



**HAL**  
open science

**Des contacts point aux NanoSystèmes  
Electro-Mécaniques – NEMS – Réalisation et  
caractérisation de structures monoatomiques réglables**

Olivier Schecker

► **To cite this version:**

Olivier Schecker. Des contacts point aux NanoSystèmes Electro-Mécaniques – NEMS – Réalisation et caractérisation de structures monoatomiques réglables. Physique [physics]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG; Universität Konstanz, 2008. Français. NNT : . tel-00440501

**HAL Id: tel-00440501**

**<https://theses.hal.science/tel-00440501>**

Submitted on 11 Dec 2009

**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.



Thèse binationale de doctorat  
pour obtenir les grades de

**Docteur de l'INPG**  
*et de*  
**Dr. rer. nat.**



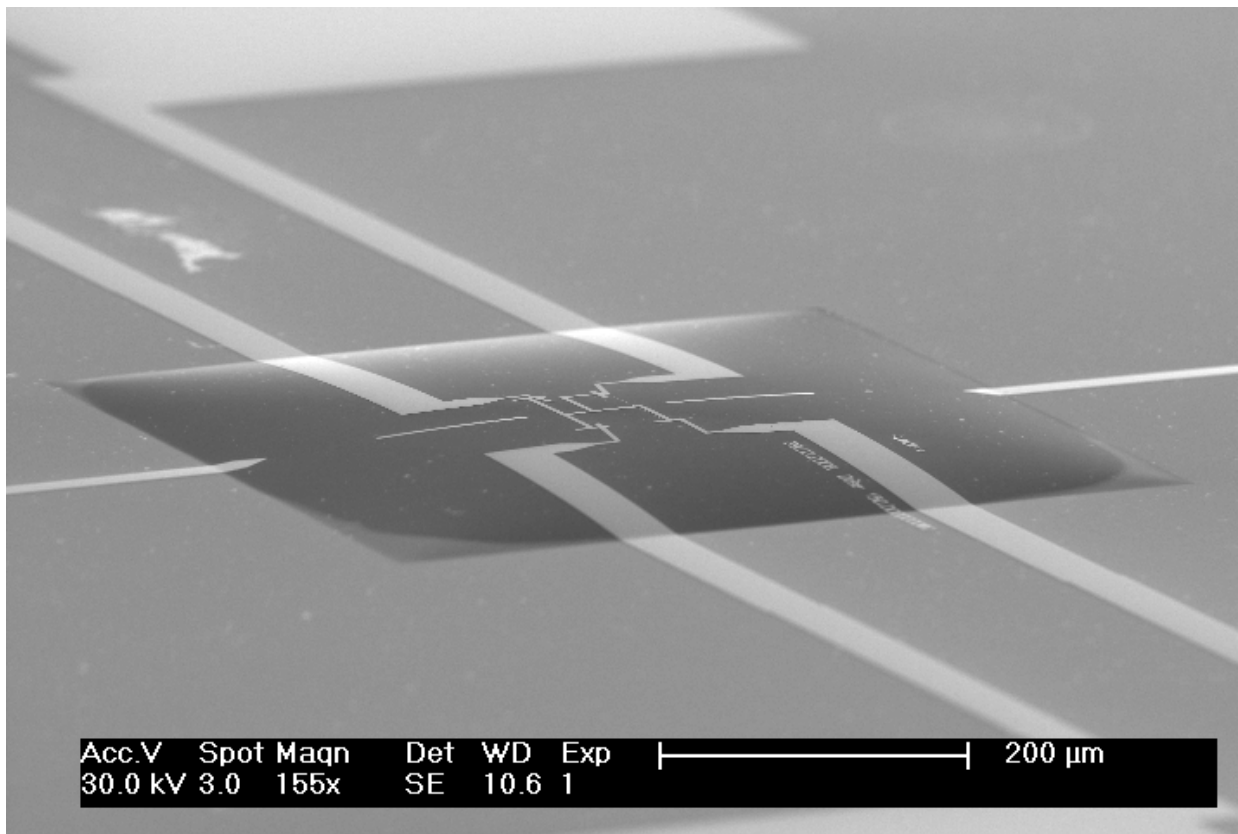
préparée entre  
l'Institut de Microélectronique, Electromagnétisme et Photonique - Laboratoire d'Hyperfréquences et de Caractérisation  
et le groupe de systèmes mésoscopiques - AG Scheer - de l'Université de Konstanz

présentée et soutenue publiquement  
par

**Olivier Schecker**

le 21 novembre 2008

# Des contacts points aux NanoSystèmes ElectroMécaniques - NEMS -



Réalisation et caractérisation de  
structures monoatomiques réglables



## **Résumé**

Einstellbare Ein-Atom-Kontakte können mit Hilfe von Bruch-Kontakten hergestellt werden. Bruch-Kontakte bestehen aus einer metallischen Leiterbahn, welche auf ein Substrat gedampft wird. Diese Leiterbahn besitzt lokal eine unterätzte Verengung, welche eine freitragende Brücke bildet. Durch Biegen des Substrats, kann der unterätzte Teil der Leiterbahn so gedehnt werden, daß ein aus einzelnen Atomen bestehender Kontakt, eingestellt werden kann.

Die hier präsentierte Forschungsarbeit ist in zwei Teile gegliedert. In einem ersten Abschnitt wurden einfache Bruch-Kontakte auf Bronze Substraten bei sehr tiefen Temperaturen untersucht. Durch die Messung multipler Andreev-Reflexionen kommen wir zu dem Schluss, daß Aluminium-Kontakte, im Gegensatz zu Gold-Kontakten, keine längeren Ketten als Dimere bilden. Weiter wurde eine Ein-Elektron-Transistor (SET) Struktur bei sehr tiefen Temperaturen untersucht.

Im zweiten Abschnitt der Arbeit wurden Strukturen untersucht, welche aus einem oder zwei Bruch-Kontakten auf Siliziummembranen bestehen. Diese Strukturen bilden Nano-Elektro-Mechanische Systeme oder NEMS genannt, welche mittels integrierbarer Technologie hergestellt werden. Monokristalline Siliziummembranen, mit einer Dicke von nur 340 nm, wurden mittels SOI-Substraten hergestellt. Die mechanischen — statischen und dynamischen — Eigenschaften dieser Membranen wurden untersucht. Zum Antrieb der Bruch-Kontakte wurden verschiedene auf Piezos basierende Mechaniken entwickelt. Diese ermöglichen Messungen sowohl bei Raumtemperatur als auch bei sehr tiefen Temperaturen, wobei jeder Bruch-Kontakt auf ein und derselben Membran individuell angesteuert werden kann. Der Einfluss von Laserlicht auf die Leitfähigkeit von Bruch-Kontakten wird studiert, wobei die Bestrahlung zu einer Erhöhung der Leitfähigkeit führt. Ein Einfluss des Substrats kann durch die Verwendung von dünnen Siliziummembranen ausgeschlossen werden und ein Teil der gemessenen Leitwerterhöhung wird dem Effekt der Photonen unterstützten Transmission zugeschrieben.

In dieser Arbeit wird die Technik der Bruch-Kontakte, welche ursprünglich für die Grundlagenforschung eingesetzt wurde, auf Silizium Membranen übertragen, wodurch eine Verwendung als elektromechanische Sensoren ermöglicht wird.

The study of adjustable atomic contacts is made possible by the use of break-junctions. A break-junction is constituted of a metallic conductor, aluminum or gold for example, which has been deposited on a substrate. This conductor locally possesses an underetched constriction forming a suspended bridge. When bending the substrate this constriction can be stretched in a controlled way. By this means, the stretching of the conductor can be adjusted in such a way, that a contact made of single atoms is stabilized.

This research work is subdivided into two parts. On the one hand, single aluminum break-junctions made on bronze substrates were studied at very low temperatures. Using the phenomenon of multiple Andreev reflections we conclude that aluminum, in contrast to gold, does not form monoatomic chains longer than a dimer. A single electron transistor (SET) structure was also characterized at very low temperatures.

On the other hand, a system composed of one or two break-junctions on a monocrystalline silicon membrane was developed and characterized at room temperature. This system forms a nano-electro-mechanical-system, named NEMS, integrable in silicon technology. Membranes of a thickness of just 340 nm, were fabricated out of SOI substrates. The mechanical — static and dynamic — properties of these membranes were studied. Several stable mechanics based on the use of a tip mounted on a piezo were developed. These allow us to address each break-junction on a common membrane individually, both at room temperature and at very low temperature. The effect of laser light on the conductance of a break-junction, which leads to a conductance increase, was studied. The influence of the substrate can be excluded through the use of silicon membranes. The conductance variation is associated with the phenomenon of photoassisted transport.

In this work break-junctions initially designed for fundamental physics were integrated on silicon membranes allowing them to be used as electromagnetic sensors.

L'étude de contacts atomiques ajustables est rendue possible par la réalisation de jonctions à cassure. Ce type de structure est constitué d'un conducteur métallique, tel que l'aluminium ou l'or, déposé sur un substrat, et dans lequel une constriction localement sous-gravée forme un pont suspendu. En déformant le substrat, cette constriction est étirée de façon contrôlée. De cette manière l'étirement de la jonction peut être stabilisé au stade d'un contact de taille atomique.

Le travail de recherche présenté ici est scindé en deux parties. D'une part, des jonctions à cassure simples en aluminium sur substrat en bronze ont été étudiées aux très basses températures. A l'aide du phénomène de réflexions d'Andreev nous arrivons à la conclusion que l'aluminium, à l'inverse de l'or, ne forme pas de chaînes monoatomiques plus longues qu'un dimère. Une structure double de type transistor à un électron (SET) a également été mesurée aux très basses températures.

D'autre part, un système composé d'une ou de deux jonctions à cassure sur membranes fines en silicium monocristallin a été développé et caractérisé à température ambiante. Ce système constitue un nanosystème électromécanique, ou NEMS, intégrable en technologie silicium. Des membranes, d'une épaisseur de 340 nm seulement, ont été fabriquées à partir de substrats SOI. Les propriétés mécaniques statiques et dynamiques de ces membranes sont étudiées. Plusieurs actionnements mécaniques stables, constitués d'une pointe déplacée par un piézo, ont été développés. Ils permettent à chaque jonction à cassure sur membrane d'être adressée individuellement, y compris aux très basses températures. L'influence d'une illumination en lumière laser sur la conductance de contacts point en or est étudiée. Une augmentation de la conductance est mesurée. L'influence du substrat peut être exclue grâce à l'utilisation de membranes fines. Cet effet est relié à un phénomène de transmission assistée par photons.

Dans ce travail, des jonctions à cassure, initialement développées pour la physique fondamentale, sont intégrées sur des membranes en silicium, permettant ainsi une utilisation en tant que capteurs électromécaniques.

# Table des matières

<b>I</b>	<b>Théorie et travaux antérieurs</b>	<b>11</b>
<b>1</b>	<b>Transport électrique au travers de structures de taille atomique</b>	<b>12</b>
1.1	La formule de Landauer . . . . .	12
1.2	La conduction au niveau atomique . . . . .	15
1.2.1	Le principe des courbes d'ouverture et de fermeture . . . . .	15
1.2.2	Spécificité des canaux de conduction . . . . .	16
1.2.3	Histogrammes . . . . .	17
1.2.4	Directions cristallographiques de l'aluminium . . . . .	21
1.2.5	Les orbitales de l'aluminium . . . . .	23
1.2.6	Inclinaison du dernier plateau de l'aluminium . . . . .	23
<b>2</b>	<b>Le transistor à un électron</b>	<b>28</b>
2.1	Conditions générales . . . . .	29
2.2	Considérations nécessaires à la compréhension des caractéristiques d'un SET . . . . .	29
2.3	Influence de la supraconductivité et de la température sur la conduction d'un SET . . . . .	33
2.4	Régime des hautes transmissions . . . . .	35
<b>II</b>	<b>Basses températures</b>	<b>39</b>
<b>1</b>	<b>Supraconductivité</b>	<b>41</b>
1.1	La jonction NS . . . . .	42
1.2	La sur-fusion en champ magnétique . . . . .	45
1.2.1	Energie de condensation . . . . .	46
1.2.2	Calcul du champ thermodynamique critique . . . . .	48
1.2.3	Limites de la sur-fusion . . . . .	49
1.3	Effet de proximité . . . . .	52
1.4	Réflexions d'Andreev multiples . . . . .	54
1.5	Détermination des canaux de conduction . . . . .	56

<b>2</b>	<b>Dispositif expérimental</b>	<b>60</b>
2.1	Fonctionnement général du cryostat à dilution . . . . .	60
2.1.1	Propriétés des isotopes $^3\text{He}$ et $^4\text{He}$ . . . . .	60
2.1.2	Le réfrigérateur . . . . .	61
2.2	Câbles électriques . . . . .	65
2.2.1	Conductivité thermique des câbles . . . . .	65
2.2.2	Câbles simples et coaxiaux . . . . .	66
2.2.3	Filtres à poudre de cuivre . . . . .	67
2.3	Banc de mesure du cryostat . . . . .	70
2.3.1	Principe de câblage . . . . .	70
2.3.2	Appareillage . . . . .	72
2.3.3	Actionnement des jonctions à cassure . . . . .	73
2.4	Réalisation des structures . . . . .	74
2.4.1	Structures simples . . . . .	74
2.4.2	Structures doubles . . . . .	75
<b>3</b>	<b>Résultats</b>	<b>81</b>
3.1	Caractérisation du cryostat . . . . .	81
3.1.1	Comparaison des gaps de l'aluminium . . . . .	82
3.1.2	Le champ magnétique critique de l'aluminium . . . . .	85
3.2	Caractérisation d'une jonction en aluminium . . . . .	88
3.2.1	Double saut en champ magnétique . . . . .	88
3.2.2	Température critique . . . . .	89
3.2.3	Saut en courant électrique . . . . .	91
3.3	Courbes d'ouverture et de fermeture . . . . .	93
3.3.1	Principe . . . . .	93
3.3.2	Stabilité de la mesure et conductance tout au long d'une orbitale . . . . .	95
3.3.3	Histogramme des conductances . . . . .	96
3.3.4	Sauts dans la conductance du dernier plateau . . . . .	98
3.4	Réflexions d'Andreev dans les jonctions en aluminium . . . . .	100
3.5	Correspondance entre mesure et ajustement des réflexions d'Andreev	102
3.5.1	Détermination du gap de l'aluminium . . . . .	107
3.6	Canaux de transmission dans les jonctions simples . . . . .	107
3.6.1	Calculs théoriques de possibles configurations de contacts monoatomiques . . . . .	108
3.6.2	Mesures des canaux de conduction . . . . .	113
3.6.3	Arguments pour un déplacement en slip-stick . . . . .	117
3.6.4	Probabilité d'apparition des canaux de conduction . . . . .	118
3.7	Blocage de Coulomb dans les transistors à un électron . . . . .	119



<b>III</b>	<b>Température ambiante</b>	<b>130</b>
<b>1</b>	<b>Réalisation et actionnement des structures</b>	<b>131</b>
1.1	Membranes . . . . .	132
1.1.1	Deep Reactive Ion Etching . . . . .	132
1.1.2	Gravure KOH . . . . .	134
1.1.3	Comparaison des gravures . . . . .	135
1.2	Jonctions à cassure sur membranes . . . . .	137
1.3	Mécaniques principales . . . . .	138
<b>2</b>	<b>Mesures et résultats</b>	<b>144</b>
2.1	Oxydation de la membrane . . . . .	144
2.2	Déformation statique de la membrane . . . . .	146
2.2.1	Principe de mesure de déformation . . . . .	146
2.2.2	Déformation sous l'effet de l'oxyde natif . . . . .	147
2.2.3	Déformation sous l'effet d'une sous-pression . . . . .	150
2.2.4	Déformation sous l'effet d'un piston . . . . .	154
2.3	Déformation dynamique en vibrations . . . . .	155
2.3.1	Vitesses de propagation . . . . .	155
2.3.2	Fréquences "propres" . . . . .	158
2.4	Ouverture d'une jonction à cassure sur membrane . . . . .	165
2.4.1	Publication . . . . .	165
2.4.2	Mécanique basses températures . . . . .	171
2.5	Mesures de conduction électrique en lumière laser . . . . .	172
2.5.1	Discussion des effets possibles lors de l'irradiation laser de contacts atomiques . . . . .	172
2.5.2	Banc de mesure en lumière laser . . . . .	173
2.5.3	Influence de la lumière laser sur la conductance d'une jonction à cassure . . . . .	174
2.5.4	Absorption et influence de la membrane sur le courant électrique induit par Laser . . . . .	174
<b>IV</b>	<b>Annexes</b>	<b>191</b>
<b>A</b>	<b>Température critique de l'aluminium en fonction des impuretés contenues</b>	<b>192</b>
<b>B</b>	<b>Données numériques concernant l'aluminium</b>	<b>194</b>
<b>C</b>	<b>Calcul d'une caractéristique I(V) Skalski</b>	<b>197</b>
<b>D</b>	<b>Câblage du Cryostat</b>	<b>199</b>
<b>E</b>	<b>Vitesse d'oxydation du silicium</b>	<b>201</b>

Wir verlangen, das Leben müsse  
einen Sinn haben - aber es hat nur  
ganz genauso viel Sinn, als Wir ihm  
selber zu geben imstande sind.

---

*Hermann Hesse*

Das Glasperlenspiel

Au fond de l'Inconnu pour trouver  
du nouveau!

---

*Charles Baudelaire*

Les fleurs du Mal - Le Voyage

## Introduction

La connaissance des caractéristiques physiques des atomes en contact avec un substrat constitue la clef de voûte de la compréhension et de l'utilisation des propriétés de nanostructures. Ces propriétés diffèrent aussi bien de celles d'atomes isolés que de celles d'atomes dans un objet macroscopique. A l'échelle du nanomètre, les structures étudiées en microélectronique et en physique fondamentale ne diffèrent pratiquement plus. Dans cette thèse, nous étudions les propriétés électriques, électro-optiques et mécaniques d'atomes uniques ainsi que de petits groupements d'atomes reliés à des ensembles macroscopiques.

Le but de ce travail est d'avancer dans la réalisation d'un nano-système électromécanique (NEMS). Le système que nous avons développé est celui d'une structure de type transistor, commandable à l'aide d'un minimum de charge (jusqu'à une charge unique) et ajustable mécaniquement. L'ajustement mécanique consiste à contrôler l'ouverture et donc la conductance de contacts électriques de type jonction à cassure.

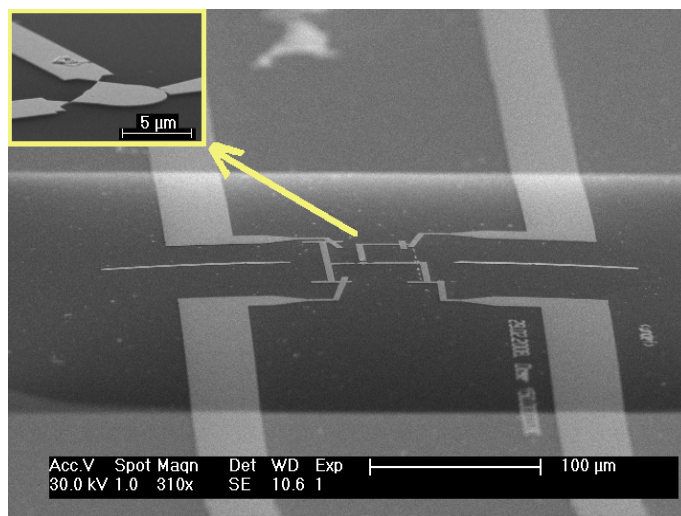


FIG. 1 – Double jonction à cassure avec îlot sur membrane constituant un NEMS.

Afin de caractériser les jonctions à cassures, un cryostat à dilution a été mis en route. Cette mise en fonctionnement consistait à réaliser et concevoir le câblage, à installer des filtres, à construire une mécanique basses températures et à réaliser un banc de mesures et de contrôle du système. Ce travail, réalisé avec succès (température électronique de l'ordre de 100 mK), a été la tâche principale de la thèse. En parallèle, la fabrication de jonctions à cassures a été optimisée, et une structure double de jonction à cassure/jonction tunnel déposée par évaporation en incidence rasante a été réalisée et mesurée en fin de thèse.

A côté de cela, des membranes nanométriques de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur en silicium monocristallin ont été fabriquées. Sur ces nouveaux substrats ont été réalisées des jonctions à cassure permettant de mesurer les caractéristiques monoatomiques d'atomes d'or et de platine. Ces structures ont été actionnées à l'aide d'une construction de vis micrométriques et d'un actionneur piézoélectrique de type slip-stick. Des mesures en lumière laser ont également été conduites. Ces mesures nous ont permis d'étudier l'influence des photons sur la conduction électrique de quelques atomes. Enfin, l'utilisation de membranes a permis d'étendre considérablement le domaine d'utilisation des jonctions à cassures, initialement étudiées sur substrat métallique. Ainsi, une structure de type SET, créée à partir de deux jonctions à cassure entre lesquelles se trouve un îlot (voir la figure 1) a été fabriquée. Chaque jonction peut être ajustée individuellement en fonction de la position du piston contrôlant la déformation en face arrière de la membrane [R Wa 08].

La thèse est scindée en trois parties distinctes. La première traite de la théorie nécessaire à la thèse en général. La seconde traite des questions ayant trait aux jonctions à cassure sur substrat de bronze aux basses températures et la troisième traite des membranes en silicium sur lesquelles ont été réalisées et mesurées des jonctions à cassure à température ambiante.

## **Avant propos**

Avant de passer au corps du sujet, je me permets encore de décrire en quelques mots, pour qui ne connaît pas le domaine des très basses températures, le cheminement vers un cryostat qui "fonctionne". Sans ce travail intensif de mise en fonctionnement (le cryostat en question n'avait jamais encore été utilisé pour faire des mesures aux très basses températures, et son refroidissement était très incertain) ainsi que de mise en place de l'appareillage, aucune mesure n'aurait été possible.

Il a fallu tout d'abord déboucher le système  $^3He/^4He$ , découpler électriquement "l'armoire" contenant les pompes et le compresseur, réaliser des câbles et filtres pour ensuite recâbler l'intégralité du cryostat, redéfinir les tubes nécessaires au pompage et ceux utilisés par les câbles, trouver l'origine des "humeurs" du cryostat (l'une d'entre elles étant que sa capacité à condenser dépend fortement du niveau de remplissage en  $^4He$  liquide), réaliser et tester les mécaniques de cassure, mettre en place une mesure basses tensions à l'aide d'amplificateurs à haute impédance d'entrée sur lesquels sont branchés les lock-ins, trouver la meilleure façon de d'appliquer les basses tensions nécessaires à la mesure, sans oublier la conception et la fabrication des différents échantillons.

Bref, les basses températures sont un domaine dont l'accès est très loin d'être simple.

# Bibliographie

- [R Wa 08] R. Waitz — O. Schecker, and E. Scheer. “Nanofabricated adjustable multicontact devices on membranes”. *Review of Scientific Instruments*, Vol. 79, No. 9, p. 093901, 2008.

**Première partie**

**Théorie et travaux antérieurs**

[...]the conductance of the system goes to  $N\frac{e^2}{h}$ , not to infinity; i.e., the resistance of a "perfect" conductor is not zero [...]. This feature [...] was considered very puzzling and suspicious by many researchers (at least one of the present authors included)

---

*D. Stone & A. Szafer 1988, about the Landauer Formula [Ston 88]*

## Chapitre 1

# Transport électrique au travers de structures de taille atomique

A la différence des structures macroscopiques, la conduction de structures de dimension nanométrique est soumise à la quantification. Cette quantification, directement reliée au nombre de niveaux d'énergie conduisant le courant électrique, porte également une information plus subtile que la simple réduction du nombre de niveaux dans un cristal de petite dimension. Dans un premier temps nous allons présenter quelques propriétés contre intuitives de cette conduction. Nous verrons dans un second temps ce que cette conduction peut nous apprendre sur la "chimie" des atomes eux-mêmes.

### 1.1 La formule de Landauer

En 1957<sup>1</sup>, Rolf Landauer publiait un article [Land 57] dans lequel il proposait que la conduction d'un conducteur monodimensionnel entre deux réservoirs avec dissipation soit donnée par la formule 1.1<sup>2</sup>:

$$g = \frac{e^2}{h} \cdot \frac{T}{R} \quad (1.1)$$

De par sa simplicité, cette formule eut un grand succès, et de nombreuses dérivations suivirent. La forme actuelle de cette équation<sup>3</sup> décrit la conductance d'un étroit conducteur entre deux réservoirs d'électrons avec une différence de densité  $\delta n$ , comme schématisé dans la figure 1.1a.

---

1. Pour un historique détaillé de la formule de Landauer, voir [Ston 88].

2. T et R sont les coefficients de transmission et de réflexion du conducteur, lequel est traité comme un centre unique de diffusion avec une seule direction de spin.

3. Pour plus de détails, voir [Agra 03], [Been 91]

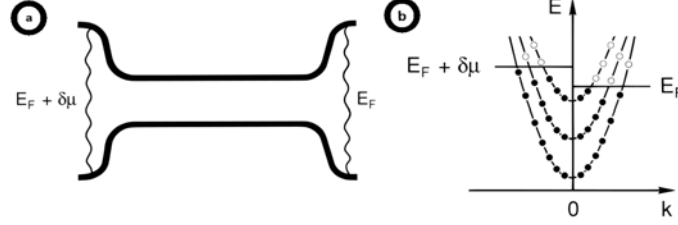


FIG. 1.1 – a) Conducteur étroit reliant deux réservoirs avec une différence de potentiel chimique  $\delta\mu$  b) Schéma de la relation de dispersion dans le conducteur. Les états occupés (en noir) à gauche ont une énergie  $E_F + \delta\mu$ , et ceux à droite ont une énergie  $E_F$ . Les points blancs schématisent les états non occupés libres [Been 91]

De part la différence  $\delta\mu$ , un courant  $J$  va circuler, généré par les électrons ayant une énergie comprise entre  $E_F + \delta\mu$  et  $E_F$ . Pour  $\delta n$  petit (densité d'états constante), la différence d'énergie de Fermi  $\delta\mu$  est donnée par:  $\delta\mu = \frac{\delta n}{\rho(E_F)}$  avec  $\rho(E_F)$  la densité d'états à l'énergie  $E_F$  dans les réservoirs. Si l'on considère maintenant — comme pour la relation d'Einstein — que la somme du courant de diffusion  $J = \tilde{D}\delta n$  et du courant de conduction  $\frac{GV}{e}$  doit être nulle à l'équilibre thermodynamique<sup>4</sup>, on obtient l'équation 1.2.

$$G = e^2 \rho(E_F) \tilde{D} \quad (1.2)$$

Afin de calculer la constante de diffusion  $\tilde{D}$ , nous considérons le conducteur de la figure 1.1, c'est-à-dire un conducteur idéal, sans possibilité pour un électron d'être réfléchi lors de sa propagation du réservoir de gauche à celui de droite. La quantité de courant de diffusion par intervalle d'énergie (pour les électrons de gauche avec un nombre d'onde  $k < 0$ ) dans un mode  $n$ , est le produit de la densité d'états  $\rho_n^-$  et de la vitesse de groupe  $v_n$ .

