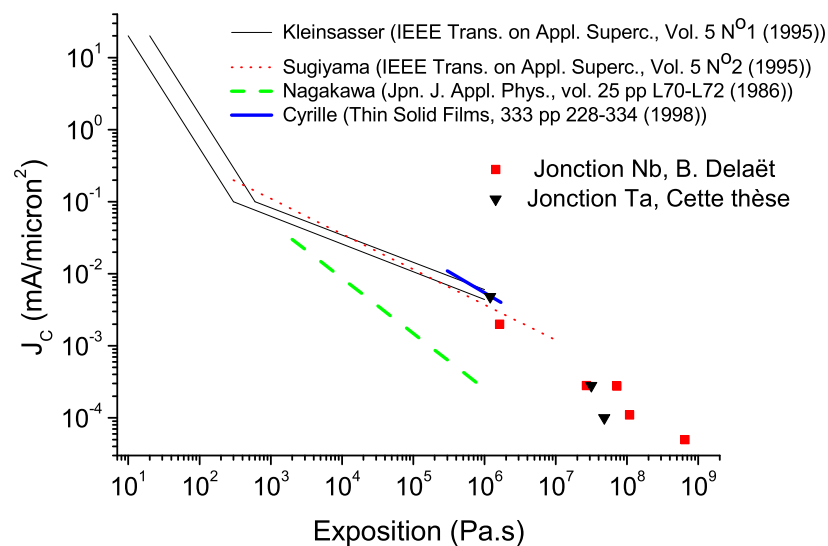


FIG. 3.12: Graphe comparatif, représentant l'exposition (produit du temps et de la pression d'oxydation) en fonction de la densité de courant critique. Les points de B. Delaët ont été obtenus avec des jonctions Nb/Al déposées dans un autre groupe de pulvérisation.

¹³Entre 15 minutes et une heure généralement.

Groupe	PSI (Suisse)	Yale	TU Munich	ESTEC	Riken (Japon)	Riken	AIST (Japon)	Cette Thèse	Cette Thèse
jonction	Ta/Al	Ta/Al	Pb/Al	Al	Nb/Al	Nb/Al	Nb/Al	Ta/Al	Ta/Al
Taille (μm)	20*20	10*10	100*100	30*30	100*100	20*20	200*200	40*40	25*25
Rn ($\mu\Omega\text{cm}^2$)	4	7	100	7	8,8	2	160	40	3
Oxydation (type)	Statique	Statique	Plasma d'O ₂ , 100 sccm	Statique	Statique	Statique	Statique	Statique	Statique
Paramètres	0,5 mbar, 1 h	4 mbar, 12 min	3,4 Pa, 4 min., 20W	*	40 mbar 1 h	1,3 mbar, 20 min.	12mbar, 1h	200 mbar, 25 min.	10 mbar, 20 min.

FIG. 3.13: Tableau comparatif des conditions d'oxydation dans différents groupes et valeur des résistances normales résultantes.

Les caractéristiques de la barrière, c'est à dire l'homogénéité et la transparence dépendent directement du couple, temps d'exposition - pression d'oxygène. La courbe fig. 3.12 donne le courant critique de jonctions Nb-Al de même type obtenues dans différents groupes en fonction d'une grandeur d'exposition, le produit du temps d'oxydation par la pression d'oxygène. Courant critique J_C (voir 2.6), résistance normale R_N (ou conductance normale) et temps de confinement sont les trois grandeurs associées à la notion de transparence de la jonction. Une jonction sera d'autant plus sensible que sa transparence sera grande ou autrement dit, que les quasiparticules auront de facilité à traverser la barrière. Il faut bien sûr rappeler que cette transparence doit être mise en balance avec le courant de fuite de la jonction. Notons en particulier sur cette figure, les résultats obtenus par B. Delaët dans un autre équipement de dépôt au CEA-Grenoble avec la précédente génération de jonctions niobium.

Le tableau fig. 3.13 présente les paramètres d'oxydation dans les principaux groupes de recherche sur les JSET comme photodétecteur. On y trouve aussi les résistances normales associées. On y constate que d'un groupe à l'autre, des conditions très proches donnent des résultats différents, ce qui tend à prouver que les configurations de réalisation des couches Supra/ AlO_x /Supra sont toujours particulières à un équipement. Il se dégage cependant une tendance pour les meilleures transparences autour d'une exposition d'une heure à une pression de l'ordre du mbar. Les données proviennent de [Kirk *et al.*, 2000, Jerjen *et al.*, 2004b] pour le PSI, de [Savu *et al.*, 2004, Wilson *et al.*, 2003] pour Yale, de [Angloher *et al.*, 2001] pour Munich, de [Brammertz *et al.*, 2004] pour l'ESTEC, de [Shiki *et al.*, 2004, Otani *et al.*, 2002] pour RIKEN et de [Ukibe *et al.*, 2004] pour l'AIST. Les conditions d'exposition à l'oxygène ont le plus souvent été directement vérifiées auprès des intéressés. À noter qu'à Yale l'oxydation se fait sous pression partielle à 15 % (de 4 mbar) d'oxygène. À Munich, on utilise un plasma d'oxygène avec un débit de 100 sccm¹⁴. Les conditions d'oxydation pour l'ESTEC ne sont pas communicables par Cambridge Microfab Ltd¹⁵.

3.2.7 Le dépôt de la contre-électrode

Le dépôt de la contre-électrode se fait aussi vite que possible après l'oxydation avec les mêmes paramètres que la première à l'exception de la température puisqu'elle se fait à température ambiante. La couche d'Al est réalisée à l'identique mais le Ta (ou Nb) est généralement moins épais car sa qualité cristalline est moins critique pour la durée de vie des quasiparticules photo-

¹⁴Standard cm³ / minute, à comparer aux 40 sccm utilisés pour nos plasmas de gravure

¹⁵En charge de la production des jonctions pour l'ESTEC.

excitées, contrairement à celle de l'absorbeur. On réduit ainsi les temps de gravure et la hauteur globale de l'empilement (facilitant ainsi les passages de marche des couches suivantes). On veille cependant à ce que l'épaisseur en question soit suffisante devant celle de l'Al pour avoir une jonction à *gaps* symétriques.

3.2.8 Séquence de réalisation de la tricouche

Faisons un récapitulatif sur l'enchaînement des étapes intervenant dans la réalisation de la tricouche à base de tantale :

1. Nettoyage et introduction du substrat saphir dans l'enceinte du groupe.
2. Chauffage progressif du substrat sur plusieurs heures et éventuellement plusieurs cycles pour ne pas dégrader la pression résiduelle (vide limite). On atteint une température autour de 550°C et un vide limite de $5 (\pm 3) \cdot 10^{-7}$ mbar.
3. Dépôt¹⁶ d'une sous couche de Nb (100 à 200 Å) pour améliorer la nucléation du Ta (cf. section 4.1.2). Ce dépôt se fait à 3 A et 1,8 Pa, soit en rotation, soit en statique¹⁷.
4. Dépôt de l'absorbeur : on enchaîne immédiatement sur le dépôt du Ta à 1,8 Pa. Pour favoriser la relaxation des premières couches, on commence le dépôt à 3 A pendant 10 s et on augmente à 5 A pour 20 à 30 s¹⁸. (Épaisseurs typiques dans la gamme 1300-1800 Å)
5. Refroidissement du substrat sur environ 6 heures.
6. Décapage de la couche de Ta par plasma RF entre le cache et le porte substrat. Ce décapage se fait sur 2-3 minutes à 150 W et 1,25 Pa d'Ar (en RF on règle la puissance).
7. Dépôt (après prédépôt) d'une couche d'Al : 8 s en statique à 1,7 Pa et 2 A (ou éventuellement 60 s en rotation). (Épaisseur ~ 800 Å)
8. Retour de la plaquette dans le sas du groupe préalablement mis sous vide secondaire.
9. Oxydation de la surface d'Al sous pression statique d'oxygène. De 25 à 40' pour 200 mbar de pression d'O₂. La dernière plaquette a été oxydée sur 20' à 10 mbar afin d'augmenter la transparence tunnel.
10. Réintroduction du substrat dans l'enceinte
11. Dépôt de l'Al à l'identique du précédent.
12. Dépôt d'une sous-couche de Nb de quelques dizaines d'Å dans les mêmes conditions que la précédente.
13. Dépôt du Ta de la contre-électrode à 5 A sous 1,8 Pa de pression d'Ar pendant 15 à 25 secondes en statique. (Épaisseur $\in [1000 ; 1200$ Å])
14. Déchargement et récupération du substrat.
15. Passivation de la plaquette par étalement d'une couche de résine (pour lithographie ou stockage)

¹⁶Tous les dépôts se font après un prédépôt de quelques minutes sur le cache durant lequel on monte progressivement le courant de décharge afin de stabiliser thermodynamiquement la pulvérisation

¹⁷La rotation favorise la relaxation de la couche aux dépends de sa pureté puisque la vitesse de dépôt est environ divisée par 7 (cf p. 49).

¹⁸Quelques absorbeurs ont été déposés en rotation et en conséquence sur des durées entre 2 min 30 s et 3 min

3.2.9 Choix et dépôt de l'isolant

L'isolant protège les flancs de la jonction en autorisant le passage d'une ligne de contact vers l'électrode supérieure : il est donc important que celui ci soit de bonne qualité pour éviter tout court-circuit. Dans le nouveau procédé, il sert aussi à passiver (ou encapsuler) les dispositifs. L'isolant générique de la microélectronique est le SiO_2 . Il est stable, bon marché et parfaitement isolant en couche épaisse. Il est adapté au dispositif cryogénique puisqu'il supporte bien les cycles en température. Les meilleures couches de SiO_2 sont obtenues par oxydation thermique du silicium, mais celles-ci se font à trop haute température pour être envisageables sans détérioration de la barrière d'alumine. Elle ne doit en effet pas être exposée à plus de 160°C . La silice de la salle blanche PROMES est donc déposée par pulvérisation cathodique (il est très difficile d'obtenir de la silice de qualité par PVD). Un nouveau bâti Alcatel (AC 450) spécialement dédié à la pulvérisation RF des diélectriques a été acheté et mis en service l'été 2003. Il ne sert pour l'instant qu'à la pulvérisation du SiO_2 . Le précédent groupe de dépôt (Alcatel Puma) de la silice avait deux défauts :

- Il servait aussi au dépôt des couches de titane et d'or utilisées comme plots de contact et il n'est jamais très bon de déposer métaux et diélectriques dans la même enceinte.
- Les couches de silice obtenues étaient, malgré tous les efforts, percées de nombreux micro-trous [Cyrille, 1996].

Groupe de dépôt	Type	Pression d' Ar	Puissance	Vide résiduel	Vitesse de dépôt
Alcatel Puma	Rotation	0,5 Pa	700 W	10^{-7} mBar	2,2 Å/s
Alcatel AC 450	Statique	0,1 Pa	750 W	10^{-7} mBar	5,2 Å/s

FIG. 3.14: Tableau des paramètres de dépôt du SiO_2 avec les 2 groupes utilisés

Le nouveau SiO_2 se dépose en statique par plasma RF sous une pression d'Ar de 0,1 Pa. Pendant le prédépôt qui stabilise le bombardement (thermalisation de la cible principalement) et nettoie la cible en surface, on monte progressivement la puissance à 700W. La distance cible-substrat a fait l'objet d'une étude pour obtenir la meilleure uniformité de dépôt sur une plaque 3 pouces : on obtient $5,2 \text{ \AA/s}$ ($\pm 0,3$) à 135 mm avec une homogénéité par plaque de $\pm 8 \%$ pour une zone d'exclusion périphérique de 5 mm. On établit généralement le temps de dépôt pour assurer la couverture de la marche des jonctions en ajoutant typiquement 500 \AA à l'épaisseur obtenue pour la tricouche. Le tableau fig. 3.14 présente les paramètres de dépôts de la silice dans le deux groupes utilisés pendant cette thèse.

3.3 Le premier procédé de fabrication

Dans ce paragraphe je décris brièvement le procédé de fabrication des jonctions développé durant la thèse précédente [Delaët, 2000]. Ce procédé a permis la réalisation de jonctions en niobium de bonne qualité. Il met en jeu cinq niveaux de masques dessinés initialement par F. Battin [Battin, 1996]. C'est une variante du procédé SNEP (Selective Niobium Etching Process) en trois masques [Gurvitch *et al.*, 1983]. Les quatre premières étapes s'enchaînent selon la représentation fig. 3.15.

Après le dépôt de la multicouche Nb/Al- AlO_x -Al/Nb, le premier niveau de masque sert à définir un premier périmètre pour les jonctions qui sera celui de l'absorbeur. Et comme l'on se sert de

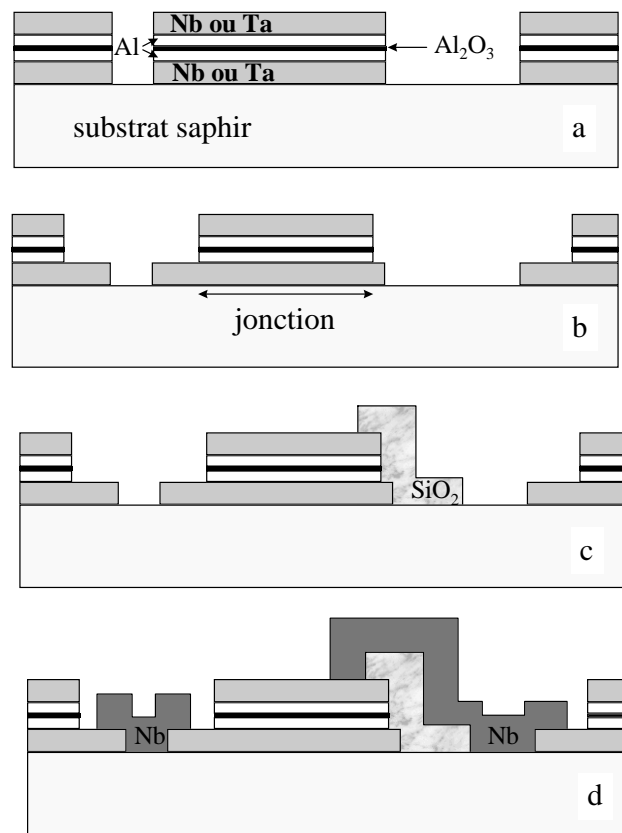


FIG. 3.15: Les étapes de premier procédé qui utilise quatre niveaux de masque pour la réalisation des jonctions Josephson : (a) Gravure de la multicouche pour définir l'absorbeur de la jonction au centre et les amenées de courant au bord. (b) Gravure de la partie supérieure de la multicouche jusqu'à l'absorbeur pour définir la jonction. (c) Lift-off du SiO_2 . (d) Lift-off des contacts de niobium.

la multicouche comme amenée de courant, les lignes sont réalisées à cette étape.

Avec le second niveau de masque, on définit la jonction proprement dite en gravant l'électrode supérieure jusqu'à l'absorbeur. On a alors deux fonctions superposées sans être alignées : l'absorbeur en Nb et la jonction Al- AlO_x -Al/Nb (voir fig. 3.16).

Le troisième masque permet de réaliser par lift-off une bandelette de silice qui forme un passage isolé de l'absorbeur, afin de permettre la prise de contact sur l'électrode supérieure sans court-circuit.

Avec le quatrième masque, on dépose les deux lignes de contact en niobium par lift-off. La première passe sur la languette de silice et connecte la contre-électrode et la seconde prend le contact sur l'absorbeur. La photographie fig. 3.16 montre une jonction de $50 \mu\text{m}$ de côté et permet de mieux visualiser les étapes du procédé et rend compte des échelles.

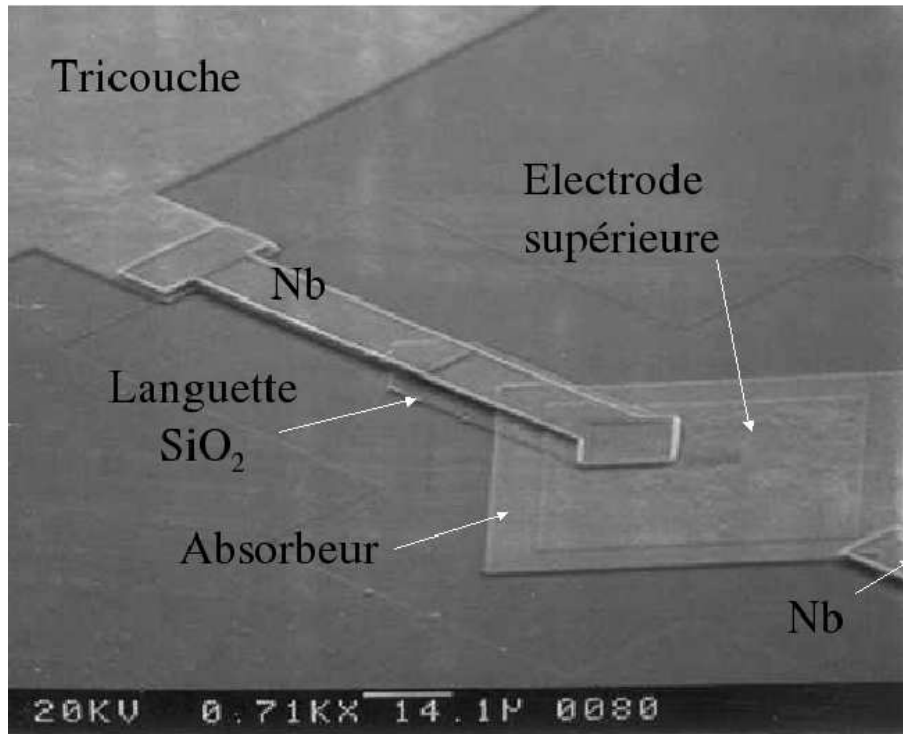


FIG. 3.16: Photographie faite au microscope électronique à balayage d'une jonction carrée $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ (l'absorbeur est plus large). On voit bien les différents éléments du dispositif : amenées de courant Nb et tricouche, languette de silice, absorbeur et jonction

3.4 La conception du nouveau procédé

3.4.1 Les raisons

Si le procédé de fabrication de jonction ci-dessus a permis d'obtenir quelques jonctions niobium de très bonne qualité, la proportion de jonctions viables est toujours restée assez faible sur une même plaquette et celles-ci supportaient mal les cyclages thermiques. Nous avons donc décidé, au début de cette thèse, de concevoir un nouveau procédé qui permettrait de réaliser les jonctions de manière plus homogène et reproductible. Les principales lacunes du premier procédé portaient essentiellement sur trois points :

- La simple languette de silice pour isoler un passage pour le contact à la contre-électrode. Celle-ci supposait de laisser la jonction à l'air sans couche de passivation. Par ailleurs, le Nb déposé sur la languette avait une forte tendance à se décoller de l'électrode supérieure et la couverture de la marche SiO₂-électrode était délicate.
- Le non-alignement des électrodes qui laissait une partie non négligeable de la surface de l'absorbeur exposée à l'air. Et nous pensons que c'était une des raisons de la faible durée de vie de quasiparticules photo-excitées [Jorel *et al.*, 2002] dans les jonctions du fait de cette zone à forte densité en défaut (sites recombinants, pièges).
- L'utilisation du lift-off (essentiellement de la languette de SiO₂) qui a posé quelques problèmes de retrait de marche de résine au bord des motifs.

Le nouveau procédé devait donc prévoir la superposition des électrodes, le dépôt d'une couche de passivation en silice et l'utilisation exhaustive de la gravure sèche (GIR et usineur ionique) au dépend du lift-off [Jorel *et al.*, 2004]. Ce dernier point a finalement dû être adapté au cours

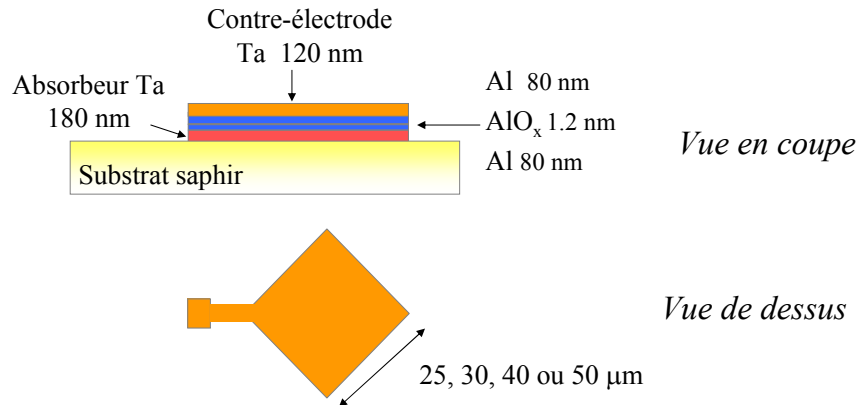


FIG. 3.17: Schéma de représentation de la première étape réalisée avec le Masque 1.

du développement du procédé.

3.4.2 Les étapes

Les étapes successives de la fabrication des jonctions après le dépôt de la tricouche dans le groupe Alcatel SCM 600 ont été prévues initialement comme le représente les figures 3.17 à 3.20 :

1. Gravure complète de la tricouche avec définition des jonctions (et des autres motifs concernés) en employant le *Masque 1*. La gravure du Ta (ou du Nb) se fait par Gravure Ionique Réactive au GIR et celle de l'Al à l'usineur ionique (fig. 3.17).
2. Puis passivation par une couche relativement épaisse de silice par l'intermédiaire du *Masque 2*. On utilise une sous couche fine de MgO (quelques nm) déposée en rotation dans le groupe de dépôt de la tricouche pour deux raisons : à la fois pour favoriser le mouillage et l'isolation des flancs de la jonction, et aussi pour servir de couche d'arrêt dans la gravure longue du SiO₂. La gravure des trous de contact (après lithographie du masque 2) se fait au GIR jusqu'au MgO, puis à l'usineur ionique en quelques dizaine de secondes jusqu'à la contre

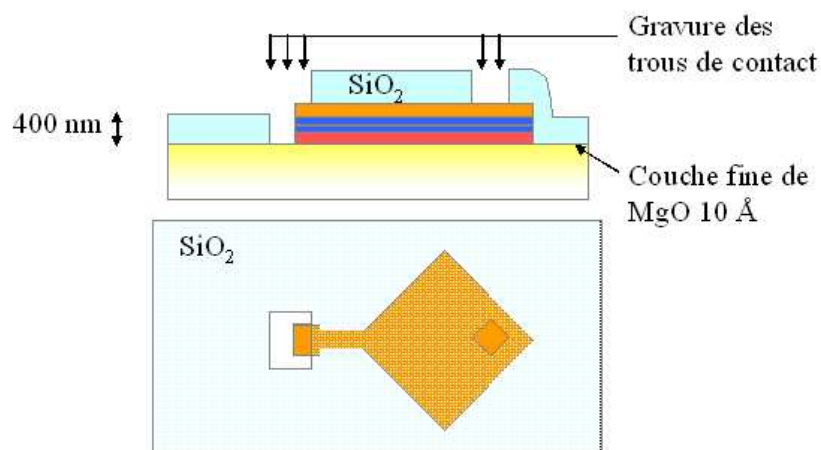


FIG. 3.18: Schéma de représentation de la deuxième étape réalisée avec le Masque 2.

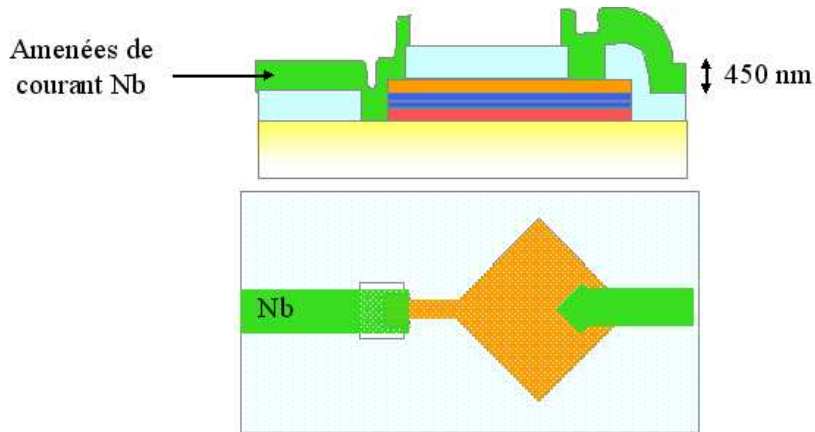


FIG. 3.19: Schéma de représentation de la troisième étape réalisée avec le Masque 3.

électrode (fig. 3.18).

3. Ensuite, dépôt et gravure des amenées de courant et plots de contact en Nb en utilisant le *Masque 3*. Le dépôt du niobium se fait immédiatement après un décapage RF de la surface de contacts dans le groupe de dépôt SCM 650 pour éliminer l'oxyde natif et obtenir un bon contact (fig. 3.19).
4. Enfin, une dernière étape de gravure de la silice et de la bicouche supérieure Al-AlOx-Al/Ta permet de forcer un des deux contacts à l'absorbeur : On grave une bandelette de quelques microns de large dans l'empilement (fig. 3.20). Cette étape sera appelée "la prise de contact à l'absorbeur" dans la suite du manuscrit, en précisant qu'elle utilise le *Masque 4*.
5. Un dernier niveau de masque permet le lift-off de 2 plots d'or¹⁹ par contact Nb pour faire des mesures 4 points (deux pour amener le courant et deux pour lire la tension) et faciliter la soudure des fils d'or. La mesure "quatre points" permet de s'affranchir en grande partie de la résistance de fils de courant et des contacts pour lire la tension directement aux bornes

¹⁹Il s'agit en réalité de Ti-Au : le titane est nécessaire pour améliorer le mouillage de l'or sur le Nb

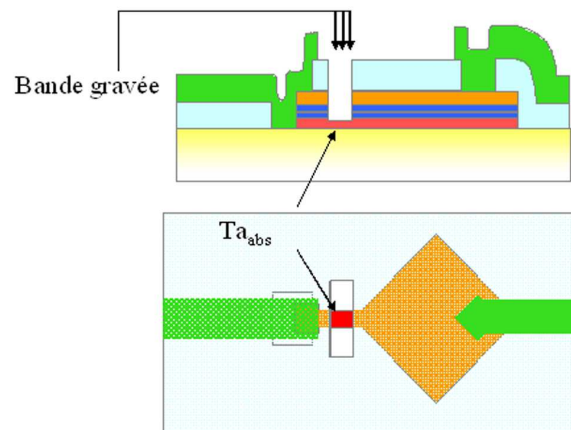


FIG. 3.20: Schéma de représentation de la quatrième étape réalisée avec le Masque 4.

de la jonction.