En partant de la densité d'états à une dimension 1.3, on arrive à 1.4<sup>5</sup> pour les états avec<sup>6</sup>  $k < 0$ .

$$d(E)dE = \frac{2}{2\pi} \cdot dk = \frac{m}{\pi\hbar} \frac{1}{\sqrt{2mE}} dE \quad (1.3)$$

4. L'équilibre thermodynamique est donné par  $eV + \frac{\delta n}{\rho(E_F)} = 0$ , ce qui signifie que la tension est égale à la différence entre les énergies de Fermi

5. Ici avec  $g_s$  la dégénérescence de spin

6. Le nombre d'onde  $k < 0$  (électrons allant de droite à gauche dans la figure 1.1) correspond au signe moins dans  $\rho_n^-$ , inversement  $k > 0$  correspond à  $\rho_n^+$ . Nous considérons les états occupés de gauche dans la figure 1.1 qui se "déversent" dans les états libres de droite. La densité d'états est calculée dans l'intervalle énergétique défini par la différence en énergie entre les deux réservoirs dans la figure 1.1



$$\rho_n^- = g_S \left( 2\pi \frac{dE_n(k)}{dk} \right)^{-1} = g_S \frac{m}{2\pi\hbar^2} \left( \frac{\hbar^2}{2m(E - E_n)} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.4)$$

Afin de calculer le courant de diffusion, il nous faut encore la vitesse de groupe moyenne le long du canal dans l'état  $|n, k\rangle$ , définie comme l'espérance de l'opérateur de vitesse  $\mathbf{p} + e\mathbf{A}$ :

$$v_n(k) \equiv \left\langle n, k \left| \frac{p_x + eA_x}{m} \right| n, k \right\rangle = \left\langle n, k \left| \frac{\partial \mathcal{H}}{\partial p_x} \right| n, k \right\rangle = \frac{dE_n(k)}{\hbar dk} \quad (1.5)$$

avec  $\mathbf{p}$  l'impulsion,  $\mathbf{A}$  le potentiel vecteur et  $\mathcal{H}$  l'hamiltonien correspondant. C'est ainsi que nous obtenons 1.6:

$$J_n = \rho_n^- \cdot v_n = \int_{E_F}^{E_F + \delta\mu} g_S \left( 2\pi \frac{dE_n(k)}{dk} \right)^{-1} \frac{dE_n(k)}{\hbar dk} = \frac{g_S}{h} \delta\mu \quad (1.6)$$

Nous pouvons voir dans l'équation 1.6 que  $J_n$  est indépendant du mode  $n$  et de l'énergie de Fermi. Ainsi le courant dans le conducteur est divisé également entre les  $N$  modes existant à l'énergie de Fermi. Ceci est la règle d'équipartition des canaux de conduction. Elle est à l'origine de la quantification de la conductivité dans les contacts ponctuels.

Si l'on considère maintenant que les électrons peuvent être diffusés dans le conducteur, c'est-à-dire qu'une fraction  $T_n$  de  $J_n$  est transmise dans le réservoir de droite, alors le courant de diffusion total est donné par 1.7.

$$J = \frac{g_S}{h} \delta\mu \sum_{n=1}^N T_n \quad (1.7)$$

Enfin, à l'aide de  $\delta\mu = \frac{\delta n}{\rho(E_F)}$ , de  $J = \tilde{D} \delta n$ , de la relation 1.2 et d'une dégénérescence de spin  $g_S = 2$ , nous arrivons à la formule de Landauer 1.8.

$$G = \frac{2e^2}{h} \sum_{n=1}^N T_n \quad (1.8)$$

Chacun de ces "canaux de conduction" ainsi définis a une résistance minimale ( $T_n = 1$ ) de  $R_0 = \frac{1}{G_0} = 12,9 \text{ k}\Omega$ .

Those who cannot accept the notion that a perfect conductor can be said to have a finite resistivity [...], will perhaps be consoled by the thought that because  $R_0$  is a contact resistance [...], the resistivity [...] does indeed go to zero as the sample size goes to infinity.

---

*D. Stone & A. Szafer 1988, about the Landauer Formula [Ston 88]*

## 1.2 La conduction au niveau atomique

Classiquement l'on s'attend à ce que le nombre de vecteurs d'onde  $\vec{k}$  dans un cristal dépende de la taille de ce même cristal; le vecteur réciproque le plus petit étant donné par  $|k| = \frac{2\pi}{d}$  avec  $d$  la distance interatomique. Dans cette description n'est incluse aucune spécificité du matériau considéré. Ce type de quantification de la conductance est vérifié dans les hétérostructures semiconductrices de type gaz d'électrons 2D [Wees 88] [Whar 88]. Si l'on regarde maintenant la conduction au niveau atomique dans les métaux, nous trouvons là aussi que la conduction est quantifiée en unités de conductance de l'ordre de  $G_0$ . Cette circonstance a amené un certain nombre d'auteurs à interpréter les sauts de conductance comme une quantification due à la taille de l'échantillon.

### 1.2.1 Le principe des courbes d'ouverture et de fermeture

Expérimentalement tout comme théoriquement, la mesure de la quantification de la conductivité fonctionne de la manière suivante:

On part d'un conducteur linéaire présentant une constriction à un endroit donné. Lorsque le conducteur est soumis à une force de traction, l'influence de celle-ci est la plus forte à l'endroit de plus faible résistance mécanique: la constriction est étirée. Juste avant le point de rupture, cette constriction n'est plus constituée que de quelques atomes au travers desquels le passage du courant électrique peut être soit mesuré pour un échantillon réel, soit simulé pour un "échantillon numérique" (Voir figure 1.2).

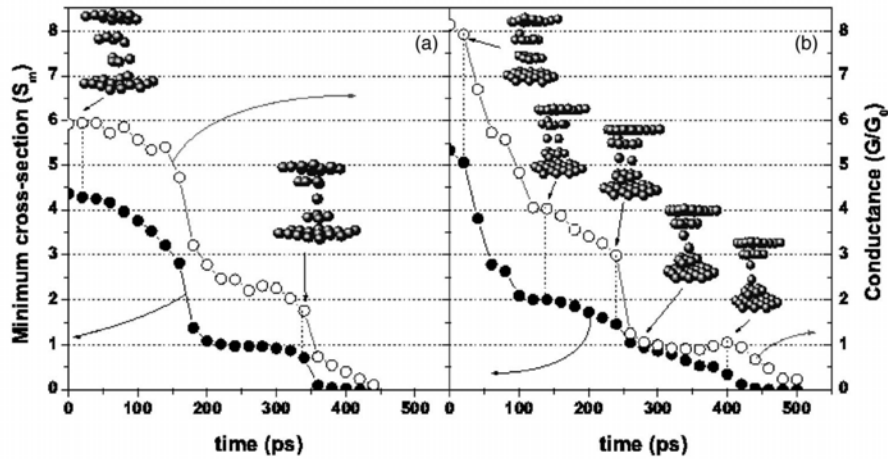


FIG. 1.2 – Simulation *Ab Initio* d'une rupture de jonction en aluminium [Hasm 05]. (a) et (b) sont deux scénarios de déformation distincts.

Cette mesure est appelée *courbe d'ouverture*. La mesure équivalente, pendant laquelle le contact est refermé (c'est-à-dire la tension mécanique relâchée), est appelée *courbe de fermeture*. La structure conductrice comprenant une constriction est appelée *jonction à cassure*. Notons que par la suite nous allons considérer l'effet de supraconductivité, mais que les courbes d'ouvertures d'une jonction à cassure sont toujours mesurées pour un conducteur normal. Il faut donc rendre le conducteur normal avant de pouvoir réaliser une telle caractéristique.

## 1.2.2 Spécificité des canaux de conduction

Dans les métaux, le nombre de canaux de conduction (section 1.1) est déterminé par le nombre d'électrons de valence du matériau considéré (voir [Sche 98]). Ainsi l'or possède la configuration électronique  $4f^{14}5d^{10}6s^1$  avec une orbitale  $5d$  entièrement pleine. Le dernier plateau de conductance de l'or est ainsi porté par un seul canal donné par l'orbitale  $6s^1$ . Pour le dernier plateau de l'aluminium ( $3s^23p^1$ ) nous pouvons associer les trois canaux existants à une orbitale de type  $sp_z$  et à deux orbitales dégénérées (pour des raisons de symétrie) de type  $p_x$  et  $p_y$  (Voir figure 1.3).

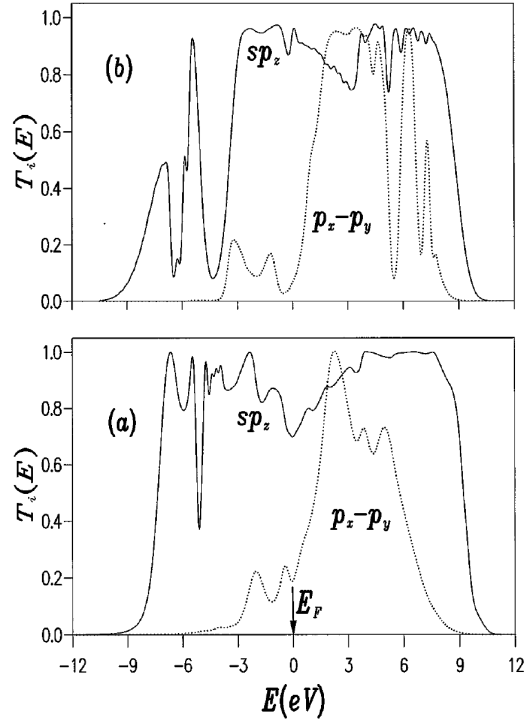


FIG. 1.3 – Transmission des orbitales d'un contact atomique en aluminium en fonction de l'énergie. a) pour un contact court - b) pour un contact long — déterminés par le nombre  $M$  de couches atomiques simulées. Un contact court signifie  $M = 1$ , soit un atome entre deux électrodes, et un contact long signifie  $M \rightarrow \infty$ . A l'énergie de Fermi nous avons toujours une forte participation de l'orbitale  $sp_z$  et une faible participation des deux canaux dégénérés  $p_x - p_y$ . [Cuev 98b]

En conclusion le nombre maximum de canaux de transmission d'un contact monoatomique est une propriété du matériau considéré<sup>7</sup>.

### 1.2.3 Histogrammes

Bien que chaque création d'un contact atomique soit différente, c'est-à-dire que chaque courbe d'ouverture et de fermeture diffère l'une de l'autre, il est possible de dire que chaque matériau adopte des configurations préférentielles lors des courbes d'ouvertures.

7. Pour le plomb ( $4f^{14}5d^{10}6s^26p^2$ ) pour lequel on trouve quatre électrons ( $6s^2$  et  $6p^2$ ) sur la bande de valence, quatre canaux de conduction ont été mesurés et simulés (les canaux 2 et 3 sont dégénérés). Enfin pour le niobium ( $5s^14d^4$ ) cinq canaux de conduction ont été simulés et mesurés (Les modes 2-3 ainsi que 4-5 sont respectivement dégénérés) [Sche 98] [Cuev 98b]

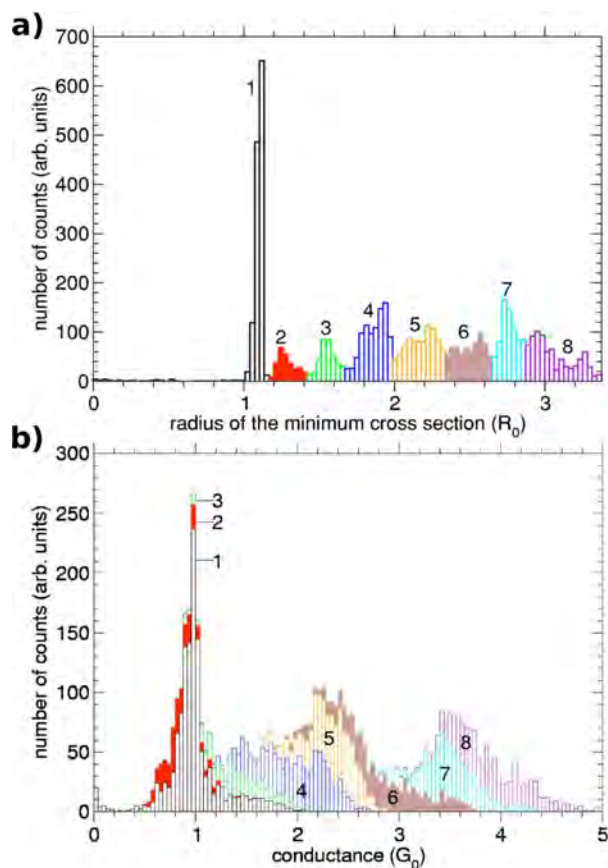


FIG. 1.4 – Histogrammes calculés à partir de courbes d’ouvertures d’un contact en or.

b) Histogramme des conductances avec apport des différents rayons de contact [Dreh 05]

a) Histogramme de la taille des contacts en unité du rayon atomique  $R_0$ . La sur-structure dans l’histogramme (a) — indiquée par les différentes couleurs et différents chiffres — vient probablement, d’après l’auteur, d’un effet d’orbitales magiques (closed shell). On retrouve un effet semblable pour des rayons plus grands dans Na [Yans 99] [Yans 00] et dans Au [Mare 04] [Medi 03]. En ce qui concerne le pic à  $1G_0$ , ce dernier est dû aux chaînes de l’or qui ont toutes un rayon autour de  $R_0$ .

Ces contacts préférentiels peuvent être reliés au nombre d’orbitales du métal considéré. Bien que ce lien ne soit pas trivial, les apports de chaque type de contact à un plateau donné ont pu être calculés. Dans le cas de l’or [Dreh 05], les résultats des simulations donnés dans la figure 1.4 montrent que le nombre d’atomes participant à un contact de conductance donnée, augmente avec la conductance. Si l’on considère une jonction à un atome jusqu’à  $1,5 R_0$ , une jonction à deux atomes

entre  $1,5 R_0$  et  $2,5 R_0$  et ainsi de suite, le premier maximum de l'histogramme des conductances de l'or à  $1 G_0$  est uniquement constitué de contacts à un atome et le second maximum à  $2 G_0$  se divise déjà en contacts 2 et 3 atomes.

Pour l'aluminium [Hasm 05], on trouve pour une épaisseur de contact atomique d'un atome, deux contacts possibles. Dans la figure 1.5 (b) pour  $N_a = 1$ , nous voyons un maximum à environ  $2 G_0$  et un autre à  $1 G_0$ . La configuration monomère est représentée en 1.6 (a), et la configuration dimère en 1.6 (c). D'après 1.5 et d'après la transmission donnée en 1.6 (b), la conductance de  $2 G_0$  est uniquement attribuée à un monomère et avec 1.5 et 1.6 (d), la conductance de  $1 G_0$  est attribuée à un dimère, mais peut-être aussi attribué à une chaîne plus longue<sup>8</sup>.

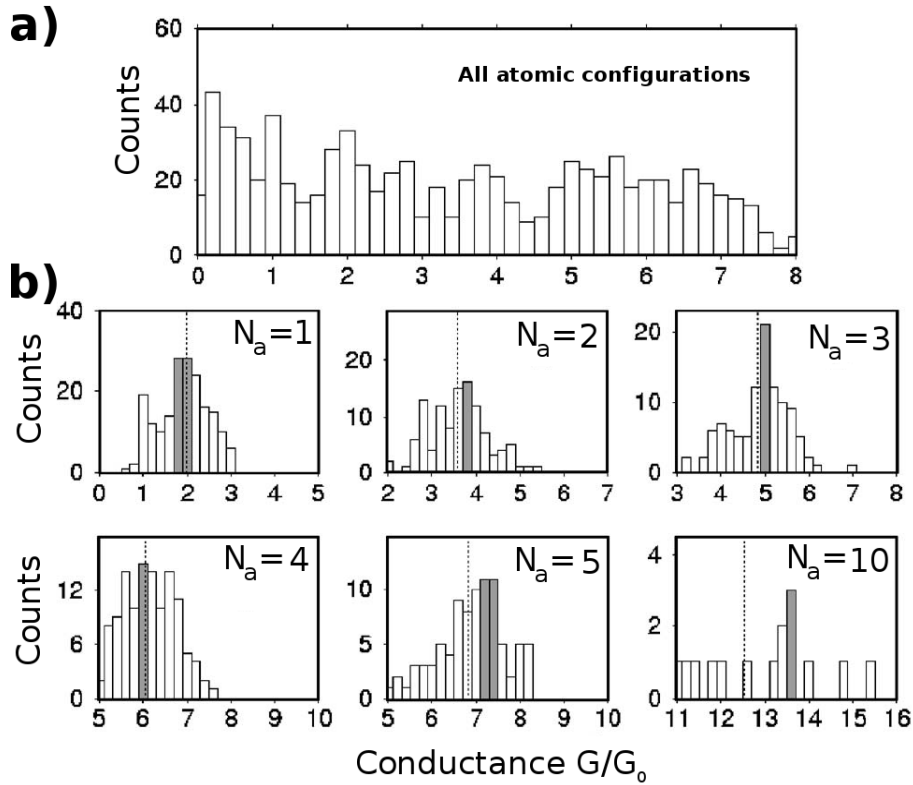


FIG. 1.5 – Histogrammes calculés de courbes d'ouverture d'aluminium. a) Histogramme total des conductances, c'est-à-dire somme des histogrammes du bas. b) Histogrammes individuels pour une épaisseur  $N_a$  donné d'atomes joignant les deux contacts [Hasm 05]. (Notons que l'échelle des origines est différente pour chaque histogramme)

8. Des simulations de chaînes monoatomiques ont été réalisées en deuxième partie section 3.6.1, et la conductance d'une telle chaîne comporte environ  $1 G_0$ .

Ainsi, le dernier plateau d'une courbe d'ouverture dans l'aluminium ne correspond pas à la conduction au travers d'un monomère comme on aurait pu le penser par analogie avec l'or. Ceci est un bon exemple du fait que la quantification de la conductance peut-être différente de la quantification de "l'épaisseur" du contact (épaisseur en nombre d'atomes). Il n'est a priori pas possible d'établir un lien direct entre sauts de conductance et nombre d'atomes dans le contact.

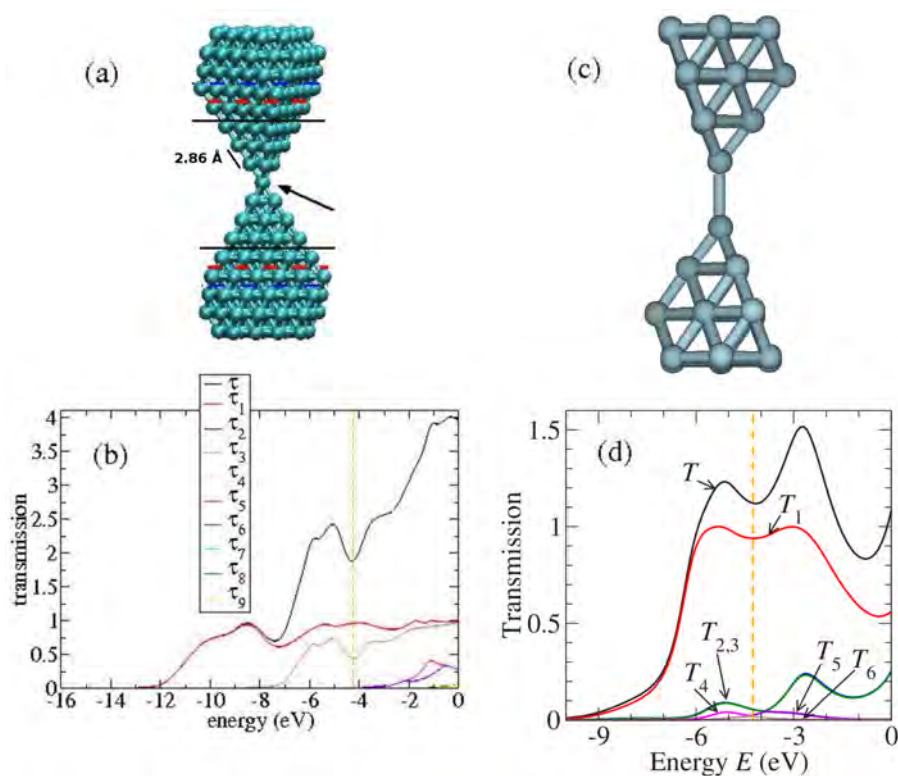


FIG. 1.6 – A gauche, a) monomère d'aluminium avec b) la probabilité de transmission de ses canaux [Paul 08]. A droite, c) dimère d'aluminium, avec d) la probabilité de transmission de ses canaux [Wohl 07].  $T$  et  $\tau$  sans index, représentent respectivement la somme de tous les canaux. L'énergie de Fermi est représentée par les lignes jaunes en pointillés.

Les expériences ont montré qu'il existe tout de même un lien. En effet chaque saut de conductance correspond à une réorganisation des atomes dans le contact et chaque réorganisation du contact va de pair avec un saut dans la conductance [Rubi 96] [Ohni 98] [Kizu 08].

Expérimentalement nous obtenons ainsi pour l'aluminium un histogramme des conductances tel que celui de la figure 1.7.

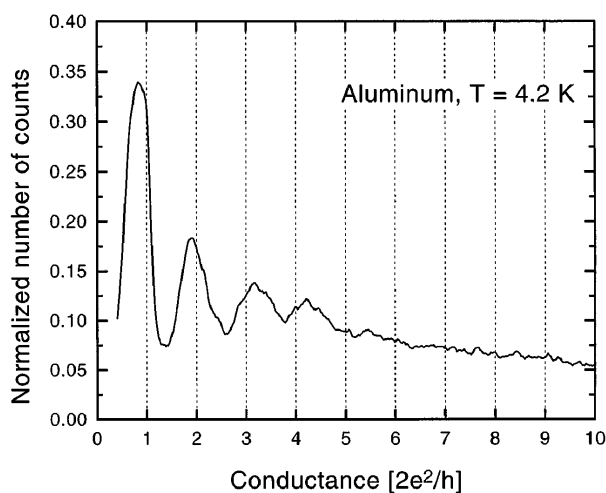


FIG. 1.7 – *Histogramme expérimental des conductances de 30 000 courbes d'ouverture obtenues par [Yans 97]; à comparer avec l'histogramme calculé de la figure 1.5.*

Yanson et al. ont été les premiers à montrer expérimentalement (voir figure 1.7) que l'on obtenait aussi des conductances préférentielles dans l'aluminium, et ceci bien que l'on trouve plus d'un canal de conduction par atome<sup>9</sup>, comme discuté au paragraphe 1.2.2. Le nombre de combinaisons pour obtenir une conductance donnée est fortement augmenté par rapport à l'or. Ainsi, on aurait pu attendre un lissage de l'histogramme de l'aluminium, ce qui n'est pas le cas. Les maxima observés dans la conductance — figure 1.7 — n'ont, à juste titre, pas été attribués à un nombre d'atomes donné.

#### 1.2.4 Directions cristallographiques de l'aluminium

Les histogrammes présentés plus haut ne prennent pas en compte les directions cristallographiques du cristal. Nous trouvons dans [Hasm 01] des simulations de dynamique moléculaire portant sur cette dépendance (Figure 1.8).

---

9. Pour plus de détails sur les mesures de canaux de conduction, voir les réflexions d'Andreev dans la deuxième partie aux sections 1.5 page 56 et 3.4 page 100.



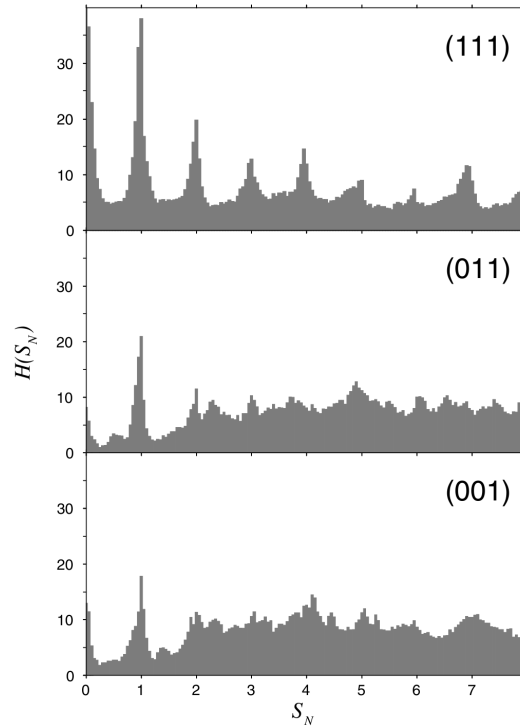


FIG. 1.8 – Pour l'aluminium, histogramme théorique des diamètres de contacts de 70 courbes d'ouverture pour trois différentes directions cristallographiques [Hasm 01]. En abscisses nous avons "l'épaisseur" de la jonction en unités du diamètre atomique, et en ordonnées le nombre d'apparitions de chaque diamètre.

Ainsi, pour la direction  $\langle 111 \rangle$  nous pouvons clairement voir les maxima dus à un nombre d'atomes défini alors que pour les autres directions cristallographiques, seul l'épaisseur correspondant à un atome est encore clairement visible. Cela signifie, que pour les directions  $\langle 011 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$  l'ouverture du contact se fait continûment alors que pour  $\langle 111 \rangle$  le contact est fortement quantifié. Pour l'aluminium, la direction selon laquelle un contact s'ouvre est importante pour l'évolution de ce dernier.

Pour le nickel [Garc 08], on trouve que débutant avec des contacts en directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , ces derniers s'amorphisent de plus en plus. Seule la direction  $\langle 111 \rangle$  est stable et se reconstruit à mesure des ouvertures.

Expérimentalement nous trouvons dans notre groupe que les plateaux des courbes d'ouvertures de l'aluminium et de l'or deviennent de plus en plus longs au fur et

à mesure des ouvertures<sup>10</sup>. Nous avons aussi mentionné auparavant que saut de conductance et réarrangement atomique vont de pair. Si l'on considère que tout contact dans une direction autre que  $\langle 111 \rangle$  s'amorphise, alors cette phase amorphe pourra se reconstruire ultérieurement en une direction  $\langle 111 \rangle$  potentiellement plus stable. Il faut savoir qu'un cluster en aluminium adopte spontanément une structure fcc à partir de 80 atomes [Ahr 99]. En considérant 1.8, on peut avancer qu'au fur et à mesure des ouvertures une structure  $\langle 111 \rangle$  se forme.

### 1.2.5 Les orbitales de l'aluminium

Pour l'aluminium, les orbitales p et sp participant au transport sont fortement orientées dans l'espace. Comme les simulations réalisées par Pauly et. al. nécessitent une équirépartition des électrons autour de l'atome, le cas de l'aluminium n'a pas encore pu être calculé de manière précise dans le cadre de cette théorie [Paul 06] [Dreh 08]. En effet, cette orientation peut, lors de l'étirement du contact, influencer un canal et non un autre, tout comme diminuer l'effet d'hybridation des orbitales 3s et 3p [Schr 07], ceci donnant lieu à des caractéristiques électriques difficilement prévisibles. En d'autres termes, la structure microscopique du contact semble influencer plus fortement la conduction que pour d'autres métaux (Au, Ag, Pt ...). Pour plus de détails, voir le chapitre 3 de la deuxième partie.

### 1.2.6 Inclinaison du dernier plateau de l'aluminium

Nous trouvons dans [Cuev 98a] une discussion portant sur la forme des derniers plateaux de l'aluminium. Les calculs ont été réalisés à l'aide d'un modèle *tight-binding*<sup>11</sup> du contact atomique. L'auteur trouve ici — au fur et à mesure de l'étirement du contact — un rétrécissement de la bande  $sp_z$  et un recentrage sur l'énergie de Fermi, d'où un canal  $sp_z$  pouvant évoluer jusqu'à une transmission parfaite (voir figure 1.9). Ceci explique l'inclinaison typique des plateaux, observée dans les courbes d'ouverture de l'aluminium.

---

10. Un plateau long correspond à un nombre de counts élevé pour une conductance donnée dans l'histogramme de conductance.

11. Méthode de calcul d'orbitales moléculaires par combinaison linéaire d'orbitales atomiques

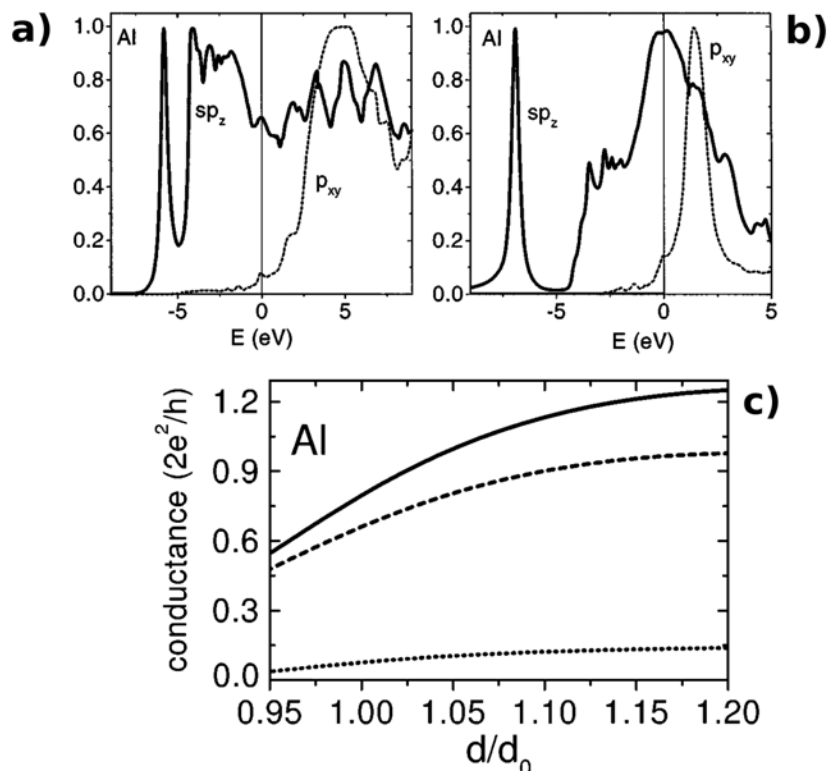


FIG. 1.9 – a) Transmission des divers canaux pour un contact non étiré. b) Transmission des divers canaux pour un contact étiré de  $1,2 d_0$  avec  $d_0$  la distance d'équilibre entre deux atomes. c) Conductance calculée (en continu) du dernier plateau de l'aluminium. En tirets  $sp_z$  et en pointillés  $p_y$  et  $p_x$  [Cuev 98a].

Bien que ni la levée d'hybridation des orbitales hybridées  $s$  et  $p_z$ , ni le transfert de charges lors de l'étirement, ne soient mentionnés dans [Cuev 98a], les deux auteurs ([Schr 07] et [Cuev 98a]) sont tout à fait en accord sur une augmentation de la densité d'états à l'énergie de Fermi dans la bande  $sp_z$  (ou  $p_z$ ) lors de l'étirement du contact. Ce phénomène sera décrit expérimentalement dans la section 3.3 de la partie II.

## Bibliographie

- [Agra 03] N. Agrait, A. L. Yeyati, and J. M. van Ruitenbeek. “Quantum properties of atomic-sized conductors”. *Physics Reports*, Vol. 377, No. 2-3, pp. 81–279, April 2003.
- [Ahlr 99] R. Ahlrichs and S. Elliott. “Clusters of aluminium, a density functional study”. *Physical Chemistry Chemical Physics*, Vol. 1, No. 1, pp. 13–21, 1999.
- [Been 91] C. W. J. Beenakker and H. van Houten. “Quantum Transport in Semiconductor Nanostructures”. *Solid State Physics*, Vol. 44, p. 1, 1991. cond-mat/0412664 (2004).
- [Cuev 98a] J. C. Cuevas, A. Levy Yeyati, A. Martín-Rodero, G. Rubio Bollinger, C. Untiedt, and N. Agrait. “Evolution of Conducting Channels in Metallic Atomic Contacts under Elastic Deformation”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 81, No. 14, pp. 2990–2993, Oct 1998.
- [Cuev 98b] J. C. Cuevas, A. L. Yeyati, and A. Martín-Rodero. “Microscopic Origin of Conducting Channels in Metallic Atomic-Size Contacts”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 80, No. 5, pp. 1066–1069, Feb 1998.
- [Dreh 05] M. Dreher, F. Pauly, J. Heurich, J. C. Cuevas, E. Scheer, and P. Niehlab. “Structure and conductance histogram of atomic-sized Au contacts”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 72, No. 7, p. 075435, 2005.
- [Dreh 08] M. Dreher. Private communication, 2008.
- [Garc 08] P. García-Mochales, R. Paredes, S. Peláez, and P. A. Serena. “Statistical analysis of the breaking processes of Ni nanowires”. *Nanotechnology*, Vol. 19, No. 22, p. 225704 (9pp), 2008.
- [Hasm 01] A. Hasmy, E. Medina, and P. A. Serena. “From Favorable Atomic Configurations to Supershell Structures: A New Interpretation of Conductance Histograms”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 86, No. 24, pp. 5574–5577, Jun 2001.
- [Hasm 05] A. Hasmy, A. J. Pérez-Jiménez, J. J. Palacios, P. García-Mochales, J. L. Costa-Krämer, M. Díaz, E. Medina, and P. A. Serena. “Ballistic resistivity in aluminum nanocontacts”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 72, No. 24, p. 245405, 2005.

- [Kizu 08] T. Kizuka. “Atomic configuration and mechanical and electrical properties of stable gold wires of single-atom width”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 77, No. 15, p. 155401, 2008.
- [Land 57] R. Landauer. “Spatial Variation of Currents and Fields Due to Localized Scatterers in Metallic Conduction”. *IBM J. Res. Dev.*, Vol. 1, No. 3, p. 223, 1957.
- [Mare 04] A. I. Mares, A. F. Otte, L. G. Soukiassian, R. H. M. Smit, and J. M. van Ruitenbeek. “Observation of electronic and atomic shell effects in gold nanowires”. *Phys. Rev. B*, Vol. 70, No. 7, p. 073401, Aug 2004.
- [Medi 03] E. Medina, M. Díaz, N. León, C. Guerrero, A. Hasmy, P. A. Serena, and J. L. Costa-Krämer. “Ionic Shell and Subshell Structures in Aluminum and Gold Nanocontacts”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 91, No. 2, p. 026802, Jul 2003.
- [Ohni 98] H. Ohnishi, Y. Kondo, and K. Takayanagi. “Quantized conductance through individual rows of suspended gold atoms”. *Nature*, Vol. 395, pp. 780–783, October 1998.
- [Paul 06] F. Pauly, M. Dreher, J. K. Viljas, M. Hafner, J. C. Cuevas, and P. Nielaba. “Theoretical analysis of the conductance histograms and structural properties of Ag, Pt, and Ni nanocontacts”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 74, No. 23, p. 235106, 2006.
- [Paul 08] F. Pauly, J. Viljas, U. Huniar, M. Hafner, S. Wohlthat, M. Burkle, J. Cuevas, and G. Schon. “Cluster-based density-functional approach to quantum transport through molecular and atomic contacts”. *Arxiv*, pp. 0806–4173, 2008.
- [Rubi 96] G. Rubio, N. Agraït, and S. Vieira. “Atomic-Sized Metallic Contacts: Mechanical Properties and Electronic Transport”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 76, No. 13, pp. 2302–2305, Mar 1996.
- [Sche 98] E. Scheer, N. Agraït, J. Cuevas, A. Yeyati, B. Ludoph, A. Martin-Rodero, G. Bollinger, J. van Ruitenbeek, and C. Urbina. “The signature of chemical valence in the electrical conduction through a single-atom contact”. *Nature*, Vol. 394, pp. 154–157, July 1998.
- [Schr 07] U. Schröter and E. Scheer. “Coulomb blockade versus coherence in transport through a double junction”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 76, No. 20, p. 205104, 2007.
- [Ston 88] A. D. Stone and A. Szafer. “What is measured when you measure a resistance?—The Landauer formula revisited”. *IBM J. Res. Dev.*, Vol. 32, No. 3, p. 384, 1988.
- [Wees 88] B. J. van Wees, H. van Houten, C. W. J. Beenakker, J. G. Williamson, L. P. Kouwenhoven, D. van der Marel, and C. T. Foxon. “Quantized conductance of point contacts in a two-dimensional electron gas”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 60, No. 9, pp. 848–850, Feb 1988.

- [Whar 88] D. A. Wharam, T. J. Thornton, R. Newbury, M. Pepper, H. Ahmed, J. E. F. Frost, D. G. Hasko, D. C. Peacock, D. A. Ritchie, and G. A. C. Jones. “One-dimensional transport and the quantisation of the ballistic resistance”. *Journal of Physics C: Solid State Physics*, Vol. 21, No. 8, pp. L209–L214, 1988.
- [Wohl 07] S. Wohlthat, F. Pauly, J. K. Viljas, J. C. Cuevas, and G. Schön. “Ab initio study of charge transport through single oxygen molecules in atomic aluminum contacts”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 76, No. 7, p. 075413, 2007.
- [Yans 00] A. I. Yanson, I. K. Yanson, and J. M. van Ruitenbeek. “Supershell Structure in Alkali Metal Nanowires”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 84, No. 25, pp. 5832–5835, Jun 2000.
- [Yans 97] A. I. Yanson and J. M. van Ruitenbeek. “Do Histograms Constitute a Proof for Conductance Quantization?”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 79, No. 11, p. 2157, Sep 1997.
- [Yans 99] A. Yanson, I. Yanson, and J. van Ruitenbeek. “Observation of shell structure in sodium nanowires”. *Nature*, Vol. 400, pp. 144–146, 1999.

## Chapitre 2

# Le transistor à un électron

Le principe du transistor à un électron (SET<sup>1</sup>) a été présenté en premier par Averin et Likharev en 1986 dans le cadre de la théorie orthodoxe [Aver 86]. Le premier SET a été réalisé expérimentalement un an plus tard par Fulton et Dolan [Fult 87]. Sa propriété la plus remarquable est de pouvoir faire commuter le transistor d'un état isolant à un état conducteur en rajoutant un seul électron sur la grille (Gate). Il est constitué d'un îlot séparé des arrivées de courant par des jonctions résistives, tel que décrit dans la figure 2.1.

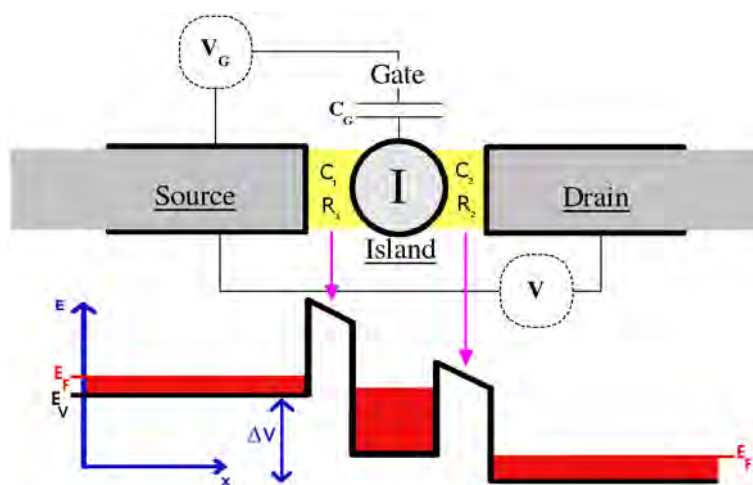


FIG. 2.1 – Principe de fonctionnement du transistor à un électron. Le courant  $I$  relié à  $V$  peut être commandé à l'aide de la tension  $V_G$ . Cette dernière fait varier le niveau de Fermi de l'îlot. Si ce dernier se trouve entre les deux niveaux de Fermi des deux contacts, le courant peut passer, s'il est plus haut que le niveau du contact de gauche, le courant ne passe pas, bien qu'il y ait une différence de tension entre la Source et le Drain.

1. Single Electron Transistor

## 2.1 Conditions générales

Afin de pouvoir voir le blocage de Coulomb, les fluctuations thermiques doivent être plus petites que l'énergie nécessaire à charger l'îlot, c'est-à-dire:  $k_b T < E_C$ . La capacité associée à l'îlot doit donc satisfaire la condition suivante:

$$C < \frac{e^2}{2k_B T} \quad \Leftrightarrow \quad T < \frac{e^2}{2k_B C} \quad (2.1)$$

Nous pouvons satisfaire à cette condition soit en diminuant la capacité (par exemple en diminuant la taille de l'îlot), soit en abaissant la température. Afin de différencier deux régimes de transmission, examinons les résistances des barrières (en jaune dans la figure 2.1). Si la résistance des barrières est suffisamment haute, l'électron se trouvera soit d'un côté soit de l'autre de cette dernière.

Afin de déterminer la résistance minimale d'une barrière pour confiner l'électron d'un côté de la barrière, considérons le principe d'incertitude de Heisenberg  $\Delta E \Delta t > \frac{\hbar}{2}$ . A l'aide de l'énergie nécessaire à un électron pour charger l'îlot  $\Delta E = \frac{e^2}{2C}$  ainsi que de son temps de fluctuation au travers d'une barrière de résistance  $R$ , donné par sa constante de temps  $\Delta t \simeq RC$ , nous obtenons:

$$R > \frac{\hbar}{e^2} = 25813 \, \Omega \quad (2.2)$$

ce qui nous donne un ordre de grandeur pour la résistance minimale permettant de voir le blocage de Coulomb. Le régime des faibles transmissions sera donc donné par  $R \gg \frac{\hbar}{e^2}$ ; celui des fortes transmissions par  $R \simeq \frac{\hbar}{e^2}$ . Nous considérons par la suite des jonctions tunnel.

## 2.2 Considérations nécessaires à la compréhension des caractéristiques d'un SET

Nous allons voir ici comment appréhender le phénomène de passage du courant au travers d'un SET. Pour un détail des calculs, voir [Grab 91]. Les idées suivantes sont reprises de [Schr 06].

### Courant au travers de chaque jonction tunnel d'un SET: :

Afin de décrire l'effet tunnel d'électrons au travers des barrières d'un SET, nous nous devons d'être dans un état stationnaire. En d'autres termes, la probabilité pour un îlot d'avoir des charges additionnelles  $P$  doit être indépendante du temps ( $\frac{\partial P}{\partial t} = 0$ ).

---

2. Ceci est l'inverse du nombre d'électrons passant une jonction tunnel par unité de temps avec une tension appliquée de  $\frac{e}{C}$



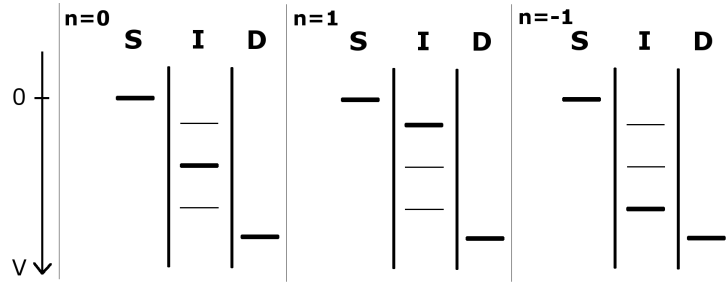


FIG. 2.2 – Niveau de Fermi (en gras) sur un SET suivant que l'on rajoute ( $n=1$ ) ou enlève ( $n=-1$ ) un électron de l'îlot

Le système 2.2 peut être décrit par les formules suivantes:

1. La capacité totale de l'îlot est  $C_{tot} = C_1 + C_2 + C_G$  (voir figure 2.1)
2. L'énergie nécessaire au chargement de l'îlot est  $E_C = \frac{e^2}{2C_{tot}}$
3. A l'aide du potentiel  $\Phi = \frac{Q}{C_{tot}}$ , nous pouvons écrire le potentiel de l'îlot pour  $n$  électrons:  $\Phi_n = \frac{-ne + \text{const}}{C_{tot}}$  et pour  $(n+1)$  électrons:  $\Phi_{n+1} = \frac{-(n+1)e + \text{const}}{C_{tot}}$

ce qui nous donne une différence de potentiel  $\Delta\Phi = \frac{e}{C_{tot}} = \frac{2E_C}{e}$  entre deux niveaux de Fermi possibles.

Ecrivons la tension de grille  $U$  comme un nombre de charges équivalentes, c'est-à-dire:  $\tilde{n} = \frac{C_G U}{e}$

et considérons par exemple la barrière côté "Source" (donnée par  $C_1$  dans la figure 2.3). Afin de pouvoir dire si un électron passe la barrière, nous comparons le gain en potentiel  $g$ , que le passage de l'électron apporterait,

$$g = eV \frac{C_2}{C_{tot}} \quad (2.3)$$

et l'énergie nécessaire au chargement de l'îlot

$$E_{charge} = \frac{(n+1-\tilde{n})^2 e^2}{2C_{tot}} - \frac{(n-\tilde{n})^2 e^2}{2C_{tot}} = \frac{(2n-2\tilde{n}+1)^2 e^2}{2C_{tot}}. \quad (2.4)$$

Ainsi la condition nécessaire pour que le transfert de charge se fasse est:

$$\Delta E = \frac{C_2}{2C_{tot}} eV - \frac{((2n+1)e - 2C_G U) e}{2C_{tot}} > 0 \quad (2.5)$$

ce qui revient à écrire pour la tension entre source et drain:

$$V > \frac{(2n+1)e}{2C_2} - \frac{C_G U}{C_2} \equiv \frac{(2n+1)e}{2C_2} - \Delta_{Grille} \quad (2.6)$$

**Conditions pour le passage du courant au travers d'un SET:** Ainsi, nous pouvons écrire les différentes conditions pour qu'une charge passe l'une des barrières tunnel (voir la figure 2.3). Par souci de simplicité, nous considérons ici le cas dans lequel la tension de grille est égale à zéro.

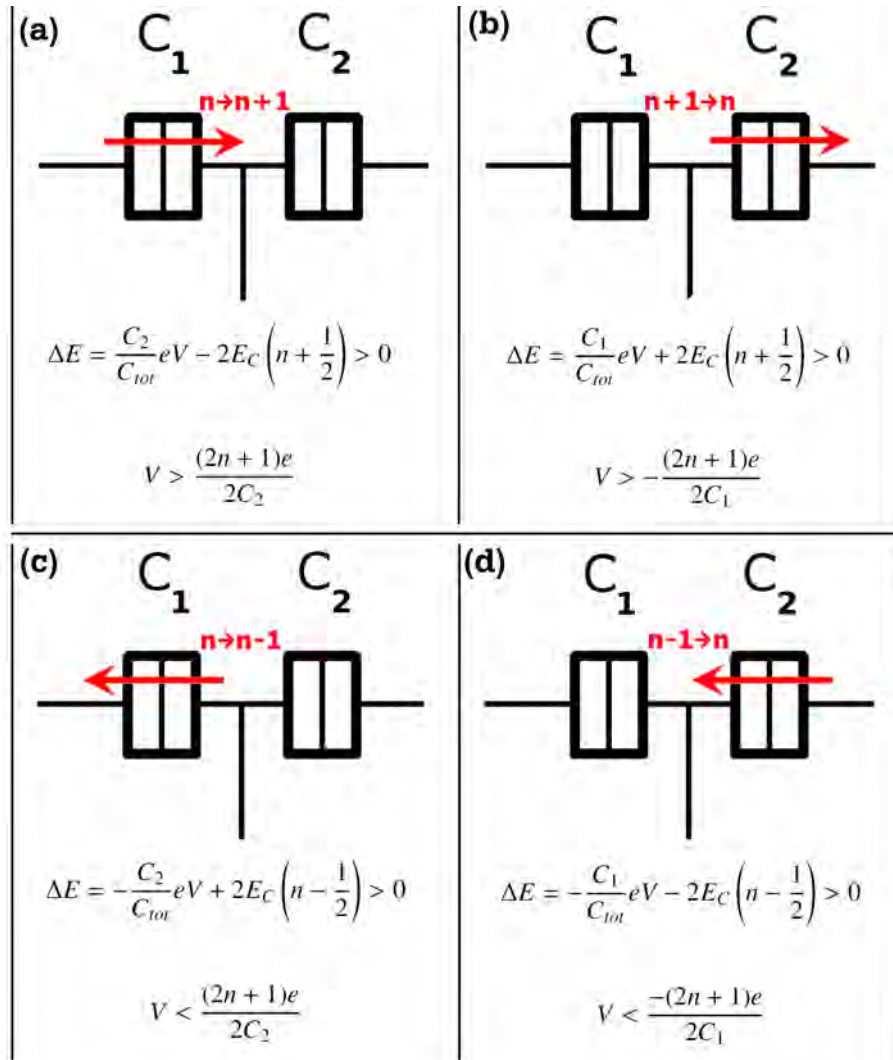


FIG. 2.3 – Différentes conditions pour le passage d'un électron au travers de l'une des jonctions tunnel et pour une tension de grille nulle.

Pour  $n > 0$ , si (a) est satisfaite, alors la condition (b) sera automatiquement satisfaite; de même (d) implique (c). Inversement pour  $n < 0$ , (a) implique (b) et (c) implique (d) (Voir figure 2.3).

Seule la condition satisfaite en dernier en tension, permet le passage du courant.

La caractéristique calculée d'un SET est donnée dans la figure 2.4. Prenons la condition (a) de la figure 2.3 avec deux capacités  $C_1$  et  $C_2$  égales et bien supérieures à  $C_G$ :

$$E_C = \frac{e^2}{2C_{tot}} = \frac{e^2}{2(C_1 + C_2 + C_G)} = \frac{e^2}{2(C_1 + C_1)} = \frac{e^2}{4C} \quad (2.7)$$

$$V > \frac{(2n+1)e}{2C} = \frac{2(2n+1)E_C}{e} \quad (2.8)$$

Nous retrouvons bien dans la figure 2.4 pour  $n = 0$ ,  $n = 1$ ,  $n = 2$ , les augmentations de courant à  $2E_C$ ,  $6E_C$ ,  $10E_C$ , etc.

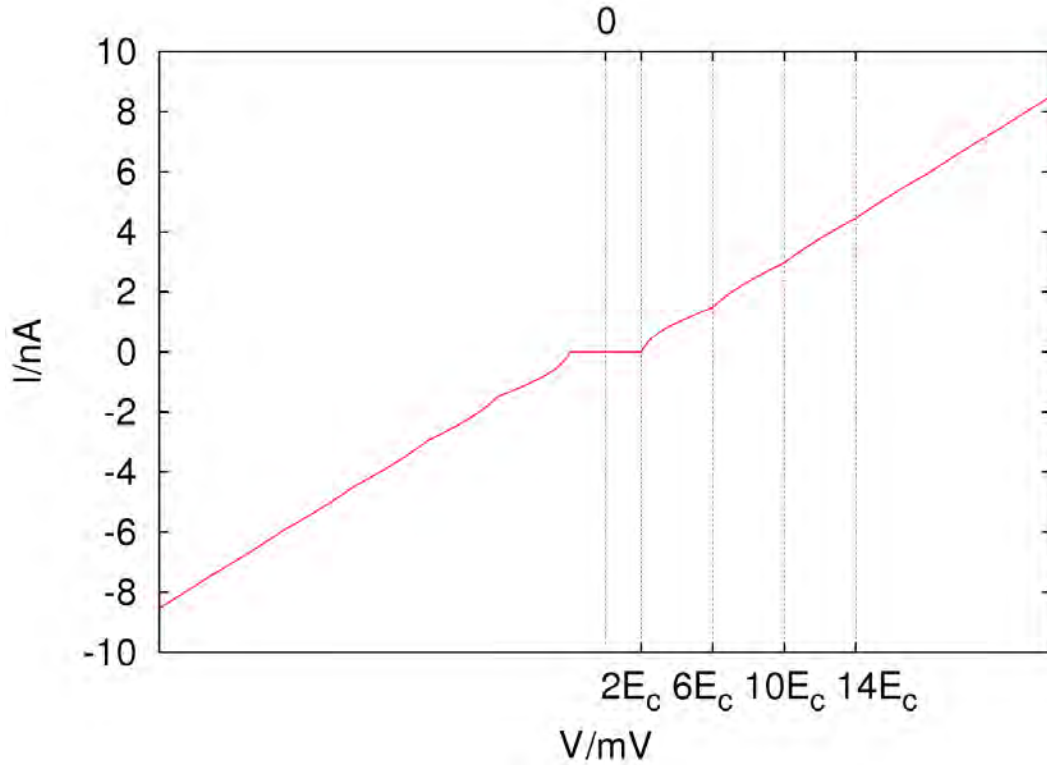


FIG. 2.4 – Caractéristique  $I(V)$  d'un SET calculée (à l'aide de [Schr 08]) sans tension de grille et avec  $C_1 = C_2 = 100$  aF,  $R_1 = 890 \Omega$  et  $R_2 = 190 \Omega$ . Il en résulte une énergie de chargement  $E_C \approx 0,4$  meV.

**Influence de la tension de grille:** Si l'on applique maintenant une tension de grille cela revient à changer continûment le niveau de Fermi de l'îlot dans la figure 2.2. Nous obtenons ainsi un décalage du début des oscillations vers une tension plus élevée.

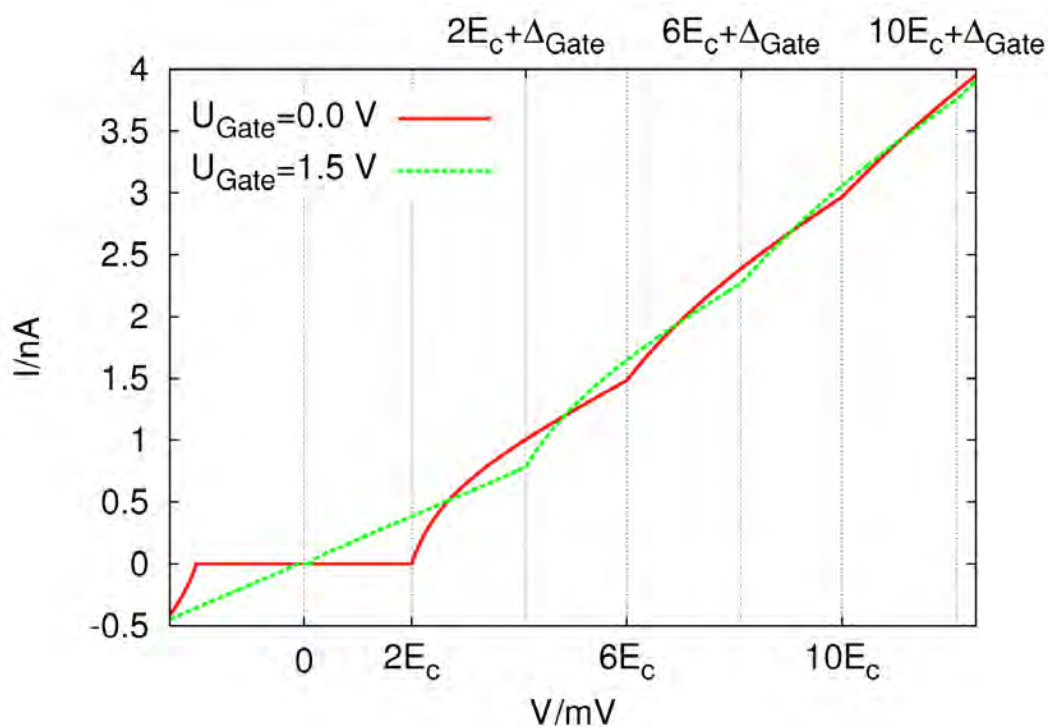


FIG. 2.5 – Caractéristiques  $I(V)$  avec et sans tension de grille d'un SET calculées (à l'aide de [Schr 08]) avec  $C_1 = C_2 = 100$  aF,  $R_1 = 890$   $\Omega$  et  $R_2 = 190$   $\Omega$ . On observe que les oscillations sont déplacées de  $\Delta_{Grille}$  comme défini dans la formule 2.6.

### 2.3 Influence de la supraconductivité et de la température sur la conduction d'un SET

Les analyses suivantes ont été réalisées à l'aide du programme "SIMON"<sup>3</sup> [Wass 97a] fonctionnant sur la base d'une méthode Monte-Carlo.