3.4.3 Le dessin des masques

Le dessin du jeu des 5 masques s'est fait avec le logiciel Wavemaker sur les premiers mois de la thèse. Ce logiciel peu coûteux et facile à prendre en main permet de dessiner dans les règles en générant des fichiers au format "gds" qui est directement utilisé dans l'industrie pour le pilotage des masqueurs (appareil réalisant la lithographie des masques). Un exemple typique de règle que Wavemaker respecte naturellement : quand on dessine un motif transparent à l'intérieur d'un motif fermé opaque, il faut prévoir une coupure dans le motif opaque pour que le masqueur traverse cette future zone opaque pour venir dessiner la frontière intérieure du motif. En l'absence de cette coupure de largeur nulle, les motifs intérieurs ne sont pas réalisés. Les différentes fonctions du procédé ont été réunies en trois types de puces répétés sur la plaquette.

La puce "détecteurs" :

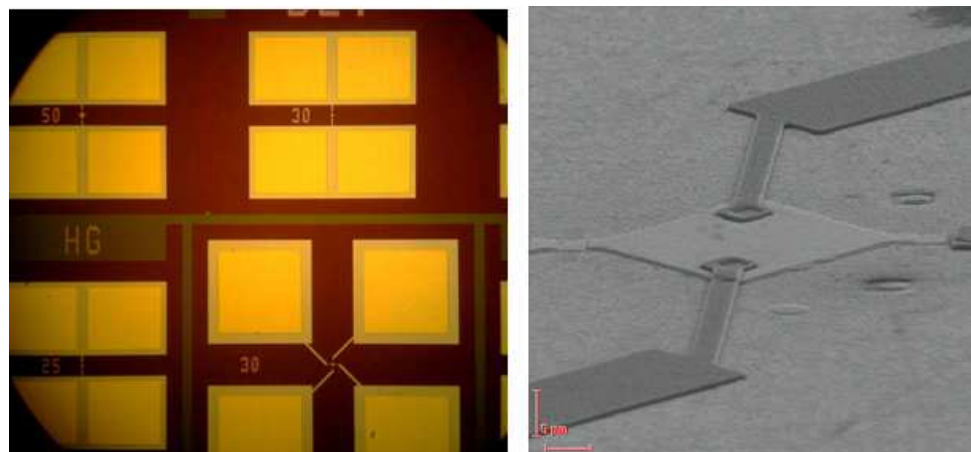


FIG. 3.21: Photographies d'une puce de détection. À gauche, les 4 jonctions de la partie supérieure gauche photographiées au microscope et à droite une vue au MEB de la jonction centrale avec 4 contacts.

La puce "détecteurs" contient 9 jonctions carrées de tailles différentes avec 2*2 plots d'or de 0,8 par 0,4 mm facilement contactables avec des fils d'or thermosoudés par ultrasons. Il y a deux jonctions de chaque longueur des côtés : 25 μm , 30 μm , 40 μm et 50 μm . La dernière jonction de 30*30 μm^2 a quatre contacts pris directement sur les électrodes au lieu de deux. Cela permet de vérifier l'absence d'influence de l'interface entre la ligne de contact en niobium et les couches de tantale et plus généralement de voir l'influence de ces contacts sur les jonctions. L'équipe de l'ESTEC suppose par exemple l'existence de nombreux sites de piégeage à l'interface entre les contacts Nb et le Ta [Brammertz, 2003]. Les jonctions de ce type caractérisées électriquement n'ont pour l'instant pas montré de différence remarquable, mais seules des comparaisons en détection qui n'ont pas encore été menées, permettraient d'analyser cette influence. La figure 3.21 montre la vue globale de l'organisation d'une puce "détecteurs" (à gauche) et un agrandissement sur un dispositif de 30 microns de côté à droite.

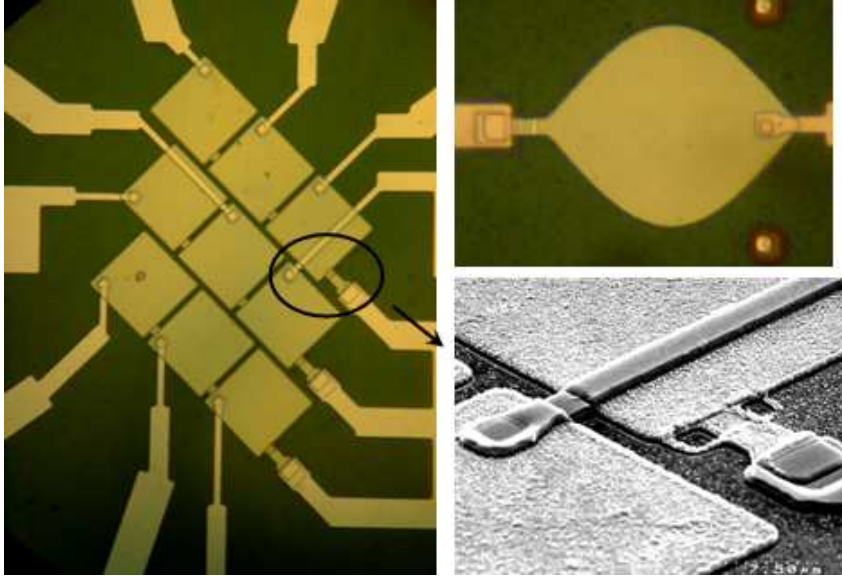


FIG. 3.22: Quelques éléments de la puce "exotique". (Gauche) Photographie au microscope d'une mosaïque de 3*3 jonctions de $40\mu\text{m}$ de côté. (Haut droit) Photographie d'une jonction de forme sinusoïdale. (Bas droit) Vue de détail prise au MEB d'une partie de la même mosaïque. On y voit une ligne de Nb passer au dessus d'un pixel pour prendre le contact sur un autre.

Puce "exotique"

La puce "exotique" contient les dispositifs de détection moins classiques. En premier lieu, deux mosaïques de 3*3 pixels : une avec des jonctions carrées de $30\mu\text{m}$ de côté et l'autre avec de jonction de $40\mu\text{m}$ de côté (fig. 3.22).

Il y a par ailleurs une jonction en forme de losange et une en forme de sinusoïde. Ces formes devaient permettre de réduire les modes de cavité résonnante introduits par les flancs identiques en vis à vis des jonctions carrés. Mais ces modes résonnants ne se sont pas révélés être un véritable problème jusqu'ici et les jonctions sinusoïdales testées électriquement n'ont pas présenté d'intérêt particulier jusqu'alors.

Le dernier type de dispositif présent sur cette puce est aussi dans la logique de l'imagerie résolue spatialement comme les réseaux de pixels. Il permet à partir d'un absorbeur rectangulaire long ($40*400\mu\text{m}^2$ par ex.) connecté par deux jonctions (Al- AlO_x -Al/Ta) à ses extrémités, de faire de l'imagerie à une dimension : en comparant les signaux reçus par les deux jonctions pour chaque évènement lumineux, on peut déterminer le point d'impact du photon à quelques microns près [den Hartog *et al.*, 2000, Li *et al.*, 2003]. Ce type de détection pourrait résoudre les problèmes de multiplexage associés aux réseaux de JSET puisqu'avec deux sorties on lit l'équivalent d'une ligne de pixels (au lieu d'une sortie par pixel). Les deux désavantages de ce type de détecteur comparés au réseau de pixels sont :

- la diminution de la rapidité de la réponse et en conséquence de la cadence de comptage.
- la dégradation de la résolution énergétique induite.

Puce technologique

La puce "technologique" contient les différents motifs de tests technologiques. Une vue d'ensemble et un agrandissement sont représentés fig. 3.23. Elle contient :

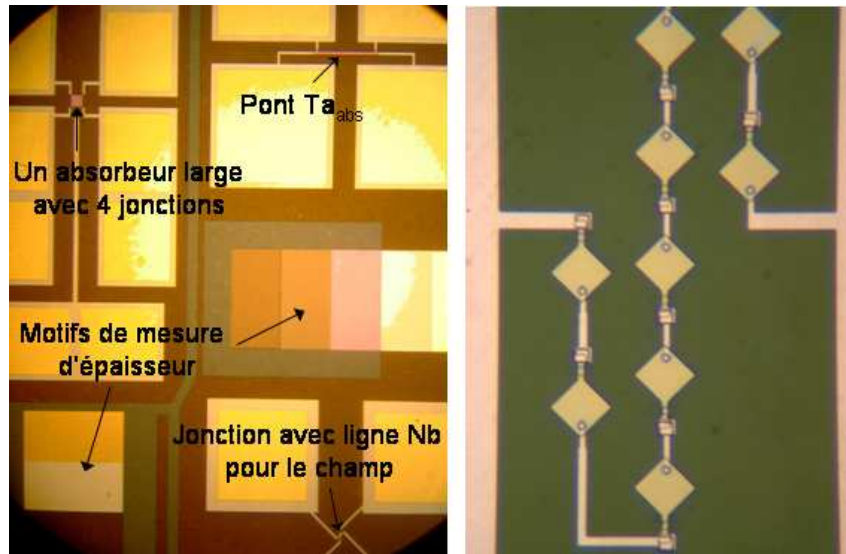


FIG. 3.23: Photographies au microscope optique.(Gauche) Vue d'une partie de la puce technologique. (Droite) Les dix jonctions de $30\ \mu\text{m}$ en séries.

- les motifs d'épaisseurs qui permettent de mesurer l'épaisseur des différentes couches à l'alphastep au fur et à mesure de la réalisation.
- des ponts d'absorbeur pour la caractérisation électrique de la couche.
- différents motifs de tailles et de formes variées pour vérifier le bon déroulement du procédé. Par exemple une série de trous et de plots (dans la) de silice de 1, 2 et 3 microns pour vérifier la qualité des trous de contact ; ou des lignes d'amenée de courant de largeur variable jusqu'au micron avec les passages des marches de l'isolant et de la tricouche.
- Un enchaînement de dix jonctions en série pour des vérifications de fiabilité et pour faire ressortir d'éventuel effet résistif faible.
- Une suite de 10 contacts Nb/tricouche en série pour faire apparaître d'éventuels problèmes de passage de marche ou de résistance à l'interface.
- Un absorbeur carré de Ta (ou Nb) de $100\ \mu\text{m}$ de côté avec une jonction de $30 \times 30\ \mu\text{m}^2$ à chaque coin. Ce dispositif a été inséré dans les puces technologiques pour une raison de place mais avait vocation à être dans la puce "exotique". Il est dans la même logique que les absorbeurs rectangulaires évoqués plus haut, mais permettrait de passer directement à 2 dimensions pour l'imagerie.
- Une jonction carrée de $30\ \mu\text{m}$ de côté au dessus de laquelle passe une ligne supraconductrice en Nb faite dans la couche de contact. Cette ligne pourrait permettre de générer localement le champ magnétique nécessaire à la suppression du courant Josephson et faciliter le non piégeage de flux magnétique.

Les deux derniers types de dispositif n'ont pas encore été testés jusqu'ici.

Il y a 37 puces carrées de 0,8 mm de côté pour une plaque de 3 pouces. Les 20 puces "détecteurs", 10 puces "exotiques" et 8 puces "technologiques" sont réparties régulièrement sur la plaquette. La réalisation des masques a été confiée à Dupont Phototmasks selon un cahier des charges prédéfini. La figure 3.24 présente une photographie de la plaquette "EpiTa 4".

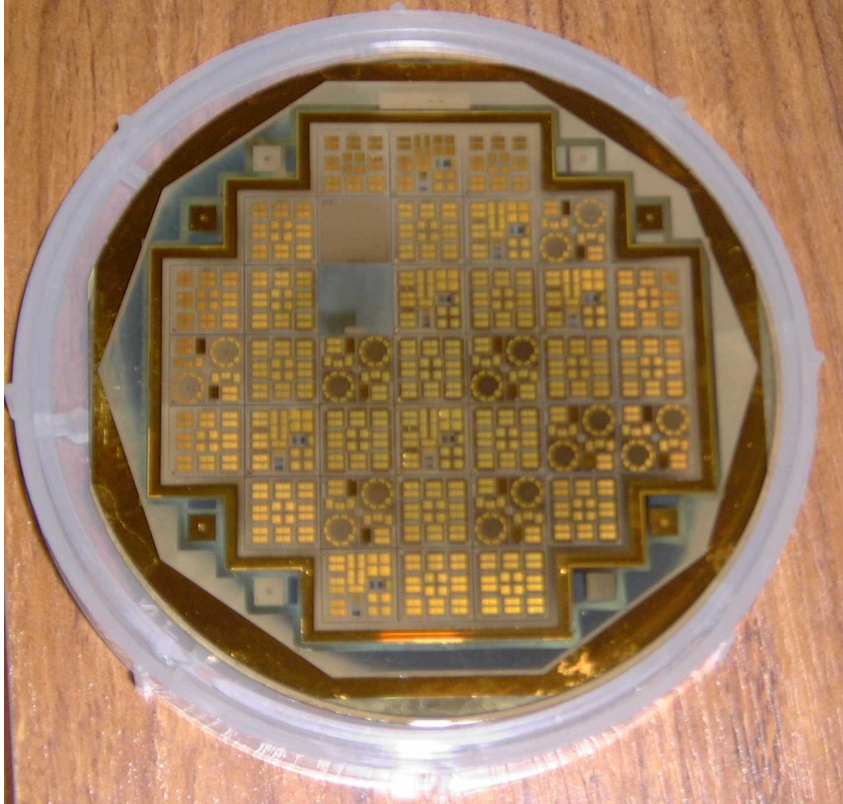


FIG. 3.24: Photographie de la plaquette (3 pouces) EpiTa 4.

3.5 Le développement pratique

Le développement pratique du procédé a conduit à certaines évolutions. Par exemple, la gravure problématique du SiO_2 nous a poussés à revenir au lift-off et les difficultés à obtenir des jonctions non shuntées à changer de mode de gravure de la barrière isolante.

3.5.1 La Gravure Ionique Réactive du Ta et du Nb

La gravure ionique réactive (au GIR) du Ta ou du Nb (revoir 3.1.3 pour la description générale) s'effectue rapidement et de manière relativement stable et reproductible. Elle se fait au SF_6 à 1,5 Pa et 30 W avec environ 10 % d' O_2 . Les paramètres détaillés sont donnés tab. 3.2. Les incertitudes de vitesse de gravure proviennent essentiellement des incertitudes sur la mesure des épaisseurs gravées. Une même couche issue du même dépôt, passée en plusieurs morceaux, se grave presque exactement dans le même temps. La vitesse de gravure de la résine protectrice devient problématique pour les gravures de tricouche épaisse, mais dans le cas d'un empilement typique de moins de 5000 Å (1500-1800 Å d'absorbeur, 2 fois 800 Å d'aluminium et 1000-1200 de contre-électrode), on ne rencontre pas de problèmes. D'autant que la gravure à l'usineur ionique durcit la résine et la rend beaucoup moins réactive au GIR au point que c'est même un problème de la retirer en fin de gravure. Le passage traditionnel à l'acétone dans un bain soumis aux ultrasons est rarement efficace après la gravure de la tricouche. C'est pourquoi on réalise le délaquage de la résine au GIR dans un plasma d'oxygène dans les cas où plusieurs gravures se sont enchaînées (dans le cas de la gravure du Nb des lignes de contact, l'acétone suffit).

TAB. 3.2: Paramètres de la gravure ionique réactive

	Débit d'O ₂ (sccm ^b)	Débit de SF ₆ (sccm)	Pression (Pa)	Puissance (W)	Vitesse de gravure (Å/s)	Durées ^a
Nettoyage de la chambre	25	-	2,5	100	-	10'
Gravure du Nb	4	36	1,5	30	12,2±0,5	1'30"-3'
Gravure du Ta	4	36	1,5	30	13,3±0,5	1'30"-3'
Gravure de la résine	4	36	1,5	30	15,5 ±3 ^c	12-13'
Délaquage de la résine	25	-	2,5	80	~ 100	2'

^aLes trente premières secondes de gravure sont généralement sans effet mesurable

^bStandard cm³ minute

^cLa gravure de la résine dépend des étapes où elle a déjà servi

Nous pensons par ailleurs mettre en place une oxydation post-traitement après la gravure de la tricouche, dans un plasma d'oxygène à plus haute pression pour obtenir une isolation immédiate des flancs de la jonction. Sato et al obtiennent des meilleurs résultats (quant à l'isolation des flancs) avec un plasma d'oxygène de 3 minutes à 13 Pa que par une simple exposition d'une heure à 0,8 bar d'oxygène [Sato et al, 2000]. La couche de Ta oxydée en surface qui pourrait poser problème pour la prise des contacts serait gravée par plasma RF prolongé au moment du dépôt du Nb de contact. En effet, ce sont les flancs de la jonction qui sont critiques du fait de la finesse de la barrière, de l'ordre du nm : le moindre défaut ou résidu de gravure conducteur au périmètre de la barrière génère, au mieux du courant de fuite, et au pire court-circuite la jonction (on parle de nano-ponts). La première tentative dans cette direction n'a pas été assez importante en terme d'exposition (durée-pression) pour donner des résultats.

Enfin, il faut noter que l'utilisation du suivi de la réflectivité laser pour détecter la fin de gravure rend l'opération plus confortable. Ainsi, dans la pratique on évalue la durée d'une gravure dans une fourchette (on se fixe une durée maximale), et on suit l'évolution du coefficient de réflexion de la couche. Celle-ci change à l'approche de la nouvelle interface et finit par se stabiliser en fin de gravure. On ajoute alors généralement 30" de surgravure pour assurer la disparition complète de la couche. Si la réflectivité n'a toujours pas changé au bout d'un certain temps, on arrête la gravure et on vérifie son efficacité (mesure d'épaisseur et inspection au microscope optique). Cela arrive très rarement, lorsque l'on grave l'absorbeur après l'aluminium et que la gravure de l'Al n'a pas été complète (l'Al est particulièrement insensible aux plasmas fluorés).

3.5.2 La gravure de l'aluminium à l'usineur ionique²⁰

Elle se fait à 400 V de tension d'accélération, 0,4 mA/cm² de courant de cathode et 0,033 Pa (2,5·10⁻⁴ Torr) de pression d'argon. Ces paramètres sont reportés dans le tableau 3.3 pour l'aluminium et quelques autres matériaux pour la comparaison.

Au début de la thèse nous avons décidé de passer d'un angle d'attaque de 45° (entre le faisceau incident et la normale au substrat) à un angle de 30° pour améliorer la verticalité des flancs. Cette étape est particulièrement critique pour la qualité des jonctions puisque c'est cette gravure

²⁰On peut se rapporter à la p. 56 pour la description générale de l'usinage ionique

TAB. 3.3: Paramètres de gravure à l'usineur

	Courant de cathode	Tension de polarisation	Pression d'argon	Angle d'attaque	Vitesse de gravure ($\text{\AA}/\text{s}$)
Aluminium	0,4 mA/cm ²	400 V	0,033 Pa	30°	4,2 ± 0,2
Aluminium				45°	4,6 ± 0,2
Résine					3,9 ± 0,2
SiO ₂ ^a					3,7 ± 0,2
Saphir					~1

^aDéposé au groupe Alcatel, celui déposé au groupe PUMA se grave à 4 $\text{\AA}/\text{s}$

qui traverse la barrière tunnel. Or en dehors de la première plaquette test réalisée à base de niobium sur substrat silicium passivé, les autres ont toutes donné des jonctions court-circuitées à une exception près (une jonction de la plaquette "EpiTa 8"). De plus cette gravure s'est souvent révélée capricieuse et parfois peu reproductible. Notamment à cause de la stabilisation du faisceau d'ions d'Ar pendant les prédépôts qui était parfois impossible même après une dizaine de minutes. Ainsi, certaines gravures d'aluminium ont été exagérément lentes, même pour des couches dont cette même gravure s'était bien déroulée à l'étape précédente. Cette relative instabilité non élucidée combinée à l'absence de détection de fin de gravure, nous a poussé à retravailler la gravure chimique de l'aluminium malgré les tentatives vaines réalisées en début de thèse.

3.5.3 La gravure chimique de l'aluminium

La gravure chimique de l'aluminium se fait par réaction acido-basique. Une série de tests avait été menée en début de thèse pour étudier cette possibilité. Plusieurs concentrations d'acide phosphorique (thermostatées ou non) avaient alors été essayées sans obtenir de réglage satisfaisant (voir fig. 3.25). Les autres "sauces chimiques" testées à cette période n'ont pas apporté de solution : les tentatives avec le développeur AZ 351B, réputé agressif avec l'aluminium ne se sont pas révélées plus efficaces et les solutions basiques gravent la résine beaucoup trop rapidement.

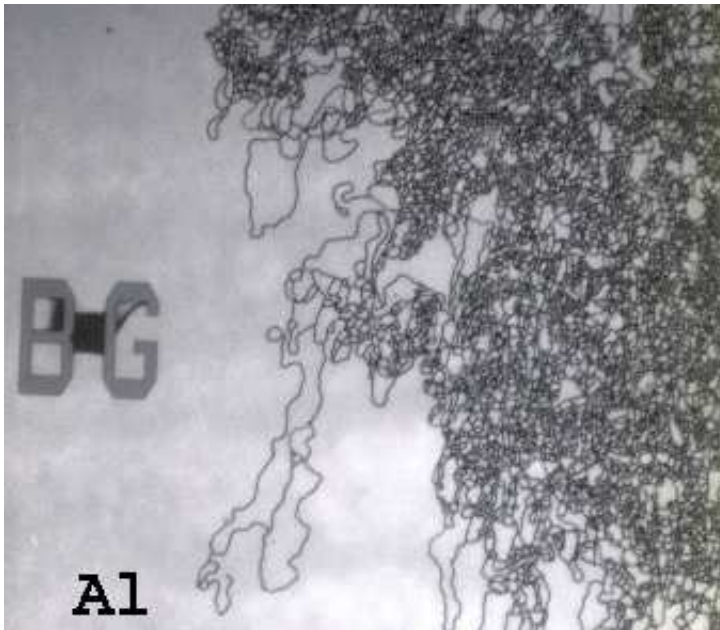


FIG. 3.25: Photographie au microscope d'une couche d'aluminium après 10 minutes dans un bain dilué d' H_3PO_4 à 85% (50 ml dans 100 ml d'eau) et thermostaté à 40°C. La gravure se stabilise et donne cette image après quelques minutes : l'aluminium ne se grave que par zones filamenteuses. Le motif BG est en résine protectrice.

Les problèmes (évoqués ci dessus) rencontrés avec l'usinage ionique et l'emploi quasi général de la voie chimique pour graver l'Al aussi bien dans l'industrie que dans les laboratoires, m'ont poussé à tester une "sauce" spécialement dédiée à l'aluminium. C'est une solution nommée "Alu Etch" et composée d'acide phosphorique (H_3PO_4 85%, 25 Volumes), d'acide acétique (CH_3COOH 99,7%, 5 V) d'acide nitrique (HNO_3 70%, 1 V) et d'eau (2 V). Cette solution a été employée à deux concentrations (pure et 1 : 1 c'est à dire un volume de produit pour un d'eau) avec thermalisation sur plaque chauffante à 40°C. On grave proprement 1200 Å d'Al en 13 minutes dans la solution diluée et en 6 minutes dans la solution pure (soit 1,5 et 3,3 Å/s). À noter que le Ta ne présente aucune marche de gravure détectable²¹ après 15 minutes dans le bain pur, ce qui permet d'être confiant dans la sélectivité de la solution.

Les résultats obtenus ont donc été suffisamment convaincants pour introduire cette gravure dans le procédé de fabrication des jonctions. Pendant la fabrication des jonctions, la gravure se fait dans les temps évoqués plus haut. Durant la première étape où l'on grave toute la tricouche, je n'ai pas rencontré de problème. Par contre, la gravure des bandes d'aluminium pour prendre le contact à l'absorbeur (*Masque 4* fig. 3.20) s'est révélé une fois inefficace et finalement, elle a du se faire à l'usineur ionique. Les différentes explications possibles de ce problème sont :

- Un éventuel reste de Ta_{sup} qui empêcherait la gravure.
- Une plus grande difficulté à graver des trous que des grandes surfaces. Sachant que cela n'avait pas posé de problème avec les monocouches d'Al utilisés pour les tests de validation.

Pour conclure, si cette gravure n'est pas encore parfaitement maîtrisée, elle ne devrait rapidement plus poser de problème et c'est par cette filière que des jonctions utilisables (de qualité) ont été obtenues au cours des derniers mois de la thèse.

3.5.4 De la gravure du SiO_2 au lift-off

TAB. 3.4: Tableau des paramètres de gravure du SiO_2

Groupe de dépôt	Gaz de gravure	Débit du gaz (sccm)	Débit d' O_2 (sccm)	Pression (Pa)	Puissance (W)	Vitesse de gravure (Å/s)
Puma	SF_6	36	2	1,7	60	12 ± 1
	CF_4	35	2	1,7	60	$7,2 \pm 0,7$
	usineur	*	*	*	*	$4 \pm 0,5$
Alcatel 450	SF_6	36	2	1,7	60	$11,3 \pm 1$
					30	5,3
	CF_4	35	2	1,7	60	$6 \pm 0,7$
						usineur

La gravure ionique réactive du SiO_2 a été étudiée avec différents mélanges SF_6/O_2 et CF_4/O_2 et utilisée difficilement pour les premières réalisations de jonctions. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.4. Mais aucune solution n'était satisfaisante. En effet, les gravures successives du SiO_2 et de la bicouche supérieure $\text{Ta}_{sup}/\text{Al}-\text{AlO}_x-\text{Al}$ (*Masque 4* fig. 3.20) pour prendre le contact à l'absorbeur s'est révélée impossible sans graver la couche de résine²² définissant les

²¹C'est à dire supérieure à la centaine d'Å.

²²Entre 1,1 et 1,2 μm d'épaisseur

motifs. Ainsi, les tentatives pratiques ont nécessité de re-lithographier une couche de résine alignée sur les trous déjà réalisés pour achever la gravure. Notons que la gravure du SiO_2 à l'usineur ionique se fait trop lentement et exigerait des temps de gravure inadaptés à l'appareil (> 20 min).