3. "SiMulation Of Nanostructures", programme réalisé par Christoph Wasshuber dans le cadre de sa thèse [Wass 97b].

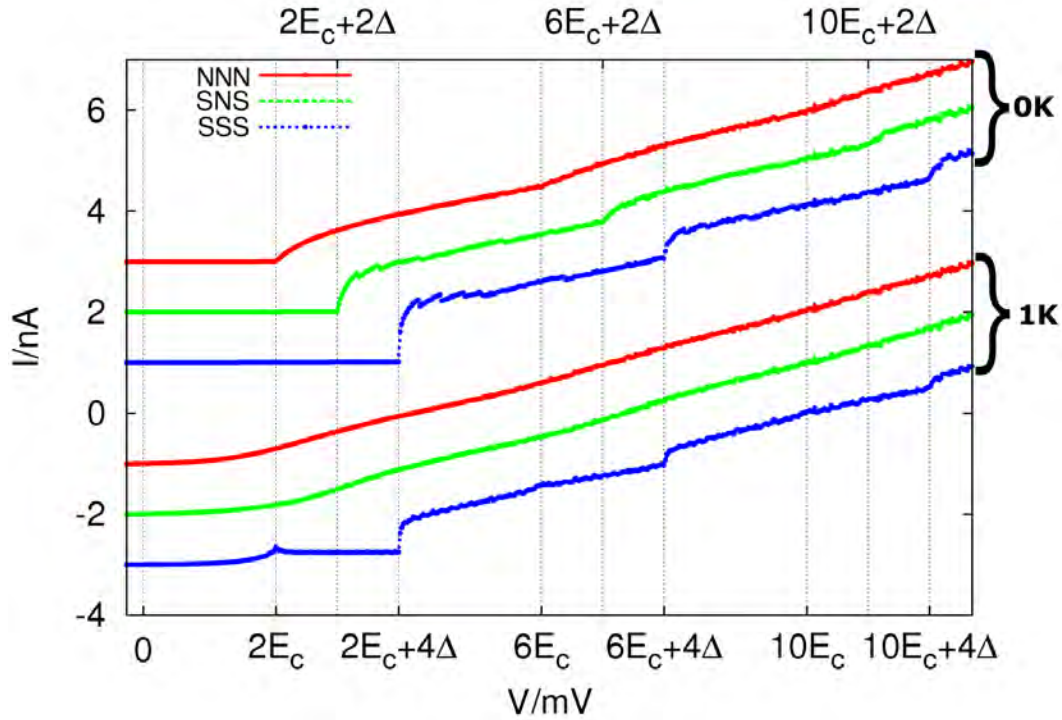


FIG. 2.6 – Courant au travers d'un SET sans tension de grille, simulé en utilisant les paramètres de la figure 2.4 et un gap supraconducteur de  $185 \mu\text{eV}$ . Dans chaque groupe de trois courbes, nous présentons la simulation d'un SET conducteur normal, puis d'un SET dont seules les arrivées de courant sont supraconductrices et enfin d'un SET totalement supraconducteur. Le groupe de trois courbes du haut a été calculé pour une température de 0 K et celui du bas pour 1 K. Pour des raisons de lisibilité, les courbes sont décalées suivant l'axe des ordonnées.

Dans les simulations de la figure 2.6, nous pouvons voir diverses oscillations suivant le régime dans lequel on se trouve.

**Jonction NNN:** Dans le cas de la conduction normale (courbes rouges), nous retrouvons les oscillations expliquées dans le paragraphe 2.2. A 1 K ces dernières ne sont que très peu visibles, et nous voyons surtout un "reste" de blocage de Coulomb entre 0 et  $2E_C$ .

**Jonction SNS:** Ici nous avons le cas d'un îlot conducteur normal entouré d'arrivées de courant supraconductrices (courbes vertes). A 0 K, l'oscillation débute à  $2E_C + 2\Delta$  et se répète — comme pour le cas NNN — tous les  $4E_C$ . Comme le gap supraconducteur empêche les électrons de passer d'un côté à l'autre de chaque jonction SN, il faut un déplacement du niveau de Fermi de  $2\Delta$ , c'est-à-dire de  $\Delta$

pour chacune des deux jonctions, pour que la conduction d'électrons puisse se faire. A 1 K, bien que l'énergie thermique  $k_B T \simeq 86 \mu eV$  soit plus petite que l'énergie de charge du transistor  $E_C \simeq 400 \mu eV$ , les oscillations ne sont quasiment plus visibles.

**Jonction SSS:** Le cas du SET totalement supraconducteur est le plus intéressant. A 0 K, nous retrouvons de nouveau les oscillations du cas NNN, décalées de  $4\Delta$ . En effet, puisque nous avons un supraconducteur de part et d'autre de chaque jonction tunnel, il faut cette fois-ci que le niveau de Fermi se déplace de  $4\Delta$  avant de permettre aux électrons de participer à la conduction. Par contre, alors qu'à 0 K nous n'avons pas de conduction dans le gap supraconducteur, nous avons dans le cas 1 K assez d'électrons excités au-dessus de ce gap, pour que ces derniers participent au transport. Nous avons donc déjà une conduction d'états occupés de la bande de conduction à des états libres dans cette même bande, qui obéit aux mêmes lois que pour un transistor NNN. Ainsi, on voit le courant augmenter à  $2E_C$  et  $6E_C$ .

## 2.4 Régime des hautes transmissions

Bien que ce régime n'ait pas été mesuré, nous allons rapidement en présenter quelques traits.

Les calculs et simulations réalisés ci-dessus partent du principe que l'électron se trouve soit d'un côté soit de l'autre de la barrière. Dans le cas des hautes transmissions et surtout dans le régime SSS, nous ne pouvons plus faire cette approximation. Il faut plutôt considérer que les électrons réalisent des allers-retours dans la jonction — si ce n'est entre les deux jonctions —, créant ainsi des interférences comme dans un cercle d'Aharonov-Bohm. Pour arriver à calculer les caractéristiques électriques, nous avons besoin d'un modèle considérant implicitement toutes les réflexions possibles, comme le font les fonctions de Green [Schr 07]. Ainsi il est possible de voir le blocage de Coulomb, tout en ayant de multiples réflexions d'électrons ou de paires de Cooper dans la barrière. Dans le cas des paires de Cooper [Eile 94] [Fult 89], le courant Josephson apporte une composante supplémentaire à 0V. Dans le cas des électrons, les multiples réflexions d'Andreev [Fitz 98] autorisent des passages au travers des barrières alors que le niveau de Fermi n'a pas encore dépassé la zone interdite pour les électrons. Ces nouvelles transitions sont loin d'être indépendantes; elles interagissent entre elles, augmentant fortement la complexité d'une caractéristique courant tension. Ainsi il existe des processus à 3 électrons [Hadl 98], des périodicités à deux électrons [Tuom 92] [Amar 94] et ainsi de suite.

Bien que les interactions entre courant Josephson, multiples réflexions d'Andreev et courants dus à des électrons soient bien étudiées, l'interaction entre le blocage de Coulomb et les multiples réflexions d'Andreev est encore peu connue.

En effet le blocage de Coulomb ne peut se manifester que s'il existe une barrière résistive. Or dans les contacts atomiques, nous pouvons tout à fait avoir un canal avec une transmission parfaite, balistique, qui ne "voit" aucune jonction. Qu'en est-il du blocage de Coulomb dans ce cas là ? Nous trouvons dans [Schr 07] que le blocage de Coulomb persiste même pour un canal à transmission parfaite. Des expériences préliminaires [Sche 03] ont plutôt montré qu'il existait une influence des canaux de conduction sur le blocage de Coulomb. Cette question reste donc ouverte.

## Bibliographie

- [Amar 94] A. Amar, D. Song, C. J. Lobb, and F. C. Wellstood. “ $2e$  to  $e$  periodic pair currents in superconducting Coulomb-blockade electrometers”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 72, No. 20, pp. 3234–3237, May 1994.
- [Aver 86] D. V. Averin and K. K. Likharev. “Coulomb blockade of single-electron tunneling, and coherent oscillations in small tunnel junctions”. *Journal of Low Temperature Physics*, Vol. 62, No. 3-4, pp. 345–373, 1986.
- [Eile 94] T. M. Eiles and J. M. Martinis. “Combined Josephson and charging behavior of the supercurrent in the superconducting single-electron transistor”. *Phys. Rev. B*, Vol. 50, No. 1, pp. 627–630, Jul 1994.
- [Fitz 98] R. J. Fitzgerald, S. L. Pohlen, and M. Tinkham. “Observation of Andreev reflection in all-superconducting single-electron transistors”. *Phys. Rev. B*, Vol. 57, No. 18, pp. R11073–R11076, May 1998.
- [Fult 87] T. A. Fulton and G. J. Dolan. “Observation of single-electron charging effects in small tunnel junctions”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 59, No. 1, pp. 109–112, Jul 1987.
- [Fult 89] T. A. Fulton, P. L. Gammel, D. J. Bishop, L. N. Dunkleberger, and G. J. Dolan. “Observation of combined Josephson and charging effects in small tunnel junction circuits”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 63, No. 12, pp. 1307–1310, Sep 1989.
- [Grab 91] H. Grabert, G.-L. Ingold, M. H. Devoret, D. Estève, H. Pothier, and C. Urbina. “Single electron tunneling rates in multijunction circuits”. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, Vol. 84, No. 1, pp. 143–155, february 1991.
- [Hadl 98] P. Hadley, E. Delvigne, E. H. Visscher, S. Lähteenmäki, and J. E. Mooij. “ $3e$  tunneling processes in a superconducting single-electron tunneling transistor”. *Phys. Rev. B*, Vol. 58, No. 23, pp. 15317–15320, Dec 1998.
- [Sche 03] E. Scheer. “Measurement of an aluminium single electron transistor made of one break-junction and one oxide contact. The Gate effect seems to vanish when changing the contact.”. Private communication, 2003.



- [Schr 06] U. Schröter. “Sommer-School Presentation”. XVIII International school on physics and chemistry of condensed matters, Białowieża, Poland, July 2006.
- [Schr 07] U. Schröter and E. Scheer. “Coulomb blockade versus coherence in transport through a double junction”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 76, No. 20, p. 205104, 2007.
- [Schr 08] U. Schröter. “Fortran program for calculating the 0K characteristics of SETs”. 2008.
- [Tuom 92] M. T. Tuominen, J. M. Hergenrother, T. S. Tighe, and M. Tinkham. “Experimental evidence for parity-based  $2e$  periodicity in a superconducting single-electron tunneling transistor”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, No. 13, pp. 1997–2000, Sep 1992.
- [Wass 97a] C. Wasshuber, H. Kosina, and S. Selberherr. “SIMON-A simulator for single-electron tunnel devices and circuits”. *Computer-Aided Design of Integrated Circuits and Systems, IEEE Transactions on*, Vol. 16, No. 9, pp. 937–944, Sep 1997.
- [Wass 97b] C. Wasshuber. *About Single-Electron Devices and Circuits*. PhD thesis, Technischen Universität Wien - Fakultät für Elektrotechnik, January 1997.

**Deuxième partie**

**Basses températures**

Il existe depuis une vingtaine d'années un intérêt grandissant pour la conduction électrique à l'échelle atomique. Don Eigler [Eigl 90] montrait déjà en 1990, qu'aux basses températures, il était possible de stabiliser des atomes isolés sur une surface, permettant ainsi de les mesurer. Les basses températures sont devenues l'élément essentiel en terme de stabilité et de résolution pour les mesures d'atomes. En diminuant l'énergie thermique des atomes, il a été possible d'obtenir de plus en plus de détail sur les énergies de liaison et les canaux de conduction d'atomes isolés. Au-delà de la simple résolution électrique, le phénomène de la supraconductivité est une aide supplémentaire pour l'étude d'atomes isolés [Sche 98a].

Dans cette partie, nous allons commencer par présenter les fondements théoriques nécessaires à la compréhension des expériences et résultats des chapitres 2 et 3 portant sur la mesure basses températures de jonctions sur substrat de bronze.

Thus the mercury at 4.2°K has entered a new state, which, owing to its particular electrical properties, can be called the state of superconductivity [...]

(Deep Temperature work) can contribute towards lifting the veil which thermal motion at normal temperature spreads over the inner world of atoms and electrons.

*Heike Kamerlingh Onnes, Nobel Lecture 1913 [Onne 13]*

## Chapitre 1

# Supraconductivité

Les électrons, dans un métal à 0 K, se trouvent dans leur état fondamental. Cet état est obtenu en remplissant successivement les différents niveaux de l'espace réciproque avec les électrons. Si l'on considère le cas des électrons libres, cas le plus simple qui soit, les états occupés sont organisés en une sphère, dont le rayon est donné par  $k_F$ , la valeur absolue du vecteur d'onde de Fermi. L'énergie à la surface de la sphère est appelée Energie de Fermi. Il est possible de montrer que cet état fondamental des électrons — aussi appelé mer de Fermi — n'est plus l'état privilégié des électrons si l'on considère une quelconque attraction électron-électron aussi petite soit-elle. En première approximation cette attraction peut être décrite par une constante ( $-V$ ) — décrivant un potentiel attractif — qui s'annule pour les électrons se trouvant en dehors de l'intervalle d'énergie  $\hbar\omega_D$  autour de  $E_F$  avec  $\hbar\omega_D \ll E_F$ .  $\omega_D$  est une fréquence dépendante du matériau considéré (fréquence de Debye). L'énergie d'une paire d'électrons, respectivement dans les états  $+\vec{k}$  et  $-\vec{k}$  et avec des spin antiparallèles, est égale à  $E \simeq 2E_F - 2\hbar\omega_D e^{-\frac{2}{N(0)V}}$  [Genn 66].

Ainsi nous obtenons un état dont l'énergie est plus basse que  $2E_F$ .  $2E_F$  correspond à l'énergie minimale de deux électrons libres dans la bande de conduction.  $N(0)$  est la densité d'états à l'énergie de Fermi et  $V$  le potentiel défini auparavant. Cet état n'existe pas indépendamment de la mer de Fermi. Il est, dans le cas de la supraconductivité standard (de type BCS), véhiculé par le biais de phonons virtuels. Les paires d'électrons ainsi formées sont appelées paires de Cooper.

L'interaction entre deux électrons peut être appréhendée de la façon suivante:

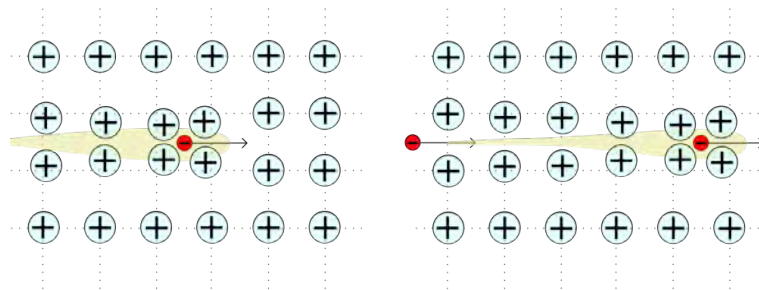


FIG. 1.1 – Interaction entre deux électrons par le biais de phonons. La distance

*d'interaction entre deux électrons — la longueur de cohérence  $\xi$  — d'une paire de Cooper est de l'ordre de 0,1  $\mu\text{m}$  à 1  $\mu\text{m}$ .*

Un électron passant au travers d'un réseau d'atomes déforme ce dernier. Un autre électron passant à proximité voit cette charge d'espace et est attiré par elle. Ainsi se transmet une force attractive par le biais des atomes.

Pour une introduction générale sur la supraconductivité voir [Butc 08].

## 1.1 La jonction NS

L'interface entre un conducteur Normal et un conducteur Supraconducteur (appelée "jonction NS" par la suite) est décrite par les équations de Bogoliubov-de Gennes<sup>1</sup> [Genn 66] qui décrivent les états de quasi-particules<sup>2</sup> dans un supraconducteur non uniforme<sup>3</sup>. Ces états sont définis par les amplitudes  $u(r,E)$  et  $v(r,E)$  à l'énergie  $E$ :

$$\text{Electrons :} \quad E \cdot u(r,E) = \left( -\frac{\hbar^2 \nabla^2}{2m} + U(r) - E_F \right) u(r,E) + \Delta(r) \cdot v(r,E) \quad (1.1)$$

$$\text{Trous :} \quad E \cdot v(r,E) = -\left( -\frac{\hbar^2 \nabla^2}{2m} + U(r) - E_F \right) v(r,E) + \Delta^*(r) \cdot u(r,E) \quad (1.2)$$

avec  $U(r)$ <sup>4</sup> et  $\Delta(r)$ <sup>5</sup> des potentiels devant être déterminés de manière auto-consistante [Genn 66]. Dans le cas d'un supraconducteur uniforme (ici sans interface), les équations BDG peuvent être résolues en terme d'ondes planes, amenant ainsi à la loi de dispersion des quasi-particules dans un supraconducteur.

$$E_k = \sqrt{(\varepsilon_k - E_F)^2 - \Delta^2} \quad (1.3)$$

avec

$$\varepsilon_k = \frac{(\hbar k)^2}{2m}, \quad u_k^2 = \frac{1}{2} \left( 1 + \frac{\varepsilon_k - E_F}{E_k} \right), \quad v_k^2 = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{\varepsilon_k - E_F}{E_k} \right) \quad (1.4)$$

Si l'on isole  $\hbar k$ , on obtient pour 1.3:

- 
1. Appelés BDG par la suite
  2. Nous entendons par *quasi-particules* les électrons et trous du supraconducteur qui ne participent pas aux paires de Cooper.
  3. Une telle interface NS peut être considérée comme un supraconducteur non uniforme.
  4.  $U(r)$  est un potentiel arbitraire externe décrivant les impuretés et surtout l'interface.
  5.  $\Delta$  sera associé plus tard au gap supraconducteur. Ce gap est l'intervalle d'énergie autour de  $E_F$  pour lequel les électrons s'apparient en paires de Cooper. Cet intervalle est une "zone interdite" — comme le gap des semiconducteurs — pour les électrons indépendants.

$$\hbar k^\pm = \sqrt{2m \left[ E_F \pm \sqrt{E^2 - \Delta^2} \right]} \quad (1.5)$$

Les états excités de vecteur d'onde  $k^+$  définissent des états non-supraconducteurs au-dessus de l'énergie de Fermi et sont appelés "quasi-électrons". Les états excités de vecteur d'onde  $k^-$  définissent des états non-supraconducteurs en dessous de l'énergie de Fermi et sont appelés "quasi-trous".

Considérons maintenant le cas d'un contact point quantique<sup>6</sup> entre un métal et un supraconducteur. Pour plus de simplicité, nous assumons un canal de conduction unique<sup>7</sup> reliant les deux électrodes et appelons  $x$  la variable spatiale<sup>8</sup> du contact.

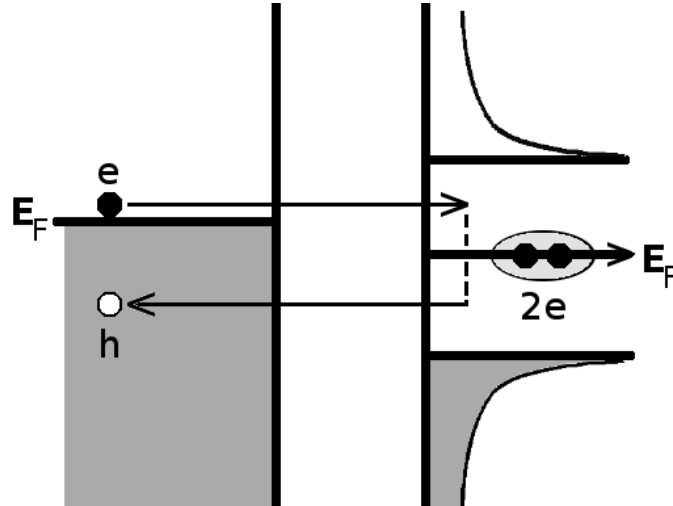


FIG. 1.2 – *Réflexion d'Andreev "simple" entre un conducteur normal et un supraconducteur. Un électron est réfléchi comme trou en émettant une paire de Cooper dans le supraconducteur.*

Partons du principe que le potentiel d'interaction entre électrons  $\Delta(x)$  est défini comme une marche allant de zéro à  $\Delta$  à l'interface NS et considérons un électron d'énergie  $E$ . Les fonctions d'ondes de chaque côté de l'interface peuvent être écrites de la manière suivante:

$$\Psi(x,E) = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} e^{iq^+x} + r_{eh} \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} e^{iq^-x} + r_{ee} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} e^{-iq^+x} \quad (x \leq 0) \quad : N \quad (1.6)$$

6. C'est-à-dire un contact monodimensionnel.

7. Voir section 1.1 pour le terme de *canaux de conduction*

8. Les  $x$  négatifs correspondent au conducteur normal et les  $x$  positifs au supraconducteur.

$$\Psi(x,E) = t_{ee} \begin{pmatrix} u(E) \\ v(E) \end{pmatrix} e^{ik^+x} + t_{eh} \begin{pmatrix} v(E) \\ u(E) \end{pmatrix} e^{ik^-x} \quad (x \gtrsim 0) \quad : S \quad (1.7)$$

avec  $\hbar k^\pm(\Delta = 0) = \hbar q^\pm = \sqrt{2m(E_F \pm E)}$  et les deux éléments de chaque vecteur étant les composantes "électron" et "trou" du niveau excité. Les composantes  $r_{ee}$ ,  $t_{ee}$ ,  $r_{eh}$  et  $t_{eh}$  peuvent être déterminées grâce aux conditions de continuités de la fonction d'onde et de sa dérivée à l'interface. Ces composantes décrivent les quatre processus possibles pour un électron arrivant sur l'interface NS. Ces processus sont la réflexion en tant qu'électron ( $r_{ee}$ ), la transmission en tant que quasi-électron ( $t_{ee}$ ), la réflexion en tant que trou ( $r_{eh}$ ) et la transmission en tant que quasi-trou ( $t_{eh}$ ). L'approximation quasiclassique (approximation d'Andreev) nous permet de simplifier plus encore, car pour  $E \sim \Delta$  on a  $q^+ \simeq q^- \simeq k^+ \simeq k^-$  (voir équation 1.5), approximation valide tant que  $\frac{\Delta}{E_F} \ll 1$ . Dans le cas d'une interface NS parfaite et sans différence de potentiel, on obtient  $r_{ee} = t_{eh} = 0$  et

$$r_{eh}(E) = \frac{v(E)}{u(E)} \quad (1.8)$$

ce qui nous donne la probabilité pour une réflexion d'un électron en tant que trou, appelée *réflexion d'Andreev*. En utilisant les coefficients donnés en 1.4, on obtient pour  $E \lesssim \Delta$

$$r_{eh}(E) = e^{-i \arccos(\frac{E}{\Delta})} \quad (1.9)$$

alors que pour  $E > \Delta$ ,  $r_{eh}$  décroît exponentiellement. Ainsi, la probabilité d'avoir une réflexion d'Andreev pour un électron avec une énergie dans le gap, est de 1. Il ne faut pas oublier que le trou réfléchi n'est autre qu'un second électron transmis, permettant ainsi à une paire de Cooper d'être émise dans le supraconducteur (Voir illustration figure 1.2). Ainsi se déroule le mécanisme à l'interface N-S permettant de "convertir" un courant normal en un courant supraconducteur, comme décrit en premier par Andreev en 1964 [Andr 64].

A la section 1.3, nous nous séparerons de l'approximation d'un potentiel en forme de marche, pour introduire l'effet de proximité.

It will be shown below that at the boundary dividing the two phases an effect occurs of a type involving over-the-barrier reflexion of quasi-particles

---

Alexander F. Andreev 1964 about "his" reflexions [Andr 64]

## 1.2 La sur-fusion en champ magnétique

Lorsque l'on place un supraconducteur dans un champ magnétique externe, des courants sont créés qui créent eux-mêmes un champ magnétique compensant le champ externe (Effet de Meissner-Ochsenfeld). Il existe deux scénarios pour cette aimantation d'un supraconducteur dans un champ magnétique externe:

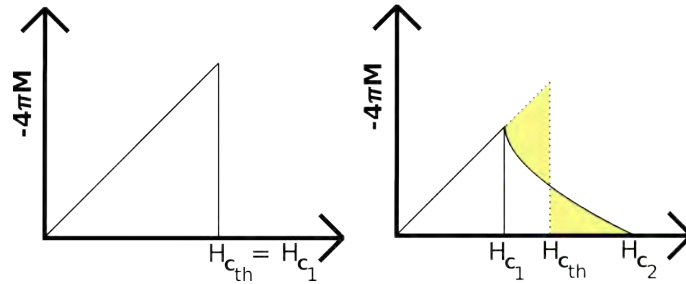


FIG. 1.3 – Aimantation d'un supraconducteur de type I à gauche et de type II à droite dans un champ externe.  $H_{cth}$  est le champ thermodynamique critique.

Dans le premier cas (celui des supraconducteurs de type I, à gauche dans la figure 1.3), le champ magnétique créé par le supraconducteur suit très exactement le champ externe (phase de Meissner) jusqu'à ce que la supraconductivité soit détruite. Dans le second cas (celui des supraconducteurs de type II, à droite dans la figure 1.3), l'aimantation passe par une phase intermédiaire — appelée phase de Shubnikov — pendant laquelle le champ magnétique externe rentre dans le supraconducteur<sup>9</sup> (entre  $H_{c1}$  et  $H_{c2}$ ). On peut déterminer le champ thermodynamique critique  $H_{cth}$  de manière schématique sur la figure 1.3 en égalisant les deux surfaces jaunes<sup>10</sup>.

Afin de présenter maintenant le phénomène de sur-fusion dans les supraconducteurs de type I, nous allons tout d'abord commencer par montrer que la transition supraconducteur – conducteur normal en champ magnétique est une transition de premier ordre pour ensuite voir que l'effet de sur-fusion peut-être approché en terme d'un champ magnétique  $H_{c2}$  bien que l'on considère un supraconducteur de type I. Pour plus de détails sur les développements, nous renvoyons à [Tink 96], [Anne 04] et [Buck 04].

9. Les quanta de champ magnétique rentrent dans le supraconducteur sous forme de vortex. Nous avons donc coexistence de zones supraconductrices et de zones conductrices normales (les vortex) dans le matériau.

10. L'aire sous toute la caractéristique (figure 1.3) donne la différence des enthalpies libres supraconductrices et normales:  $G_n - G_s = - \int_0^{B_{c2}} M \cdot V \cdot dB$ . Cette différence d'énergie doit rester constante [Buck 04].



### 1.2.1 Energie de condensation

Calculons l'énergie de formation des paires de Cooper, afin de voir de quel type de transition il s'agit.

La différence d'énergie libre entre l'état normal et l'état supraconducteur est donnée par l'équation 1.10.

$$dG = -S dT - \mu_0 V M \cdot dH \quad (1.10)$$

avec  $G$  l'énergie libre de Gibbs,  $S$  l'entropie,  $T$  la température,  $V$  le volume,  $M$  l'aimantation et  $H$  le champ magnétique.

Si l'on se place à température constante, la différence d'énergie libre de Gibbs entre un supraconducteur en présence d'un champ magnétique et en son absence est donnée par l'équation 1.11 (ici pour un champ magnétique donné  $H_c$ ).

$$G_s(T, H_c) - G_s(T, 0) = -\mu_0 V \int_0^{H_c} M \cdot dH \quad (1.11)$$

L'effet de Meissner-Ochsenfeld<sup>11</sup> implique pour un supraconducteur de type I que  $M = -H$ . Ainsi nous obtenons l'équation 1.12.

$$G_s(T, H_c) - G_s(T, 0) = \mu_0 \frac{H_c^2}{2} V \quad (1.12)$$

Au champ critique  $H_c$ , la phase supraconductrice et la phase normale sont en équilibre, ce qui implique que les deux énergies libres de Gibbs sont égales:

$$G_s(T, H_c) = G_n(T, H_c) \quad (1.13)$$

De plus, pour la phase normale<sup>12</sup>,  $M \simeq 0$ . Si l'état normal avait persisté en dessous de  $H_c$  jusqu'à champ nul, il aurait eu l'énergie libre de Gibbs de l'équation 1.15.

$$G_n(T, H_c) - G_n(T, 0) = \int dG = -\mu_0 V \int_0^{H_c} M \cdot dH \simeq 0 \quad (1.14)$$

$$\Rightarrow G_n(T, H_c) = G_n(T, 0) \quad (1.15)$$

En combinant ainsi les équations 1.15, 1.13 et 1.12 on obtient l'équation 1.16.