Le retour au lift-off du SiO_2 exigeait soit la commande d'un nouveau masque de polarité opposée (à l'actuelle), c'est à dire opaque là où le précédent était transparent et vice-versa, soit l'utilisation d'une résine négative. Comme la résine AZ 5214 est spécialement adaptée au lift-off en négatif grâce au profil négatif de ses flancs (voir p. 52), j'ai commencé par tester cette possibilité. Après détermination de la température idéale du "recuit d'inversion" ($120 \pm 1^\circ\text{C}$), le lift-off du SiO_2 s'est révélé très efficace pour les épaisseurs testées jusqu'à 7000 \AA , ce qui est plus que suffisant pour la passivation des jonctions.

Le passage au lift-off posait un second problème : il fallait pouvoir "lifter" à la fois les trous de contacts (*Masque 2*) et les bandes dans lesquelles on viendrait par la suite graver la bicouche supérieure (*Masque 4*), ou alors faire une gravure pour l'un des deux. La première solution employée a consisté à insoler successivement la même résine avec les masques 2 et 4 (avant le recuit d'inversion et l'insolation globale). La procédure dégrade forcément un peu la surface de la résine et les zones qui sont insolées avec les 2 masques deviennent beaucoup moins solubles dans le développeur. Les dispositifs d'une plaquette ont été ainsi connectés avec succès.

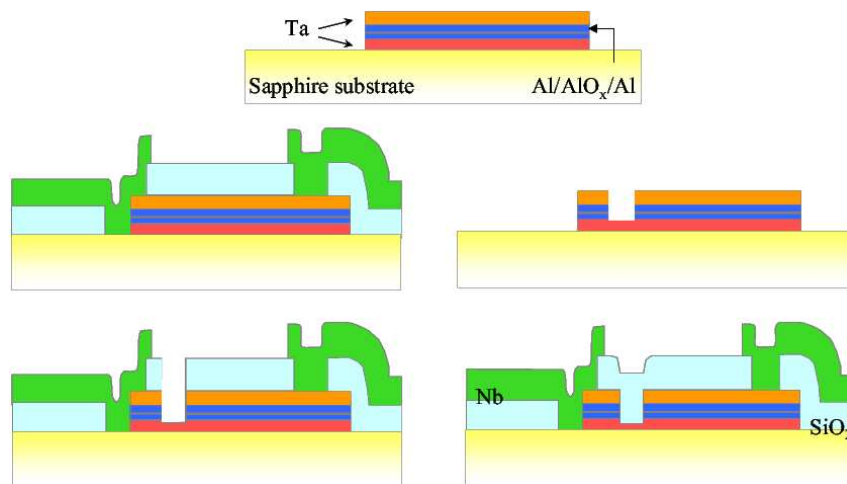


FIG. 3.26: Schéma représentant en coupe l'inversion des étapes 2 et 4 : à gauche, l'enchaînement initialement prévu où on établit le contact à l'absorbeur en fin de procédé et à droite la solution finalement retenue.

La seconde solution employée a consisté à effectuer l'étape 4 avant l'étape 2 : on réalise facilement la gravure de la bicouche supérieure (pour forcer un des contacts à l'absorbeur) juste après la première étape de définition des jonctions et avant de déposer le SiO_2 . Et le procédé s'enchaîne sans autres modifications. Le seul désavantage de cette solution est que l'on n'encapsule plus les dispositifs dans la silice immédiatement après la gravure de la tricouche. On pourrait alors craindre l'exposition du périmètre de la barrière pendant la gravure de la bicouche. Mais en dehors de la zone gravée, le périmètre est protégé par la résine. C'est cette deuxième solution qui a finalement été retenue. La fig. 3.26 illustre cette inversion des étapes 4 et 2.

3.6 Le procédé étape par étape

Finalement, dans l'état actuel des choses, les étapes de fabrication des jonctions s'enchaînent comme suit :

1. **Dépôt de la tricouche** sur substrat saphir dans le groupe SCM 600 (cf sec. 3.2.8) : $\text{Ta}_{abs}(1800 \text{ \AA}^{23})/\text{Al-AlO}_x\text{-Al}(1600 \text{ \AA})/\text{Ta}_{sup}(1200 \text{ \AA})$
2. **Définition des jonctions** (et autre motifs en tricouche) :
 - Lithographie de la résine avec le *Masque 1*.
 - Gravure du Ta_{sup} au GIR.
 - Gravure de $\text{Al-AlO}_x\text{-Al}$ à "*l'Alu etch*".
 - Gravure du Ta_{abs} au GIR.
 - Délaquage de la résine au GIR et nettoyage dans un bain d'acétone ²⁴ sous ultrasons.
3. **Contact à l'absorbeur** :
 - Lithographie avec le *Masque 4*.
 - Gravure du Ta_{sup} au GIR.
 - Gravure de $\text{Al-AlO}_x\text{-Al}$ à "*l'Alu etch*".
 - Nettoyage et élimination de la résine comme ci dessus.
4. **Dépôt de la couche de passivation** en silice :
 - Lithographie négative avec le *Masque 2*.
 - Dépôt en rotation d'une fine couche de MgO ($<20 \text{ \AA}$) au SCM 600.
 - Dépôt du SiO_2 dans le groupe AC 450 ($4500\text{-}5500 \text{ \AA}$).
 - Lift-off de la résine et de la couche isolante dans l'acétone sous ultrasons (20').
5. **Réalisation des contacts et amenées de courant en Nb** :
 - Décapage du Ta_{sup} exposé (et donc oxydé) au fond des trous de contact par plasma RF dans le groupe SCM 600.
 - Dépôt du Nb ($5000\text{-}6000 \text{ \AA}$).
 - Photomasquage du *Masque 3*.
 - Gravure du Nb au GIR.
 - Nettoyage et élimination de la résine comme ci dessus.
6. **Réalisation des plots d'or** :
 - Photomasquage du *Masque 5*.
 - Dépôt Ti/Au au Puma (1200 \AA).
 - Lift-off des plots d'or.
7. **Puis pour finir** :
 - Etalement d'une couche de résine épaisse et séchage.
 - Avant découpage des puces.

3.7 Bilan technologique et perspectives

Une grande partie de ce travail de thèse s'est déroulé dans la salle blanche PROMES du Laboratoire de Cryophysique. Ce travail technologique a permis de développer un procédé de fabrication des jonctions. Il s'est décomposé en trois étapes :

- Optimisation de la qualité cristalline des couches de Ta à fonction d'absorbeur.
- Conception du procédé et dessin du jeu de masques associé

²³Les épaisseurs indiquées ici sont typiques des dispositifs réalisés

²⁴Puis d'isopropanol pour rinçage

- Développement pratique du procédé.

Dans l'état actuel des choses, le procédé permet de réaliser des plaquettes recouvertes de jonctions dont les caractéristiques sont relativement uniformes, avec un faible pourcentage de jonctions défectueuses ($< 5\%$). L'autre point fort du procédé est la résistance des dispositifs aux cyclages thermiques et au vieillissement. On ne peut cependant pas encore parler d'une véritable reproductibilité des réalisations puisque cette performance n'a pas encore été suffisamment renouvelée. Par ailleurs et comme nous le verrons plus loin, les jonctions obtenues sont pour l'instant insuffisamment transparentes (autour de $35 \mu\Omega \cdot cm^2$) pour obtenir la sensibilité suffisante à un comptage de photons de qualité mais ces transparences correspondent bien à l'oxydation sécurisée utilisée dans un premier temps pour décorrélérer la problématique de l'optimisation de la barrière de celle de la mise au point du procédé. La dernière plaquette réalisée cet été dans des conditions d'oxydation réduite (10 mbar, 20') pour pallier ce manque de transparence n'a pas débouché sur de la détection lumineuse. En effet sur la quinzaine de dispositifs testés, la seule jonction qui n'était pas court-circuitée a été perdue pendant les premières mesures à 2 K (le Ta_{abs} a fondu dans la bandelette de contact à l'absorbeur) suite à une impulsion électrique parasite. Cependant, la valeur de résistance normale obtenue de $3 \mu\Omega \cdot cm^2$ est plus qu'encourageante. Les raisons qui expliquent le court-circuit de l'essentiel des dispositifs de ce substrat ne sont pas évidentes au vu du déroulement de la fabrication. Au milieu des causes indiscernables, on peut aussi isoler les problèmes rencontrés pendant la gravure chimique de l'aluminium (cf. 3.5.3) : la surexposition à "*l'Alu etch*" a pu fragiliser la barrière du fait de l'isotropie de la gravure (potentiellement $0,2 \mu m$ de gravure latérale au lieu de $0,1 \mu m$ puisque le temps d'immersion a doublé).

Quoi qu'il en soit, les objectifs de robustesse et d'uniformité ont été en grande partie atteints. La stabilisation de la gravure chimique de l'Al et l'oxydation de la barrière sur une durée plus longue (même à pression plus faible) devraient permettre d'obtenir des jonctions Ta/Al avec la transparence suffisante. Si cela s'avérait insuffisant, l'autre alternative est la mise en place d'une oxydation des flancs après la première étape. Le plus efficace serait la mise en place d'une étape d'oxydation par anodisation en voie humide (éventuellement sous la résine [Meng et Van Duzer, 2003]) mais cela imposerait de redessiner les 2 masques intervenant sur la tricouche. Sinon, l'exposition prolongée à l'oxygène dans le GIR immédiatement après la gravure²⁵ de l'absorbeur (cf p. 77) pourrait constituer une solution intermédiaire suffisante.

Enfin, on peut songer à tester des jonctions tout aluminium pour profiter de la sensibilité intrinsèquement plus élevée du matériau et de la simplification induite dans le procédé de fabrication (un seul matériau constitutif et une seule gravure par étape). Cependant, comme le montrent les problèmes rencontrés à l'ESTEC avec la nouvelle génération de jonctions Al, principalement au niveau de qualité du dépôt, ce matériau difficile de faible température critique est loin d'être évident à utiliser comme absorbeur [Brammertz, 2003]. Malgré une résolution intrinsèquement deux fois plus élevées, les résultats obtenus (par l'ESTEC) avec les jonctions Al sont toujours inférieurs à ceux des jonctions Ta/Al [Verhoeve, 2000].

²⁵Par exemple, à l'occasion du délaquage de la résine

Chapitre 4

Caractérisation des dispositifs

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des dispositifs fabriqués selon les méthodes décrites au chapitre précédent. Ces méthodes, comme nous l'avons vu, sont relativement lourdes et il est donc particulièrement indiqué d'avoir des outils de diagnostic adaptés. Les expériences de caractérisation présentées ici sont de deux types différents :

- Le premier volet décrit la caractérisation de l'état cristallin de l'absorbeur. L'absorbeur est la première couche supraconductrice déposée et surtout c'est celle dans laquelle se fait la conversion de l'énergie lumineuse en quasiparticules. Il s'agissait donc, au travers de cette étude, d'optimiser la qualité des dépôts de Ta afin de maximiser la durée de vie des quasiparticules photo-excitées.
- Le second volet présente la caractérisation électrique à basse température des jonctions proprement dites. Celle-ci permet d'évaluer la qualité des dispositifs dans la problématique du compromis entre la transparence tunnel (caractérisée par la résistance normale r_N) et le courant de fuite (caractérisé par la résistance dynamique r_D). On accède aussi à d'autres grandeurs définissant la jonction comme le gap Δ_g , la longueur de pénétration du champ magnétique λ et l'épaisseur effective de la barrière tunnel.

Ces deux types de caractérisations sont présentées dans les deux sections de ce chapitre.

4.1 Etude de l'absorbeur

L'absorbeur est donc la couche dans laquelle l'énergie lumineuse est convertie en un nombre donné de quasiparticules excitées. Il est important d'avoir un dépôt de la meilleure qualité cristalline pour limiter autant que possible les défauts favorisant le piégeage et/ou la recombinaison des quasiparticules. Si la qualité cristalline de l'absorbeur n'est pas le seul facteur jouant sur la durée de vie des quasiparticules, je pense notamment au rôle joué par les interfaces entre les couches (Nb-Ta ou Ta-Al), elle reste très importante et ce d'autant plus qu'elle peut être optimisée. En effet, à part au travers d'un décapage (par plasma RF, cf. sec. 3.2.8) de la couche inférieure avant le dépôt d'une nouvelle couche, on peut difficilement jouer sur les propriétés des interfaces. Cette étude s'est appuyée sur deux méthodes de caractérisation : la diffraction des rayons X¹ et la mesure des propriétés de transport électrique (résistance) en fonction de la température.

4.1.1 Etat des lieux

L'étude des couches minces supraconductrices Ta, Nb, NbN (déposées dans le groupe de dépôt SCM 600) sont menées au LCP pour différentes applications des supraconducteurs : les JSET de cette thèse, des bolomètres à électrons chauds en NbN pour le comptage de photons au GHz [Romestain *et al.*, 2004] et la logique Josephson ultrarapide (RSFQ) [Villégier *et al.*, 1999, Febvre *et al.*, 2001].

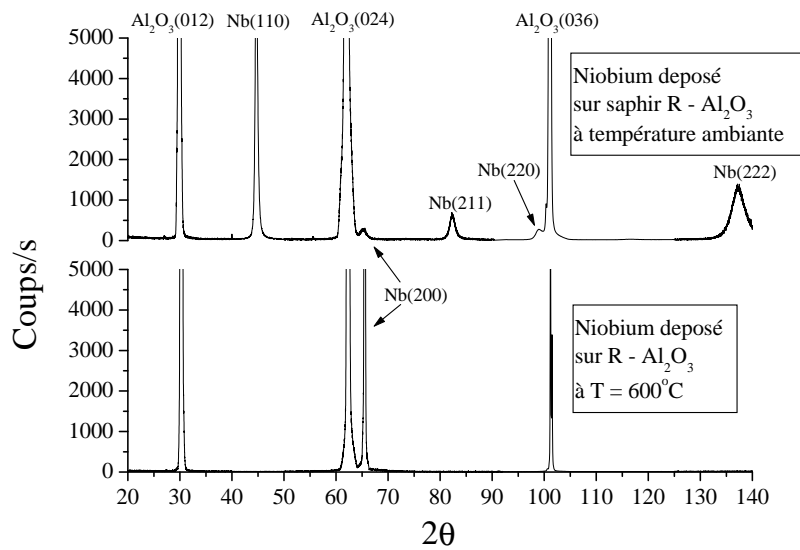


FIG. 4.1: Comparaison des graphes de diffraction $\theta - 2\theta$ de deux films de Nb dont la croissance sur substrat saphir (d'orientation $[1\bar{1}02]$) a été obtenue avec les mêmes paramètres de dépôt optimaux, excepté la température de dépôt : le film du haut a été déposé à température ambiante, celui du bas à 600°C . Extrait de [Delaët *et al.*, 2001b].

Les travaux de McMorro et al ont mis en évidence la possibilité d'hétéro-épitaxier le Nb sur substrat saphir [McMorro *et al.*, 1993]. Cette possibilité a été vérifiée au laboratoire pour le niobium cubique centrée (*cc* ou *bcc*) pulvérisé sur saphir plan R (orienté $[1\bar{1}02]$). La figure

¹Se reporter au Kittel [Kittel, 1996] pour une description des méthodes de caractérisation par diffraction des rayons X

4.1 montre les courbes de diffraction $\theta - 2\theta$ de deux films de Nb déposées dans les conditions optimales décrite en sec. 3.2.4. La couche caractérisée par la courbe du haut est polycristalline : on voit les différentes orientations cubique centrée ([110], [211] et [100]). Par contre, l'autre couche déposée sur un substrat chauffé à 600°C ne présente plus que l'orientation [100] souhaitée. Des mesures complémentaires ("rocking curve" ou $\omega - scan$ et balayage $\theta - 2\theta$ en désorientant le substrat au profit de la couche de Nb) sur cette couche de Nb ont permis d'établir son caractère parfaitement texturé :

- la dispersion moyenne de l'orientation de la raie [200] est de $0,2^\circ$. C'est à dire que les axes de croissance des domaines cristallins ne sont désorientés entre eux que de $0,2^\circ$ en moyenne, ce qui confirme la très bonne qualité de l'épitaxie suivant cet axe de croissance.
- la hauteur moyenne des domaines cristallins suivant cet axe de croissance vaut 53 nm . Cette valeur est évaluée avec la loi de Scherrer (eq. 4.1), valeur qui peut être comparée à quelques nm obtenus avec les couches polycristallines.

4.1.2 Etude des couches de tantale par diffraction des rayons X

L'utilisation du chauffage pour le dépôt du Ta ne s'est pas avéré être aussi efficace que pour le Nb. Ceci vient certainement du fait que la température de fusion du Ta est bien plus élevée que celle du Nb (2477°C pour le Nb et 3017°C pour le Ta) et que donc, l'effet du chauffage à 600°C est moins important. Le tantale peut aussi se présenter sous deux phases cristallines. La première est supraconductrice et cubique centrée, notée cc , avec un paramètre de maille autour de $3,3029 \text{ \AA}$ [Edwards *et al.*, 1951] et $3,3058 \text{ \AA}$ [Swanson et Tatge, 1953]. La seconde est hexagonale, notée β . Elle est beaucoup plus résistive, de très faible température critique et on cherche à l'éviter².

Les films de tantale déposés à froid par pulvérisation cathodique ne présentent pas une phase cubique centrée pure. Si l'on utilise (à froid) une fine sous couche de Nb comme couche tampon, on élimine la phase β mais il n'y a pas d'orientation préférentielle des grains de Ta et tous les principaux pics de Bragg de la phase cc sont présents dans la courbe de diffraction $\theta - 2\theta$ comme l'illustre le balayage du haut de la fig. 4.2 (dépôt A903).

Lorsqu'on dépose le Ta à chaud (vers 600°C) sans sous couche de Nb, on arrive à sélectionner l'orientation [200] pour les couches suffisamment épaisses ($\geq 6000 \text{ \AA}$). Cependant, la dispersion angulaire de cette orientation reste élevée et l'intensité du pic [200] relativement faible même lorsqu'on désoriente le substrat [Jorel *et al.*, 2004]. De plus, les mesures électriques (voir sec. suivante) donnent un faible libre parcours moyen électronique, et ce, malgré des épaisseurs déposées importantes³.

Deux constatations nous ont poussés à tester l'influence de la sous-couche de Nb sur la qualité du Ta déposé à chaud :

- Les bons résultats obtenus pour l'épitaxie du Nb.
- Le fait que la qualité des dépôts de Ta à chaud augmente avec l'épaisseur suggère que l'adaptation cristalline au substrat (ou la relaxation des contraintes) se fait plus progressivement que pour le Nb.

Et comme le montre le balayage $\theta - 2\theta$ du bas de la fig. 4.2 (dépôt A1088 de 6300 \AA), l'influence du Nb s'est révélée très intéressante. On obtient en désorientant convenablement le substrat⁴ une unique orientation [200] très marquée à $2\theta = 65,3^\circ$, qui correspond à un paramètre de maille de

²La littérature rapporte une longueur de coté de $2,831 \text{ \AA}$ et une hauteur de $5,337 \text{ \AA}$ [Burbank, 1973].

³Le libre parcours moyen d'une couche mince s'améliore avec l'épaisseur déposée au travers de la relaxation des contraintes comme on le développera plus loin

⁴C'est à dire en optimisant le positionnement des plans [200] du Ta qui ne sont pas parfaitement parallèles à ceux du saphir

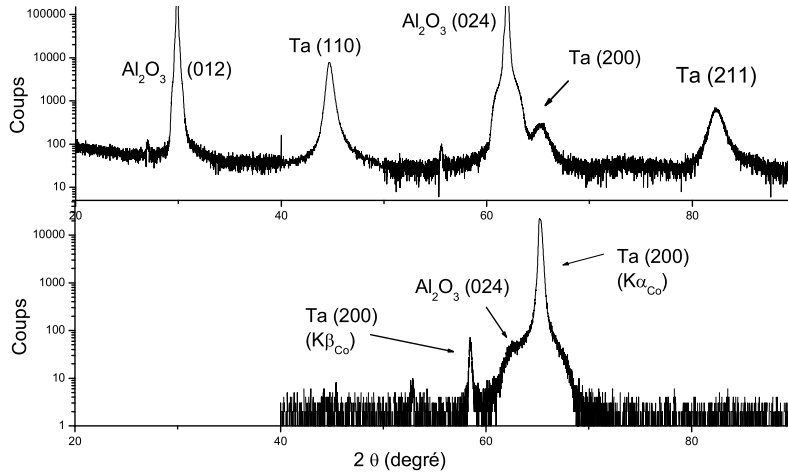


FIG. 4.2: Graphes de diffraction $\theta - 2\theta$ de deux couches minces de tantale déposées sur substrats saphir. Le graphe du haut correspond au dépôt A903 qui s'est fait dans les conditions standard à température ambiante sur une sous couche de Nb. Le graphe du bas correspond au dépôt A1088 qui s'est fait à 650°C , sur une sous couche de Nb (400 \AA). On a réduit la trace de la raie $[024]$ du saphir en désorientant le substrat.

$3,316 \pm 0,005\text{ \AA}^5$. Le fait d'apercevoir le pic de diffraction associé à la raie $K\beta$ du Cobalt (faible intensité par rapport à la raie $K\alpha$) est considéré comme un gage de qualité de l'épitaxie. Le balayage en ω a permis d'évaluer la dispersion de l'orientation des plans $[200]$ à $0,27^\circ$ (FWHM représenté fig. 4.3). La hauteur des grains (dans la direction de croissance) est évalué à 90 nm à partir du pic de diffraction à $65,3^\circ$ grâce à la loi de Scherrer :

$$H = \frac{K\lambda_{Co}}{FWHM(2\theta)\cos(\theta)} \quad (4.1)$$

avec K , le facteur de forme dépendant du diffractomètre qui peut varier entre $0,9$ et 1 (K est évalué à 1 dans notre cas). λ_{Co} est la longueur d'onde de la raie $K\alpha$ du Cobalt ($1,78897\text{ \AA}$) utilisée par le goniomètre. Et $FWHM(2\theta)$ est la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction en 2θ .

Le tableau 4.1 présente un récapitulatif des résultats obtenus avec les différents dépôts. On voit bien l'influence déterminante de la sous-couche de Nb pour la qualité des dépôts Ta à chaud : on améliore à la fois la dispersion angulaire, le niveau de contrainte (le paramètre de maille est plus proche des valeurs de la littérature) et surtout la hauteur des grains. Si les contraintes et la dispersion angulaire restent moins bonnes que dans le Nb, la hauteur des grains double presque. Ce dernier point traduit l'exceptionnelle qualité de cette couche de Ta.

⁵Précision associée au diffractomètre pour la détermination des paramètres de maille

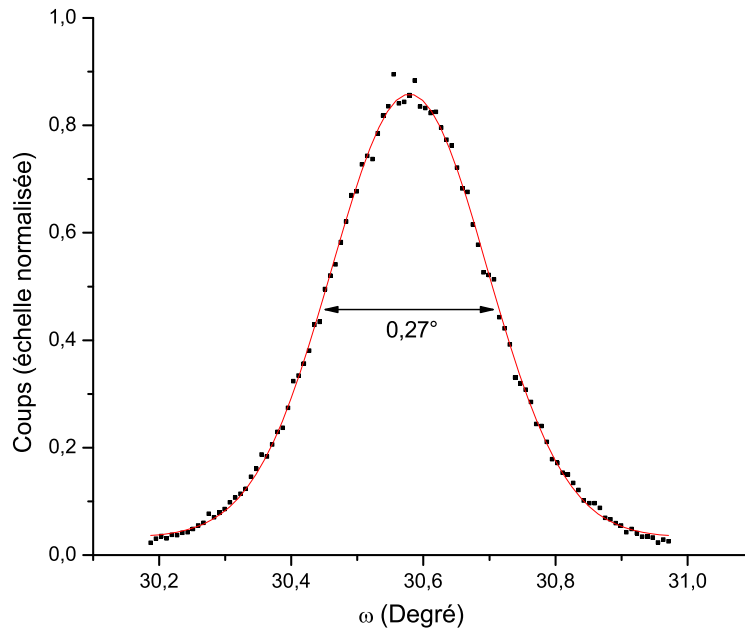


FIG. 4.3: ω - scan de la raie 200 du Ta A1088 approché par une gaussienne de largeur $0,27^\circ$

TAB. 4.1: Récapitulatif des caractéristiques structurales des échantillons étudiés aux rayons X. Le meilleur dépôt de Nb est ajouté pour la comparaison.

	Film niobium	Films tantale		
		A903	A1066	A1088
sous-couche	-	Nb	-	Nb
Température de dépôt ($^\circ$ C)	600	ambiante	600	650
Épaisseur (nm)	600	800	780	630
Phase cristalline	cc	cc	cc	cc
Orientation	[100]	polycristallin	[100]	[100]
Dispersion de l'orientation	$0,2^\circ$	-	$0,39^\circ$	$0,27^\circ$
Paramètre de maille ^a (Å)	$3,307^b$	3,327	3,321	3,316
Hauteur calculée des grains (nm)	53	7,4	46	90

^aSuivant [100]

^b3,306 Å dans la littérature pour le matériau massif [Edwards *et al.*, 1951]

4.1.3 Caractérisation électrique des films de tantale en fonction de la température de dépôt

Méthode et technique

La mesure du *RRR* (Rapport relatif des Résistivités Résiduelles) permet d'avoir accès à un paramètre important caractérisant la qualité cristalline de l'absorbeur : le libre parcours moyen électronique. On l'utilise souvent directement comme un indice de qualité des films minces. Le

RRR est défini comme le rapport relatif de la résistivité à température ambiante (ρ_{293K}) sur la résistivité résiduelle (ρ_{10K}).

$$RRR = \frac{R_{293K} - R_{10K}}{R_{10K}} = \frac{\rho_{293K} - \rho_{10K}}{\rho_{10K}} \quad (4.2)$$

La résistivité résiduelle représente la contribution des impuretés et prend la forme d'un palier constant de résistance qui apparaît en dessous de 15K dans les courbes $R(T)$. La différence $\rho_{293K} - \rho_{10K}$ représente en première approximation, la contribution des phonons thermiques qui s'additionne à la résistivité résiduelle : c'est une constante caractéristique pour un matériau que l'on nomme constante de Matthiessen M^6 (évaluée à $14,5 \mu\Omega cm$ pour le Nb et $12,5 \mu\Omega cm$ pour le Ta [Meaden, 1965]).

On obtient le libre parcours moyen à partir de la formule de Drude [Kittel, 1996] :

$$l = \frac{m^* v_f}{ne^2 \rho} \quad (4.3)$$

où :

- m^* est la masse effective de l'électron (qui équivaut à la masse de l'électron dans notre cas),
- n la densité des électrons de conduction ($n = 5,5 \times 10^{22} cm^{-3}$ pour Nb et Ta [Kittel, 1996])
- et v_f la vitesse de Fermi ($v_f(Nb) = 0,56 \times 10^6 ms^{-1}$ [Gurvitch, 1986] et $v_f(Ta) = 0,38 \times 10^6 ms^{-1}$ [van den Berg, 1999]).

On utilisera en pratique :

$$\rho l = \begin{cases} 3,75 \times 10^{-12} \Omega \cdot cm^2 & \text{pour le Nb [Gurvitch, 1986] et} \\ 2,5 \times 10^{-12} \Omega \cdot cm^2 & \text{pour le tantale [van den Berg, 1999].} \end{cases} \quad (4.4)$$

Pour avoir accès au RRR il suffit de faire la mesure de la résistance en fonction de la température. C'est donc une technique relativement simple à mettre en œuvre. La méthode de van der Paw "4 contacts" est la meilleure méthode pour mesurer la résistance par carré d'une couche mince [van der Paw, 1958] : un faible courant calibré est injecté par les 2 contacts extérieurs et la mesure de tension se fait sur les pointes intérieures. On s'affranchit ainsi des résistances des fils et des contacts. Pour améliorer la précision de la mesure on injecte alternativement le même courant dans un sens puis dans l'autre et on moyenne les deux valeurs de résistances obtenues. Si les contacts sont équidistants et situés sur une même droite on a $R_{\square} = \frac{\pi U}{In(2)I}$. Dans notre cas où seuls les rapports résistifs nous intéressent, on se contentera des valeurs de $R = U/I$ en fonction de la température.

Mesures sur les dépôts de tantale

Les mesures de RRR (et de libre parcours moyen associé) sur les films de Ta confirment les résultats obtenus en diffraction. Les différents dépôts caractérisés sont présentés tableau 4.2.

Il y a deux manières d'extraire le libre parcours moyen du RRR :

1. La première utilise la valeur de l'épaisseur mesurée (avec un stylet "mesureur de marche" ou $\alpha - step$ en anglais) et la mesure de la résistance par carré R_{\square} . Elle donne donc successivement :
 - $\rho_{293K} = R_{\square} E$ où E désigne l'épaisseur de la couche.

⁶Du nom du découvreur de la règle

TAB. 4.2: Paramètres de dépôt des couches minces de Ta

	Température de dépôt	sous couche	R_{\square} à l'ambiante (Ω)	épaisseur (nm)	ρ_{293K} ($\mu\Omega \cdot cm$)
A1066	600 °C	sans	0,74	780	13,5
A1077	ambiante	MgO	1.05	160	17
A1080	600 °C	sans	0.54	240	13
A1084	600 °C	sans	0.21	420	8,5
A1088	650 °C	Nb	0,17	630	10,2

- Puis $\rho_{10K} = \rho_{293K}/(RRR + 1)$ (4.2) et enfin l_{10K} (avec l'équation 4.4).
- 2. La seconde utilise la constante de Matthiessen M ($\rho_{293K} - \rho_{10K}$). On calcule successivement :
 - $\rho_{10K} = M_{Ta}/RRR$ et l_{10K} avec l'équation (4.4).
 - Puis ρ_{293K} avec la constante de Matthiessen
 - On peut alors évaluer l'épaisseur : $E = \rho_{293K}/R_{\square} = (\rho_{10K} + RRR)/R_{\square}$.

Ces 2 méthodes donnent donc chacune une série de valeurs comparables qui sont exposées dans le tableau 4.3. Ce dernier montre les mesures de RRR effectuées sur divers échantillons de Tantale. Le dépôt de Nb ayant donné le meilleur RRR est ajouté pour la comparaison.

La précision sur la mesure d'épaisseur au "mesureur de marche" est de l'ordre de 10 % si le substrat ne se grave pas (c'est quasiment le cas avec un substrat saphir) et domine l'incertitude sur les valeurs qui en découlent. De l'autre coté la constante de Matthiessen ne prend pas en compte l'état singulier de la couche (particulièrement ses contraintes et son épaisseur), et vaut pour le matériau massif. Ainsi la valeur mesurée par Gurvitch [Gurvitch, 1986] pour le Nb en couche mince est de $15,4 \mu\Omega \cdot cm$ au lieu des $14,5 \mu\Omega \cdot cm$ du matériau massif. On voit d'ailleurs dans le tableau que la différence entre ρ_{293K} et ρ_{10K} issue de la mesure de l'épaisseur et du R_{\square} à l'ambiante, varie entre 13,1 et $11,6 \mu\Omega \cdot cm$ (une valeur très incertaine à $7,7 \mu\Omega \cdot cm$ qui provient d'une mauvaise mesure de l'épaisseur) là où la valeur rapporté est de $12,5 \mu\Omega \cdot cm$ [Meaden, 1965]. Ces "incertitudes" dans la détermination de l'épaisseur font qu'on utilise généralement le RRR directement comme le facteur de qualité de transport électrique dans la littérature.

Avec ces mesures électriques on complète les conclusions de l'étude par diffraction des rayons X. À savoir que le chauffage du substrat ne permet pas à lui seul d'obtenir une couche de Ta de très bonne qualité même pour des fortes épaisseurs. On voit par ailleurs que la qualité des couches augmente avec l'épaisseur déposée même au-delà de 6000 \AA : cela confirme que la relaxation des contraintes dans une couche de Ta se fait de manière beaucoup plus progressive que pour le Nb. Rappelons que la température de fusion de Nb est plus faible. Cela se retrouve aussi dans les valeurs de température critique obtenues qui sont parfois inférieures à celles qui sont rapportées dans la littérature ($9,2 \text{ K}$ pour le Nb et $4,47 \text{ K}$ pour le Ta [HCP, 1999]), ce qui traduit l'existence de contraintes en tension dans les mailles. On voit bien que les films de Ta déposés sans sous couche de Nb sont contraints là où le dépôt sur la sous couche de Nb présente la T_C de la littérature (en prenant en compte l'incertitude de mesure due à la largeur de la transition).

Le film déposé à chaud sur une sous couche de Nb (dont la courbe $R(T)$ est présentée fig. 4.4) a un excellent RRR de 45 même meilleur que celui de la couche de Nb cependant moins épaisse (mais l'épaisseur joue peu sur les couches de Nb). Le libre parcours moyen de 90 nm qui en découle est très satisfaisant et met même la couche de Ta à la limite de la supraconductivité sale et propre puisque la longueur de cohérence du Ta massif est aussi de 90 nm .

TAB. 4.3: Récapitulatif des caractéristiques électrique des échantillons étudiés.

	Films Nb	Films de Tantale seul				Film Ta/Nb
	A1048	A1066	A1077 ^a	A1080	A1084	A1088
Température critique (K)	9,17	4,31	4,26	<4,26	4,27	4,5
RRR	30,5	26	2,6	8,9	12,5	45
Épaisseur mesurée (Å)	3100	7800	1600	2400	4200	6300
Épaisseur ^c (Å)	3200	7450	1650	2580	6400	7500
$R_{\square}(293K)$ (Ω)	0,47	0,174	1,05	0,54	0,21	0,17
ρ_{293K} ($\mu\Omega \cdot cm$) ^b	14,57	13,57	16,7	12,9	8,5	10,7
ρ_{293K} ($\mu\Omega \cdot cm$) ^c	15	13,3	17,3	14	13,5	12,8
ρ_{10K} ($\mu\Omega \cdot cm$) ^b	0,46	0,5	4,63	1,3	0,62	0,23
ρ_{10K} ^c ($\mu\Omega \cdot cm$)	0,5	0,5	5	1,4	1	0,28
l_{10K} (Å) ^b	786	490	53	188	400	1100
l_{10K} (Å) ^c	780	520	51	175	245	900

^aSeul film déposé à l'ambiante

^bCalculés avec l'épaisseur mesurée

^cCalculés avec la constante de Matthiessen

4.1.4 Bilan

Pour conclure cette sous-partie, on est donc parvenu à déposer des films de Ta d'excellente qualité en chauffant le substrat saphir à 650°C et en utilisant une sous couche de Nb de 40 nm. Le dépôt s'est fait en statique à vitesse constante (2,5 Å) avec la cible Ta de diamètre 100 mm. La mesure effectuée sur la couche de Ta de la plaquette *EpiTa 10* servant effectivement d'absorbeur à des jonctions, a donné un RRR de 12,5 nettement moins bon. Cela provient essentiellement du fait que la couche est beaucoup plus fine (1500 Å) et que la température du dépôt Ta a baissé récemment avec le changement de four. L'autre explication est que la couche de Ta testée est dégradée en surface par les étapes du procédé qui l'ont libérée du reste de l'empilement (Al-AlO_x-Al/Ta_{sup}) et par des probables restes d'Al.

4.2 Caractérisation électrique et magnétique des jonctions

La caractéristique courant-tension permet d'évaluer l'essentiel des grandeurs qualifiant une jonction. En tout premier lieu, elle permet de vérifier l'existence de la JSET sans court-circuit. Les court-circuits des JSET sont de deux types : nano-ponts sur les flancs, à la périphérie de la barrière isolante, et défauts dans la surface même de la barrière. Pour réduire au minimum les risques de nano-trous dans la barrière pendant la phase de mise au point du procédé, toutes les plaquettes ont été réalisées dans des conditions d'oxydation "forte" (≥ 30 min., 200 mbar). En second lieu, la caractéristique courant-tension permet d'obtenir la résistance normale de la jonction qui décrit la transparence de la barrière et la résistance dynamique sous le gap qui qualifie le courant de fuite dans la zone de polarisation de la jonction en photodétection. Ces deux quantités sont notées R_N et R_D ou r_N et r_D si on les ramène à la surface de la jonction pour pouvoir les comparer⁷. Enfin, la mesure de la diffraction du champ magnétique et la mesure des

⁷La notation r est utilisée pour illustrer la normalisation à la surface S de R : $r_N = R_N S$

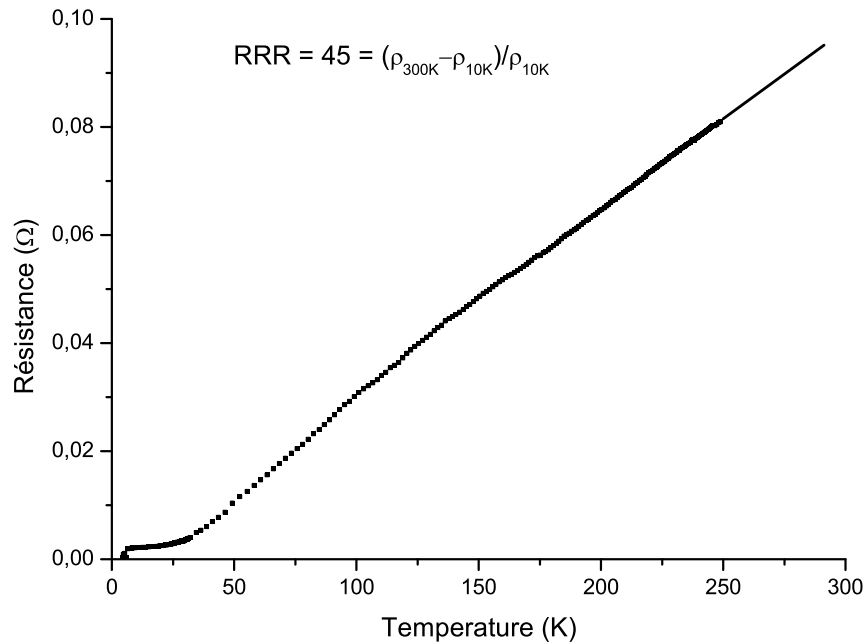


FIG. 4.4: Obtention d'un RRR élevé ($RRR=45$) avec une sous-couche de Nb de 40 nm et 600 nm de Ta.

tensions des modes résonants de Fiske a permis d'évaluer la capacité de la jonction et l'épaisseur effective de la barrière (cf. p. 35 pour les paragraphes correspondants du chapitre théorique).

4.2.1 Configurations instrumentales

Deux expériences ont été utilisées pour tracer les courbes $I(V)$ des jonctions à basse température. La première qui descend en dessous de 2 Kelvin permet avant tout de vérifier l'existence de la jonction⁸ et son bon comportement (gap, courant critique, courant normal...), et aussi de mesurer R_N . On effectue ainsi les premières vérifications sur les plaquettes avant de passer à la caractérisation complète à plus basse température dans le cryostat à dilution qui sert aussi à la photodétection.

Le cryostat à 2 Kelvin

Cette expérience utilise un cryostat à ^4He pompé pouvant descendre en dessous de 2 K en quelques heures. Le calorimètre sous vide dans lequel sont câblées les jonctions, plonge dans un bain d' ^4He liquide. Pour descendre en dessous des 4,2 K de l'hélium liquide on pompe sur le bain. Une dizaine de fils électriques arrivent jusqu'au porte échantillon et permettent de câbler deux jonctions d'une même puce en quatre points. Mais à l'usage il est finalement plus rapide de ne câbler facilement qu'une seule jonction et de multiplier les descentes en froid. Au niveau électrique, on utilise un générateur de fonction (de tension) basse fréquence associé en série à une résistance calibrée dite résistance de charge (R_c), pour faire passer du courant dans les jonctions. Afin d'obtenir une valeur de courant suffisamment fiable, on utilise des résistances

⁸La température critique des jonctions est voisine de 4K

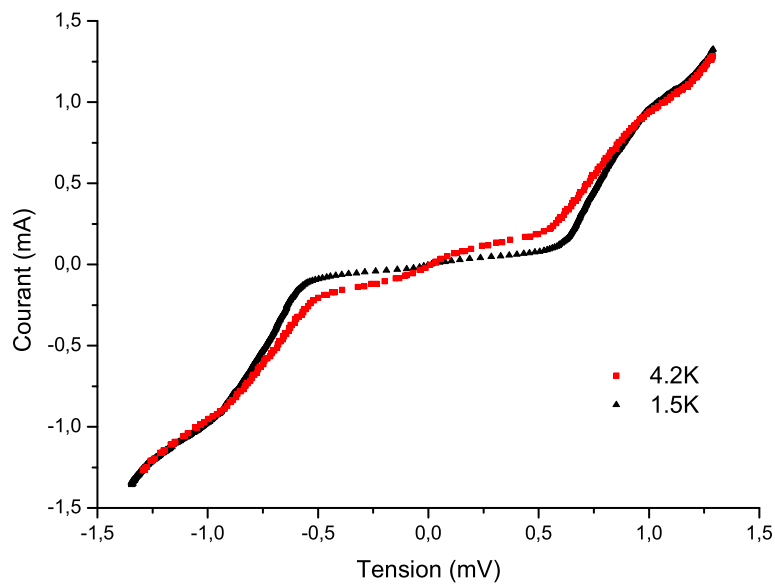


FIG. 4.5: Caractéristiques I-V d'une jonction Nb de 30 microns de côté mesurées à deux températures, 1,5 et 4,2 K

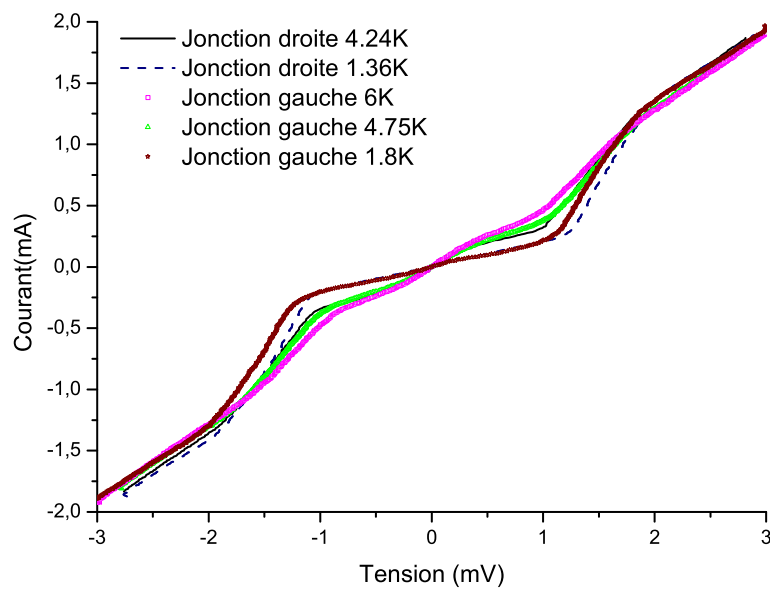


FIG. 4.6: Caractéristiques I-V de 2 jonctions Al-AIO_xAl/Nb de 40 μm de côté disposées aux extrémités d'un même absorbeur Nb de 100*40 microns, pour plusieurs températures de mesure.

en série supérieures d'environ trois ordres de grandeur aux résistances que l'on veut mesurer. De cette manière le courant qui passe effectivement dans les jonctions est bien le rapport de la tension délivré par le générateur basse fréquence sur la résistance série ($R_c \gg R_{mesure}$). Pour lire la tension, on utilise un amplificateur différentiel commercial EG&G. Courant et tension sont enregistrés sur les deux voies d'un oscilloscope. Les deux graphiques p. 92 montrent des courbes $I(V)$ typiques obtenues avec ce montage expérimental. Il s'agit des caractéristiques de deux dispositifs de la première plaque réalisée avec les "nouveaux" masques (Il s'agissait d'une plaque test de jonction Nb déposée sur substrat de silicium oxydé).

Sur la fig. 4.5, on a la caractéristique d'une jonction simple de 30 microns de coté enregistrée à deux températures différentes. On y identifie le gap et on mesure une résistance normale r_N de $9 \mu\Omega \cdot cm^2$. Le courant de fuite important est à la fois d'origine thermique, puisque qu'on se situe au-dessus de 1K, mais il traduit aussi la mauvaise qualité des jonctions de cette plaque test.

La courbe fig. 4.6 donne les caractéristiques de deux jonctions de 40 microns de coté placées aux extrémités d'un même absorbeur rectangulaire ($40 \times 100 \mu m$). Ces deux jonctions présentent un r_N de $25 \mu\Omega \cdot cm^2$. De même que pour la jonction caractérisée en fig. 4.5, on peut voir l'évolution du courant de fuite avec la température.

Le cryostat à dilution

Il est décrit dans le chapitre suivant. Ici, je me contenterai de signaler qu'il permet de faire la caractérisation électrique complète des jonctions et principalement en condition de photodétection. C'est dire à une température inférieure à $T_C/10$ pour minimiser le courant de fuite thermique et sous champ magnétique pour supprimer le courant Josephson. On accède ainsi à la caractéristique de la jonction sous le gap. On peut par ailleurs tracer la courbe de dépendance du courant critique en champ magnétique du type de celle présentée fig. 2.7 p. 35 pour évaluer la capacité des jonctions.

Le dispositif de mesure électrique est du même type que pour le cryostat à 2 K. L'amplificateur différentiel de tension est spécialement optimisé pour les mesures de tension à très faible niveau de bruit et présente une forte impédance d'entrée calibrée (100 M Ω).

4.2.2 Caractérisation électrique⁹ de la jonction exploitée en photodétection

Les figures 4.7 et 4.8 présentent les caractéristiques de la jonction "4" d'une mosaïque de 9 jonctions de 40 microns de coté. Cette mosaïque provient de la puce x1y4 de la plaquette *EpiTa 10*. C'est la jonction qui a donné les résultats en détection présentés au chapitre suivant. *EpiTa 10* est la dernière plaque réalisée sous conditions d'oxydation forte et c'est surtout celle qui a donné avec une bonne uniformité, une très grande proportion de jonctions qui fonctionnent (> 95%).

En haut, fig. 4.7, on trouve la caractéristique globale. On y retrouve les éléments habituels : courant Josephson de paires de Cooper à tension nulle, faible courant de fuite de quasiparticules (QP) tant que la tension n'a pas atteint deux fois la valeur du gap effectif de la jonction puis une rapide augmentation du courant jusqu'à la partie résistive ohmique. On obtient une résistance normale de $38 \mu\Omega \cdot cm^2$ et un courant critique de $16,5 A \cdot cm^2$ qui caractérisent la transparence de la jonction. Ces valeurs sont parmi les meilleures obtenues au Laboratoire de Cryophysique. Les meilleures jonctions Nb obtenues par B. Delaët avec la plaquette *EpiNb1* étaient dans la gamme $[40 ; 60] \mu\Omega \cdot cm^2$. Par contre cette valeur de r_N reste élevée par rapport aux meilleures réalisations internationales. L'ESTEC rapporte généralement des valeurs de l'ordre du $\mu\Omega \cdot cm^2$ pour ses

⁹ Au cryostat à dilution

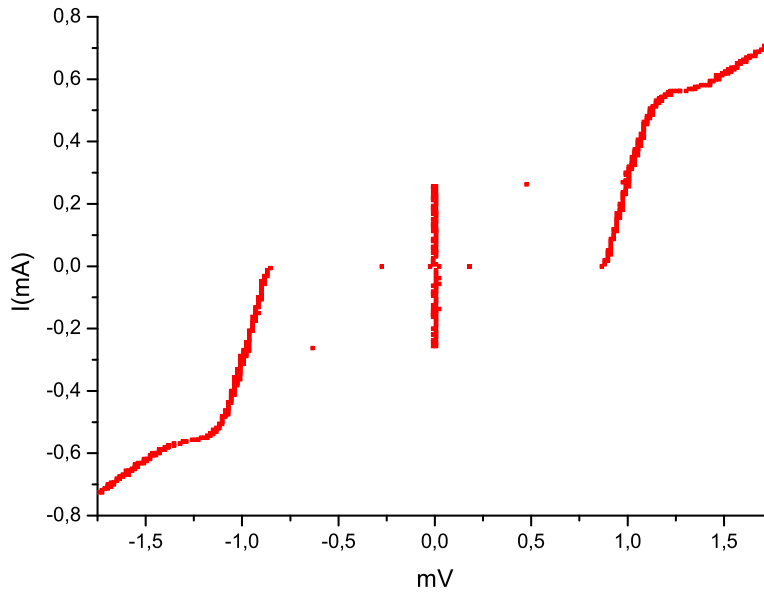


FIG. 4.7: Caractéristiques I-V globale de la jonction M40-4 de 40 microns de coté obtenue à 100 mK.

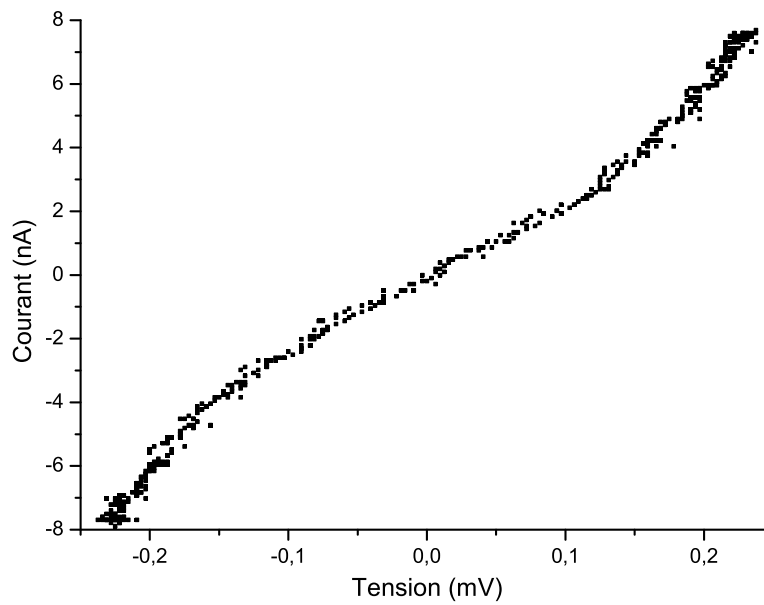


FIG. 4.8: Caractéristique I-V sous le gap de la même jonction obtenue à 90 mK après annulation du courant Josephson DC à tension nulle au moyen d'un champ magnétique appliqué dans le plan de la jonction.

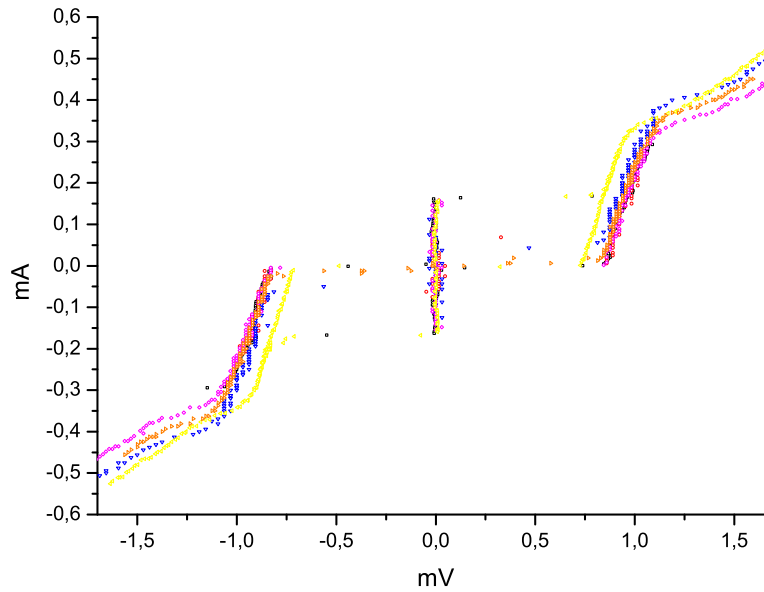


FIG. 4.9: Superposition des courbes I-V des différentes jonctions d'une mosaïque de 9 pixels. Les jonctions font $30 \mu\text{m}$ de côté et les caractéristiques sont obtenues en dessous de 300 mK .

meilleures jonctions en détection de photons. Ceci laisse présager d'une trop faible transparence de la barrière de nos détecteurs pour espérer une grande sensibilité en comptage de photons : le nombre moyen de processus tunnel par quasiparticule photo-excitée restera faible ainsi que le courant photo-induit qui en découle (voir chapitre suivant).