11. qui correspond au diamagnétisme parfait

12. Nous négligeons ici le faible paramagnétisme ou diamagnétisme que l'on trouve dans un métal normal.

## Deuxième Partie: Basses Températures

---

$$G_s(T,0) - G_n(T,0) = -\mu_0 \frac{H_c^2}{2} V \quad (1.16)$$

La quantité  $\mu_0 \frac{H_c^2}{2}$  est l'énergie de condensation des électrons en paires de Cooper.

Si l'on se place maintenant sur la ligne de champ critique thermodynamique ( $H = H_{cth}$ ), les deux phases supra et normale coexistent. A l'aide de 1.10 et de  $dG_n = dG_s$  on obtient l'équation 1.17:

$$-S_n dT - \mu_0 V M_n \cdot dH|_{H=H_c} = -S_s dT - \mu_0 V M_s \cdot dH|_{H=H_c} \quad (1.17)$$

Considérant enfin que  $M_n = 0$  et que  $M_s = -H$ , il reste:

$$S_s(T, H_c) - S_n(T, H_c) = \mu_0 V H \cdot \frac{dH_c}{dT} \quad (1.18)$$

Comme  $\frac{dH_c}{dT}$  est négatif<sup>13</sup>, cela démontre que l'entropie de l'état normal est plus grande que celle de l'état supraconducteur comme l'on s'y attend par ailleurs. Comme la dérivée première de l'énergie libre par rapport à l'une des variables thermodynamiques est discontinue, nous avons aussi démontré qu'il s'agit d'une transition de premier ordre<sup>14</sup>. Ceci permet d'avoir un effet de sur-fusion (voir 1.2.3 plus loin). Pour  $H=0$  nous avons une transition continue (et ainsi de second ordre).

L'effet de sur-fusion étant lié à une transition de premier ordre, nous avons donc un effet de sur-fusion pour la transition en champ magnétique quel que soit  $T$  ( $T < T_c$ ).

Pour la transition en température, nous pouvons suivre le même raisonnement à partir de 1.17 pour  $T = T_c$  en plus. Nous obtenons dans ce cas là  $S_s(T_c, H_c) - S_n(T_c, H_c) = \mu_0 V H \cdot \frac{dH_c}{dT_c}$ . A champ nul, nous avons donc une transition de second ordre en température et donc pas de sur-fusion (voir aussi équation 1.34).

Maintenant que nous savons que la sur-fusion existe pour une transition en champ magnétique, nous allons essayer de la calculer. Pour cela, nous devons passer par plusieurs étapes, dont celle du calcul du champ thermodynamique critique.

13. Quand la température diminue, le champ critique augmente.

14.  $S$  est la dérivée de l'énergie libre de Gibbs par rapport à  $T$ . Comme  $S$  n'est pas continue en  $H_c$ , nous avons une transition de premier ordre.

### 1.2.2 Calcul du champ thermodynamique critique

Nous pouvons exprimer l'équation 1.16 en terme d'énergie libre de Helmholtz. A l'aide de  $F = G - \mu_0 V \cdot H \cdot M$  et en substituant  $H = M = 0$ , nous voyons que la différence entre les énergies libres  $F(T, M)$  est la même que pour le potentiel de Gibbs (voir équation 1.12).

$$F_s(T, 0) - F_n(T, 0) = -\mu_0 V \frac{H_c^2}{2} \quad (1.19)$$

Nous allons maintenant utiliser  $\psi$ , le paramètre d'ordre de la théorie de Ginzburg-Landau qui permet de prédire l'évolution des paramètres du supraconducteur autour de  $T_c$  et  $H_c$ <sup>15</sup>. Ce paramètre représente pour l'essentiel  $\Delta$  (le gap supraconducteur) comme démontré par Gor'kov [Gork 59].  $|\psi|^2$  peut être identifié comme la densité BCS de paires de Cooper.

Dans la théorie de Ginzburg-Landau, l'énergie libre dépend de manière continue de  $\psi$ . Sachant que  $\psi$  s'annule à la température critique, nous pouvons développer l'énergie libre en série de Taylor autour de  $T_c$  en puissances du paramètre d'ordre:

$$F_s(T) = F_n(T) + a(T)|\psi|^2 + \frac{1}{2}b(T)|\psi|^4 + \dots \quad (1.20)$$

$a(T)$  et  $b(T)$  sont des paramètres phénoménologiques de la théorie de Ginzburg-Landau. Il faut savoir que  $b(T) > 0$  et  $a(T) > 0$  pour  $T > T_c$ , et  $a(T) < 0$  et  $b$  indéfini pour  $T < T_c$ .

Comme ces deux paramètres sont eux-mêmes continus en fonction de la température, nous pouvons écrire autour de  $T_c$  que

$$a(T) \simeq \dot{a} \cdot (T - T_c) + \dots \quad (1.21)$$

$$b(T) \simeq b + \dots \quad (1.22)$$

Reprenant maintenant l'équation 1.19, nous obtenons

$$F_s(T) - F_n(T) = -\frac{\dot{a}^2(T - T_c)^2}{2b} = -\mu_0 \frac{H_c^2}{2} \quad (1.23)$$

$$\Rightarrow H_{cth} = \frac{\dot{a}}{\sqrt{(\mu_0 b)}}(T_c - T) \quad (1.24)$$

Nous avons donc déterminé le champ critique  $H_c$  en fonction de la température près de  $T_c$ .

Nous allons maintenant calculer les états d'énergie possibles dans le supraconducteur.

---

15. Plus généralement, autour de la transition supra-normal

### 1.2.3 Limites de la sur-fusion

Nous allons utiliser dans cette partie un champ  $H_{c2}$ , défini comme le champ limite à la frontière entre l'état supraconducteur et l'état normal. Il s'agit ici de différencier ce champ du champ thermodynamique critique. Nous reviendrons en fin de section sur la signification de  $H_{c2}$  pour un supraconducteur de type I.

Partons de l'équation de Ginzburg-Landau:

$$-\frac{\hbar^2}{2m^*} \left( \nabla + \frac{2ei}{\hbar} \mathbf{A} \right)^2 \psi(\mathbf{r}) + (a + b|\psi|^2)\psi(\mathbf{r}) = 0 \quad (1.25)$$

avec  $\mathbf{A}$  le vecteur potentiel du champ magnétique. Si l'on applique la jauge de Landau  $\mathbf{A}(\mathbf{r}) = (0, Bx, 0)$ , permettant de résoudre plus simplement par la suite l'équation, nous obtenons:

$$-\frac{\hbar^2}{2m^*} \left( \nabla + \frac{2eBi}{\hbar} x\mathbf{e}_y \right) \cdot \left( \nabla + \frac{2eBi}{\hbar} x\mathbf{e}_y \right) \psi(\mathbf{r}) + a(T)\psi + b|\psi|^2\psi = 0 \quad (1.26)$$

Si maintenant nous nous plaçons juste en dessous de  $H_{c2}$ , le terme  $b|\psi|^2\psi$  peut être négligé. Comme tous les autres termes sont linéaires en  $\psi$ , ceci correspond à la linéarisation de l'équation de Ginzburg-Landau. Plaçons-nous en dessous de  $T_c$  ( $a(T) < 0$ ). Nous pouvons maintenant à l'aide de la fréquence cyclotron  $\omega_c = \frac{2eB}{m^*}$  réécrire 1.26 sous la forme:

$$\left( -\frac{\hbar^2}{2m^*} \nabla^2 - \hbar\omega_c ix \frac{\partial}{\partial y} + \frac{m^*\omega_c^2}{2} x^2 \right) \psi(\mathbf{r}) = |a|\psi(\mathbf{r}) \quad (1.27)$$

L'équation 1.27 est une équation aux valeurs propres. Elle est équivalente à l'équation de Schrödinger pour une particule chargée soumise à un champ magnétique. La solution de cette équation est celle des niveaux de Landau. Comme le potentiel ne dépend que de  $x$ , il est raisonnable de chercher une solution de la forme  $\psi(\mathbf{r}) = e^{i(k_y y + k_z z)} f(x)$  correspondant à des ondes planes en  $y$  et  $z$ , et en  $x$  à une fonction inconnue. Si l'on substitue cette solution type à 1.27, on obtient:

$$-\frac{\hbar^2}{2m^*} \frac{d^2 f}{dx^2} + \left( \hbar\omega_c k_y x + \frac{m^*\omega_c^2}{2} x^2 \right) f = \left( |a| - \frac{\hbar^2(k_y^2 + k_z^2)}{2m^*} \right) f \quad (1.28)$$

A l'aide de  $x_0 = -\frac{\hbar k_y}{m\omega_c}$ , on peut maintenant arranger le terme de gauche entre parenthèses, de la manière suivante:

$$\left( \hbar\omega_c k_y x + \frac{m^*\omega_c^2}{2} x^2 \right) = \frac{m^*\omega_c^2}{2} (x - x_0)^2 - \frac{m^*\omega_c^2}{2} x_0^2 \quad (1.29)$$

Enfin, en faisant passer toutes les constantes du côté droit on obtient:

$$-\frac{\hbar^2}{2m^*} \frac{d^2 f}{dx^2} + \frac{m^* \omega_c^2}{2} (x - x_0)^2 f = \left( |a| - \frac{\hbar^2 k_z^2}{2m^*} \right) f \quad (1.30)$$

ce qui correspond à l'équation de Schrödinger pour un oscillateur harmonique où l'origine est déplacée de  $x = 0$  à  $x = x_0$ . Ainsi les solutions de cette équation satisfont l'équation 1.31. Le terme entre parenthèses du côté droit correspond à l'énergie de l'oscillateur.

$$\left( n + \frac{1}{2} \right) \hbar \omega_c = |a| - \frac{\hbar^2 k_z^2}{2m^*} \quad (1.31)$$

Si l'on développe maintenant  $a(T)$  autour de  $T_c$  en série de Taylor ( $a(T) \simeq \dot{a} \cdot (T - T_c) + \dots$ ), on peut écrire

$$\left( n + \frac{1}{2} \right) \hbar \omega_c + \frac{\hbar^2 k_z^2}{2m^*} = \dot{a}(T_c - T) \quad (1.32)$$

Les fonctions  $f(x)$  correspondantes sont pour chaque  $n$  les fonctions d'onde d'un oscillateur harmonique simple, décalées de  $x_0$ .

Si nous refroidissons graduellement le supraconducteur dans un champ magnétique externe  $H$ , il sera impossible de satisfaire l'équation 1.32 à  $T_c$ <sup>16</sup>, car le premier bloc (du côté gauche de l'équation 1.32) possède un terme fini correspondant au mouvement d'énergie zéro  $\frac{\hbar \omega_c}{2}$ . Une solution ne sera possible que si la température s'éloigne assez de  $T_c$  pour que

$$\frac{1}{2} \hbar \omega_c = \dot{a}(T_c - T) \quad (1.33)$$

Ceci correspond à la solution possédant l'énergie la plus basse ( $n = 0, k_z = 0$ ). Nous pouvons ainsi déterminer la diminution de l'énergie de transition en champ magnétique à l'aide de  $T_c(H) = \frac{\hbar \omega_c(H)}{2\dot{a}} + T$

$$T_c(H) = T_c(0) - \frac{1}{2\dot{a}} \hbar \omega_c(H) = T_c(0) - \frac{2e\hbar\mu_0}{2\dot{a}m^*} H \quad (1.34)$$

Le résultat est une température de transition diminuée en champ magnétique.

---

<sup>16</sup> A  $T_c$  le côté droit de l'équation est nul, mais il n'existe pas de  $k$  et de  $n$  qui annule le côté gauche

## Deuxième Partie: Basses Températures

---

Nous avons donc montré que lorsque le matériau évolue, en température et en présence d'un champ magnétique, d'un état conducteur normal à un état supraconducteur, il ne peut devenir supraconducteur à  $T_c$  car il n'y a pas de niveaux d'énergie supraconducteurs disponibles à cette température. La température de transition semble donc diminuée. Nous allons voir maintenant ce qu'il en est de la transition en champ magnétique.

Considérons à température constante un fort champ magnétique au-delà de  $H_{c2}$ , que nous diminuons graduellement jusqu'à ce que

$$\frac{1}{2}\hbar\frac{2eB}{m^*} = \dot{a}(T_c - T) \quad (1.35)$$

En réarrangeant 1.35, nous obtenons:

$$\mu_0 H_{c2} = B_{c2} = \left( \frac{2m^*\dot{a}(T_c - T)}{\hbar^2} \right) \left( \frac{\hbar}{2e} \right) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi^2(T)} \quad (1.36)$$

Nous venons d'utiliser d'une part la longueur de cohérence des paires de Cooper<sup>17</sup>  $\xi = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m^*|\dot{a}(T)|}}$  et d'autre part le quanta de flux magnétique  $\Phi_0 = \frac{\pi\hbar}{e}$ .

Si nous nous reprenons maintenant l'équation 1.24 qui définit le champ thermodynamique critique et y incluons la longueur de pénétration de London<sup>18</sup>  $\lambda(T) = \sqrt{\frac{m\cdot b}{2\mu_0 e^2 \dot{a}(T_c - T)}}$ , nous pouvons écrire:

$$H_{cth} = \frac{\dot{a}}{\sqrt{\mu_0 b}}(T_c - T) = \frac{\Phi_0}{2\pi\mu_0 \sqrt{2}\xi\lambda} \quad (1.37)$$

$$= \frac{H_{c2}}{\sqrt{2}\kappa} \quad (1.38)$$

avec

$$\kappa = \frac{\lambda(T)}{\xi(T)} \quad (1.39)$$

De l'équation 1.38 nous pouvons déduire que pour des supraconducteurs avec  $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ , nous avons  $H_{c2} < H_c$  et un supraconducteur de type I<sup>19</sup>. Nous voyons

---

17. Pour une introduction plus intuitive de cette longueur, voir le chapitre 1.3.

18.  $\lambda$  représente la longueur sur laquelle un champ magnétique externe arrive à rentrer dans le supraconducteur.

19. Ceci s'applique au supraconducteurs de type I tel que l'aluminium que nous allons mesurer plus tard. Pour les supraconducteurs de type II:  $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ , ce qui implique que  $\lambda > \frac{\xi}{\sqrt{2}}$ . Lorsque la longueur de pénétration de London  $\lambda$  devient plus grande que la longueur de cohérence des paires de Cooper  $\xi$  (pour un supra de type II), il devient énergétiquement intéressant de laisser passer en champ magnétique des vortex de flux au travers du supraconducteur. En effet dans ce cas les courants de Foucault annulant le champ extérieur n'ont plus besoin de se créer totalement, car il n'existe plus aucun endroit dans lequel le champ magnétique doive s'annuler totalement.

que pour  $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ ,  $H_{c2} > H_{cth}$ , ce qui correspond aux supraconducteurs de type II (figure 1.3).

Nous venons de voir pour les supraconducteurs de type I un champ limite  $H_{c2}$ , lequel est plus petit que  $H_{cth}$ . Avant d'atteindre ce champ limite dans le sens des champs décroissants, la phase supraconductrice ne peut pas encore se former, car il n'y a pas de niveau d'énergie disponible. Cet effet de sur-fusion est en général limité par les centres de nucléation pouvant être présents dans le supraconducteur. Toutefois pour de petites structures très ordonnées, il peut être possible d'arriver à la valeur théorique minimum pour  $H_{c2}$ . Feder et McLachlan [Fede 69] ont observé pour l'indium un effet de sur-fusion et ce jusqu'à un champ  $H_{c2} \approx 0,09H_c$ .

### 1.3 Effet de proximité

Lorsque l'on met un supraconducteur et un conducteur normal en contact, les paires de Cooper ont tendance à rentrer dans le conducteur normal et à le rendre localement supraconducteur. Ceci est appelé "effet de proximité" (Pour plus de détails sur l'effet de proximité voir [Klap 04]). A l'inverse, les paires de Cooper étant allées dans le conducteur normal "manquent" en quelque sorte au supraconducteur, d'où un gap localement plus petit, comme décrit par la figure 1.4. Ceci correspond à l'effet de proximité inverse.

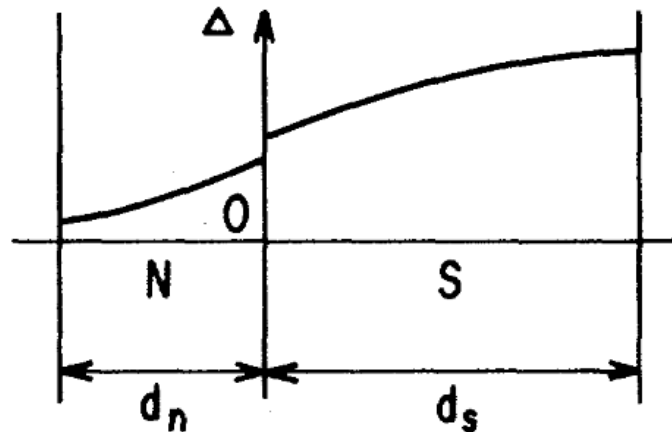


FIG. 1.4 – Dépendance spatiale du potentiel de paires en fonction de la distance à l'interface [De G 64].  $d_s$  et  $d_n$  sont les longueurs caractéristiques sur lesquelles le potentiel de paires reprend sa valeur de matériau pur (Le potentiel de paires tend vers 0 pour N et tend vers  $\Delta$  pour S).

Pour expliquer l'effet de proximité, il faut considérer que la corrélation entre l'électron incident et le trou réfléchi diminue dans le conducteur normal en fonction

## Deuxième Partie: Basses Températures

---

de la distance à l'interface. Si l'énergie de l'électron est de  $E_F + \varepsilon$ , alors, pour émettre une paire de Cooper dans le supraconducteur, l'énergie du trou est de  $E_F - \varepsilon$ . De part cette différence d'énergie  $\varepsilon$ , l'électron et le trou amassent une différence de phase proportionnelle à la distance à l'interface. Lorsque cette différence de phase atteint  $\pi$ , nous pouvons dire que les deux quasiparticules sont décorréélées. Cette situation est atteinte après une distance

$$L_\varepsilon = \sqrt{\frac{\hbar D}{\varepsilon}} \quad (1.40)$$

avec  $D$  la constante de diffusion.

L'énergie maximale que peut avoir un électron pour faire partie d'une paire de Cooper est ainsi donnée par l'énergie de Thouless<sup>20</sup>  $\varepsilon = \frac{\hbar D}{L_\varepsilon^2}$ .

La longueur de cohérence de 1.40 est d'une part plus petite que la longueur de cohérence de phase entre deux électrons dans le conducteur normal:

$$l_\varphi = \sqrt{D\tau_\varphi} \quad (1.41)$$

et d'autre part plus grande que la longueur définie par l'énergie thermique des électrons, que l'on obtient en introduisant  $E = k_B T$ :

$$L_{k_B T} = \sqrt{\frac{\hbar D}{k_B T}} \quad (1.42)$$

En résumé, la longueur de cohérence  $L_\varepsilon$  ainsi définie<sup>21</sup> en 1.40, nous donne la distance sur laquelle les paires de Cooper peuvent rentrer dans le conducteur normal. Inversement on peut décrire l'effet de proximité inverse comme un "manque" de paires de Cooper dans le supraconducteur au voisinage de l'interface. Afin de se représenter le phénomène, on peut associer les variations du paramètre d'ordre de la figure 1.4 à une variation de la densité de paires de Cooper.

Ainsi nous voyons que les réflexions d'Andreev et l'effet de proximité ne sont que deux manifestations d'un même effet<sup>22</sup>.

---

20. Le principe de l'énergie de Thouless est décrit dans [Thou 77]

21. Il ne faut pas confondre la longueur de cohérence de la théorie BCS, qui donne l'extension d'une paire de Cooper, et la longueur de cohérence Ginzburg-Landau, qui définit la longueur sur laquelle le paramètre d'ordre retrouve sa valeur originale. Pour un supraconducteur dit propre, lorsque le libre parcours moyen des électrons  $l \gg \xi$ ,  $\xi_{GL}(T=0) = 0,74\xi_{BCS}$ .

22. Nous avons vu que les réflexions d'Andreev sont définies comme une réflexion d'un électron en trou, soit deux électrons se propageant dans le conducteur normal.



## 1.4 Réflexions d'Andreev multiples

Les réflexions d'Andreev multiples sont un effet qui se produit dans les contacts S-N-S<sup>23</sup> et S-I-S<sup>24</sup>. Dans un contact S-N-S, une conduction de quasiparticules par diffusion s'ajoute au phénomène des réflexions d'Andreev. Afin de ne considérer que les réflexions d'Andreev, prenons le cas d'un contact S-I-S.

Si l'on prend deux jonctions N-S en série (S-N et N-S), il existe une taille limite, à partir de laquelle les densités de paires de Cooper non nulles, se recouvrent dans le conducteur normal: ce dernier devient alors totalement supraconducteur, comme décrit dans la figure 1.5.

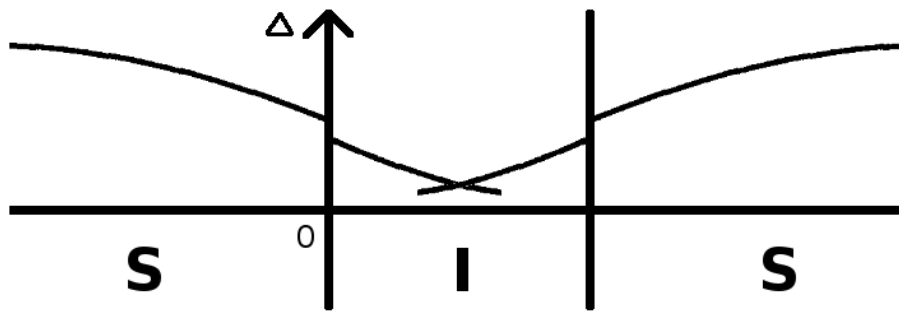


FIG. 1.5 – Contact SNS, avec un isolant d'une épaisseur telle, que les deux effets de proximité se recouvrent.

Il est ainsi possible "d'induire" la supraconductivité dans des matériaux ne montrant pas cet effet par eux-mêmes. Au-delà de la simple introduction de paires de Cooper dans la jonction normale, l'effet des réflexions d'Andreev se complique légèrement en raison des deux interfaces maintenant présentes et donc des multiples réflexions en résultant.

Regardons la figure 1.6 pour le cas d'une jonction SIS, en particulier le diagramme de bandes le plus à droite au-dessous de la courbe.

23. Supraconducteur — Conducteur normal — Supraconducteur

24. Supraconducteur — Isolant — Supraconducteur. Un contact S-S est un contact pour lequel on fait tendre l'épaisseur de l'isolant vers 0.

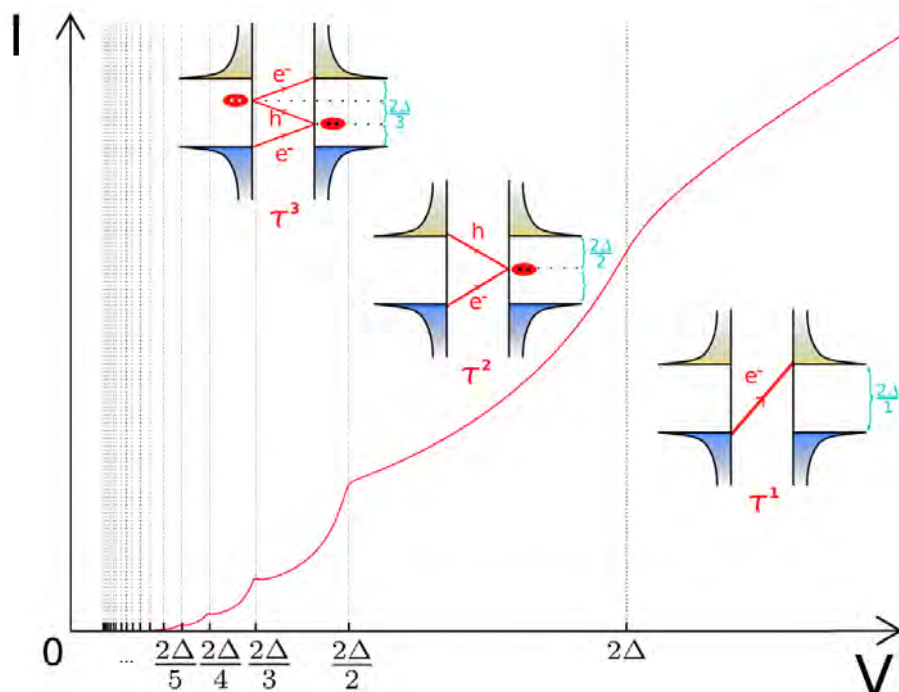


FIG. 1.6 – Caractéristique subharmonique  $I(V)$  d'un contact  $SS^{24}$  montrant les réflexions d'Andreev multiples. Les énergies d'excitation de chaque réflexion sont montrées en lignes pointillées. On peut voir trois diagrammes de bandes, visualisant l'ordre correspondant de la réflexion d'Andreev. Le premier ordre correspond au transfert d'une charge et a une probabilité de  $\tau$ , le second ordre au transfert de deux charges avec une probabilité de  $\tau^2$ , etc. Ce diagramme correspond au cas d'un canal de conduction unique de transmission  $\tau$ .

Dans ce cas, l'électron ayant une énergie correspondant au gap peut passer directement la barrière supraconductrice.

Dans le cas du diagramme de bandes entre  $\frac{2\Delta}{2}$  et  $2\Delta$ , nous retrouvons l'image d'un électron arrivant sur une interface N-S. Ce dernier peut-être réfléchi comme trou en émettant une paire de Cooper dans le supraconducteur de droite.

Pour le diagramme de bandes entre  $\frac{2\Delta}{3}$  et  $\frac{2\Delta}{2}$ , l'électron possède une énergie correspondant au tiers du gap, et doit donc être réfléchi une fois comme trou sur la jonction I-S de droite, puis le trou est de nouveau réfléchi en tant qu'électron sur la jonction S-I de gauche.

Ce principe peut bien sûr être répété à l'infini. Par contre la probabilité d'un processus donné dépend du nombre de fois qu'une quasi-particule passe, par effet tunnel, l'isolant. En effet, si la probabilité d'un passage est de  $\tau$ , alors la probabilité de la première réflexion d'Andreev est de  $\tau^2$  et ainsi de suite. Ceci explique que dans la figure 1.6 la caractéristique  $I(V)$  donne des "marches" d'autant plus hautes que l'ordre de la multiple réflexion d'Andreev est bas.

## **1.5 Détermination des canaux de conduction**

Nous avons présenté, à la section 1.2.1 de la partie I, le principe des courbes d'ouverture. Les canaux de conduction peuvent être étudiés lorsque la jonction à cassure est proche de la rupture, c'est-à-dire lorsque sa section ne comprend plus qu'un nombre restreint d'atomes<sup>25</sup>. Insistons ici sur le fait que les courbes d'ouvertures sont réalisées pour un conducteur normal (ou rendu normal), alors que l'étude des canaux de conduction nécessite de se placer dans un supraconducteur.

Les canaux de conduction peuvent être déterminés à partir des courbes expérimentales en les approximant à l'aide de courbes théoriques [Sche 97] [Sche 98b] [Sche 00] [Sche 98a]. Pour cela un ensemble de courbes théoriques, chacune représentant un  $\tau$  et donc un canal, est calculé<sup>26</sup>. Une superposition linéaire de ces courbes est ensuite calculée pour un nombre de canaux donnés. Cette superposition est ajustée de manière à avoir l'erreur la moindre possible.

---

25. Dans ce travail nous nous limiterons à une conductance inférieure à  $2,3 G_0$ .

26. Cela est fait dans notre cas à l'aide de la théorie de développée par Cuevas et. al. [Cuev 96]

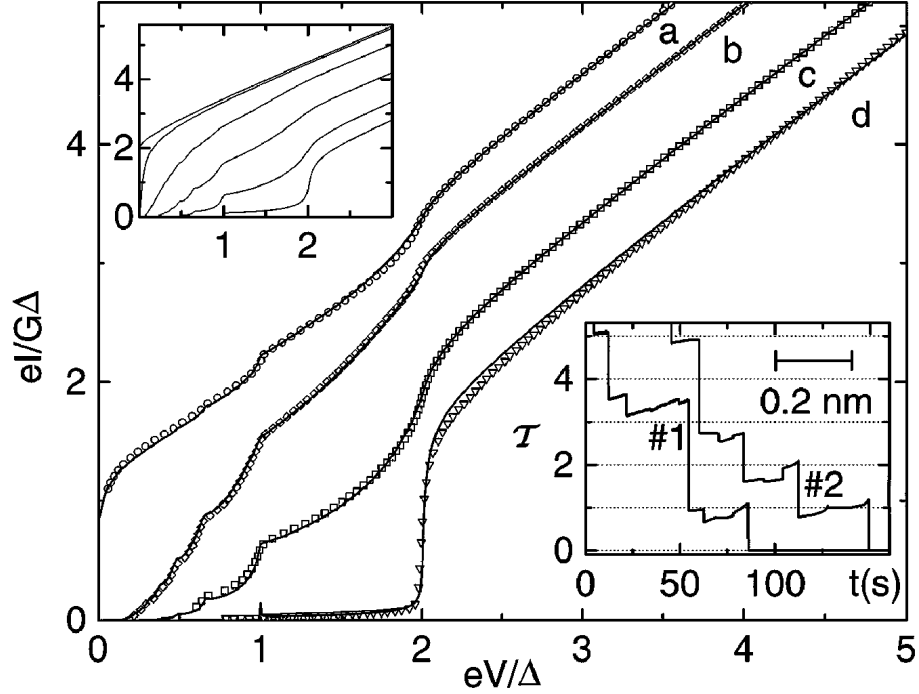


FIG. 1.7 – Caractéristiques  $I(V)$  de quatre contacts en aluminium [Sche 97] pour lesquels les réflexions d'Andreev multiples ont été mesurées et approximées.

a)  $\tau_1 = 0.997$ ,  $\tau_2 = 0.46$ ,  $\tau_3 = 0.29$ ,  $T_{tot} = 1.747$

b)  $\tau_1 = 0.74$ ,  $\tau_2 = 0.11$ ,  $T_{tot} = 0.85$

c)  $\tau_1 = 0.46$ ,  $\tau_2 = 0.35$ ,  $\tau_3 = 0.07$ ,  $T_{tot} = 0.88$

d)  $\tau_1 = 0.025 = T_{tot}$

Les symboles représentent les points mesurés, et les lignes l'ajustement. En haut à gauche est représenté un set de courbes calculées avec les transmissions (de bas en haut):  $\tau = 0.1, 0.4, 0.7, 0.9, 0.99, 1$ . En bas à droite des courbes d'ouverture typiques avec  $T_{tot}$  la transmission totale ( $T_{tot} = \sum_i \tau_i$ ). Chaque caractéristique  $I(V)$  a été mesurée à un point donné d'une telle courbe d'ouverture.

De cette manière, il est possible d'obtenir de manière reproductible, le nombre de canaux et la conductivité de chaque canal.

## Bibliographie

- [Andr 64] A. F. Andreev. “The thermal conductivity of the intermediate state in superconductors”. *Soviet physics - JETP*, Vol. 19, No. 5, p. 1228, November 1964. *Zhurnal Eksperimental’noi i Teoreticheskoi Fiziki*.
- [Anne 04] J. F. Annett. *Superconductivity, Superfluids, and Condensates*. Oxford University Press, 2004.
- [Buck 04] W. Buckel and R. Kleiner. *Supraleitung - Grundlagen und Anwendungen*. Wiley-VCH Verlag, 6th Ed., 2004.
- [Butc 08] N. Butch, M. de Andrade, and M. Maple. “Resource Letter Scy-3: Superconductivity”. *American Journal of Physics*, Vol. 76, p. 106, 2008.
- [Cuev 96] J. C. Cuevas, A. Martín-Rodero, and A. L. Yeyati. “Hamiltonian approach to the transport properties of superconducting quantum point contacts”. *Phys. Rev. B*, Vol. 54, No. 10, pp. 7366–7379, Sep 1996.
- [De G 64] P. G. De Gennes. “Boundary Effects in Superconductors”. *Rev. Mod. Phys.*, Vol. 36, No. 1, pp. 225–237, Jan 1964.
- [Eigl 90] D. M. Eigler and E. K. Schweizer. “Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope”. *Nature*, Vol. 344, pp. p.524–526, 1990.
- [Fede 69] J. Feder and D. S. McLachlan. “Superheating and Supercooling in Single Spheres of Tin, Indium, and Gold-Plated Indium”. *Phys. Rev.*, Vol. 177, No. 2, pp. 763–776, Jan 1969.
- [Genn 66] P. G. de Gennes. *Superconductivity of metals and alloys*. W.A Benjamin, Inc., 1966.
- [Gork 59] L. Gor’kov. “Microscopic derivation of the Ginzburg-Landau equations in the theory of superconductivity”. *Sov. Phys. JETP*, Vol. 9, No. 6, pp. 1364–1367, 1959.
- [Klap 04] T. M. Klapwijk. “Proximity Effect From an Andreev Perspective”. *Journal of Superconductivity*, Vol. 17, No. 5, p. 593, october 2004.
- [Onne 13] H. K. Onnes. “Investigations into the properties of substances at low temperatures, which have led, amongst other things, to the preparation of liquid helium”. *Nobel Lecture*, December 11 1913.
- [Sche 00] E. Scheer, J. C. Cuevas, A. L. Yeyati, A. Martin-Rodero, P. Joyez, M. H. Devoret, D. Esteve, and C. Urbina. “Conduction channels of

- superconducting quantum point contacts”. *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 280, No. 1-4, pp. 425–431, May 2000.
- [Sche 97] E. Scheer, P. Joyez, D. Esteve, C. Urbina, and M. Devoret. “Conduction Channel Transmissions of Atomic-Size Aluminium Contacts”. *PRL*, Vol. 78, No. 18, pp. 3535–3538, 1997.
- [Sche 98a] E. Scheer, N. Agraït, J. Cuevas, A. Yeyati, B. Ludoph, A. Martin-Rodero, G. Bollinger, J. van Ruitenbeek, and C. Urbina. “The signature of chemical valence in the electrical conduction through a single-atom contact”. *Nature*, Vol. 394, pp. 154–157, July 1998.
- [Sche 98b] E. Scheer, P. Joyez, M. H. Devoret, D. Esteve, and C. Urbina. “What are Landauer’s conduction channels in an atomic-size metallic contact?”. *Superlattices and Microstructures*, Vol. 23, No. 3-4, pp. 747–756, March 1998.
- [Thou 77] D. J. Thouless. “Maximum Metallic Resistance in Thin Wires”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 39, No. 18, pp. 1167–1169, Oct 1977.
- [Tink 96] M. Tinkham. *Introduction to superconductivity*. McGraw-Hill, Inc., 1996.

## Chapitre 2

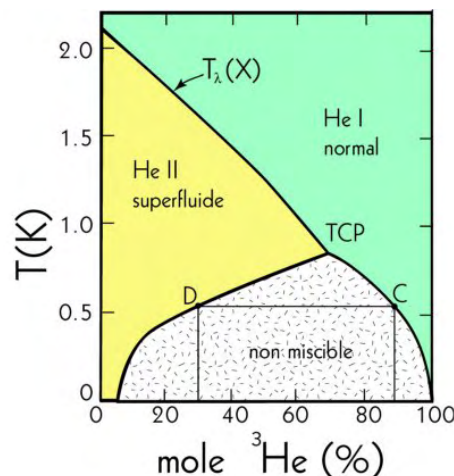
# Dispositif expérimental

### 2.1 Fonctionnement général du cryostat à dilution

Nous allons présenter ici les caractéristiques principales du fonctionnement d'un cryostat à dilution. Ce dernier est utilisé afin d'obtenir des températures inférieures à 1.3 K, température minimale pouvant être atteinte, en pompant sur un bain d' $^4\text{He}$ . Pour plus de détails, nous renvoyons à [Les 04], [Bals 97] et [Loun 88].

#### 2.1.1 Propriétés des isotopes $^3\text{He}$ et $^4\text{He}$

L'hélium 4 est superfluide au-dessous d'une température de 2,17 K. Si on lui ajoute de l'hélium 3 cette température baisse jusqu'à atteindre 0,6 mK dans l'hélium 3 pur. Lorsque l' $^3\text{He}$  ne représente qu'une faible partie d'un mélange  $^4\text{He}/^3\text{He}$ , les atomes d' $^3\text{He}$  se comportent tel un gaz<sup>1</sup> dans le volume de la solution. Cet effet est d'autant plus fort qu'aux basses températures l' $^4\text{He}$  est suprafluide et n'offre plus de résistance aux atomes d' $^3\text{He}$ .



1. Attention, il s'agit d'une analogie. L' $^3\text{He}$  est naturellement liquide à cette température.

## Deuxième Partie: Basses Températures

FIG. 2.1 – Diagramme de Phase d'un mélange  $^4\text{He}/^3\text{He}$  [Vach 03]. La phase I du mélange d'hélium est la phase non suprafluide et la phase II du mélange est la phase suprafluide.

En dessous de 0,87 K le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$  se sépare spontanément en deux phases (Fig. 2.1). L'une, plus riche en  $^4\text{He}$  se retrouve au fond du récipient et l'autre plus riche en  $^3\text{He}$ , surnage. En abaissant la température, cette démixtion augmente jusqu'à ce que l'on obtienne théoriquement au zéro absolu deux phases, dont une au fond du récipient contient 6,5% d' $^3\text{He}$ , et l'autre au-dessus est constituée d' $^3\text{He}$  pur. Ce phénomène a été observé pour la première fois en 1957 par V.P. Peshkov et K. N. Zinov'eva à Moscou [Pesh 57]. Cet effet est une conséquence de la chaleur de mélange des deux isotopes. Cette séparation de phase est le seul exemple connu de séparation spontanée d'isotopes.

### 2.1.2 Le réfrigérateur

Considérons tout d'abord la boîte à mélange, centre de la "génération" de froid (en bas dans la figure 2.2).

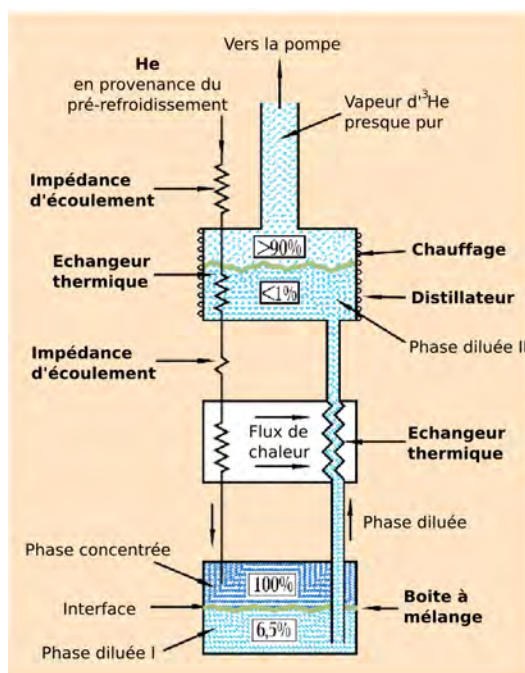


FIG. 2.2 – Fonctionnement d'un cryostat à dilution [Kuhn 01] - A comparer avec la figure 2.4. Les pourcentages indiqués correspondent à la proportion d' $^3\text{He}$  dans le mélange  $^3\text{He}/^4\text{He}$ .

Aux très basses températures, le quasi-gaz d' $^3\text{He}$  (la phase mélangée à 6,5%) est en équilibre avec la phase d' $^3\text{He}$  quasi-pure. Le passage d'un atome dans la



phase inférieure est tout à fait analogue au passage d'une phase liquide à une phase gazeuse. Ainsi l'atome entrant dans le quasi-gaz "emporte" une certaine quantité de chaleur. L'analogie est tout de même limitée dans le sens où la phase "vapeur" se trouve en dessous de la phase "liquide", et que ce quasi-gaz existe avec une densité et une pression non nuls même au zéro absolu<sup>2</sup>. Ainsi la limite au refroidissement d'un réfrigérateur "classique", due à la diminution de la pression partielle des gaz utilisés ne vaut pas pour cette quasi-évaporation. La limite, car il y en a tout de même une, est donnée ici par la quantité de chaleur absorbée au cours de l'évaporation d'un atome. Cette dernière (voir l'équation 2.1) tend vers zéro comme le carré de la température [Loun 88]:

$$\dot{Q}_M = 84\dot{n}_3 T_M^2 \frac{J}{mol \cdot K^2} \quad (2.1)$$

avec  $T_M$  la température de la boîte à mélange,  $\dot{n}_3$  le flux molaire d'<sup>3</sup>He et  $\dot{Q}_M$  le flux de chaleur. Considérons maintenant le reste du réfrigérateur: pour maintenir un fonctionnement continu, il faut d'une part apporter continûment de l'<sup>3</sup>He du côté de la phase concentrée (phase supérieure dans la boîte à mélange - figure 2.2) et extraire de l'<sup>3</sup>He du côté de la phase diluée (phase inférieure dans la boîte à mélange - figure 2.2). Suivant le type de cryostat, l'<sup>3</sup>He entrant est liquéfié soit en passant par une boîte à un Kelvin refroidie par un circuit annexe d'<sup>4</sup>He pompé, soit en passant par une détente Joule-Thompson comme c'est le cas du cryostat utilisé ici. Ce dernier principe, que l'on trouve dans les frigos ménagers, permet d'éliminer les vibrations induites par de l'<sup>4</sup>He en ébullition dans la boîte à un Kelvin. Une fois liquide, l'<sup>3</sup>He passe dans un échangeur thermique afin d'y être réfrigéré par l'<sup>4</sup>He en phase diluée sortant de la boîte à mélange. En effet, la température du mélange d'<sup>4</sup>He sortant, ne peut être inférieure au tiers environ de la température de l'<sup>3</sup>He entrant<sup>3</sup>.

Afin de "libérer" le gaz d'<sup>3</sup>He de la phase diluée, on utilise la forte différence entre les pressions partielles d'<sup>3</sup>He et d'<sup>4</sup>He (Fig. 2.3). Cette étape est réalisée dans le distillateur (figure 2.2), dans lequel est amenée la phase diluée en provenance de la boîte à mélange.

2. Au zéro absolu la densité de la phase "vapeur" est égale à 8% de la densité de la phase "liquide" et la pression partielle d'<sup>3</sup>He est environ égale à 16 mbar

3. Sans considérer d'autre apport de chaleur que celui de l'<sup>3</sup>He entrant.

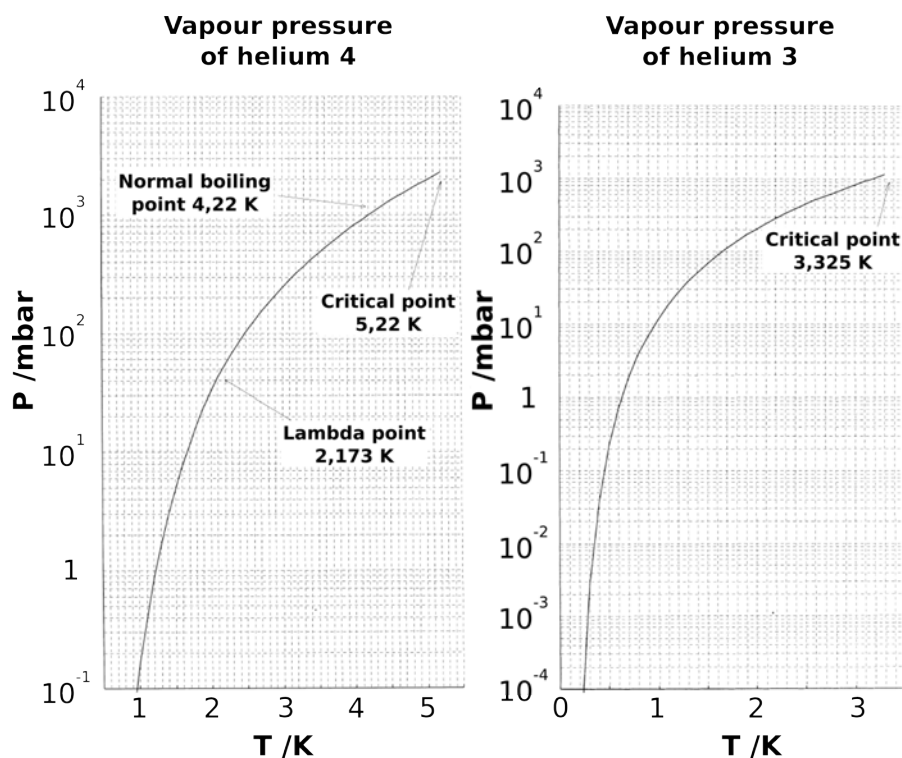


FIG. 2.3 – Pressions vapeur d'Hélium [Bals 97]

Entre 0,5 K et 0,7 K, la pression vapeur totale est assez grande pour maintenir une vitesse d'extraction élevée. La pression partielle de  $^3\text{He}$  est alors environ 200 fois<sup>4</sup> supérieure à celle de  $^4\text{He}$ . Dans le distillateur, la concentration des vapeurs d' $^4\text{He}$  ne reste faible que si le film suprafluide d' $^4\text{He}$  — qui recouvre toute surface — est négligeable. La structure intérieure du distillateur doit être conçue en conséquence. Une fois distillé,  $^3\text{He}$  est pompé et comprimé pour être réinjecté dans le système.

La solution diluée avec environ 6,5% d' $^3\text{He}$  dans la boîte à mélange, communique avec le distillateur par le biais de l'échangeur thermique. L'équilibre thermodynamique des solutions impose que la pression osmotique de  $^3\text{He}$  soit sensiblement constante sur le chemin entre la boîte à mélange et le distillateur. Ainsi, à pression constante, la concentration en  $^3\text{He}$  diminue sur le chemin entre la boîte à mélange et le distillateur jusqu'à ce qu'elle ne comporte plus que 1% dans le distillateur. Il y a ici un compromis à trouver entre un échangeur thermique efficace et un chemin court afin d'avoir un flux maximal d' $^3\text{He}$  dans le distillateur, c'est-à-dire

4. A 0.6 K, dans une phase diluée avec 9‰ d' $^3\text{He}$ , la pression vapeur totale est d'environ  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar et les vapeurs sont constituées de 4‰ d' $^4\text{He}$

une chute de pression osmotique la plus petite possible.

Dans le cadre de ce compromis, la résistance de Kapitza<sup>5</sup> présente entre tout matériau et de l'He, complique encore la chose en dessous de 100 mK. Cette résistance au flux thermique augmente avec  $T^{-3}$ , ce qui oblige à augmenter fortement la surface de contact aux très basses températures dans l'échangeur thermique. Un bon compromis entre résistance thermique et résistance à l'écoulement peut être obtenu avec de la poudre d'argent fritté. Cependant une augmentation trop importante de la surface de contact entre flux entrant et sortant crée un échauffement du système. Le quasi-gaz d'<sup>3</sup>He possède une viscosité qui augmente lorsque la température décroît. Les frottements associés sont responsables d'un échauffement visqueux relié à une chute de la pression osmotique. Si l'on fait l'approximation d'un réfrigérateur sans apport de chaleur autre que le réchauffement visqueux et sans résistance de Kapitza, on obtient pour la température minimale [Weat 68] (avec D le diamètre du tube de l'échangeur thermique):

$$T_M(lim) = \frac{4}{D^{\frac{1}{3}}} \text{ mK} \cdot \text{mm}^{\frac{1}{3}} \quad (2.2)$$

Ainsi pour un tube de 1mm de diamètre, la température minimale atteignable dans la boîte à mélange est de 4 mK. L'échangeur thermique est donc la partie la plus critique du réfrigérateur. Notons que l'échantillon ne se trouve pas dans la boîte à mélange, mais y est relié par une barre de cuivre. La température de l'échantillon sera plus haute du fait du circuit électrique de mesure (voir figure 2.4).

Une photo du cryostat est présentée ci-dessous (fig. 2.4). La position réelle des éléments y est indiquée.

---

5. Aux basses températures, les phonons sont balistiques (voir section 2.2.3) et n'interagissent qu'avec la surface du matériau. Si l'interface, comme en hyperfréquence, n'est pas adaptée, les phonons seront réfléchis sans avoir pu pénétrer dans l'autre matériau. Cette désadaptation est la résistance de Kapitza [POLL 69].

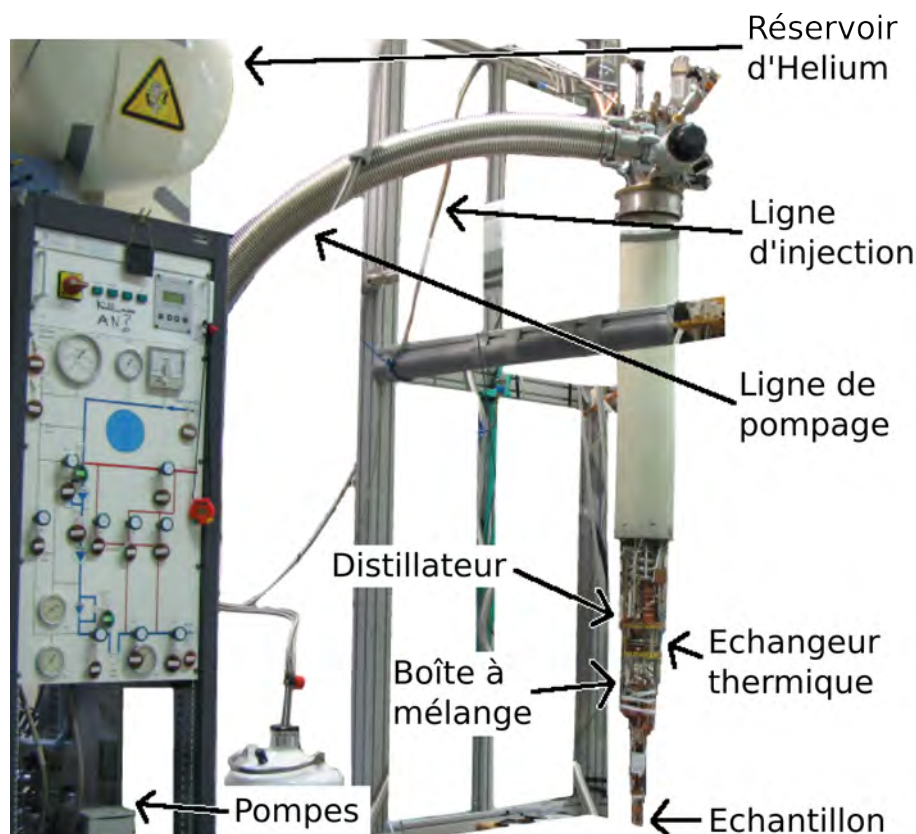


FIG. 2.4 – Cryostat à dilution de la thèse - A comparer avec le schéma de principe fig. 2.2 et le plan de câblage réel fig. D.1 dans l'annexe D.

Nous allons examiner maintenant le principe de fonctionnement des câbles avec lesquels les mesures ont été réalisées dans le cryostat.

## 2.2 Câbles électriques

Lors de la réalisation de câbles électriques, on cherche d'une part à minimiser l'apport en chaleur des câbles, et d'autre part, à minimiser le bruit électrique.

### 2.2.1 Conductivité thermique des câbles

Concernant l'apport en chaleur, deux types d'alliages sont utilisés couramment dans le domaine des très basses températures: le constantan ( $Cu_{55}/Ni_{45}$ ) et le manganin ( $Cu_{86}/Mn_{12}/Ni_2$ ).

Les différentes sortes de manganin sont constituées de 82-84% de cuivre, 12-15 % de manganèse et 2-4% de nickel.

Les différentes sortes de constantan sont constituées de 53-57% de cuivre, 43-45% de nickel et de 0,5-1,2% de manganèse.

En comparaison, la courbe résistance/température est plus plate pour les constantans que pour les manganins, ces derniers ayant aussi une plus mauvaise résistance à la corrosion.

Comparons divers matériaux à température ambiante:

Matériau	Résistivité électrique moyenne	Coefficient thermique de la résistivité électrique	Conductivité thermique
	$\Omega m$	$K^{-1}$	$\frac{W}{m \cdot K}$
Manganin	$4,5 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-5}$	22
Constantan	$5,2 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-5}$	19,5
Acier Inox	$8 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-3}$	16,7
Cuivre	$1,69 \cdot 10^{-8}$	$4,3 \cdot 10^{-3}$	401

TAB. 2.1 – Tableau comparatif des conceptions thermiques et électriques [Cons 08] [Mang 08] [Mate 08]

L'important dans notre cas est d'utiliser un matériau présentant une faible variation de la résistance en fonction de la température, ce qui nous permet d'avoir des câbles ayant toujours la même résistance quel que soit le niveau de remplissage du cryostat. Par ailleurs, nous avons besoin de minimiser la conductivité thermique afin de ne pas court-circuiter thermiquement les divers étages du cryostat. En regardant le tableau 2.1, on voit bien que le manganin et le constantan sont les matériaux les plus adaptés.

### 2.2.2 Câbles simples et coaxiaux

Deux types de bruit nous posent problème, à savoir ceux découlant des champs magnétiques et ceux induits par champs électriques.

Le bruit dû aux champs magnétiques est le résultat d'une induction dans le système câble aller — câble retour. Cette induction est proportionnelle au flux magnétique  $\phi_m$  au travers du système<sup>6</sup>:  $U = -\frac{d\phi_m}{dt}$  avec  $\phi_m = B \cdot A$  donc à la surface définie par les deux câbles. La meilleure façon de minimiser cette surface, et donc le phénomène d'induction, est de torsader les câbles aller et retour. De cette ma-

6. Loi de Lenz Faraday donnant la tension induite  $U$  en fonction de la vitesse de variation du flux magnétique.  $B$  est le champ magnétique et  $A$  la surface comprise entre les deux câbles aller et retour

nière on offre une surface "d'attaque" minimale au champ magnétique.

Si l'on considère les champs électriques, si l'un des câbles fait office d'antenne, alors l'autre câble, positionné quasiment au même endroit, fait office d'antenne "inverse". En effet, comme tout changement de potentiel se fait à la fois dans le câble aller et dans le câble retour, l'échantillon à mesurer ne verra aucune différence.

Les gaines coaxiales, dans lesquelles les fils torsadés sont introduits, font effet de cage de Faraday et empêchent le champ électrique d'atteindre le câble. Ce blindage additionnel aurait pu être appliqué aux champs magnétiques, mais il n'existe pas de tube en  $\mu$ -métal (présentant une très haute perméabilité magnétique) possédant les dimensions dont nous avons besoin qui puisse être acheté dans le commerce.

### 2.2.3 Filtres à poudre de cuivre

Afin d'obtenir une température électronique la plus basse possible, nous avons utilisé des filtres à poudres de cuivre. Leur fonctionnement va être expliqué ici. Pour plus d'informations voir [Mart 87] [Fuku 97] [Fuku 97] [Luka 08].