Sur la fig. 4.8, la caractéristique sous le gap permet de caractériser le courant de fuite dans la zone de polarisation de la jonction en photodétection. Par commodité, on utilise la valeur de la résistance à $0,1 \text{ mV}$ pour comparer les dispositifs puisque la valeur de polarisation courante des jonctions Ta en est toujours très proche. On obtient une résistance dynamique de $50 \text{ k}\Omega$. Cette valeur de R_D obtenue est faible comparée au $400 \text{ k}\Omega$ obtenue à la première descente en froid par B. Delaët avec la meilleure jonction Nb mais elle se situe dans le même ordre de grandeur que les meilleures dernières réalisations internationales ($0,8$ contre $\sim 2 \Omega \cdot \text{cm}^2$ à l'ESTEC [Brammertz *et al.*, 2004] et au PSI [Jerjen *et al.*, 2004a]).

4.2.3 Caractérisation complète d'une mosaïque

La figure 4.9 présente une superposition des caractéristiques des jonctions de $30 \mu\text{m}$ de côté de la mosaïque située sur la puce x6y6 du substrat *EpiTa 10* (E10 x6y6 M30). On obtient des transparences relativement homogènes entre 28 et $36 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$. Une des jonctions de la mosaïque a une transparence plus mauvaise pour un r_N de $45 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$. De la même manière, on extrait les valeurs de résistance dynamique des courbes superposées fig. 4.10. Les valeurs se situent entre 30 et $50 \text{ k}\Omega$ ($0,27$ et $0,45 \Omega \cdot \text{cm}^2$) excepté pour deux jonctions à fort courant de fuite. Pour ces dernières, les valeurs obtenues n'ont pas été validées après une autre transition normal-supraconducteur et sont donc susceptibles d'être exagérées par du piégeage de flux magnétique notamment suite aux variations du champ magnétique appliqué pour supprimer

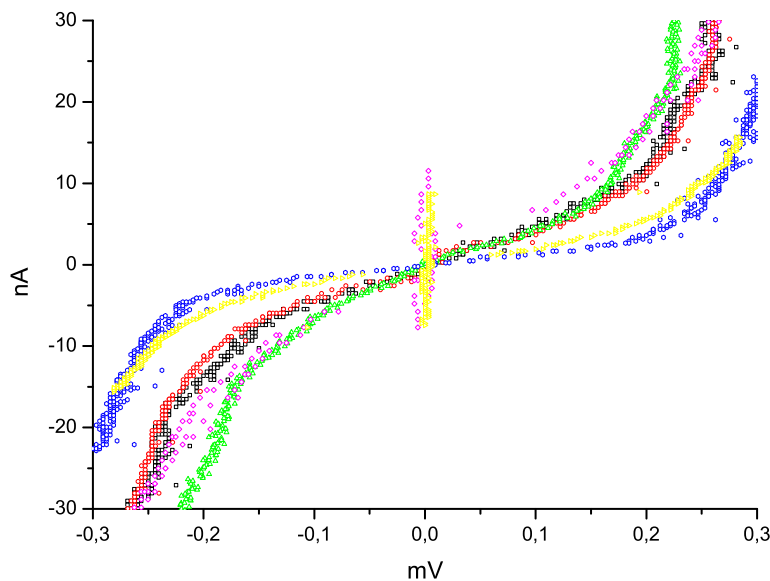


FIG. 4.10: Caractéristiques I-V "sous le gap" aux faibles tensions, des jonctions de la même mosaïque. Les courbes sont obtenues en dessous de 250 mK après avoir minimiser le courant Josephson DC.

le champ magnétique d'autre jonction de la mosaïque lors de la mesure précédente. Enfin une des jonctions (n°7) a présenté une résistance dynamique bien meilleure de 75 kOhm. Elle a même le meilleur facteur de qualité mesuré (cf fig. 4.11). Cette jonction placée dans les conditions de détection optimum aurait du permettre une meilleure résolution énergétique que celle présentée au paragraphe précédent.

On a donc un réseau de 9 jonctions opérantes avec des caractéristiques assez homogènes. Cela valide un des objectifs technologiques de cette thèse : la faisabilité d'un réseau de jonctions. Cependant les expériences en photodétection n'ont rien donné avec cette mosaïque, principalement à cause du facteur de qualité r (R_D/R_N) trop faible. En optimisant la transparence (par la réduction des conditions d'oxydation), ces dispositifs pourraient constituer un excellent réseau de 9 pixels.

4.2.4 Tableau de valeurs

Le tableau fig. 4.11 rassemble les paramètres électriques des jonctions intéressantes de la plaquette *EpiTa 10*. Le point fort de ce substrat est la fiabilité des dispositifs. Sur la trentaine de jonctions testées (individuelles ou en mosaïques), une seulement s'est révélée inexploitable (court-circuitée). Et de plus, les jonctions qui ont connu plusieurs cyclages thermiques (juqu'à 4 ou 5), comme celle qui a donné les résultats en photodétection, ne se sont pas dégradées de manière significative. Ce n'était pas le cas avec le précédent procédé.

On ne distingue pas vraiment d'effet de taille sur la transparence des motifs puisque les jonctions de 40 μm de coté sont plutôt plus transparentes que les jonctions de 30 μm et de 50 μm . Quant au résistances dynamiques, elle fluctuent suffisamment pour les jonctions de 30 μm pour empêcher toute analyse. On ne peut donc pas vraiment conclure que le courant de fuite vient exclusi-

Jonctions	Tailles (microns)	Rn Ω	Rn*Aire $\mu\Omega\text{cm}^2$	Rd k Ω à 0,1 mV	Rd*Aire Ωcm^2	r = Rd/Rn
x5y1 25 G	25*25	4,8	30	38	0,24	9000
x5y7 25 HD	25*25	4,9	30,5	N/A	N/A	N/A
x6y6 M30 7	30*30	3,2	28,5	75	0,68	23500
x6y6 M30 1	30*30	4,8	43,2	40	0,36	8000
x6y6 M30 3	30*30	4	36	37	0,35	7400
x6y6 M30 6	30*30	3,7	33,5	22	0,2	6400
x6y6 M30 2	30*30	3,6	32,4	16	0,15	4400
x6y6 M30 4	30*30	3,5	31,7	50	0,45	14300
x6y6 M30 8	30*30	3,6	32,7	*	*	*
x6y6 M30 9	30*30	3,5	31,7	32	0,3	9100
x6y6 M30 5	30*30	3,4	30	30	0,3	8800
x5y5 30 BD	30*30	3,4	30	*	*	*
x7y4 40 D	40*40	2	32	N/A	N/A	N/A
x5y7 40 D	40*40	2,74	44	N/A	N/A	N/A
x7y3 sinus	900 μm^2	2,6	23,4	*	*	*
x7y3 M40 1	40*40	1,1	18	20	0,32	18000
x7y3 M40 8	40*40	1,6	26	*	*	*
x1y4 M40 2	40*40	2,2	35,2	*	*	*
x1y4 M40 4	40*40	2,3	37	50	0,8	21700
x5y3 50 HG	50*50	2,5	62,5	*	*	*
x5y1 50 B	50*50	2,7	67,5	15	0,35	5500

FIG. 4.11: Tableau bilan regroupant les paramètres électriques des principaux dispositifs testés. Les mesures sous le gap marquées N/A n'ont pas pu être faites avec le cryostat à 2K, et celles marquées * n'ont pu être effectuées par impossibilité de supprimer le courant Josephson suite à du piégeage de flux magnétique.

vement de "nano-ponts" au périmètre de la barrière plutôt que de "nano-trous" uniformément répartis dans la surface de l'alumine elle même : dans le premier cas la résistance dynamique diminuerait en fonction de la dimension latérale des jonctions alors que dans le second cas, elle évoluerait avec le carré de cette dimension. Cependant, le fait que l'oxydation soit réalisée sous forte pression d'oxygène permet d'être confiant dans l'uniformité de la barrière¹⁰ et la relative non-uniformité des courants de fuite mesurés semble traduire l'apparition de défauts localisés pendant la fabrication, c'est à dire à la périphérie de la jonction.

Enfin, on peut noter que la jonction 7 de x6y6-M30 et la jonction 4 de x1y4-M40 ont un facteur de qualité au dessus de la moyenne, l'une grâce à son faible courant de fuite et l'autre avec sa transparence. C'est la seconde qui a donné des résultats en détection de photons, mais pas nécessairement pour des raisons intrinsèques. L'environnement et les paramètres de la mesure ont pu jouer. On peut se reporter au tableau 1.4 (p. 9) pour recentrer ces valeurs dans un contexte international récent, avec les résultats en détection qui en découlent.

4.2.5 Exploitation du comportement magnétique

Cette étude s'appuie sur les paragraphes "Dépendance en champ magnétique" et "Résonance de Fiske" p. 34 du chapitre 2. À partir de la figure de dépendance 4.12 en champ du courant Josephson obtenue avec une jonction Ta de 50 microns de coté, on évalue le paramètre d :

¹⁰ À la fois au sein d'une jonction que pour toute la plaquette de dispositif

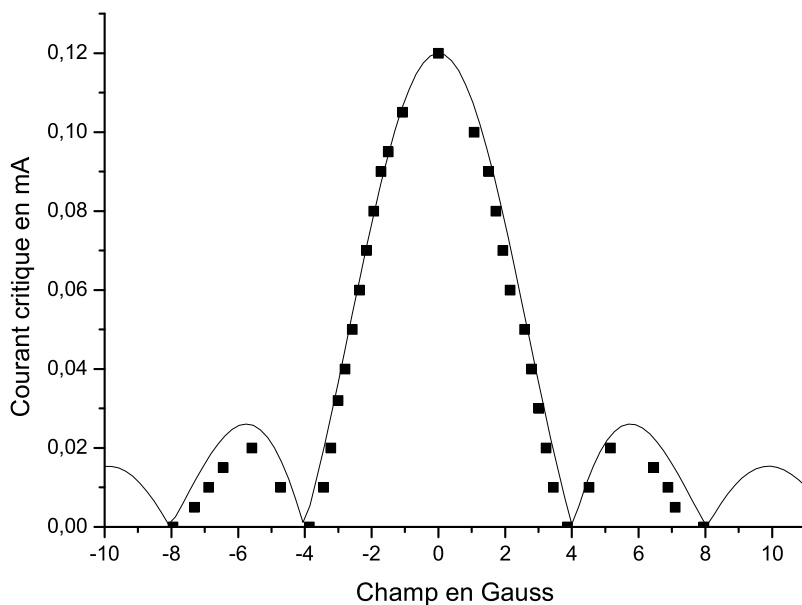


FIG. 4.12: Figure de diffraction du courant critique en fonction du flux magnétique induit par un champ parallèle au plan d'une jonction Josephson. Les points sont obtenus expérimentalement, avec une jonction Ta de $50\mu\text{m}$ de côté refroidie à 200 mK , et ajustés par un sinus cardinal.

$$d = 2\lambda_L + t = \Phi_0/\Delta BL = 103\text{ nm} \text{ (expressions 2.11 et suivantes)}$$

Il représente la profondeur de pénétration du champ magnétique dans la jonction autour de la barrière isolante : t est l'épaisseur effective de la couche isolante et λ_L la longueur de pénétration de London (du champ) dans la bicouche Ta/Al.

A partir de la première marche de Fiske visible sur le graphique représenté fig. 4.13, on peut déterminer l'épaisseur d'oxyde par la formule 2.12. On obtient $t = 1,2\text{ nm}$, ce qui correspond aux valeurs typiques de t pour ces jonctions. On a alors accès au λ_L dans la bicouche Ta/Al : 50 nm (qui correspond à l'épaisseur de la couche d'Al). Ces deux valeurs obtenus indirectement au travers du comportement magnétique sont des valeurs effectives. Ainsi la barrière d' AlO_x correspond à une couche parfaitement isolante de $1,2\text{ nm}$ d'épaisseur.

Par la formule élémentaire 2.13, on peut aussi calculer la capacité de la jonction par unité de surface. On trouve $70\text{ fF}/\mu\text{m}^2$. Notons qu'on retrouve exactement les mêmes valeurs avec les jonctions Nb/Al dans la thèse de Bertrand Delaët [Delaët, 2000], ce qui tend à montrer qu'elles ne dépendent pas de l'absorbeur (Nb ou Ta) mais uniquement des paramètres de la jonction en aluminium (même condition de dépôt dans ce cas là et oxydation à 200 mbar pour 40 min).

On calcule aussi la longueur de pénétration Josephson des courants dans la jonction (voir le schéma 2.6) : $\lambda_J = 90\text{ }\mu\text{m}$ grâce à l'équation (2.10). Cela confirme que l'on peut utiliser le modèle des jonctions courtes puisque cette longueur de pénétration excède la plus grande dimension des électrodes, la largeur des côtés L ¹¹. Ainsi, comme le laissait entrevoir la forme en sinus cardinal parfaite fig. 4.12, le courant est uniforme dans la jonction.

¹¹Le critère mathématique est $L(<50\text{ }\mu\text{m}) < 2\lambda_J$

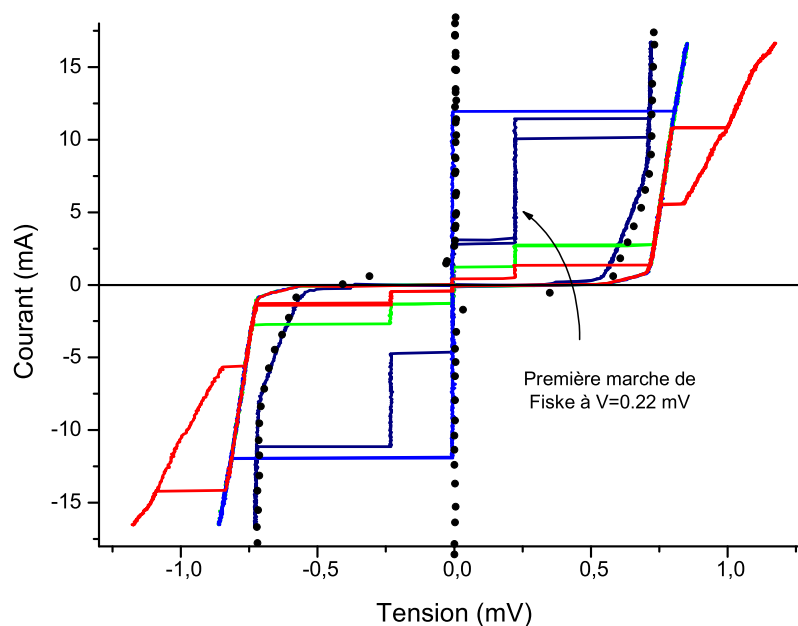


FIG. 4.13: Superposition de plusieurs caractéristiques I - V qui met en évidence la première marche de Fiske de la jonction. Les modes résonnants de Fiske apparaissent en fonction du champ magnétique et sont obtenus en le faisant varier.

4.3 Synthèse

Les résultats obtenus avec la plaquette *EpiTa 10* sont encourageants pour la suite du développement des JSET à Grenoble. La faible transparence des dispositifs et la fiabilité obtenue nous ont poussé à réaliser la plaquette suivante, *EpiTa 11*, sous conditions d'oxydation réduite : 10 mbar, 20 minutes. Mais la gravure chimique de l'Al à la seconde étape (Masque 4) s'est mal déroulée (cf. sec. 3.5.3). Sur la dizaine de dispositifs testés, un seul fonctionnait. Le r_N mesuré de $3 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$ est très encourageant pour les réalisations futures. Malheureusement, la bande gravée jusqu'à l'absorbeur (un des contacts, voir fig. 3.20) en Ta a fondu pendant les premières mesures au dessus de 1K.

On peut donc sérieusement espérer qu'avec une meilleure pratique de la gravure chimique de l'Al et l'implémentation d'une étape d'oxydation des flancs, les jonctions réalisées sous conditions d'oxydation réduites seront d'excellente qualité. Enfin, il faut quand même ajouter que malgré sa transparence limitée et un courant de fuite légèrement excessif, une des jonctions du substrat *EpiTa 10* a permis le comptage de photons de 0,78 micron de longueur d'onde comme nous le verrons dans les pages suivantes.

Chapitre 5

Photodétection

Ce chapitre présente la qualification des jonctions à absorbeur de tantale en photodétection. Les jonctions décrites et étudiées dans les chapitres précédents sont opérées à basse température et illuminées par des photons de $0,78 \mu\text{m}$ de longueur d'onde, à la limite de l'infrarouge proche et du visible. Le comptage de photons a été testé avec une jonction de 40 microns de côté faisant partie d'une mosaïque de 9 pixels.

Après une première partie où je décris le dispositif expérimental et la méthode de mesure, je présenterai les résultats obtenus et je les discuterai notamment en comparaison avec ceux obtenus par B. Delaët avec des jonctions Nb.

5.1 Le dispositif expérimental

5.1.1 Le cryostat à dilution et les conditions d'opération

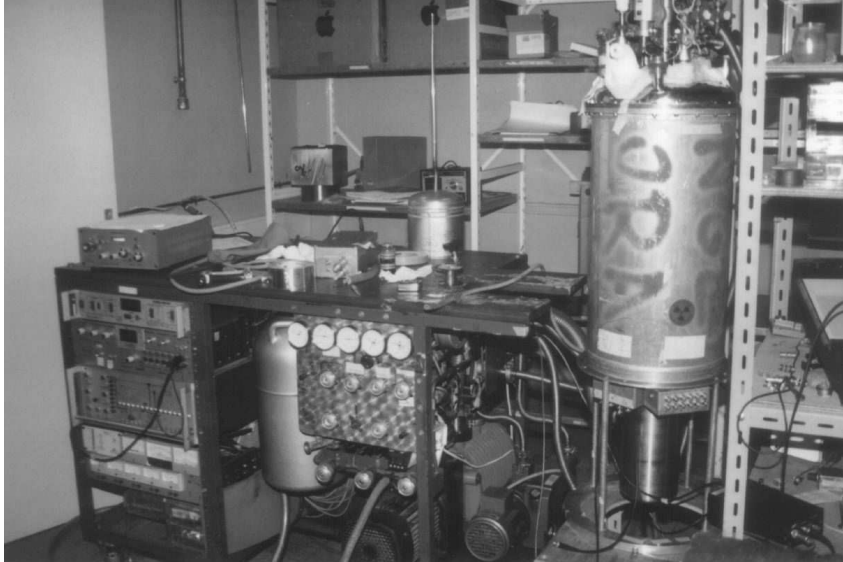


FIG. 5.1: Photographie de la dilution utilisée pour la photodétection. À gauche on peut voir la baie contenant les panneaux de contrôle et la tuyauterie de circulation des fluides cryogéniques. Sur la droite, le cryostat lui-même.

Ce réfrigérateur à dilution du CRTBT¹ développé par Alain Benoit est le prototype d'une série de cryostats baptisés "cryostats Orange à double bouilleur" [Benoit et Pujol, 1989]. Il permet de descendre en dessous de 100 mK en un petit peu plus d'une demi-journée et son réservoir d'⁴He lui donne une autonomie d'une dizaine d'heures². La mise en froid est donc plutôt rapide pour ce type d'équipement mais ce dernier est assez encombrant et difficile à manipuler. Il ne serait guère envisageable par exemple de l'utiliser pour un instrument astrophysique destiné à faire des observations au sol. Une photographie du cryostat est présentée fig. 5.1.

Le liquide cryogénique est donc un mélange d'³He et d'⁴He qui circule en cycle fermé. L'³He est particulièrement précieux puisqu'on l'obtient uniquement comme sous-produit d'une réaction nucléaire. Il est stocké en dehors des heures de fonctionnement dans un ballon dédié parfaitement étanche. En fonctionnement en dilution, il n'y a (quasiment) plus que l'³He, plus volatile que l'⁴He, qui effectue le cycle fluide : évaporation dans le bouilleur sous pompage, compression, condensation dans une phase riche en ³He et dilution dans une phase pauvre avant une nouvelle évaporation. C'est la différence d'enthalpie libre entre les deux états de l'³He en phase riche ou en phase pauvre qui rend endothermique la dilution de l'³He dans l'⁴He. Ou dit autrement, c'est le passage de l'³He de la phase riche (6,4 % d'³He) dans la chambre de mélange à la phase diluée (1% d'³He) dans le bouilleur (cf. fig. 5.2) qui permet d'atteindre des températures jusqu'à quelque mK.

Dans notre cas, le débit d'³He, qui définit la puissance de refroidissement de ce type de réfrigérateur, permet d'équilibrer les diverses fuites thermiques jusqu'à 75 mK.

¹Centre de Recherche sur les Très Basses Températures

²Ce qui impose soit des nuits courtes soit des expéditions nocturnes "transfert d'He"

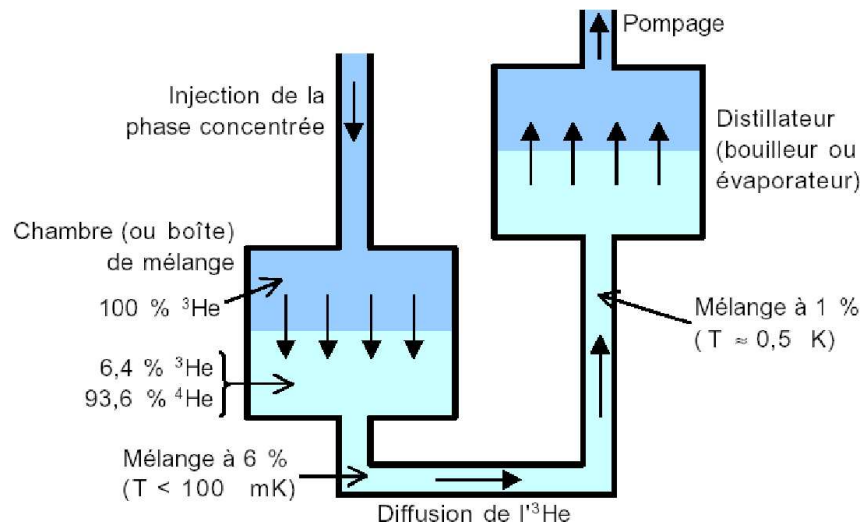


FIG. 5.2: Schéma de principe de la dilution de l' ^3He entre la boîte de mélange et le bouilleur.

Les différents "étages" cryogéniques qui permettent de descendre aussi bas en température sont :

- Le calorimètre mis sous vide qui isole thermiquement la partie basse du cryostat.
- Les écrans thermiques à 77 K et 4,2 K maintenus à froid par les réservoirs d'azote et d'hélium liquide (partie haute du cryostat).
- Le pot à 1 K dans lequel on pompe au dessus d'un bain d' ^4He maintenu par un équilibre avec le réservoir.
- La chambre de mélange et le bouilleur. Ce sont les 2 zones dans lesquelles on trouve le bain de mélange. La chambre de mélange contient la phase concentrée en ^3He et le bouilleur la phase diluée.
- La connexion entre la chambre de mélange et le bouilleur dans laquelle diffuse l' ^3He grâce à la pression osmotique engendrée par la différence de concentration en ^3He des deux côtés. C'est la zone la plus froide du cryostat.

Conditions d'opération :

Ce réfrigérateur à dilution permet d'opérer les jonctions à une température stable autour de la centaine de mK pendant plusieurs heures. Cette température est suffisamment basse pour minimiser le courant de fuite d'origine thermique dans les jonctions. En effet celui-ci décroît exponentiellement avec l'inverse de la température³ : $I_{th} \propto e^{-1,76 \cdot T_c/T}$. On considère généralement que ce courant devient négligeable en température pour peu que l'on soit en dessous $T_c/10$, et dans notre cas la température critique des jonctions est supérieure à 4 K. Le refroidissement des jonctions à 100 mK est donc largement suffisant.

Le porte échantillon en cuivre photographié fig. 5.3 se visse au bout du doigt froid du cryostat. Il permet de tester 3 jonctions en quatre points. Comme on le voit sur la photo, 12 fils de contact traversent le support en cuivre depuis la face arrière. La fibre optique est aussi connectable en face arrière pour éclairer les jonctions au travers du substrat saphir. Les jonctions que l'on veut tester en photodétection sont positionnées au dessus du trou visible fig. 5.3. Cette connectique

³Pour les supraconducteurs en couplage faible dans l'approximation BCS

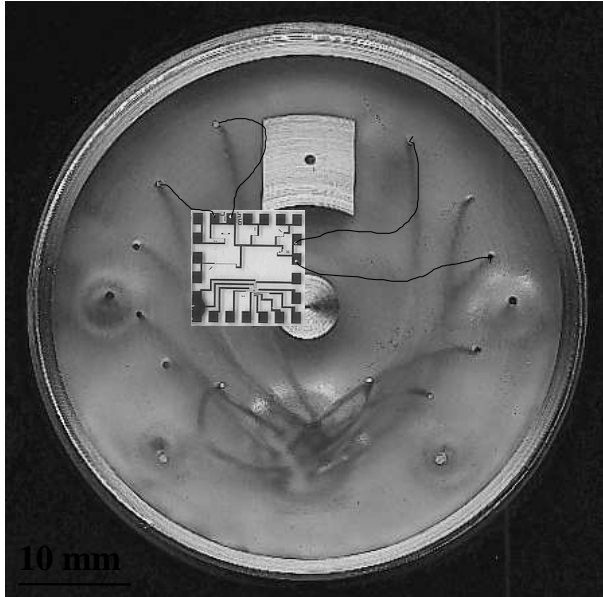


FIG. 5.3: Photographie de la face avant du porte-échantillon en cuivre. On voit les 12 fils en cuivre, noyés dans le support, qui débouchent pour servir de plots de contact. La fibre optique connectée en face arrière éclaire les dispositifs par le petit trou de 1mm de diamètre.

par la face arrière est utile parce qu'elle permet de recouvrir la face avant d'un couvercle en cuivre qui protège la jonction du bruit électromagnétique ambiant.

5.1.2 Le banc de mesure

La fig. 5.4 donne le schéma du dispositif et les différents éléments utilisés.