#### Conduction thermique

La conductivité thermique d'un matériau, peut être exprimée de la façon suivante:  $\lambda = \frac{1}{3}c_V v l$ .

Comme  $\lambda$  est proportionnel à la capacité thermique, nous continuons notre argumentation avec cette dernière.

En dessous d'une certaine température la capacité thermique phononique d'un matériau tend, d'après le modèle de Debye, vers une loi en  $T^3$ :  $c_V \propto T^3$ .

Cette dépendance en  $T^3$  correspond à une diminution drastique du nombre de phonons aux basses températures. "L'extraction" de la chaleur par le biais des phonons est par la même empêchée.

Cependant et en particulier pour les métaux, il faut considérer un autre apport à la capacité thermique: celui des électrons. Pour  $k_B T \ll E_F$  et à l'aide du développement de Sommerfeld nous obtenons:  $c_V \propto T$ .

Il existe ainsi une température en dessous de laquelle la thermalisation se fait en premier lieu par le biais des électrons. Dans le cuivre, la température pour laquelle les deux capacités thermiques se croisent, est de 3,3 K (une introduction très intéressante peut être trouvée sous [Schl 06]).

Jusqu'à maintenant, nous avons seulement considéré la partie de la conductivité venant de la capacité thermique. Or le libre parcours moyen est lui aussi dépendant

du nombre de phonons. Si la densité de phonons baisse fortement, les électrons ne pourront plus interagir avec les atomes et nous aurons un apport supplémentaire au découplage de la température électronique et de la température phononique. La principale difficulté aux basses températures consiste donc à refroidir les électrons.

Si l'on considère qu'une température de 50 mK correspond, à l'aide de  $k_B T = \hbar \nu$ , à une fréquence d'environ 1 GHz, il est possible de "refroidir" les électrons en appliquant un filtre passe-bas<sup>7</sup>. C'est le rôle du filtre à poudre de cuivre.

### Filtres et effet de peau

Les filtres à poudre de cuivre fonctionnent à l'aide de l'effet de peau. Cet effet porte le courant haute fréquence à être refoulé à la surface du conducteur. Le principe est le suivant: tout courant alternatif dans un conducteur induit des champs magnétiques alternatifs. Ces derniers induisent eux-mêmes des courants d'induction qui s'opposent au courant premier. Le centre du conducteur étant traversé par plus de lignes de champ magnétique, les courants d'induction y seront aussi d'autant plus forts. Sur la surface du conducteur, la densité de courant totale sera donc plus élevée qu'au milieu. L'épaisseur de cette "peau" est donnée par:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} = \sqrt{\frac{1}{\pi f \mu_0 \mu_r \sigma}} \quad (2.3)$$

avec  $\sigma$  la conductivité électrique. Cette épaisseur donne la distance sur laquelle la densité de courant a diminué d'un facteur  $e^{-1}$ . Pour le cuivre par exemple, nous trouvons pour 50 Hz:  $\delta = 9,38 \text{ mm}$ , pour 500 kHz:  $\delta = 94 \text{ } \mu\text{m}$  et pour 1 GHz:  $\delta = 2,1 \text{ } \mu\text{m}$ . On peut considérer qu'à densité de courant plus élevée, le champ électrique à l'extérieur du conducteur s'étend de plus en plus loin. Ainsi, si l'on place un second conducteur près du premier, il y aura une fréquence minimale à partir de laquelle les deux conducteurs commenceront à être couplés (figure 2.5).

---

7. Si tant est que le milieu est plus froid que les électrons.

La densité de courant à la surface du premier conducteur en sera d'autant réduite.

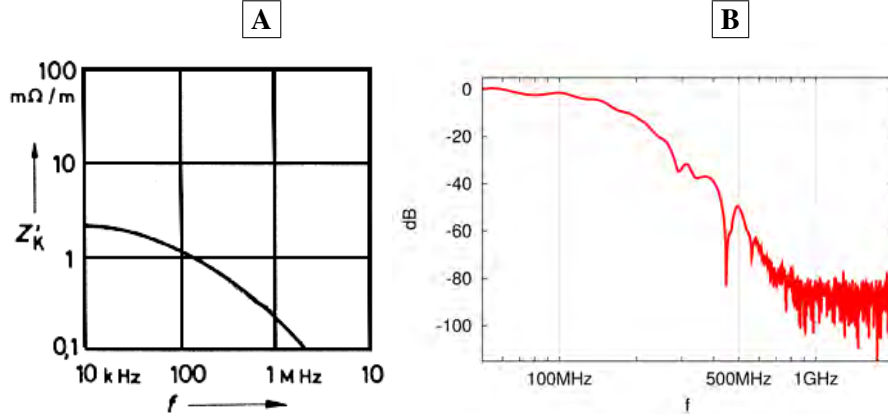


FIG. 2.5 – **A** Exemple d'impédance de couplage normée entre deux conducteurs placés à 30 mm l'un de l'autre (Câbles de type RG 213) [Webe 04]. Plus la fréquence augmente, plus le champ se propage loin à l'extérieur du conducteur, plus l'impédance entre les deux conducteurs diminue.

**B** Absorption d'un filtre à poudre de cuivre en fonction de la fréquence. Le plateau à -80 dB correspond au minimum mesurable par notre analyseur de spectre.

Pour réaliser un filtre à poudre de cuivre, nous enroulons une grande longueur de câble de cuivre dans un récipient, rempli par la suite avec de la poudre de cuivre. Chaque grain de cuivre est oxydé en surface et est donc isolé de chaque autre. De cette manière la surface sur laquelle l'effet de peau se déploie est maximisée, et les hautes fréquences sont "absorbées" par la résistance des grains. Suivant la longueur du câble utilisé et la taille des grains de cuivre, la fréquence de coupure se situe entre quelques centaines de MHz et quelques GHz.

A l'aide de ces filtres il est possible d'obtenir des atténuations de l'ordre de 80 dB (voir figure 2.5 **B**). Considérons qu'à partir de 3.3 K (correspondant environ à 69 GHz), la conductivité thermique des électrons est la seule restante. Le refroidissement des matériaux, dans ce cas-là, ne fonctionne plus que par les filtres à poudre de cuivre. L'atténuation nécessaire pour obtenir une température donnée (passage de  $T_{chaud}$  à  $T_{froid}$ ) est décrite par l'équation 2.4 [Glat 97].

$$A_{dB}(f) = 10 \log \left( \frac{e^{hf/(k_B T_{chaud})} - 1}{e^{hf/(k_B T_{froid})} - 1} \right) \quad (2.4)$$

Ainsi partant de 69 GHz (3,3 K), avec 5 étages de filtrage<sup>8</sup> ( $5 \times 80 \text{ dB} = 400 \text{ dB}$ ), nous pouvons atteindre dans cette approximation au mieux une température élec-

8. Voir schéma du montage en annexe D.1



tronique de 36 mK. Notons cependant que nous avons utilisé ici l'atténuation maximum que nous pouvions mesurer (fig. 2.5 **B**), et qui correspond au "pire des cas"<sup>9</sup>. Par ailleurs, il faut compter qu'en dessous de 3.3K, le couplage phonons-électrons est encore légèrement présent. Enfin, les câbles torsadés en gaine coaxiale sont équivalents à un circuit RC et filtrent donc aussi.

L'un des problèmes pouvant tout de même survenir est que les différents étages du cryostat "rayonnent" entre eux. Le câble peut donc, après le filtre, reprendre en partie la température de l'étage précédent.

En tout et pour tout, nous verrons que nous pouvons obtenir des températures électroniques de l'ordre de grandeur de 100 mK (section 3.1.1).

## 2.3 Banc de mesure du cryostat

### 2.3.1 Principe de câblage

L'un des principaux problèmes a été de trouver une méthode qui permette tout d'abord de mesurer les échantillons avec le moins de bruit possible, et également d'éviter les sur-tensions capables de les détruire. Ces sur-tensions sont présentes non seulement sur tout objet capable de se charger électriquement (individu, pincette, câbles flottants ...), mais aussi sur la masse. Bien que disposant dans notre laboratoire d'une masse de mesure indépendante des autres appareils, il s'est avéré que cette dernière était non seulement parasitée, mais communiquait également de manière obscure avec les appareils électriques environnants, induisant de forts pics de tension lors de la mise en marche de ces derniers. Après un nombre particulièrement conséquent d'échantillons "grillés", nous avons résolu le problème en introduisant de hautes résistances des deux côtés de la jonction, et en mesurant à l'aide d'une masse virtuelle.

Pour réaliser la masse virtuelle, nous appliquons de chaque côté de la jonction la même tension  $U$ , mais de sens opposé. Ainsi nous avons une tension  $2U$  aux bornes de l'échantillon sans que celui-ci ne voit de masse. Si tout le câblage est réalisé de façon parfaitement symétrique, le "milieu" de la jonction restera toujours à 0 V par rapport à la masse réelle. Bien que protégée par de hautes résistances (100 k $\Omega$ ), la mesure est faite proche du potentiel de masse sans pour autant y être connecté réellement. De plus, comme les câbles sont constitués de paires torsadées suivant rigoureusement le même chemin, ils rendent la mesure insensible aux perturbations électriques extérieures. Si un champ électrique quelconque induit une tension, la perturbation aura le même signe dans les deux câbles. Comme la tension appliquée à l'échantillon est égale à la différence de tension entre les deux câbles, l'échantillon ne verra pas cette perturbation. Seul le potentiel de masse virtuel sera déplacé par rapport au potentiel de masse réel.

Pour les câbles de mesure, le principe est le même: rester parfaitement bipolaire, afin de diminuer au maximum les influences de champs extérieurs.

---

9. L'atténuation pourrait-être meilleure, mais nous ne pouvons pas la mesurer.

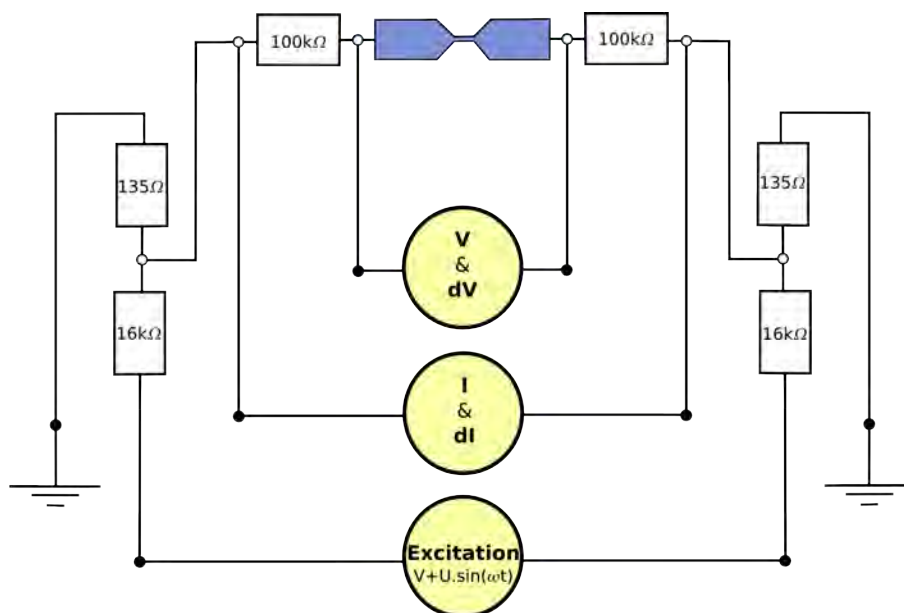


FIG. 2.6 – Plan de câblage de l'échantillon

Dans le plan de câblage du cryostat (figure 2.6), nous remarquons en plus de la symétrie induite, deux diviseurs de tension. Ces derniers, situés à 4K dans le cryostat, permettent d'utiliser une tension environ 120 fois plus haute en dehors du cryostat qu'à l'intérieur. Le bruit de mesure en est ainsi diminué<sup>10</sup>. La raison pour laquelle ces diviseurs ne sont pas situés plus bas dans le cryostat est que le niveau à 4K est le seul niveau du cryostat avec une température constante tout au long d'une mesure. Comme la valeur des résistances est dépendante de la température, le diviseur de tension changerait avec la température, ce qui introduirait des complications. Les résistances annexes de 135  $\Omega$  sont données par la résistance des câbles allant à la température ambiante.

Comme nous mesurons la tension aux bornes des pré-résistances de 100  $k\Omega$ , la résistance de l'échantillon est incluse dans cette mesure. Pour obtenir  $dI$ , nous calculons<sup>11</sup>:

$$dI = \frac{dI_{mesure} - dV}{200k\Omega} \quad (2.5)$$

Comme l'amplification pour  $dI$  et  $dV$  peut être variée indépendamment (voir le chapitre suivant), il est possible de mesurer  $dI$  et  $dV$  très exactement pour un large

10. Non seulement le diviseur de tension, en étant dans le cryostat, se trouve dans une cage de Faraday, mais la température de 4K permet de diminuer fortement le bruit des résistances du diviseur de tension.

11. Attention  $dI_{mesure}$  correspond à la **tension** aux bornes de la structure totale

domaine de résistances<sup>12</sup> de l'échantillon et donc avec une haute résolution.

### 2.3.2 Appareillage

La tension appliquée à l'échantillon est constituée d'une tension variant lentement ( $V$ ) et d'une tension rapide modulée<sup>13</sup> ( $U \cdot \sin(\omega t)$ ). Ces deux tensions sont additionnées puis ce signal monopolaire est converti en un signal bipolaire. Cette étape est particulièrement sensible, c'est pourquoi nous utilisons quatre accumulateurs — deux pour chaque appareil<sup>14</sup> — afin d'être indépendant du réseau électrique.

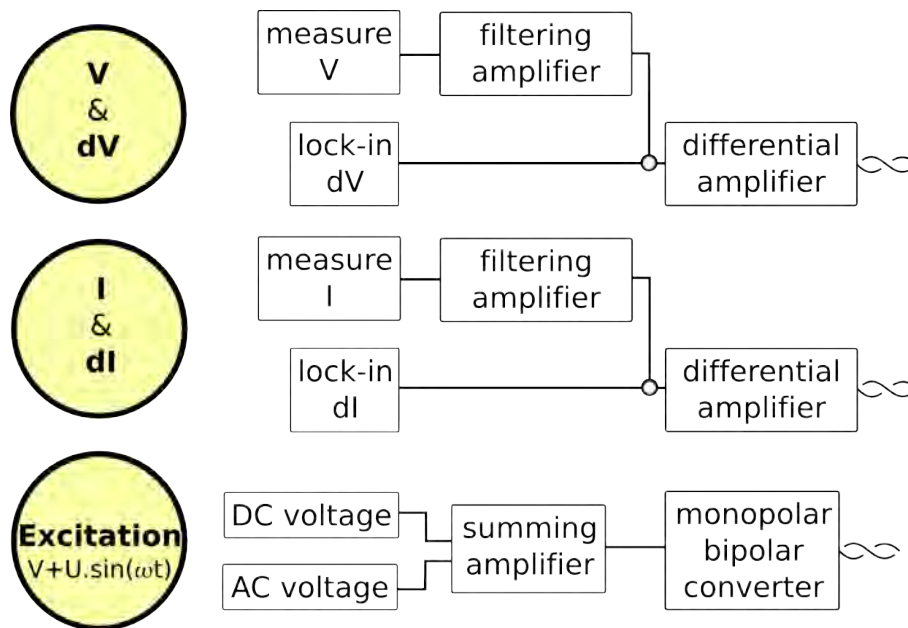


FIG. 2.7 – Appareillage de mesure utilisé

La mesure se fait en parallèle à l'aide de deux amplificateurs à détection synchrone (appelés "lock-in" par la suite), l'un responsable de la mesure du courant, l'autre de la mesure de la tension. Le signal bipolaire mesuré est converti en signal monopolaire tout en étant fortement amplifié (amplificateur différentiel directement à la sortie du cryostat). Plus loin, la composante continue du signal est extraite à l'aide d'un amplificateur filtre. La composante alternative est filtrée à l'entrée du lock-in par un filtre correspondant.

12. Dans de très bonnes conditions nous obtenons une résolution de  $60 \text{ nV}$  aux bornes de  $50 \text{ k}\Omega$ , ce qui correspond à un courant de  $1 \text{ pA}$ .

13. Une fréquence idéale du système est  $117,17 \text{ Hz}$ , car elle n'est ni un multiple de  $50 \text{ Hz}$  ni d'aucune autre résonance électromagnétique dans notre laboratoire.

14. Afin de convertir un signal monopolaire en un signal bipolaire, nous avons besoin d'un générateur de tension bipolaire et donc de deux accumulateurs.

Ainsi pour chaque point de mesure,  $dI$ ,  $dV$ ,  $I$ , et  $V$  sont mesurés en parallèle et envoyés à un ordinateur. Du fait du grand nombre d'appareils de mesure (mesures et commandes de ces derniers), nous ne pouvons enregistrer que deux à trois points de mesure par seconde. Pour des mesures nécessitant une plus grande vitesse, les signaux de sortie sont reliés en parallèle à un oscilloscope enregistrant lui-même les données.

Enfin, la résistance des câbles est conséquente (environ  $1,3 \text{ k}\Omega$  de résistance pure de câble de l'extérieur du cryostat à l'échantillon) pour des raisons de thermalisation. La capacité des câbles est également grande pour des raisons de filtrage. Notre fréquence de mesure est ainsi limitée: environ  $200 \text{ Hz}$  à  $10 \text{ k}\Omega$  ou  $20 \text{ Hz}$  à  $100 \text{ k}\Omega$ , ce qui correspond avec  $f_{coupure} = \frac{1}{2\pi RC}$  à environ  $80 \text{ nF}$  soit  $40 \text{ nF}$  par câble.

### 2.3.3 Actionnement des jonctions à cassure

La structure simple ou double est montrée dans un système de poussoir qui permet de l'étirer en la courbant (fig. 2.8).

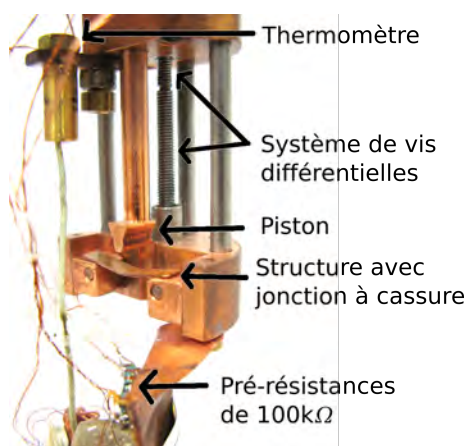


FIG. 2.8 – Mécanisme d'actionnement des jonctions à cassure avec structure située en dessous du piston. (N.B.: Sur cette photo la structure n'est pas contactée.)

Le système comprend une vis différentielle qui tourne d'une part dans la partie basse sur laquelle est déposée la jonction et d'autre part dans la partie haute sur laquelle est monté le piston. La différence entre les deux filetages (ici  $50 \mu\text{m}$  par tour complet), est responsable du déplacement de la partie basse vers le piston, courbant ainsi la jonction.

Pour chaque échantillon, le courant tunnel de la jonction est mesuré en fonction du déplacement du système de vis différentielles  $D$ . Comme ce courant est dépendant de la distance entre les électrodes  $d$ , il est possible d'obtenir le facteur de démultiplication entre le déplacement de la vis et le déplacement des électrodes l'une part rapport à l'autre. Nous utilisons la formule dite "standard" pour de petites tensions et une barrière tunnel rectangulaire:

$$d \propto - \frac{\ln(G)\hbar}{\sqrt{2m_e\Phi}} \quad (2.6)$$

avec  $\Phi$  le travail de sortie de l'aluminium,  $m_e$  la masse de l'électron,  $G$  la conductance.  $d$  est donc proportionnel à  $\ln(G)$ . Si l'on ajuste le logarithme de la conductance pour différentes positions de la vis différentielle par une droite, nous trouvons la dépendance de la distance.

Cette formule nous donne des valeurs<sup>15</sup> entre 40 000 et 200 000 suivant la mesure, le type de piston utilisé et la distance intersupports. De plus il faut considérer que la valeur du travail de sortie dépend de la forme des électrodes, donnant lieu à une variation de l'ordre de 20% d'après [Sche 00].

## 2.4 Réalisation des structures

### 2.4.1 Structures simples

La réalisation de jonctions à cassures simple sur bronze, comprend plusieurs étapes (fig. 2.9).

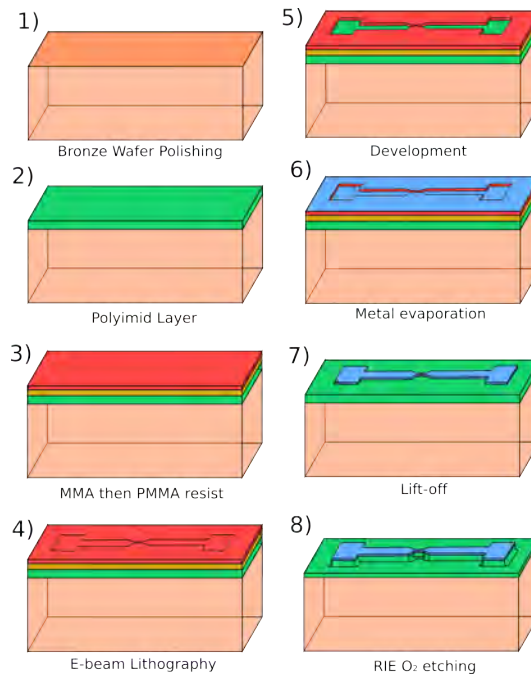


FIG. 2.9 – Flowchart de la réalisation d'une jonction à cassure sur bronze.

15. En accord avec [Böh 08]

## Deuxième Partie: Basses Températures

Dans un premier temps un wafer de bronze doit être poli [1]. Il est ensuite recouvert d'une couche de polyimide [2] qui permet d'isoler électriquement la surface du substrat et servira plus tard à réaliser un pont suspendu. Deux couches de résine<sup>16</sup> sont ensuite déposées [3]. La structure est "écrite" en lithographie à électrons [4], puis développée [5]. La couche de résine inférieure (MMA) est plus fortement développée que la couche supérieure<sup>17</sup> (PMMA), ce qui permet de réaliser, après une étape d'évaporation de métal [6], un lift-off [7]. Seul le métal déposé à l'endroit où la résine a été développée, reste solidaire du substrat. Lors de la dernière étape [8], le polyimide est gravé de manière isotrope à l'aide d'un plasma oxygène<sup>18</sup>, ce qui permet d'obtenir un pont suspendu à l'endroit de la constriction.

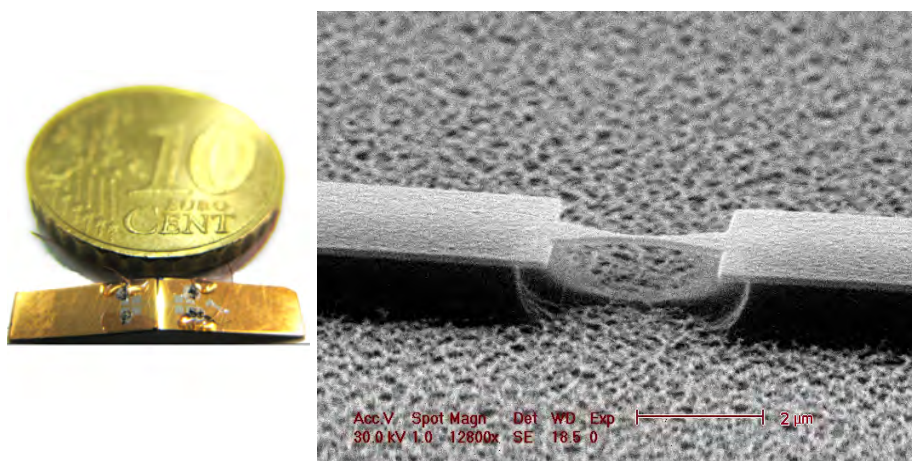


FIG. 2.10 – A gauche, jonction à cassure sur substrat de bronze. A droite, image MEB du pont suspendu d'une jonction à cassure.

La structure ainsi obtenue possède un pont suspendu d'environ  $100 \times 100 \text{ nm}$  de section, et une dimension totale d'environ  $3\text{mm} \times 18\text{mm}$  (fig. 2.10).

### 2.4.2 Structures doubles

La structure SET caractérisée par la suite est constituée d'un îlot relié aux arrivées de courant d'un côté par une jonction tunnel en oxyde, et de l'autre par une jonction à cassure.

16. Couche du dessous (100 nm): MMA "Methyl MethAcrylate" et couche du dessus (600 nm): PMMA "PolyMethyl MethAcrylate" - aussi connu sous le nom de plexiglas.

17. Ainsi l'aluminium évaporé par la suite ne peut pas adhérer sur les flancs verticaux.

18. La gravure se fait en **RIE**: Reactive Ion Etching.

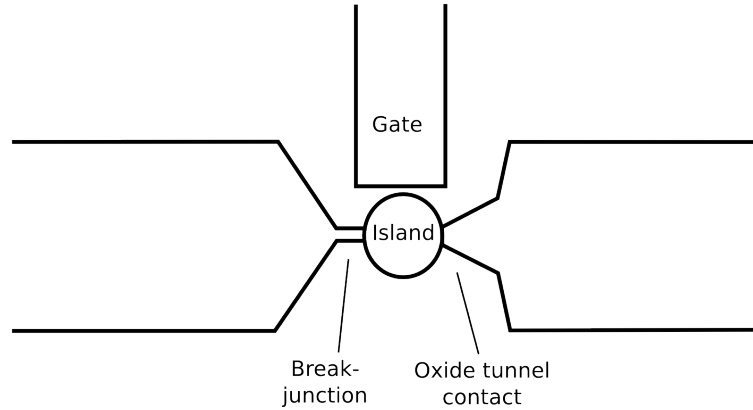


FIG. 2.11 – Structure du SET utilisé. A gauche, nous avons une jonction à cassure, à droite une jonction tunnel en oxyde d'aluminium. Une électrode de grille se rapproche de l'îlot par le haut.

L'idée est de pouvoir caractériser la jonction fixe (en oxyde) alors que la jonction à cassure n'est pas encore cassée, puis d'ouvrir la jonction à cassure et de caractériser l'ensemble. Une structure comprenant deux jonctions à cassures n'a pas été mesurée, car elle aurait été trop compliquée à comprendre sans avoir d'abord caractérisé le cas intermédiaire.

**Évaporation en incidence rasante** : Afin de réaliser une jonction tunnel en oxyde, nous avons utilisé le principe de l'évaporation en incidence rasante. Notre masque est comme auparavant constitué de deux couches (PMMA et MMA). Lors du développement de la structure, la couche de MMA est plus fortement développée que celle de PMMA donnant lieu à une structure tel que décrit par l'image a) dans la figure 2.12.

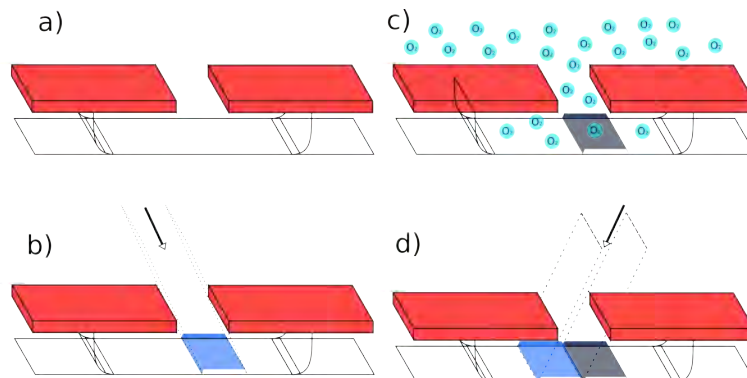


FIG. 2.12 – Principe de l'évaporation en incidence rasante.