Une double bobine de Helmholtz permet de générer le **champ magnétique** nécessaire à l'annulation du courant Josephson. Au niveau des dispositifs, elle délivre environ 24 G par ampère de courant qui lui est injecté.

Pour l'**acquisition**, on utilise une carte fabriquée par la société ADLink qui fonctionne à 20 MHz avec quatre voies en parallèles. Elle permet d'enregistrer plusieurs milliers de courbes en quelques minutes. Une des voies reliée au générateur d'impulsion sert pour déclencher l'acquisition ("trigger" en anglais). Cette carte est piloté par un ordinateur de type PC sous Linux.

5.1.3 La partie optique

On utilise une diode électroluminescente (LED) "ABB HAFO 1A330" pour générer le flux lumineux. Elle émet des photons à $0,78 \pm 0,02 \mu\text{m}$ avec un temps de montée de 15 ns⁴. On pilote le flux de photons envoyé en jouant sur la durée et l'intensité des impulsions de courant traversant la diode. Celle-ci est couplé par un support adapté et rigide, à la fibre optique qui amène la lumière jusqu'aux dispositifs.

La fibre employée est une fibre monomode de type "télécom" avec un diamètre de cœur de 5 μm qui transmet jusqu'à 1,5 μm de longueur d'onde. Elle est connectée en face arrière du porte échantillon et son extrémité se situe environ à 1 cm de la surface où l'on fixe les dispositifs. Le couplage optique obtenu est ainsi intentionnellement faible pour réduire le flux de photons arrivant jusqu'à la jonction⁵. De cette manière, on peut n'envoyer que quelques photons à chaque

⁴Données constructeur

⁵L'angle solide représenté par l'absorbeur est faible de l'ordre de 10^{-2} stéradian

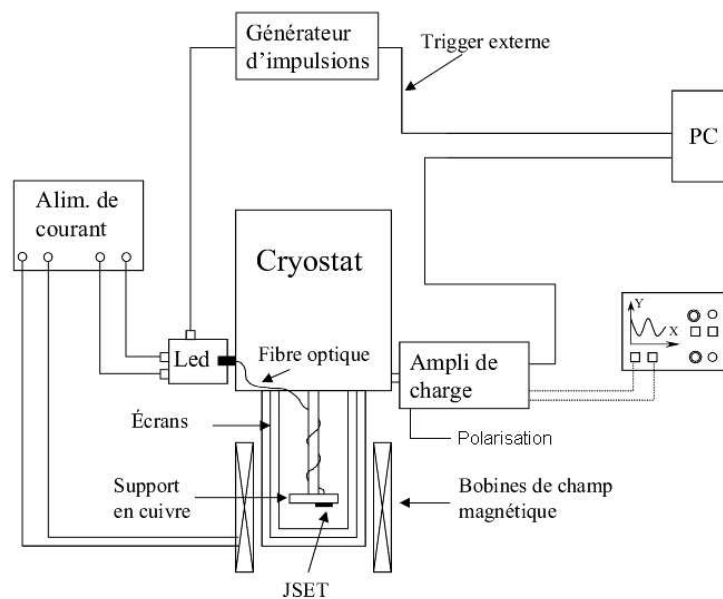


FIG. 5.4: Schéma du banc de mesure avec ses composants optiques (photodiode à intensité variable, fibre optique couplée à l'échantillon) et électroniques (amplificateur de charges, ordinateur...).

impulsion lumineuse.

Pour pouvoir faire varier la longueur d'onde, nous avons aussi mis en place un système optique basé sur un monochromateur à réseau. Le monochromateur permet de sélectionner au nm près les longueurs d'onde que l'on envoie vers la jonction : en positionnant une source de lumière blanche en entrée, on est en mesure de régler la longueur d'onde des photons qui sortent du monochromateur dans une fibre optique. Malheureusement la source lumineuse et la connectique optique⁶ mise en place en fin de thèse n'ont pas permis d'effectuer un couplage correct des photons avec les jonctions. Le temps a manqué pour mettre au point cette partie du dispositif expérimental.

L'électronique d'acquisition :

En mode comptage de photons dans le visible jusqu'à l'infrarouge proche, la partie électronique est très importante. À ces énergies-là, la sensibilité du détecteur est, en théorie, limitée par le bruit de l'électronique [Poelaert *et al.*, 1999].

L'électronique d'acquisition (que l'on appelle "ampli de charge" sur la figure 5.4), a été réalisée conjointement au CRTBT par Alain Benoit et Jean-Louis Bret et au LAOG par P. Petnezokis ; elle comporte trois étages et fonctionne à température ambiante :

1. Le premier étage (voir figure 5.5) permet la polarisation de la JSET à une tension fixe comprise entre -2 mV et +2 mV. La polarisation de la jonction est stabilisée en tension par une boucle de rétroaction (l'ampli-op du bas sur le schéma) qui impose à la jonction une polarisation proportionnelle à la tension de consigne V. C'est le rapport des deux

⁶Connectique FC et passage étanche de la fibre optique dans le cryostat

résistances à $200\ \Omega$ et $1\ \text{M}\Omega$ connectées à l'amplificateur opérationnel du haut qui fixe le gain de $1/5000$ du circuit. On applique donc une tension $V/5000$ aux bornes de la jonction. Une sortie permet de mesurer le potentiel en sortie de l'amplificateur opérationnel du bas de la figure 5.5. De cette manière on peut connaître le courant circulant dans la résistance de $25\ \text{M}\Omega$ et dans la jonction à $V/5000$. C'est le courant de fuite associé à la jonction.

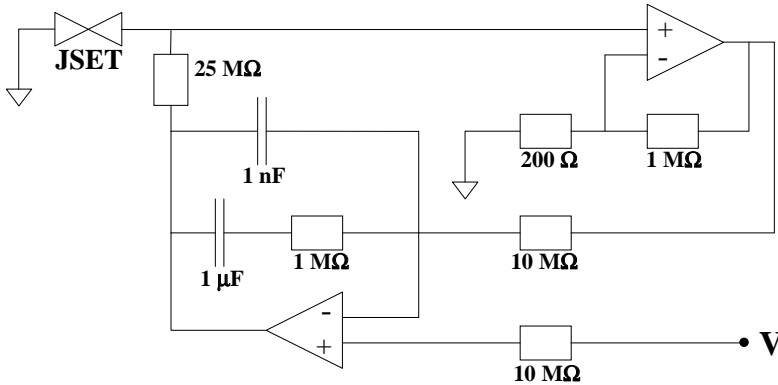


FIG. 5.5: Schéma de l'électronique de polarisation en tension des JSET. L'entrée en tension V se fait en $+10\ \text{V}/-10\ \text{V}$ et le gain en sortie est de $1/5000$.

- Le deuxième étage est l'amplificateur de charge proprement dit (voir figure 5.6). Il permet d'intégrer le courant photo-induit et donc de compter le nombre de charges N ayant traversé la jonction par effet tunnel : $Q = N \cdot e = \int I \cdot dt$. Il s'agit au départ d'un montage intégrateur classique avec un amplificateur opérationnel et une contre-réaction RC en parallèle. La capacité d'entrée C_e permet de supprimer la composante continue du signal d'entrée (qui dépend de la polarisation). Le transistor JFET ("Interfet CD860") permet l'adaptation d'impédance entre la jonction et l'amplificateur de charge grâce à sa faible capacité d'entrée grille-source ($50\ \text{pF}$)⁷. La constante de temps du montage intégrateur vaut $\tau = R_f C_f$ avec $R_f = 100\ \text{M}\Omega$ et $C_f = 1\ \text{pF}$, soit $\tau = 0,1\ \text{ms}$. Cela limite la fréquence de lecture à des taux de comptage inférieur (suffisamment) à $10\ \text{kHz}$.

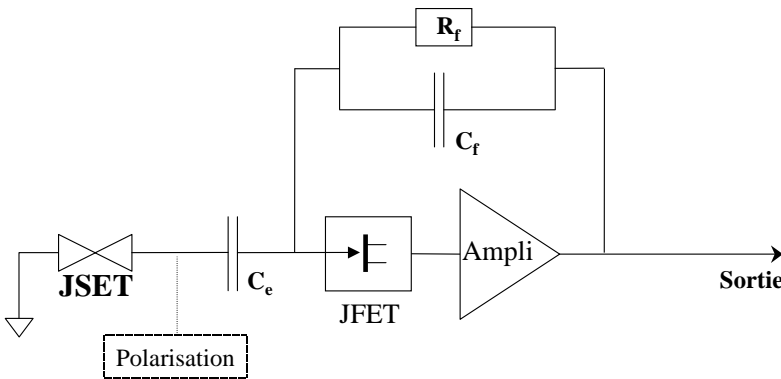


FIG. 5.6: Schéma simplifié de l'amplificateur de charge. $C_e = 47\ \text{nF}$, $C_f = 1\ \text{pF}$, $R_f = 100\ \text{M}\Omega$.

- Le dernier étage est un étage déporté d'amplification bas bruit qui permet de faire varier le gain de la chaîne d'amplification entre 2 et 2000.

La réponse en fréquence de l'ensemble de la chaîne de mesure (amplificateur de charge + électronique déportée) donne une bande passante de $3\ \text{kHz}$ comprise entre $1\ \text{kHz}$ et $4\ \text{kHz}$. Cette électronique est située à l'extérieur du cryostat et fonctionne à température ambiante. Il est probable que la limitation en bruit (électronique) de l'expérience viennent plus de la longueur des câbles que de l'électronique proprement dite.

⁷On utilise en réalité deux FET identiques en montage cascode pour augmenter la bande passante.

5.2 Principe de la mesure

Les jonctions sont polarisées en tension à une valeur inférieure à celle du gap. À chaque fois que l'énergie d'un photon (ou plusieurs) est convertie en quasiparticules excitées dans l'absorbeur, on détecte un pic de courant photo-induit. L'intégration de ce courant permet de remonter à l'énergie lumineuse déposée. On utilise le générateur d'impulsion qui pilote la source lumineuse pour déclencher la mesure du pic de courant de détection.

5.2.1 Configuration préliminaire

La jonction que l'on veut tester en photodétection est placée au dessus du trou éclairé par la fibre optique (cf. fig. 5.3). Si le dispositif testé est une mosaïque, on peut placer l'ensemble des 9 jonctions sous la fibre mais seulement trois d'entre elles pourront être lues par l'amplificateur de charge. Après suppression du courant Josephson par l'application d'un champ magnétique adapté, on polarise la jonction à une tension inférieure à la tension de gap. Deux phénomènes entrent en compétition pour le choix de la tension de polarisation :

- D'un côté il faut que le courant de fuite soit aussi faible que possible pour minimiser le bruit. Et cela demande la tension de polarisation la plus faible possible.
- De l'autre côté, il faut favoriser la probabilité des processus tunnel en augmentant la tension de polarisation. C'est à dire diminuer le temps tunnel τ_t décrit dans le second chapitre (eq 2.19) et augmenter la réponse de la jonction.

On peut dire autrement que le choix de la tension de polarisation règle le rapport signal sur bruit de la détection. Le choix de cette tension se fait donc expérimentalement en observant la réponse de la jonction à des impulsions lumineuses pendant qu'on la fait varier. On retient le meilleur compromis, c'est à dire celui pour lequel le rapport de la hauteur des impulsions sur le bruit est maximal. Les valeurs de polarisation classique sont autour de 0,1 mV pour un gap des jonctions de l'ordre de 0,4-0,5 mV, sachant que c'est deux fois cette valeur que l'on observe sur les caractéristiques courant-tension.

Par ailleurs, pour s'assurer que la jonction ne reçoit que quelques photons à chaque impulsions lumineuse, on se place en limite de détection. Cela se fait en diminuant progressivement la durée et l'intensité des impulsions de courant qui traverse la LED. les durées typiques sont de quelques μs pour un courant dans la diode de quelques dizaines de μA .

5.2.2 La calibration

L'amplificateur de charge délivre en sortie un signal dont la tension est proportionnelle au nombre de charges qui sont passées en entrée. En première approximation, c'est la capacité C_f de la contre réaction du montage intégrateur qui fixe le taux de conversion V/électrons que l'on notera n (en nombre d'électrons par Volt) : $n = \frac{C_f}{eG} = 6,25 \cdot 10^6$ sachant qu'il faudra diviser la tension de sortie par le gain G de la chaîne de mesure.

Cependant, la capacité effective de l'intégration est modifiée par l'environnement électronique, notamment par la capacité parasite des JFET, et le gain global de la chaîne de mesure insuffisamment précis. Il est plus judicieux de calibrer cette valeur. Pour cela on envoie des créneaux de tension dans une capacité calibrée de 0,995 pF branchée sur une entrée parallèle de l'amplificateur de charge. On connaît de cette manière le nombre d'électrons envoyés dans l'amplificateur à chaque basculement des créneaux de tension. Nous avons ainsi obtenu un taux de conversion n de $9,5 \cdot 10^6 \pm 0,4$ électrons par volt en entrée de la chaîne de multiplication : il faut la divisé par le réglage du gain (G) adopté.

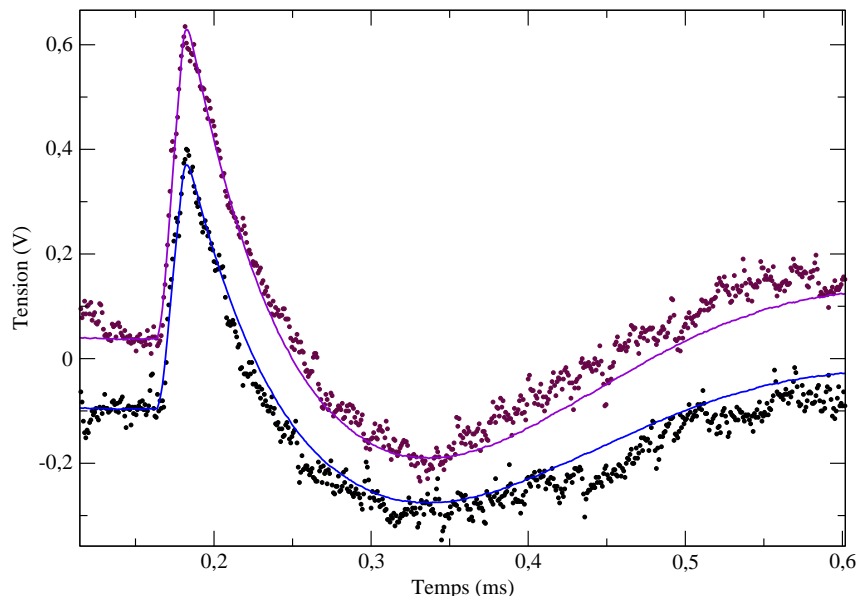


FIG. 5.7: Graphique représentant deux impulsions (en points) et leur ajustement (en trait plein). L'ajustement a été effectué entre 0,16 et 0,19 ms.

5.2.3 La réduction des données

Il s'agit d'évaluer le mieux possible l'amplitude des pics de tension en sortie de la chaîne d'amplification pour obtenir le nombre de charges ayant traversé la jonction. Or, comme ces impulsions ont une forme commune et que seule leur amplitude change, on cherche tout d'abord à connaître un gabarit représentatif qui permet de les ajuster au mieux. La méthode retenue a été la suivante :

- A chaque acquisition, on enregistre plusieurs milliers de réponses dans une configuration donnée. L'acquisition se fait en quelques minutes et l'état de la jonction doit rester stable (température et courant de fuite associé).
- Pour obtenir le gabarit $G(t)$, on moyenne l'ensemble des impulsions de tension. De cette manière, on est sûr d'obtenir la forme adaptée à la configuration de mesure dans le domaine d'énergie considéré (autour d'un nombre moyen de photons incidents à chaque impulsion).
- Un algorithme de calcul détermine le coefficient multiplicatif permettant d'approcher au mieux chaque impulsion $I_i(t)$ par une méthode de moindre carré⁸. Etant donné le bruit basse fréquence (principalement à 50 Hz et harmoniques) qui pollue le niveau de référence en tension, il est important pour chaque impulsion de déterminer son "ordonnée à l'origine". L'approximation se fait donc sous la forme : $\alpha_i \cdot G(t) + \beta_i$.
- A partir des coefficients α_i , de l'amplitude en V du gabarit $G(t)$, et du facteur de conversion Volt-électrons, on détermine le nombre de charges détecté par impulsion.

La figure 5.7 montre deux impulsions de la même acquisition et les ajustements correspondant. On y voit bien que le niveau de référence oscille mais que la méthode de dépouillement proposée ici permet de s'affranchir de cette variation basse fréquence. Pour améliorer la précision de l'ajustement, on choisit la fenêtre temporelle sur laquelle il s'effectue. De cette manière on peut s'affranchir un peu plus de ces variations basses fréquences en sélectionnant seulement une fenêtre

⁸ Avec i variant entre un et le nombre d'impulsions enregistrées

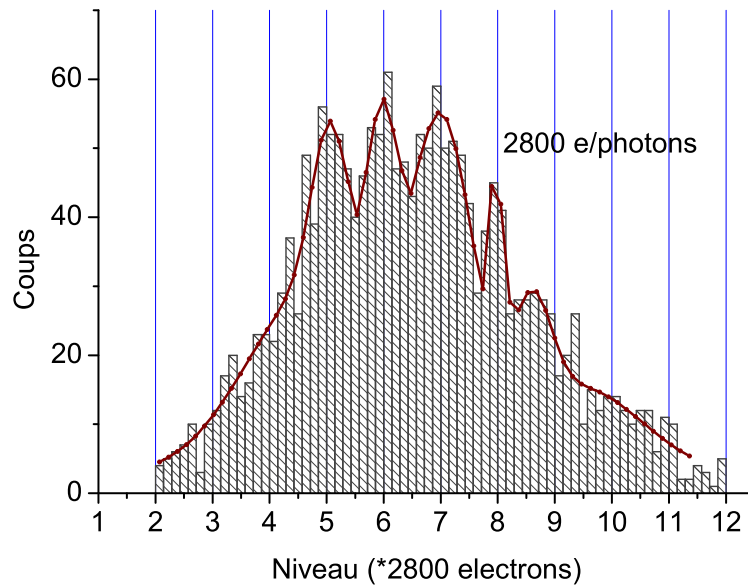


FIG. 5.8: Histogramme du nombre de charges détectées par impulsion lumineuse. Le nombre de charge a été ramené au nombre de photons auquel il correspond. La courbe a été obtenue par une somme de gaussiennes calculées numériquement. Les paramètres sont : $T = 130$ mK, $B = 30$ Gauss, $V_{pol} = 80\mu V$, $I_{pol} = 2,4nA$.

autour de l'impulsion⁹.

On peut faire remarquer pour finir qu'il existe un méthode dite de "filtrage optimale" [Szymkowiak *et al.*, 1993] qui permettrait d'améliorer l'ajustement. En effet, il est possible de sélectionner numériquement les bandes de fréquences dans lesquels le rapport signal sur bruit est maximum. De cette manière on pourrait sélectionner les zones de fréquence les plus pertinentes pour effectuer l'ajustement.

5.3 Expériences de photodétection

5.3.1 Le comptage de photons

Les résultats en comptage de photons ont été obtenus avec une jonction de 40 microns de coté¹⁰ qui faisait partie d'une mosaïque de 9 pixels de la plaque EpiTa 10 . Les caractéristiques courant tension de cette jonction sont présentés au paragraphe 4.2.2 (p. 93) et dans le tableau fig. 4.11 où on peut la comparer à d'autres dispositifs testés. Ce n'est pas la jonction la plus transparente testée avec un r_n de $37 \mu\Omega \cdot cm^2$ ($2,3\Omega$) mais son courant de fuite est le plus faible obtenu ($0,8 \Omega \cdot cm^2$), même s'il reste relativement élevé : B. Delaët a obtenu des valeurs de $10 \Omega \cdot cm^2$ avec des jonctions Nb issues du premier procédé de fabrication¹¹.

On obtient l'histogramme de détection présenté en fig. 5.8 en nombre de charges détectées

⁹La donnée pertinente étant la hauteur de l'impulsion

¹⁰Jonction 4 de la mosaïque 40 μm de la puce x1y4

¹¹Même si cette valeur n'était valable qu'à la première descente en froid et se dégrade dans les suivantes [Delaët, 2000]

par impulsion lumineuse. Il correspond à une acquisition d'environ 2500 impulsions lumineuses. La jonction était alors polarisée à $80 \mu\text{V}$ pour un courant de fuite de $2,4 \text{ nA}$ ($33\text{k}\Omega$, 130 mK). On voit la succession de pics qui correspondent à des paquets de 5 à 8 photons. Comme on ne connaît pas a priori le nombre de charges détectées par photon, on se sert justement de ces pics régulièrement espacés à des multiples de 2800 électrons pour connaître la sensibilité de la jonction. Cela donne 1750 ± 50 électrons par eV à $0,78 \mu\text{m}$ ($1,6 \text{ eV}$) de longueur d'onde.

On peut comparer ces valeurs au nombre de quasiparticules N_0 initialement créées dans l'absorbeur. Le gap effectif Δ_g de la jonction extrait de la caractéristique I-V (fig. 4.7) est de $0,45 \text{ meV}$. Et l'énergie moyenne nécessaire à la création d'une quasiparticule est de $1,7\Delta_g$ (cf paragraphe 2.2.3). Ce qui donne environ 2000 quasiparticules (QP) par photons et 1300 quasiparticules par eV. On détecte donc un nombre de charge supérieur au nombre de quasiparticules initialement créées, qui confirme que les quasiparticules photo-excitées ont le temps de traverser la barrière tunnel plusieurs fois pendant leur durée de vie. Le nombre moyen $\langle n \rangle$ de processus tunnel par quasiparticule excitée est de 1,4. Enfin, ces valeurs donnent une résolution tunnel théorique de 100 meV alors que la résolution sur l'histogramme est plutôt de l'ordre de l'énergie des photons : $1,59 \text{ eV}$ (elle même définie à 80 meV près).

Le temps de montée des pics de détection correspond à la durée pendant laquelle des quasiparticules traversent la barrière tunnel étant donné que l'on intègre le courant. On le considère donc comme une mesure effective de leur durée de vie. On obtient $18,5 \mu\text{s}$ ($\pm 1 \mu\text{s}$) pour cette série d'impulsions. Cette valeur est très rassurante pour la qualité des films déposés¹² et nettement supérieure aux valeurs obtenues avec les jonctions Nb (autour de $4 \mu\text{s}$).

On peut par ailleurs évaluer, le temps tunnel τ_t à l'aide de l'eq. 2.19 réécrite ici :

$$\tau_t = 4eN(0)r_N E \frac{\sqrt{(\Delta_g + V_{pol})^2 - \Delta_g^2}}{\Delta_g + V_{pol}} \quad (5.1)$$

- Où r_N est la résistance normale de la jonction ($37 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$),
- $N(0)$, la densité d'état simple spin au niveau de Fermi de l'aluminium dans l'état normal ($12,2 \cdot 10^{27} \text{ eV/m}^3$ extraite de [Gladstone *et al.*, 1969])
- E , l'épaisseur de l'électrode d'Al (40 microns de coté pour 50 nm d'épaisseur)
- Δ_g le gap de la jonction ($0,44 \text{ mV}$) et V_{pol} la tension de polarisation ($80 \mu\text{V}$).

Le gap de la jonction a été évalué en prolongeant la droite traduisant l'augmentation du courant de quasiparticules¹³ quand la tension dépasse $2 \Delta_g$ (cf. fig. 4.7). Il donne une approximation du temps moyen entre les processus tunnel des quasiparticules excitées en considérant leur confinement dans la couche d'aluminium. On obtient $0,77 \mu\text{s}$.

Cette valeur suppose que les quasiparticules sont parfaitement confinées dans l'électrode d'aluminium, ce qui n'est pas tout à fait vrai comme le montre les courbes de densité d'état présenté fig. 2.10 et la formule exacte de τ_t (eq. 2.18). Pour faire un pendant à cette valeur on peut évaluer le temps tunnel en considérant que les quasiparticules sont parfaitement délocalisées dans l'électrode de base Ta-Al. On prend alors en compte l'épaisseur des deux couches et les valeurs de $N(0)$ correspondantes ($N(0)=40,8 \cdot 10^{27} \text{ eV/m}^3$ pour le Ta [Gladstone *et al.*, 1969]). On obtient alors une majoration de τ_t par $8,2 \mu\text{s}$. Le temps tunnel réel doit se situer entre ces 2 valeurs et doit certainement être supérieur à la μs .

Le rapport de la durée de vie sur le temps tunnel permet d'évaluer le nombre de passage tunnel par quasiparticule et donne une fourchette entre 2,25 et 20. La différence avec le $\langle n \rangle =$

¹²Le RRR mesuré de l'absorbeur est de 12,5 (cf. paragraphe 4.1.4)

¹³Avant de rejoindre la droite caractérisant le caractère ohmique normal de la jonction

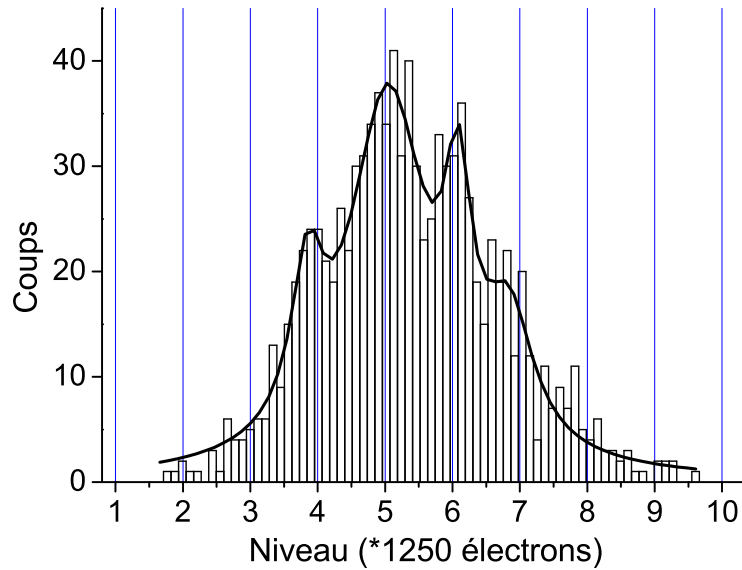


FIG. 5.9: *Histogramme des impulsions obtenue avec une jonction Nb à 0,78 μm . La courbe noire a été obtenue par une somme de gaussiennes calculées numériquement. Les paramètres sont : $T = 200 \text{ mK}$, $B = 51 \text{ G}$, $V_{pol} = 0,16 \text{ mV}$, $I_{pol} = 0,4 \text{ nA}$. (Retracé à partir des données obtenues par B. Delaët)*

1,4 obtenu expérimentalement pourrait s'expliquer par le courant d'annulation non nul (procédés (2) fig. 2.12) qui atténue le courant de détection et qui trouve son origine dans le fait que la tension de polarisation ($80 \mu\text{V}$) ne favorise pas suffisamment le sens du courant.

On peut évaluer le bruit de la chaîne de détection en mesurant l'écart type sur les données enregistrées sans illuminer la jonction ¹⁴. On trouve ainsi un bruit de l'ordre de 1000 électrons. Ceci explique la faible résolution obtenue dans les histogrammes, car le bruit représente presque la moitié du nombre de charges détectées par photon absorbé.

5.3.2 Le comptage de photons avec une jonction Nb

Avec le précédent procédé de fabrication, B. Delaët avait aussi mis en évidence le comptage de photons à $0,78 \mu\text{m}$ [Delaët *et al.*, 2001a], comme on peut le voir sur l'histogramme fig. 5.9. La jonction Nb employée de $50 \mu\text{m}$ de côté présentait une résistance normale de $40 \mu\Omega \cdot \text{cm}^2$ équivalente à celles des jonctions Ta du substrat EpiTa 10. Par contre la résistance dynamique au point de polarisation était nettement meilleure ($400 \text{ k}\Omega$).

L'histogramme permet de mesurer la sensibilité de la jonction : 1250 électrons par photons soit environ 780 charges détectée par eV. Comme pour les jonctions Ta, il faut considérer le nombre de charges N_0 ¹⁵ initialement créés de 1500 quasiparticules par photon ou 950 quasiparticules par eV. Cela donne un $\langle n \rangle$ expérimental légèrement supérieur à 0,8, moins favorable que pour la jonction Ta et on ne peut même plus parler de multiplication. Il y a donc beaucoup plus de pertes de quasiparticules dans les jonctions Nb obtenue avec le précédent procédé comme le laissait entendre le court temps de montée des impulsions enregistrées ($4 \mu\text{s}$). Une

¹⁴Courant d'obscurité

¹⁵Évalué comme plus haut avec le gap de la jonction : $0,6 \text{ meV}$

des explications est que dans le cas des jonctions Nb connectées par des lignes Nb, les pertes de quasiparticules directement dans les amenées de courant (avant tout processus tunnel) sont beaucoup plus importantes que pour les jonctions Ta connectées par des lignes Nb. Enfin, cela justifie les changements introduits dans le nouveau procédé de fabrication.

TAB. 5.1: Tableau de comparaison du comptage à $0,78 \mu\text{m}$ obtenu avec les jonctions Ta/Al de la nouvelle génération et Nb/Al du précédent procédé. La résolution tunnel est calculée avec l'eq. 1.2 les valeurs de gap mesurées et le $\langle n \rangle$.

	r_n ($\mu\Omega \cdot \text{cm}^2$)	r_D ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	gap (meV)	durée de vie (μs)	Réponse (QP/eV)	Résolution tunnel (meV)	Résolution effective (eV)
Ta/Al	37	0,8	0,44	18,5	1800	100	$\sim 1,6$
Nb/Al	40	10	0,6	4	950	400	$\sim 1,6$

Le tableau 5.1 dresse le bilan des caractéristiques du comptage de photon avec les deux types de jonctions. On peut consulter le tableau fig. 1.4 (p. 9) pour resituer les valeurs dans le contexte international récent.

5.4 Discussion et perspectives

Le passage au Ta a donc permis de gagner en sensibilité principalement grâce au gap plus faible de la bicouche Ta-Al. Mais il faut aussi noter que le phénomène de passage tunnel multiple est nettement favorable aux jonctions Ta, et ce malgré le facteur de qualité plus réduit de la jonction. Cette valeur de $\langle n \rangle$ plus élevé semble être principalement due à une durée de vie des quasiparticules photo-excitées plus longue dans les bicouches Ta/Al malgré un RRR plus favorable au niobium sur les plaquettes des dispositifs concernés (12,5 contre 30,5). Cela permet de valider les évolutions du procédé de fabrication qui avaient justement cet objectif : superposition des électrodes et encapsulation des dispositifs (cf. les "objectifs de la thèse" en 1.5).

Mais la résolution en énergie du détecteur n'est pas meilleure avec la jonction Ta. Ceci traduit soit les limitations intrinsèques de l'électronique de lecture, soit le fait que le courant de fuite supérieur pour la jonction Ta, compense l'amélioration de la détectivité induite par les caractéristiques de la jonctions Ta (nombre de charges par photons supérieur).

On peut donc raisonnablement penser, comme dans le "bilan technologique" (cf. sec. 3.7), que les prochaines étapes d'amélioration du procédé de fabrication des jonctions Ta/Al permettront d'obtenir un comptage de photons mieux résolu en énergie du type de ceux obtenus à l'ESTEC (pouvoir de résolution de l'ordre de 10 à 500 nm [Brammertz, 2003]) ou de Yale (aussi de l'ordre de 10 mais à 100 nm [Wilson *et al.*, 2003]). Ces améliorations portent sur 2 points :

- l'augmentation de la transparence jusqu'à quelques $\mu\Omega \cdot \text{cm}^2$ en réduisant les conditions d'oxydation suivant le procédé déjà réalisé pour la plaquette *EpiTa 11*.
- La mise en place d'une isolation des flancs de la jonction immédiatement après la première étape de gravure ou l'on définit la géométrie des jonctions : soit par un plasma oxygène à haute pression, soit par anodisation (cf. sec. 3.7). Cela devrait permettre de faire disparaître les courants de fuite (nano-ponts conducteurs) à la périphérie de la barrière et donné des courant de fuite inférieur au nA (R_D de l'ordre de la centaine de $\text{k}\Omega$ ou de quelques $\Omega \cdot \text{cm}^2$)

Les résultats obtenus dans le visible avec des jonctions tout aluminium¹⁶ à l'ESTEC sont pour l'instant moins bons que ceux obtenus avec les jonctions Ta/Al fabriquées par Oxford

¹⁶Fabriquées par Cambridge Microfab Ltd.

Instrument à Cambridge¹⁷[Brammertz *et al.*, 2004, Verhoeve, 2000]. On peut malgré tout estimer que la simplification du procédé induite par l'utilisation d'un seul matériau et la sensibilité intrinsèquement plus grande de l'Al en font un matériaux indiqué pour les JSET à vocation de détection dans le visible et l'infrarouge, même s'il est difficile de faire croître des couches d'Al compatibles avec les fonctions d'absorbeur (épaisseur de 1000 à 2000 Å).

¹⁷Cette activité recherche d'O.I. a d'ailleurs cessée et leur savoir-faire technologique des jonctions Ta/Al a donc été perdu par l'ESTEC.

Conclusion Générale

Les détecteurs JSET comme les TES (bolomètres à transition supraconductrice) sont les seuls détecteurs tridimensionnels (résolution spatiale, temporelle et énergétique) à fonctionner en comptage de photons. De plus, ils fonctionnent dans une très large bande spectrale, des rayons Gamma au proche infrarouge¹⁸ avec une très bonne efficacité quantique. Le principal inconvénient des TES est que la résolution énergétique et le temps de réponse sont en compétition : pour les TES, on doit donc choisir un compromis entre ces deux propriétés, là où elles sont découplées pour les jonctions supraconductrices. Il faut cependant noter que les avancées réalisées quant au multiplexage des réseaux de TES font qu'ils sont aujourd'hui d'avantage développés que les JSET aux États-Unis, même si les réseaux réalisées jusqu'ici n'intègrent encore que quelques pixels [Burney et al, 2004]. La difficulté d'opération des réseaux de JSET au niveau de la suppression effective du courant Josephson¹⁹ pour l'ensemble de pixels a peut être encouragé ce choix. Mais, quoi qu'il en soit, la résolution et l'efficacité quantique atteinte dans le visible et l'infrarouge proche, ainsi que le nombre de pixels intégrés (120) sont pour l'instant en faveur des JSET.

De l'autre côté, les avancées récentes des caméras EMCCD vers le comptage de photon dans le visible, avec des formats approchant le million de pixels, réduisent l'intérêt des détecteurs supraconducteurs pour l'imagerie monochromatique à grand format. Ces caméras disponibles commercialement sont faciles d'opération et ne nécessitent pas de systèmes cryogéniques avancés. Cependant, elles ne proposent pas de résolution énergétique et le comptage de photons se fait encore au détriment de l'efficacité quantique ou du courant d'obscurité²⁰. Par ailleurs, leur sensibilité sera toujours limitée par le gap du silicium (1,24 eV). On peut donc dire que les propriétés intrinsèques des JSET en font toujours un candidat de choix dans la course au détecteur idéal, même dans le visible²¹. Et si les applications les plus immédiates des JSET sont à vocation astronomique (plutôt dans l'infrarouge proche), des disciplines émergentes dans les télécommunications, comme la cryptographie quantique, profiteraient aussi de leurs capacités [Romestain *et al.*, 2004].

Mon travail de recherche pendant ces trois années de thèse a consisté à poursuivre le développement de cette filière de détecteurs à Grenoble. Il a principalement consisté dans la mise en place d'un procédé original de fabrication des jonctions à base de tantale. Le travail de développement technologique s'est organisé autour de trois composantes :

- l'optimisation et la maîtrise des conditions du dépôt des couches de Ta d'excellente qualité cristalline
- la conception du procédé de fabrication pour améliorer la durée de vie des charges photo-excitées et fiabiliser une filière de détecteurs à la fois plus homogène, plus robuste et plus

¹⁸Ils sont aussi adaptables aux ondes millimétriques.

¹⁹Par l'application d'un champ magnétique.

²⁰Courant de détection ne correspondant pas à l'enregistrement de photons.

²¹Surtout si l'on est capable de résoudre le problèmes du multiplexage des pixels JSET

reproductible.

– le développement pratique du procédé.

La plaquette *EpiTa 10* a répondu à tous les objectifs, excepté celui de la reproductibilité. Cependant le taux de jonctions défectueuses (1/30) est très prometteur sur ce dernier point.

Les principaux dispositifs obtenus, aussi bien les détecteurs individuels que les mosaïques de 9 pixels, ont été caractérisés principalement par des mesures électriques à basse température. Les résistances normales de jonctions obtenues sont de l'ordre de $35 \mu\Omega \cdot cm^2$, ce qui s'inscrit bien dans le cadre de l'oxydation sécurisée mise en place²². Cette oxydation poussée permettait en effet de faciliter le développement du nouveau procédé en dé-corrélant les problèmes liés à sa mise au point de ceux qui sont liés à l'amélioration de la transparence tunnel des jonctions. Cependant, ces transparences tunnel restent un peu faibles pour minimiser le temps moyen mis par les quasiparticules photo-excitées pour traverser la barrière d'alumine (τ_t), ce qui diminue la sensibilité et la résolution énergétique de la détection.

Afin d'augmenter cette transparence, la plaquette de dispositifs suivante (*EpiTa 11*) a été réalisée sous condition d'oxydation réduite. Mais une seule jonction, parmi celles qui ont été testées, n'était pas court-circuité. Elle a permis de mesurer une résistance normale excellente de $3 \mu\Omega \cdot cm^2$ avant d'être perdue suite à une décharge électrique parasite. Cette valeur est très encourageante quant à l'amélioration de la transparence des jonctions et elle rentre tout à fait dans le cadre des meilleures réalisations internationales présentées dans le tableau fig. 1.4 (p. 9). Cependant on ne peut pas exclure le fait que c'est justement cet optimisation de la transparence tunnel qui a fragilisé la jonction. Enfin, le fait que la gravure de l'aluminium se soit mal déroulée (cf. sec. 3.5.3 p. 78) pourrait expliquer l'existence de court-circuit sur toutes les autres jonctions testées.

Au niveau du courant de fuite, les jonctions ont des résistances dynamiques un peu faibles pour obtenir un comptage de photons de qualité, notamment comparativement aux meilleures valeurs obtenues avec le précédent procédé. Mais il a été vérifié que les jonction Ta/Al du nouveau procédé supportaient bien les cyclages thermique alors que les jonctions Nb/Al du précédent procédé se dégradait à chaque descente en froid [Delaët, 2000](quand elle ne se perdaient pas tout à fait). Et de plus, la résistance dynamique obtenue de $0,8 \Omega \cdot cm^2$ n'est pas très éloignée des dernières réalisations internationales présentées dans le tableau fig. 1.4 (p. 9) : les meilleures jonctions récentes pour le visible ont un r_D d'environ $2 \Omega \cdot cm^2$ (à l'ESTEC et au PSI²³ [Brammertz *et al.*, 2004, Jerjen *et al.*, 2004a]).

De plus, le bon fonctionnement des neuf pixels de $30 \mu m$ de coté d'une mosaïque a été mis en évidence (4.2.3) et démontre la faisabilité de réseaux de détecteurs suivant le procédé de fabrication mis en place.

Enfin, le comptage de photons a été démontré à $0,78 \mu m$ de longueur d'onde avec une jonction de $40 \mu m$ de coté, issue d'un mosaïque de 9 pixels. La durée de vie estimée des quasiparticules photo-excités est très satisfaisante et justifie les évolutions du procédé qui avait été prévues pour aller dans ce sens : l'alignement des deux électrodes et l'encapsulation des dispositifs sous une couche de passivation en SiO_2 .

²²Transparence du même ordre que celles des meilleures jonctions Nb obtenu avec le précédent procédé

²³Agence spatiale européenne et Paul Scherrer institut.

Les résultats obtenus sont donc très prometteurs et ont validé les potentialités des JSET réalisées à partir de ce nouveau procédé. En effet, on peut raisonnablement penser que les prochaines étapes du développement technologique, essentiellement la fiabilisation du procédé sous conditions d'oxydation (de la barrière) réduite et dans un second temps, l'isolation des flancs de gravures, permettront d'obtenir la qualité qui nous fait encore défaut pour détecter des photons individuels, des ultraviolets à l'infrarouge proche, avec une bonne résolution énergétique.

Je signalerai pour finir que le savoir-faire technologique des JSET au CEA Grenoble est d'autant plus important que l'ESTEC a perdu sa meilleure source de dispositifs avec la fermeture de l'activité de recherche d'Oxford Instrument à Cambridge : ce sont en effet les JSET Ta/Al fabriquées par Oxford Instrument, et notamment celles de la caméra S-Cam 3 de 12*10 pixels [Martin *et al.*, 2004], qui ont obtenus les meilleurs résultats en détection dans le visible et l'infrarouge [Verhoeve, 2000]. Les jonctions mono-pixel tout aluminium développées depuis pour l'ESTEC par Cambridge MicroFab Ltd, sont toujours de moins bonne qualité [Brammertz, 2003] en terme de détectivité.

Bibliographie

- [Angloher *et al.*, 2000] G. Angloher, B. Beckhoff, M. Buehler, F.V. Felitzsch, T. Hertricht, P. Hettel, J. Hoehne, M. Huber, J. Jochum, R.L. Mößbauer, J. Schnagl, F. Scholze, et G. Ulm. Development of superconducting tunnel junction detectors for high-resolution X-rays spectroscopy. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 444 p. 214, 2000.
- [Angloher *et al.*, 2001] G. Angloher, P. Hettel, M. Huber, J. Jochum, F.V. Felitzsch, et R.L. Mößbauer. Energy resolution of 12 eV at 5.9 keV from Al-superconducting tunnel junction detector. *J. Appl. Phys.*, 89 p. 1425, 2001.
- [Arrens *et al.*, 2004] J. Arrens *et al.* Search for extraterrestrial point sources of neutrinos with AMANDA-II. *Phys. Rev. Lett.*, 92(7), 2004.
- [Bardeen *et al.*, 1957] J. Bardeen, I.N. Cooper, et J. Schrieffer. Theory of superconductivity. *Phys. Rev.*, 108(5) p. 1175–204, 1957.
- [Barone et Paterno, 1982] A. Barone et G. Paterno. *Physics and Application of the Josephson Effect*. John Wiley & sons, 1982.
- [Battin, 1996] F. Battin. Rapport de DEA, Université Joseph Fourier de Grenoble, 1996.
- [Bavdaz *et al.*, 2002] M. Bavdaz, A. Peacock, A. Parmar, et M. Beijersbergen. The XEUS mission and instrument. *Proc. SPIE*, 4497 p. 31, 2002.
- [Benoit et Pujol, 1989] A. Benoit et S. Pujol. In *Proceedings of L.T. 19 conference*, 1989.
- [Bessot, 1985] J.J. Bessot. Dépôt par pulvérisation cathodique. *Technique de l'ingénieur*, M1 p. 657, 1985.
- [Bogoliubov, 1958] N.N. Bogoliubov. *Zh. Eksperim. Teor. Fiz.*, 34 p. 58, 1958. [Sov. Phys. JETP 7, 41 (1958)].
- [Booth, 1987] N.E. Booth. Quasiparticules trapping and the quasiparticule multiplier. *Appl. Phys. Lett.*, 50 p. 293, 1987.
- [Brammertz *et al.*, 2001a] G. Brammertz, A. Poelaert, A.A. Golubov, P. Verhoeve, A. Peacock, et H. Rogalla. Generalized proximity effect model in superconducting bi- and trilayer films. *J. Appl. Phys.*, 90(1) p. 355–64, 2001.
- [Brammertz *et al.*, 2001b] G. Brammertz, P. Verhoeve, A. Peacock, D. Martin, R. Rando, N. den Hartog, et D.J. Goldie. Development of practical soft X-ray spectrometers. *IEEE Transactions on Appl. Superc.*, 11(1) p. 828–31, 2001.
- [Brammertz *et al.*, 2003] G. Brammertz, A.G. Kozorezov, J.K. Wigmore, R. den Hartog, P. Verhoeve, D.D.E. Martin, A. Peacock, A.A. Golubov, et H. Rogalla. Energy dependent kinetic model of photon absorption by superconducting tunnel junctions. *J. Appl. Phys.*, 94(9) p. 5854–65, 2003.
- [Brammertz *et al.*, 2004] G. Brammertz, A. Peacock, P. Verhoeve, D. Martin, et R. Venn. Optical photon detection in Al superconducting tunnel junctions. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 508–11, 2004.

- [Brammertz, 2003] Guy Brammertz. *Development of low critical temperature superconducting tunnel junctions for application as photon detectors in astronomy*. Thèse, Universiteit Twente, 2003.
- [Bruijn et al, 2004] M. P. Bruijn et al. Development of an array of transition edge sensors for application in X-ray astronomy. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 520 p. 443–5, 2004.
- [Burbank, 1973] R.D. Burbank. *J. Appl. Crystallogr.*, 6 p. 217, 1973.
- [Burney et al, 2004] J. Burney et al. Development and characterization of a TES optical imaging array for astrophysics applications. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 533–6, 2004.
- [Cabrera et al., 1998] B. Cabrera, R. M. Clarke, P. Colling, A. J. Miller, S. Nam, et R. W. Romani. Detection of single infrared, optical, and ultraviolet photons using superconducting transition edge sensors. *Appl. Phys. Lett.*, 76(6) p. 735–7, 1998.
- [Castelein et al, 2004] P. Castelein et al. Megapixel HgCdTe MWIR focal plane array with 15 μm pitch. *Proc. SPIE*, 5251(1) p. 65–72, 2004.
- [Cochrane et Spencer, 2000] A. Cochrane et S.H. Spencer. In *Night Vision Conference*, 2000.
- [Cyrille et al., 1998] M.-C. Cyrille, R Chicault, et J.-C. Villégier. Processing of Nb DC SQUIDS for RF amplification. *Thin solid film*, 333 p. 228–234, 1998.
- [Cyrille, 1996] M.-C. Cyrille. *Etude et réalisation de SQUIDS à polarisation continue pour l'amplification radiofréquence à très faible température de bruit*. Thèse, Université Joseph Fourier de Grenoble, 1996.
- [de Bruijne et al., 2002a] J.H.J. de Bruijne, A.P. Reynolds, M.A.C. Perryman, F. Favata, et A. Peacock. Analysis of astronomical data from optical superconducting tunnel junctions. *Opt. Eng.*, 41(6) p. 1158–69, 2002.
- [de Bruijne et al., 2002b] J.H.J. de Bruijne, A.P. Reynolds, M.A.C. Perryman, A. Peacock, F. Favata, N. Rando, D. Martin, P. Verhoeve, et N. Christlieb. Direct determination of quasar redshifts. *Astronomy & Astrophysics*, 381(3) p. 57–60, 2002.
- [De-Gennes et Saint-James, 1963] P.G. De-Gennes et D.S. Saint-James. Elementary excitations in the vicinity of a normal metal superconducting metal contact. *Phys. Letters*, 4 p. 151, 1963.
- [de Korte et al, 1992] P.A.J. de Korte et al. *Proc. SPIE*, 1743 p. 24, 1992.
- [de Korte et al, 2003] P.A.J. de Korte et al. Time-division superconducting quantum interference device multiplexer for transition-edge-sensor. *Rev. Sci. Instr.*, 74(8) p. 3807–15, 2003.
- [Delaët, 2000] B. Delaët. *JSET pour le comptage de photons en astronomie*. Thèse, Université Joseph Fourier de Grenoble, 2000.
- [Delaët et al., 2001a] B. Delaët, P. Feautrier, J.-C. Villégier, et A. Benoit. X-ray and optical photon counting detector using superconducting tunnel junctions. *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, 11, 2001.
- [Delaët et al., 2001b] B. Delaët, P. Feautrier, P. Petmezakis, J.-C. Villégier, A. Benoit, et J.-L. Bret. Optical and near-infrared photon counting detector using superconducting tunnel junctions. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 444(1-2) p. 465–8, 2001.
- [den Hartog et al., 2000] R. den Hartog, D. Martin, A. Kozorezov, P. Verhoeve, N. Rando, A. Peacock, G. Brammertz, D.J. Goldie, M. Krumrey, et R. Venn. Distributed Read-Out Imaging Devices for X-rays imaging spectroscopy. *Proc. SPIE*, 4012 p. 237–48, 2000.
- [Edwards et al., 1951] J.W. Edwards, R. Speiser, et H.L. Johnston. High-temperature structure and thermal expansion of some metals as determined by X-ray diffraction data. I. Platinum, tantalum, niobium, and molybdenum. *J. Appl. Phys.*, 22 p. 424–8, 1951.

- [Eilenberger, 1968] G. Eilenberger. *Z. Phys.*, 214 p. 195, 1968.
- [Feautrier, 2002] Philippe Feautrier. *les détecteurs de pointe pour l'astronomie : des mosaïques classiques au comptage de photons par des jonctions supraconductrices*, 2002. DHDR de l'Université Joseph Fourier.
- [Febvre *et al.*, 2001] P. Febvre, J.-C. Berthet, D. Ney, A. Roussy, J.W. Tao, G. Angénioux, N. Hadacek, et J.-C. Villégier. On-chip high-frequency diagnostic of RSFQ logic cells. *IEEE Trans. on Appl. Superc.*, 11(1) p. 284–7, 2001.
- [Ginzburg et Landau, 1950] V.L. Ginzburg et L.D. Landau. *Zh. Eksperim. Teor. Fiz.*, 20 p. 1064, 1950.
- [Gladstone *et al.*, 1969] G. Gladstone, M.A. Jensen, et J.R. Schrieffer. *Superconductivity Vol. II*. R.D. Parks, 1969.
- [Goldie *et al.*, 1994] D. J. Goldie, P. L. Brink, C. Patel, N. E. Booth, et G. L. Salmon. Statistical noise due to tunneling in superconducting tunnel junction detectors. *Appl. Phys. Lett.*, 64 p. 3169, 1994.
- [Gol'tsman *et al.*, 2001] G. N. Gol'tsman *et al.* Picosecond superconducting single-photon optical detector. *Appl. Phys. Lett.*, 79(6) p. 705–7, 2001.
- [Golubov *et al.*, 1994] A.A. Golubov, E.P. Houwman, J.G. Gijsbertsen, J. Flokstra, H. Rogalla, J.B. le Grand, et P.A.J. de Korte. Quasiparticle lifetimes and tunneling times in a superconductor-insulator-superconductor tunnel junction with spatially inhomogeneous electrodes. *Phys. Rev. B*, 49(18) p. 12953, 1994.
- [Golubov *et al.*, 1995] A. Golubov, E.P. Houwman, J.G. Gijsbertsen, V.M. Krasnov, M.Yu. Kupriyanov, J. Flokstra, et H. Rogalla. Proximity effect in superconductor-insulator-superconductor Josephson tunnel junctions : theory and experiment. *Phys. Rev. B*, 51 p. 1073, 1995.
- [Goniche, 1984] M. Goniche. Gravure RIE - application à la réalisation de jonction. Rapport technique, LETI, 1984.
- [Gray, 1978] K. E. Gray. A superconducting transistor. *Appl. Phys. Lett.*, 32 p. 392–5, 1978.
- [Gurvitch *et al.*, 1983] M. Gurvitch, M.A. Washington, et H.A. Huggins. High quality refractory Josephson tunnel junctions utilizing thin aluminum layers. *Appl. Phys. Lett.*, 42 p. 472, 1983.
- [Gurvitch, 1986] M. Gurvitch. Resistivities and mean free paths in individual layers of a metallic multilayered structure. *Phys. Rev. B*, 34(2) p. 540–6, 1986.
- [HCP, 1999] *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press 80th ed., 1999.
- [Hoechst, 1994] Celanese Corporation Hoechst. AZ photoresists. Rapport technique, 1994.
- [Howell, 2000] Steven B. Howell. *Handbook of CCD astronomy*. Cambridge University Press, 2000.
- [Il'in *et al.*, 1998] K. S. Il'in, I. I. Milostnaya, A. A. Verevkin, G. N. Gol'tsman, E. M. Gershenson, et R. Sobolewski. Ultimate quantum efficiency of a superconducting hot-electron photodetector. *Appl. Phys. Lett.*, 73(26) p. 3938–40, 1998.
- [Il'in *et al.*, 2000] K. S. Il'in, M. Lindgren, M. Curie, A.D. Semenov, G. N. Gol'tsman, R. Sobolewski, S. I. Cherednichenko, et E. M. Gershenson. Picosecond hot-electron energy relaxation in NbN superconducting photodetectors. *Appl. Phys. Lett.*, 76(19) p. 2752–4, 2000.
- [Imamura *et al.*, 1992] T. Imamura, T. Shiota, et S. Hasuo. Fabrication of high quality Nb/AlO_x-Al/Nb Josephson Junctions : I- Sputtered Nb Films for Junction Electrodes. *IEEE Trans. on Appl. Superc.*, 2(1) p. 1–14, 1992.

- [Jelila *et al.*, 1998] F. S. Jelila, J-P. Maneval, F-R. Ladan, F. Chibane, A. Marie-de Ficquelmont, L. Méchin, J.-C. Villégier, M. Aprili, et J. Lesueur. Time of nucleation of Phase-Slip Centers in YBa₂Cu₃O₇ superconducting bridges. *Phys. Rev. Lett.*, 81 p. 1933–6, 1998.
- [Jerjen *et al.*, 2004a] I. Jerjen, E.C. Kirk, Ph. Lerch, A. Mchedlishvili, M. Furlan, D. Twerenbold, A. Zehnder, et H.R. Ott. Responsivity of Ta-based STJ's to visible light as a function of Al trapping layer thickness. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 519–22, 2004.
- [Jerjen *et al.*, 2004b] I. Jerjen, E.C. Kirk, A. Zehnder, et H.R. Ott. The responsivity of Ta based STJ devices as fonction of photon energy, geometry, temperature and bias. *submitted to Proc. of ASC 04*, 2004.
- [Jorel *et al.*, 2002] C. Jorel, J.-C. Villégier, P. Feautrier, et A. Benoit. Tantalum superconducting tunnel junctions for photon counting detectors. *J. de Phys. IV*, 12(3) p. 145–8, 2002. In Proceedings of WOLTE 5.
- [Jorel *et al.*, 2004] C. Jorel, J.-C. Villégier, P. Feautrier, et A. Benoit. Tantalum superconducting tunnel junctions for infrared photon counting. *Nucl. Inst. and Meth. in Physics Res. A*, 520 p. 516–8, 2004.
- [Josephson, 1962] B.D. Josephson. *Phys. Lett.*, 1 p. 251, 1962.
- [Kadin et Johnson, 1996] A. M. Kadin et M. W. Johnson. Nonequilibrium photon-induced hotspot : A new mechanism for photon detection in ultrathin metallic films. *Appl. Phys. Lett.*, 69(25) p. 3938–40, 1996.
- [Kim *et al.*, 1999] J. Kim, S Takeuchi, Y. Yamamoto, et H. H. Hogue. Multiphoton detection using Visible Light Photon Counter. *Appl. Phys. Lett.*, 74(8) p. 902–4, 1999.
- [Kindt, 1999] Willem Johannes Kindt. *Geiger Mode avalanche photodiode Arrays : for spatially Resolved Photon counting*. Coronet Books Inc, 1999.
- [Kirk *et al.*, 2000] E.C. Kirk, Ph. Lerch, J. Olsen, A. Zendher, et H.R. Ott. Impact of the absorber and absorber/trap interface quality on the resolving power of STJ X-Ray spectrometers. *Nucl. Inst. and Meth. in Physics Res. A*, 444 p. 201–7, 2000.
- [Kittel, 1996] Charles Kittel. *Introduction to solid state physics 7th ed.* John Wiley & sons, 1996.
- [Kozin *et al.*, 2004] M.G. Kozin *et al.* STJ X-ray detectors with Titanium sublayer. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 250–3, 2004.
- [Kurakado, 1982] M. Kurakado. Possibility of high resolution detector using superconducting tunnel junctions. *Nucl. Instrum. & Methods*, 196 p. 275–7, 1982.
- [Lallemand, 1955] André Lallemand. On the ideal reception of photons and the electron telescope. *Vistas in Astronomy*, 1 p. 505–8, 1955.
- [Li *et al.*, 1993] L. Li, L. Frunzio, C.M. Wilson, et D.E. Prober. Quasiparticule non-equilibrium dynamics in superconducting Ta films. *J. Appl. Phys.*, 93(2) p. 1137–41, 1993.
- [Li *et al.*, 2001] L. Li, L. Frunzio, C.M. Wilson, D.E. Prober, A.E. Szymkowiak, et S.H. Moseley. Improved energy resolution of X-ray single photon imaging spectrometers using superconducting tunnel junctions. *J. Appl. Phys.*, 90(7) p. 3645–7, 2001.
- [Li *et al.*, 2003] L. Li, L. Frunzio, C.M. Wilson, et D.E. Prober. Physical properties of the superconducting Ta film absorber of an X-ray photon detector. *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, 13(2) p. 1124–7, 2003.
- [Mackay *et al.*, 2001] Craig D. Mackay, R. N. Tubbs, R. Bell, D. Burt, et I. Moody. Sub-electron read noise at MHz pixel rate. *Proc. SPIE*, 4306(A) p. 289–98, 2001.

- [Macri *et al.*, 2003] J. R. Macri *et al.* Readout of scintillating plastic fibers with an APD array and prototype ASIC. *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, 2003.
- [Malbet *et al.*, 1999] F. Malbet, P. Kern, I. Schanen-Duport, J.-P. Berger, K. Rousselet-Perraut, et P. Benech. Integrated optics for astronomical interferometry. I- Concept and astronomical applications. *A&AS*, 138 p. 131, 1999.
- [Martin *et al.*, 2004] D.D.E. Martin, P. Verhoeve, A. Peacock, A. van Dordrecht, J. Verveer, et R. Hijmering. a 12×10 pixels superconducting tunnel junction array based spectrophotometer for optical astronomy. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 520 p. 512–15, 2004.
- [Mathieu, 2004] Henry Mathieu. *Physique des semiconducteurs et des composants électroniques, 5e édition*. Dunod, 2004.
- [Matricon et Waysand, 1999] Jean Matricon et Georges Waysand. *La guerre du froid*. Le Seuil, 1999.
- [McMorrow *et al.*, 1993] D.F. McMorrow, R.A. Cowley, A. Gibaud, R.C.C. Ward, et M.R. Wells. Structure of niobium thin films on sapphire. *Appl. Phys. Lett.*, 63(16) p. 2195–7, 1993.
- [Meaden, 1965] G.T. Meaden. *Electrical resistance of metals*, page 4. Plenum Press, New York, 1965.
- [Mears *et al.*, 1993] C.A. Mears, S. E. Labov, et A. T. Barfknecht. Energy-resolving superconducting X-rays detector with charge amplification due to multiple quasiparticle tunneling. *Appl. Phys. Lett.*, 63(21) p. 2961–3, 1993.
- [Mears *et al.*, 1996] C.A. Mears *et al.* Analysis of pulse shape from high resolution superconducting tunnel junction X-ray spectrometer. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 370 p. 53–5, 1996.
- [Méchin *et al.*, 97] L. Méchin, J.-C. Villégier, et D. Bloyet. Fast and sensitive suspended YBa-CuO microbolometers using silicon separated by implanted oxygen substrates. *Appl. Phys. Lett.*, 70(1) p. 123–5, 97.
- [Meissner et Oschenfeld, 1933] W. Meissner et Ronald Oschenfeld. Ein neuer effekt bei eintritt der supraleitfähigkeit. *Die Naturewissenschaften*, 21, 1933.
- [Meng et Van Duzer, 2003] X. Meng et T. Van Duzer. Light-anodization process for high- J_c micron and submicron superconducting junction and integrated circuit fabrication. *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, 13(2) p. 91–4, 2003.
- [Miller *et al.*, 2003] A.J. Miller, S.W. Nam, J.M. Martinis, et A.V. Sergienko. Demonstration of a low-noise near-infrared photon counter with multiphoton discrimination. *App. Phys. Lett.*, 83 p. 791–3, 2003.
- [Moreau, 1988] W. M. Moreau. *Semiconductor Lithography Principles*. Plenum Press, 1988.
- [Onnes, 1911] H. Kamerlingh Onnes. The disappearance of the resistivity of mercury. *Leiden Comm.*, 122b, 1911.
- [Otani *et al.*, 2002] C. Otani *et al.* Development of superconducting tunnel junctions as an energy-dispersive detector for UV and visible photons. *Physica C*, 372-376 p. 399–402, 2002.
- [Peacock *et al.*, 1996] A. Peacock *et al.* Single optical photon detection with a superconducting tunnel junction. *Nature*, 381 p. 135–7, 1996.
- [Perelman et Ginosar, 2001] Y Perelman et R. Ginosar. A low-light level sensor for medical diagnostic applications. *IEEE J. Solide-State Circuits*, 36(10) p. 1553, 2001.

- [Perryman *et al.*, 1993] M.A.C. Perryman, C.L. Foden, et A. Peacock. Optical photon counting using superconducting tunnel junctions. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 325(1-2) p. 319–25, 1993.
- [Poelaert *et al.*, 1999] A. Poelaert, A.G. Kozorezov, A. Peacock, et J.K. Wigmore. Strong non-linear response of superconducting tunnel junctions due to localized traps. *Phys. Rev. Lett.*, 82 p. 1257–60, 1999.
- [Poelaert, 1999] Abel Poelaert. *Superconducting tunnel junctions used as photon detectors*. Thèse, Universiteit Twente, 1999.
- [Prober, 1993] D. E. Prober. Superconducting terahertz mixer using a transition-edge microbolometer. *Appl. Phys. Lett.*, 62(17) p. 2119–21, 1993.
- [Rajteri *et al.*, 2000] M Rajteri, M. L. Rastello, et E. Monticone. Antireflection coating for superconducting photodetectors. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 444 p. 461–4, 2000.
- [Rando *et al.*, 1992] N Rando, A. Peacock, A. van Dordrecht, C. L. Foden, R. Engelhardt, B. G. Taylor, et P. Gare. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 313 p. 173, 1992.
- [Rando *et al.*, 1993] N. Rando, A. Peacock, A. Foden, A van Dordrecht, J. Lumley, et C. Pereira. The X-ray characteristics of a Niobium Superconducting Tunnel Junction with a highly transmissive tunnel barrier. *J. Appl. Phys.*, 73 p. 5098, 1993.
- [Reynolds *et al.*, 2003] A. Reynolds, J.H.J. de Bruijne, M.A.C. Perryman, A. Peacock, et C. M. Bridge. Temperature determination via STJ optical spectroscopy. *Astronomy & Astrophysics*, 400(3) p. 1209–17, 2003.
- [Richards, 1994] P. L. Richards. Bolometer for infrared and millimeter waves. *J. Appl. Phys.*, 76(1) p. 1–24, 1994.
- [Rochas *et al.*, 2003] A. Rochas *et al.* Single photon detector fabricated in complementary-metal-oxide-semiconductor high-voltage technology. *Rev. Sci. Inst.*, 74(7) p. 3263, 2003.
- [Romestain *et al.*, 2004] R. Romestain, B. Delaët, P. Renaud-Goud, I. Wang, C. Jorel, J.-C. Villégier, et J.Ph. Poizat. Fabrication of a superconducting niobium nitride hot electron bolometer for single-photon counting. *New J. Phys.*, 6, 2004.
- [Rothwarf *et Taylor*, 1967] A Rothwarf et B.N. Taylor. Measurement of recombination lifetimes in superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 19(1) p. 27–30, 1967.
- [Saint-James, 1964] D.S. Saint-James. *J. de Physique*, 25 p. 899, 1964.
- [Sato *et al.*, 2000] H. Sato *et al.* Improved fabrication method for Nb/Al/AlO_x/Al/Nb Superconducting tunnel junctions as X-Ray Detector. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 39(Part 1, No 9A) p. 5090–4, 2000.
- [Savu *et al.*, 2004] V. Savu, C.M. Wilson, L. Frunzio, D.E. Prober, et R.J. Schoelkopf. Diffusion engineered quasiparticle multiplication for STJ single photon detectors. *Proc. of ASC 04*, 2004.
- [Semenov *et al.*, 1995] A. D. Semenov, R. S. Nebosis, Y. P. Gousev, M. A. Heusinger, et K. F. Renk. Analysis of the non-equilibrium photoresponse of the superconducting films to pulsed radiation by use of a two-temperature model. *Phys. Rev. B*, 52(1) p. 581–90, 1995.
- [Semenov *et al.*, 2001] A. D. Semenov, G. N. Gol'tsman, et A. Korneev. Quantum detection by current carrying superconducting film. *Physica C*, 351(4) p. 349–56, 2001.
- [Seshan, 2001] K. Seshan. *Handbook of thin film deposition processes and techniques (2nd edition)*. William Andrew Publishing, 2001.

- [Shah et Glocker, 1996] S. Ismat Shah et David Glocker. *Handbook of thin film process technology*. Institute of Physics Publishing, 1996.
- [Shiki et al., 2004] S. Shiki et al. Detection of single optical photon with STJ detectors in RIKEN. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 530–2, 2004.
- [Shiota et al., 1992] T. Shiota, T. Imamura, et S. Hasuao. Fabrication of high quality Nb/AlO_x-Al/Nb josephson junctions : III- annealing stability of AlO_x tunneling barriers. *IEEE Trans. on Appl. Superc.*, 2(4) p. 222–7, 1992.
- [Sobolewski et al., 2003] R. Sobolewski, A. Verevkin, G. N. Gol'tsman, A. Lipatov, et K. Wilsher. Ultrafast superconducting single-photon optical detectors and their applications. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 13(2) p. 1151–57, 2003.
- [Swanson et Tatge, 1953] H.E. Swanson et E. Tatge. *Natl. Bur. Stand (U.S.)*, Circ. 539(I) p. 29, 1953.
- [Szymkowiak et al., 1993] A.E. Szymkowiak, R.L. Kelley, S.H. Moseley, et C.K. Stahle. Signal processing for microcalorimeters. *J. Low Temp. Phys.*, 93(3-4), 1993.
- [Tae-Yong-Song et al., 2003] Tae-Yong-Song et al. Characterization of new avalanche photodiode array prototypes. In *2003 IEEE Nuclear Science Symposium*, 2003.
- [Takeuchi et al., 1999] S. Takeuchi, J. Kim, Y. Yamamoto, et H. H. Hogue. Development of high-quantum-efficiency single-photon counting system. *Appl. Phys. Lett.*, 74(8) p. 1063–5, 1999.
- [Tinkham, 1996] M. Tinkham. *Introduction to Superconductivity (2nd ed)*. McGraw-Hill, 1996.
- [Twerenbold, 1986] Damian Twerenbold. Nonequilibrium model of the superconducting tunneling junction X-rays detector. *Phys. Rev. B*, 34(11) p. 7748–59, 1986.
- [Ukibe et al., 2004] M. Ukibe, T. Ikeuchi, T. Zama, et M. Ohkubo. Aluminum thickness dependence of spatial profile in niobium-based superconducting tunnel junctions. *Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A*, 520(1-3) p. 260–2, 2004.
- [Usadel, 1970] K.D. Usadel. Generalized diffusion equation for superconducting alloys. *Phys. Rev. Lett.*, 26 p. 507–9, 1970.
- [Valatin, 1958] J.G. Valatin. *Nuovo Cimento*, 7 p. 843, 1958.
- [van den Berg, 1999] M.L. van den Berg. *Development of high resolution X-ray spectrometer based on Superconducting tunnel junctions*. Thèse, Universiteit Utrecht, 1999.
- [van der Paw, 1958] L.J. van der Paw. *Phillips Res. Rept.*, 13 p. 1, 1958.
- [Vasile et al., 1998] S. Vasile, P. Gothoskar, D. Sdrulla, et R. Farrel. Photons detection with high gain avalanche photodiode arrays. *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, 1998.
- [Verevkin et al., 2002] A. Verevkin, J. Zhang, R. Sobolewski, A. Lipatov, O. Okunev, G. Chulkova, A. Korneev, K. Smirnov, G. N. Gol'tsman, et A. Semenov. Detection efficiency of large active-area NbN single-photon superconducting detectors in the ultraviolet to near-infrared range. *Appl. Phys. Lett.*, 80(25) p. 4687–9, 2002.
- [Verhoeve et al., 2002] P. Verhoeve, N. Rando, A. Peacock, D. Martin, et R. den Hartog. Superconducting tunnel junction as photon counting imaging spectrometer from optical to the X-ray band. *Opt. Eng.*, (6) p. 1170–84, 2002.
- [Verhoeve, 2000] P. Verhoeve. UV/optical imaging spectroscopy with cryogenic detector. *Nucl. Instrum. Meth. in Phys. Res. A*, 444 p. 435–40, 2000.

- [Villégier *et al.*, 1999] J.-C. Villégier, B. Delaët, V. Larrey, S. Monso, P. Febvre, J.W. Tao, et G. Angenieux. Extraction of material parameters in NbN multilayer technology for RSFQ circuits. *Physica C*, 326-327 p. 133–43, 1999.
- [Villégier *et al.*, 2001] J.-C. Villégier, N. Hadacek, S. Monso, B. Delaët, A. Roussy, P. Febvre, G. Lamura, et J.-Y. Laval. NbN multilayer technology on R-plane sapphire. *IEEE Trans. on Appl. Superc.*, 11(1) p. 68–71, 2001.
- [Villégier, 1977] J.-C. Villégier. *Propriétés des jonctions niobium-oxyde-plomb, application à l'effet Josephson*. Thèse, Université scientifique et médicale, INPG, 1977.
- [Waks *et al.*, 2003] Edo Waks *et al.* Generation of photon number states. quant-ph/0308055, 2003.
- [Wasa *et Hayakawa*, 1992] Kiyotaka Wasa et S. Hayakawa. *Handbook of Sputter Deposition Technology*. William Andrew Publishing, 1992.
- [Wilson *et al.*, 2001] C.M. Wilson, L. Frunzio, K. Segall, L. Li, D.E. Prober, D. Schiminovitch, B. Mazin, C. Martin, et R. Vasquez. A new noise source in superconducting tunnel junction photon detector. *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, 11 p. 645, 2001.
- [Wilson *et al.*, 2003] C.M. Wilson, L. Frunzio, et D.E. Prober. Superconducting tunnel junction detectors for extreme ultraviolet applications. *IEEE Trans. Appl. Superconductivity*, 13(2) p. 1120–3, 2003.
- [Wilson, 2002] Christopher Morgan Wilson. *Optical/UV Single-Photon Spectrometer using Superconducting Tunnel Junction*. Thèse, Yale University, 2002.
- [Wlerick, 1987] G. Wlerick. Fifty years of the Lallemand electronic camera. *J. Opt.*, 18 p. 568–76, 1987.
- [Zehnder *et al.*, 1999] A. Zehnder, Ph. Lerch, S.P. Zhao, Th. Nussbaumer, E.C. Kirk, et H.R. Ott. Proximity effect in Nb/Al-AlO_x-Al/Nb superconducting tunneling junction. *Phys. Rev. B*, 59 p. 8875–86, 1999.
- [Zhang *et al.*, 2003] J. Zhang *et al.* Noninvasive CMOS circuit testing with NbN superconducting single-photon detectors. *Electron. Lett.*, 39(14) p. 1086–88, 2003.

Liste de publications

Revue à comité de lecture

- P. Feautrier, C. Jorel, J.-C. Villégier, B. Delaët, E. Lecoarer et A. Benoit. "Tantalum Superconducting Tunnel Junctions for Photon Counting Detectors". *AIP Conference Proceedings* **605** p. 151 (2002).
- C. Jorel, J.-C. Villégier, P. Feautrier et A. Benoit. "Tantalum Superconducting Tunnel Junctions for InfraRed photon counting". *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* Vol. **520** p. 516 (2004).
- R. Romestain, B. Delaët, P. Renaud-Goud, I. Wang, C. Jorel, J.-C. Villégier et J.-Ph. Poizat. "Superconducting niobium nitride hot electron bolometer for single photon counting". *New Journal of Physics* Vol. **6** p. 129 (2004).
- C. Jorel, P. Feautrier et J.-C. Villégier. "Tantalum Superconducting Tunnel Junction for photon counting detector". *Accepté pour publication dans IEEE Trans. on Appl. Superc. en janvier 2005*.

Actes de conférences

- C. Jorel, P. Feautrier, J.-C. Villégier et A. Benoit. "JSET en Tantale pour le comptage de photons infrarouges en astronomie". *Actes des JNRDM 2002*.
- C. Jorel, P. Feautrier, J.-C. Villégier et A. Benoit. "Tantalum Superconducting Tunnel Junctions for Photon Counting Detectors". *Journal de Physique IV*, vol. **12**, Pr3, p. 145 (2002).
- J.-C. Villégier, N. Hadacek, C. Jorel, J.-L. Thomassin, V. Bouchiat, M. Faucher, P. Febvre, A. Rousy et G. Lamura. "New developments in textured and epitaxial NbN superconducting layers for ultimate sensors and RSFQ digital circuits". *Journal de Physique IV*, vol. **12**, Pr3, p. 129 (2002).
- C. Jorel, J.-C. Villégier, P. Feautrier et A. Benoit. "Tantalum Superconducting Tunnel Junctions for near infrared photon counting". *WOLTE 6 proceedings* (2004).

Abstract

This work describes the development of S/Al-AlO_x-Al/S Superconducting Tunnel Junctions (STJ) to count photons for astronomical applications in the near-infrared. The incoming light energy is converted into excited charges in a superconducting layer (S, either Nb or Ta) with a population proportional to the deposited energy. The photon energy can thus be evaluated by integrating the tunnel current induced in a voltage biased junction at a very low temperature (100 mK). The performance of STJs for light detection is discussed in the first chapter and compared with the best performances obtained with other techniques based on either superconductors (Hot Electron Bolometers, Transiting Edge Sensors) or semiconductors (Avalanche Photodiodes, Photomultipliers, CCDs).

At the beginning of the thesis, a previous manufacturing process made it possible to obtain good quality Nb based junctions and preliminary results for photon counting. The objective of the thesis was to replace Nb as absorber with Ta, an intrinsically more sensitive material, and secondly to develop a new and more efficient manufacturing process.

We first focused on the optimization of the Tantalum thin film quality. Structural analysis showed that these films can be grown epitaxially by magnetron sputtering onto an R-plane sapphire substrate heated to 600°C and covered by a thin Nb buffer layer. Electrical transport measurement from room to low temperatures gave excellent Relative Resistive Ratios of about 50 corresponding to mean free path of the order of 100 nm.

Then, we conceived an original manufacturing process batch on 3 inch diameter sapphire substrate with five mask levels. These masks made it possible to produce single pixel STJs of different sizes (from 25*25 μm^2 to 50*50 μm^2) and shapes (some of the devices are rhombus- and others sine-shaped). We also produced multiple junctions onto a common absorber as well as 9-pixel arrays. Thanks to the development of this process we obtained a very large percentage of quality junctions (>90%) with excellent measured normal resistances of a few $\mu\Omega \cdot \text{cm}^2$ and low leakage currents of the order of one nA.

Finally, we have demonstrated the photon counting capability of these devices at the border of visible and near-infrared (0.78 μm) wavelengths. Better energy resolution can even be achieved by further improvements in the experimental set-up, showing that such detectors are very promising for low light level applications in ground based astronomy (optical or near-infrared) or alternatively for cryptography and telecommunication applications at 1,55 μm .

Résumé

Cette thèse présente la poursuite des travaux grenoblois de développement des Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel (JSET) de types S/Al-AlO_x-Al/S pour le comptage de photons individuels en vue d'applications astronomiques dans l'infrarouge proche. La couche supraconductrice S, en niobium ou en tantale dans notre cas, est photo-absorbante et permet la conversion de l'énergie d'un photon incident en une population de charges excitées dont le nombre est proportionnel à l'énergie déposée et la durée de vie suffisante pour qu'elles soient comptées par effet tunnel. Il suffit pour cela de polariser en tension des jonctions à très basse température (100mK) et d'intégrer les impulsions de courant tunnel photo-induit pour évaluer l'énergie absorbée. L'intérêt des JSET pour la détection lumineuse est discuté dans le premier chapitre au travers de la comparaison des techniques performantes actuelles, aussi bien à base de supraconducteurs (Bolomètres à transition supraconductrice, Bolomètres à électrons chauds) que classiques (Photo-Diodes à Avalanche, Photo-Multiplicateurs, CCD et CMOS).

Au démarrage de cette thèse, un procédé de fabrication avait permis d'obtenir des jonctions à base de niobium de bonne qualité et des résultats préliminaires en comptage de photons. L'objectif double était de passer à des jonctions à base de tantale, intrinsèquement plus sensibles, avec un nouveau procédé de fabrication collective plus performant. Dans un premier temps nous avons optimisé la qualité cristalline du dépôt de tantale. Les analyses structurales par rayons X montrent que ces films, déposés par pulvérisation cathodique magnétron à 600°C sur substrat saphir plan-R recouvert d'une sous couche de Nb sont épitaxiés suivant l'axe (100). Les mesures de transport électrique à basse température donnent d'excellents rapports résistifs relatifs (de l'ordre de 45) conduisant à des libres parcours moyens de l'ordre de 100 nm.

Dans un second temps, un nouveau procédé original de fabrication collective des jonctions a été imaginé et un jeu de 5 masques a été réalisé. Ces masques permettent la réalisation de jonctions individuelles de différentes tailles (de 25 par 25 μm à 50 par 50 μm) et formes (quelques dispositifs ont une géométrie en losange ou en forme sinusoïdale). Ils autorisent aussi la réalisation de jonctions multiples sur un absorbeur commun ou de réseau de 9 jonctions (pixels). Le développement de ce procédé et sa fiabilisation ont permis d'obtenir un très fort pourcentage (>90%) de jonctions de qualité. Nous avons ainsi obtenu d'excellentes résistances normales de quelques $\mu\Omega\text{cm}^2$ et de faible courant de fuite sous le gap de l'ordre du nA.

Enfin, nous avons mis en évidence le fonctionnement de ces dispositifs en comptage de photons à la frontière du visible et de l'infrarouge proche ($\lambda = 0,78 \mu\text{m}$). Et même si une meilleure résolution énergétique requiert encore quelques adaptations expérimentales, les détecteurs obtenus sont particulièrement prometteurs pour l'astronomie au sol, des rayons X à l'infrarouge, aussi bien que pour les télécommunications à 1,55 μm où les possibilités des JSET restent sans équivalent.