## Deuxième Partie: Basses Températures

Si l'on incline l'échantillon, il devient possible d'évaporer l'aluminium sous un angle donné [b]. La structure définie par l'ouverture dans le masque de PMMA sera reproduite de façon décalée sur la couche de polyimide sous-jacente. Puis, la structure est mise en présence d'oxygène [c] à une pression donnée, afin d'oxyder superficiellement l'aluminium. Enfin, une seconde évaporation en incidence rasante avec un angle opposé [d] est réalisée. De cette manière, les structures décalées sont connectées au travers d'une fine couche d'oxyde d'aluminium faisant office de barrière tunnel.

La structure réelle est donnée par le masque défini ci-dessous:

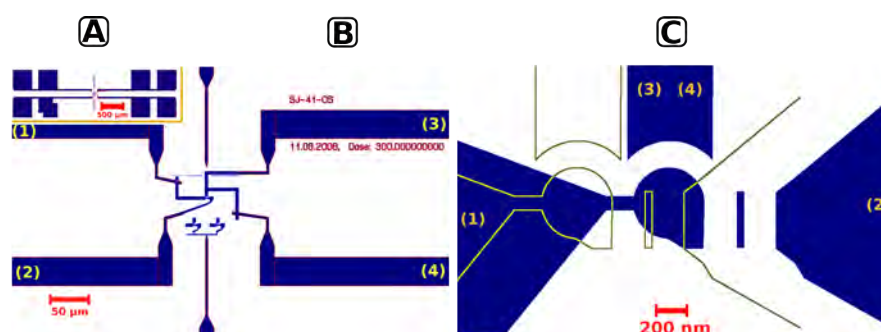


FIG. 2.13 – A gauche en [B], schéma de la structure SET utilisée (En [A] vue d'ensemble). Les deux contacts de droite (3) et (4) sont reliés à la grille et permettent de tester si la grille est bien contactée aux câbles de mesure. Le contact (1) est relié à la jonction cassure, le contact (2) est relié à la jonction tunnel. A droite en [C], nous avons la structure centrale. On peut y voir à gauche la jonction à cassure et à droite la structure qui permettra de réaliser la jonction tunnel (la jonction tunnel est créée par la superposition de l'îlot bleu et de la structure jaune). La seconde structure évaporée en incidence rasante après oxydation de la première structure, est représentée en jaune.

Cette structure permet de garder un îlot central relativement petit. En effet, une fois le pont suspendu de la jonction à cassure gravé, l'îlot sera lui aussi libéré du substrat. Or comme le recouvrement (à droite sur la figure 2.13) des deux niveaux de métal est grand, l'îlot sera tenu par la jonction tunnel à droite.



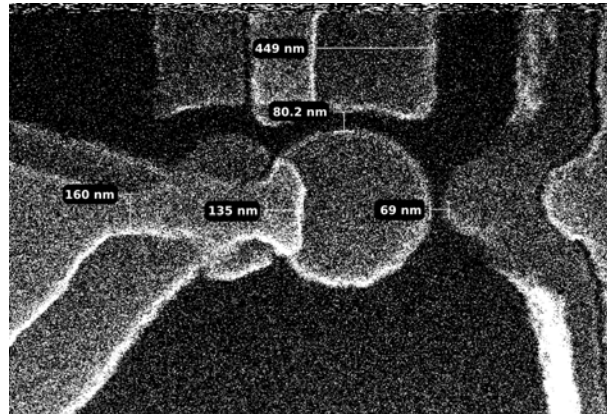


FIG. 2.14 – Image MEB d'une structure mixte: jonction tunnel en oxyde/jonction à cassure. Pour cette structure, l'angle suivant lequel l'évaporation a eu lieu n'était pas suffisant. A droite la jonction tunnel n'est pas connectée à l'îlot central, et à gauche, "l'image" de l'îlot, a été évaporée sur la jonction à cassure au lieu d'être décalée plus loin sur le contact électrique. D'après les mesures sur la figure, le décalage entre les deux structures évaporées était de 450 nm, et il manquait plus de 135nm. La grille était à 80 nm de l'îlot et la jonction à cassure aurait eu une largeur de 160nm.

Comme la structure mesurée électriquement a été détruite, probablement dans un plasma hélium, une structure semblable est montrée en 2.14.

## Bibliographie

- [Bals 97] N. H. Balshaw. “Practical Cryogenics”. Tech. Rep., Oxford Instruments, 1997.
- [Böh 08] T. Böhrer. *Elektronischer Transport durch einzelne C60 Moleküle*. PhD thesis, Universität Konstanz, 2008.
- [Cons 08] “Constantan<sup>®</sup> - Alliage de Résistance - Informations sur matériaux”. [http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Constantan\\_-\\_Alliage\\_de\\_Resistance.HTML](http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Constantan_-_Alliage_de_Resistance.HTML), 2008.
- [Fuku 97] A. Fukushima, A. Sato, A. Iwasa, Y. Nakamura, T. Komatsuzaki, and Y. Sakamoto. “Attenuation of microwave filters for single-electron tunneling experiments”. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, Vol. 46, No. 2, pp. 289–293, 1997.
- [Glat 97] D. C. Glatli, P. Jacques, A. Kumar, P. Pari, and L. Saminadayar. “A noise detection scheme with 10 mK noise temperature resolution for semiconductor single electron tunneling devices”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 81, No. 11, pp. 7350–7356, 1997.
- [Kuhn 01] M. Kühne. “Kalt, kälter, ultrakalt”. *Physikalische Blätter*, Vol. 57, No. 6, pp. p.59–65, 2001.
- [Les 04] “Les principes du froid, ou comment obtenir les basses températures”. [http://1100f.free.fr/le\\_froid.htm](http://1100f.free.fr/le_froid.htm), 2004.
- [Loun 88] O. V. Lounasmaa. *Experimental Principle and Methods Below 1K*. Academic Press, 1988.
- [Luka 08] A. Lukashenko and A. V. Ustinov. “Improved powder filters for qubit measurements”. *Review of Scientific Instruments*, Vol. 79, No. 1, p. 014701, 2008.
- [Mang 08] “Manganin<sup>®</sup> - Alliage de Résistance - Informations sur matériaux”. [http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Manganin\\_-\\_Alliage\\_de\\_Resistance.HTML](http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Manganin_-_Alliage_de_Resistance.HTML), 2008.
- [Mart 87] J. M. Martinis, M. H. Devoret, and J. Clarke. “Experimental tests for the quantum behavior of a macroscopic degree of freedom: The phase difference across a Josephson junction”. *Phys. Rev. B*, Vol. 35, No. 10, pp. 4682–4698, Apr 1987.
- [Mate 08] “Material Properties”. <http://www.goodfellow.com/csp/active/gfMaterials.csp>, 2008.

- [Pesh 57] V. Peshkov and V. Kachinskii. "Measurement of the saturated vapor pressure of a  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  mixture with a high  $^3\text{He}$  concentration". *Soviet Phys. JETP*, Vol. 4, pp. p.607–9, May 1957.
- [POLL 69] G. L. POLLACK. "Kapitza Resistance". *Rev. Mod. Phys.*, Vol. 41, No. 1, pp. 48–81, Jan 1969.
- [Sche 00] E. Scheer, J. C. Cuevas, A. L. Yeyati, A. Martin-Rodero, P. Joyez, M. H. Devoret, D. Esteve, and C. Urbina. "Conduction channels of superconducting quantum point contacts". *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 280, No. 1-4, pp. 425–431, May 2000.
- [Schl 06] T. Schluck. "Einige Aspekte der Thermalisierung bei tiefen Temperaturen". Praktikumsbericht, Fortgeschrittenen Praktikum - Universität Konstanz, December 2006.
- [Vach 03] G. Vachon and P.-L. Benoît. "La cryogénie à Sherbrooke". *L'Attracteur*, Vol. 14, 2003.
- [Weat 68] J. C. Weathley. "Dilute Solutions of  $^3\text{He}$  in  $^4\text{He}$  at Low Temperatures". *Am. J. Phys.*, Vol. 36, No. 3, pp. p.181–210, 1968.
- [Webe 04] A. Weber. *EMV in der Praxis*. Hüthig Buch Verlag Heidelberg, 2004.

## Chapitre 3

# Résultats

Ce chapitre débute par une évaluation des performances du cryostat. Cette évaluation passe par l'examen des mesures de gap supraconducteur et de champ critique de l'aluminium, mesures nous permettant d'évaluer la température électronique du cryostat.

Nous présentons ensuite la caractérisation aux basses températures d'une jonction en aluminium non étirée. Les sauts supraconducteurs en champ magnétique, température et courant  $y$  sont examinés.

Dans une troisième section, nous rapportons des courbes d'ouverture et de fermeture, en nous concentrant en particulier sur les derniers plateaux de la conductance. Des caractéristiques  $I(V)$  mesurées sur ces derniers plateaux nous permettent d'étudier les réflexions d'Andreev et par la même de tirer quelques conclusions sur les configurations préférentielles des contacts atomiques en aluminium.

Ce chapitre s'achève sur une dernière section dédiée à la mesure du blocage de Coulomb et des réflexions d'Andreev dans une structure SET.

### 3.1 Caractérisation du cryostat

Le cryostat, dans sa conception initiale, était doté d'un câblage en fils de manganin nus enroulés autour de barres de cuivres et collés à l'aide d'une colle basses températures<sup>1</sup> afin d'améliorer le contact thermique.

Ces câbles présentaient tous un court circuit vers la terre compris entre  $20 \Omega$  et  $2 M\Omega$ , ce qui ne permettait pas de faire de mesures spectroscopiques sur une jonction à cassure en régime tunnel à  $1 M\Omega^2$ . Nous avons donc dû modifier ce câblage pour le remplacer, à l'issue de plusieurs essais, par un câblage constitué de câbles torsadés en manganin, blindés à l'aide d'un enlacement de fils d'acier inoxydable

---

1. Probablement la colle "Varnish IMI 7031" de la firme GVL Cryoengineering - Lecomte

2. On considère que, pour une erreur de mesure acceptable, la résistance d'un court circuit doit être au minimum 10 fois plus grande que la résistance à mesurer.

et avec un isolant en téflon<sup>3</sup>. Ces câbles étaient enroulés autour de barres en cuivre à chaque étage du cryostat afin d'assurer la thermalisation. Ils ont permis d'obtenir la caractéristique présentée plus loin à la figure 3.1. Une estimation de la température électronique (largeur du gap à mi hauteur) nous mène à une température de l'ordre de 1K pour une température phononique de 50 mK. Ainsi une nouvelle série de modifications nous a mené au câblage final. Celui-ci était constitué de filtres à poudre de cuivre et de câbles torsadés de manganin, blindés cette fois-ci dans un tube en acier inox et avec du silicone comme diélectrique (voir la description du câblage dans la section 2.2). Ce câblage nous a permis d'obtenir les mesures de la figure 3.2.

### 3.1.1 Comparaison des gaps de l'aluminium

Nous allons, dans cette section, comparer deux caractéristiques  $G(V)$  obtenues sur une jonction à cassure en régime tunnel. Une jonction à cassure ouverte correspond à un contact SIS avec un isolant épais. Dans de telles conditions, la conductance n'est donnée que par des électrons passant d'une électrode à l'autre par effet tunnel. Cette mesure, aussi qualifiée de mesure spectroscopique, nous permet de visualiser directement les états occupés et non occupés du supraconducteurs (la densité d'états). Nous trouvons donc autour de 0 V le domaine du gap supraconducteur de part et d'autre de  $E_F$ , dans lequel il n'y a pas d'états électroniques. La conductance y est égale à 0. Au-delà de ce domaine, nous voyons les états du métal qui correspondent à une conductance constante. Notons du fait du fort régime tunnel (isolant épais), que la probabilité de voir des réflexions d'Andreev est quasiment nulle. Comme la densité d'états d'un supraconducteur au zéro absolu a, au niveau de la valeur du gap, une caractéristique qui va à l'infini, un arrondissement de cette dernière peut indiquer une température électronique haute.

Examinons les caractéristiques en question. La première caractéristique (figure 3.1) a été mesurée avec l'un des premiers câblages du cryostat:

---

3. Câbles de la firme Cryoengineering - Lecomte. Nous avons coulé cet enlacement de câbles avec isolant teflon dans du silicone afin que le blindage ne bouge plus par rapport aux câbles intérieurs. En effet, tout mouvement des câbles induit sinon des changements de capacité qui résultent en bruit de tension dans les câbles de manganin.

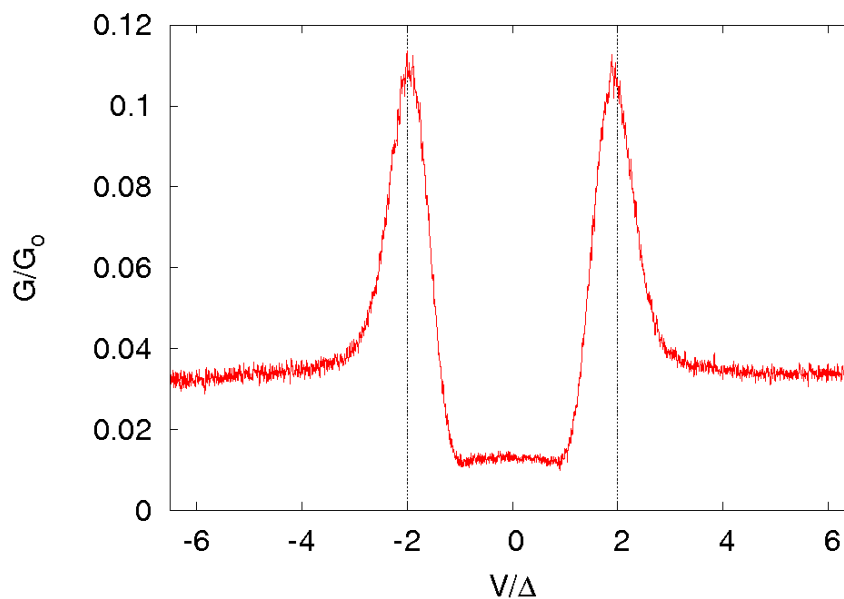


FIG. 3.1 – Caractéristique du gap de l'aluminium avec un ancien câblage - A comparer avec la figure 3.2. Le câblage était constitué de fils torsadés de manganin, blindés avec un enchevêtrement de fils en acier ( $\Delta = 185 \mu\text{eV}$ ).

Cette caractéristique possède des pics très arrondis au niveau de la valeur du gap<sup>4</sup>. Pour une mesure effectuée en dessous de 100 mK, un tel arrondi est surprenant.

Une fois les filtres à poudre de cuivre installés à chaque étage<sup>5</sup> ainsi que les câbles torsadés fait maison, nous obtenons les caractéristiques de gap de la figure 3.2. L'amélioration de la qualité de la mesure y est clairement visible.

---

4. Concernant la détermination de la valeur du gap, se reporter à la partie 3.5.1

5. Nous avons observé qu'un seul niveau de filtrage en bas amenait trop de chaleur et pas assez de filtrage, d'où la nécessité d'un filtrage progressif à plusieurs niveaux.

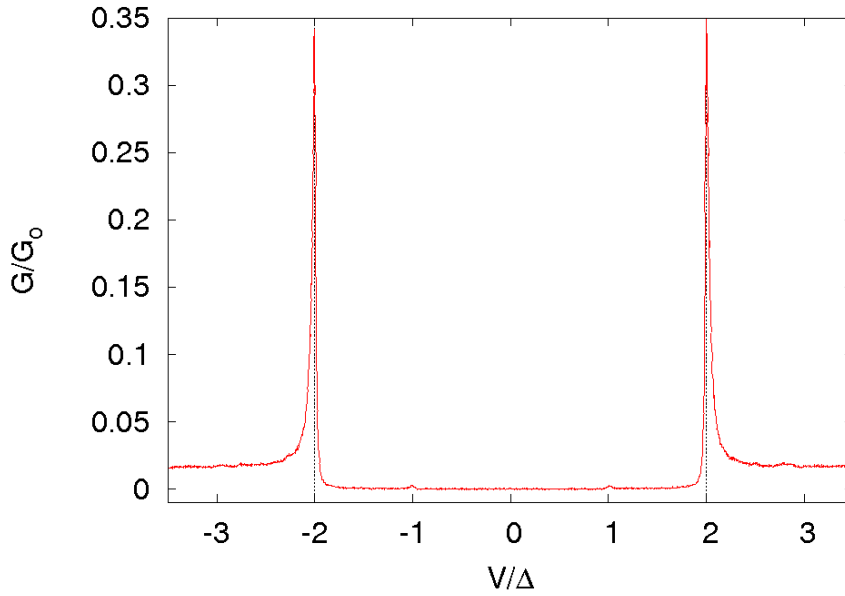


FIG. 3.2 – Mesure de gap avec le câblage final - A comparer avec la figure 3.1. On voit au niveau de  $\pm 1\Delta$  les prémisses des réflexions d'Andreev ( $\Delta = 185 \mu\text{eV}$ ). Le câblage était constitué de câbles en manganin torsadés, blindés dans un tube en acier et de filtres à poudre de cuivre.

Les deux mesures ont été réalisées autour de 70 mK pour une excitation lock-in de l'ordre du  $\mu\text{V}$ . Deux effets ont ainsi pu dégrader la caractéristique supraconductrice de l'aluminium donnée à la figure 3.1: un bruit non visible, ni dans le lock-in, ni dans les mesures DC (un rayonnement thermique par exemple), et une température électronique proche de la température de transition supraconductrice.

Pour estimer la température électronique correspondant au dernier câblage, nous avons simulé les résultats à l'aide du modèle de Skalski ([Skal 64] Voir Annexe C). Nous obtenons une assez bonne concordance des courbes pour un paramètre de spin-flip<sup>6</sup> de  $2 \cdot 10^{-3}$  et une température électronique de 100 mK (voir figure 3.3).

6. Que l'on peut interpréter comme une déviation de la théorie BCS.

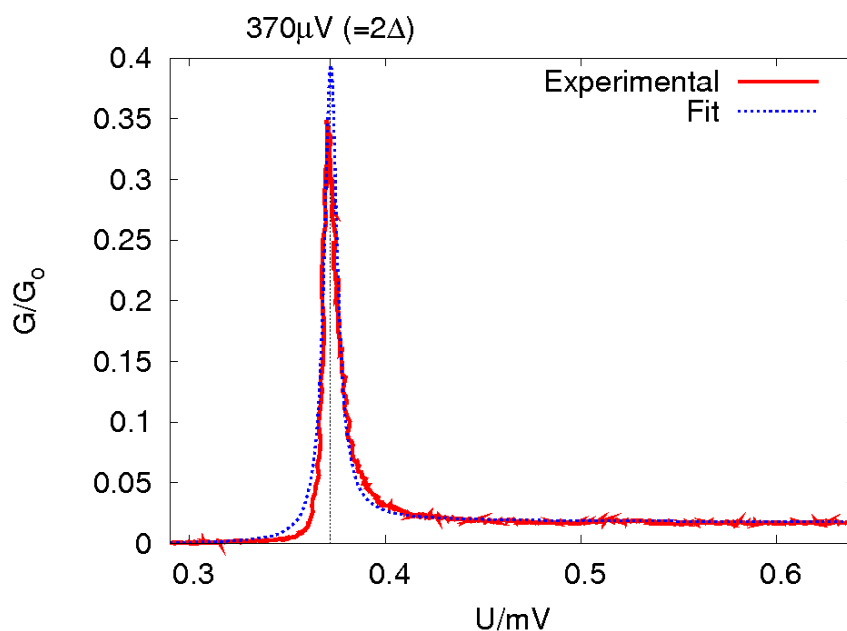


FIG. 3.3 – Ajustement de la courbe 3.2 d’après le modèle de Skalski avec comme paramètres une température électronique de 100 mK, un gap de  $185 \mu V$  et un paramètre de spin-flip, décrivant la déviation par rapport à la théorie BCS, de  $2 \cdot 10^{-3}$ . Nous voyons un zoom sur le pic de droite de la courbe 3.2. La valeur de  $2\Delta$  correspond ici à  $2 \times 185 \mu V = 0,37$  mV.

### 3.1.2 Le champ magnétique critique de l’aluminium

Une autre façon de se faire une idée de l’amélioration du cryostat après optimisation de son câblage est de regarder le "saut" supraconducteur en champ magnétique. Cette mesure est effectuée à très basses températures sur un contact non étiré. Pour les mesures avec les premiers câblages, ce dernier se trouvait en dessous de 10,5 mT (voir figure 3.4). A cette valeur de champ magnétique, l’aluminium sous forme de bulk passe de l’état supraconducteur à l’état de conducteur normal.



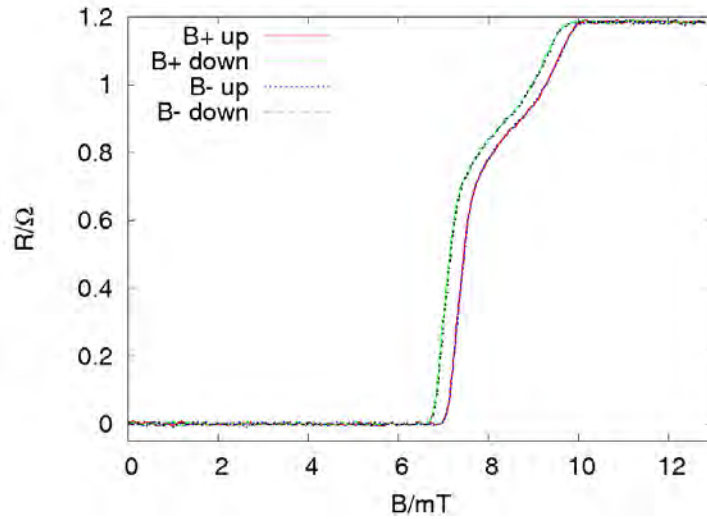
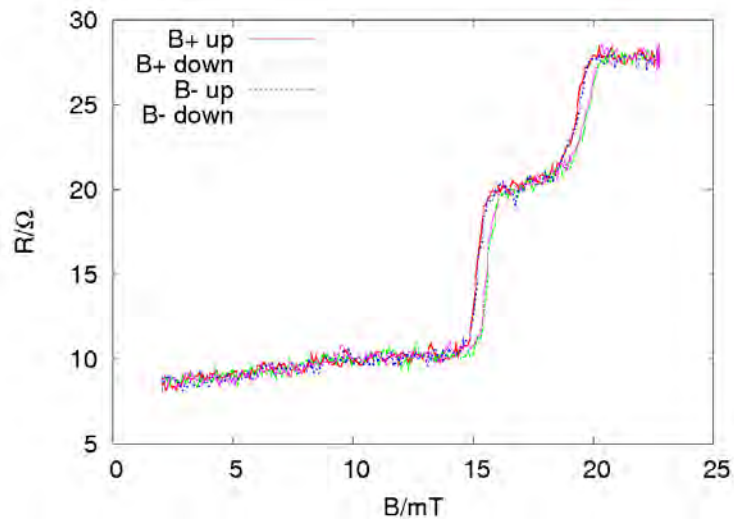


FIG. 3.4 – Caractéristique électrique à 80 mK en champ magnétique d'une jonction à cassure fermée. La résistance normale de 1,2  $\Omega$  vient du fait que la mesure est une vraie mesure 4 points, les arrivées de courant se rejoignant à 50  $\mu\text{m}$  du pont suspendu (d'où aussi une résistance de 0  $\Omega$  à l'état supraconducteur). Cette mesure a été réalisée avec un ancien câblage. B+ correspond à une mesure en champ magnétique positif et B- la mesure en champ magnétique négatif, "up" et "down" donnent la direction dans laquelle le champ magnétique est varié.

Dans la figure 3.4, la position du saut en champ, pris à mi-hauteur du saut, est située en dessous de 10,5 mT. Cette position n'étant pas trop éloignée de la valeur théorique du bulk, nous avons tout d'abord pensé que la mesure était acceptable, jusqu'à obtenir la caractéristique 3.5 pour le câblage final.



## Deuxième Partie: Basses Températures

---

FIG. 3.5 – *Caractéristique électrique à 70 mK en champ magnétique d’une jonction à cassure fermée. Les arrivées de courant de la mesure 4 points se rejoignent au niveau des câbles électriques. La résistance résiduelle de  $8 \Omega$  est la résistance de contact avec la laque d’argent entre structure évaporée sur substrat et câbles. Le bruit vient du fait que l’excitation du lock-in est très basse (300 nV au niveau de la jonction). Cette mesure a été réalisée à l’aide du dernier câblage.*

Il faut savoir ici que nous nous attendons à priori à une valeur de champ critique un peu plus élevée<sup>7</sup> que celle du bulk pour des films minces tels que le sont les jonctions à cassure [O A 69] [Susu 74b]. Ceci est dû au fait que l’épaisseur de la structure est de l’ordre de grandeur de la longueur de London (voir section 1.2.3), et que donc le champ inverse<sup>8</sup> créé par le supraconducteur est d’autant moins grand. Or nous observons un champ critique plus élevé que celui du bulk pour les mesures réalisées avec le nouveau câblage (figure 3.5), ce qui correspond à nos attentes.

Plusieurs raisons peuvent être données concernant le champ critique abaissé de la figure 3.4. Tout d’abord il se peut que la qualité de l’aluminium évaporé ait changé. En effet des impuretés magnétiques<sup>9</sup> pourraient fortement diminuer le champ critique. Leur présence pourrait s’expliquer par le fait que notre machine d’évaporation est également utilisée pour des évaporations de cobalt. Pourtant nous observons clairement dans les deux caractéristiques (Fig.3.5 et Fig. 3.4) une hystérésis qui correspond à l’effet de sur-fusion expliqué dans la section 1.2. Cet effet, qui peut être particulièrement fort dans l’aluminium<sup>10</sup>, dépend de la façon dont la mesure est faite ainsi que de la géométrie exacte du contact. L’effet de sur-fusion étant présent<sup>11</sup>, on peut dire que le métal est assez pur pour suivre la théorie de Ginzburg-Landau (voir 1.2.2) et que donc les impuretés magnétiques ne peuvent être présentes en grande quantité.

---

7. Tout de même, lorsque la taille diminue trop (moins de 10nm [Zgir 05]), les paires de Cooper ne peuvent plus se former, et la supraconductivité ne peut plus s’établir. Ceci correspondrait à une diminution de la valeur du champ critique.

8. Le champ extérieur s’annule dans un supraconducteur sur une certaine épaisseur appelée longueur de pénétration de London. Si le supraconducteur est plus petit que cette longueur de pénétration, alors le champ extérieur ne pourra plus s’annuler totalement. Le champ opposé créé par le supraconducteur, ne devra donc compenser, qu’une faible partie du champ extérieur. C’est un peu comme si le supraconducteur ne voyait qu’une fraction du champ externe.

9. Les impuretés non magnétiques ont plutôt tendance à faire augmenter le champ critique (voir Annexe A et [Chan 59] [Pauf 74])

10. La limite du champ magnétique théorique minimum pour l’effet de sur-fusion dans l’aluminium est de 0,45 mT ( $B_{c2} = \sqrt{2} \cdot \kappa_0 \cdot B_{c,th}$  avec  $\kappa_{0,Al} = 0,03$  pour  $T$  autour de  $T_c$ ). Voir équation 1.38 page 51.

11. La présence d’impuretés annihilerait l’effet de sur-fusion (germes de condensation).

Enfin, considérant aussi que le champ critique a augmenté avec chaque amélioration du câblage, on peut partir du principe qu'il ne s'agissait pas d'un problème de contamination, mais d'une température électronique trop importante.

## 3.2 Caractérisation d'une jonction en aluminium

Nous allons examiner ici les caractéristiques générales de jonctions à cassure fermées en aluminium.

### 3.2.1 Double saut en champ magnétique

Nous allons expliquer ici l'origine du double saut observé dans les caractéristiques en champ magnétique 3.5 et 3.4.

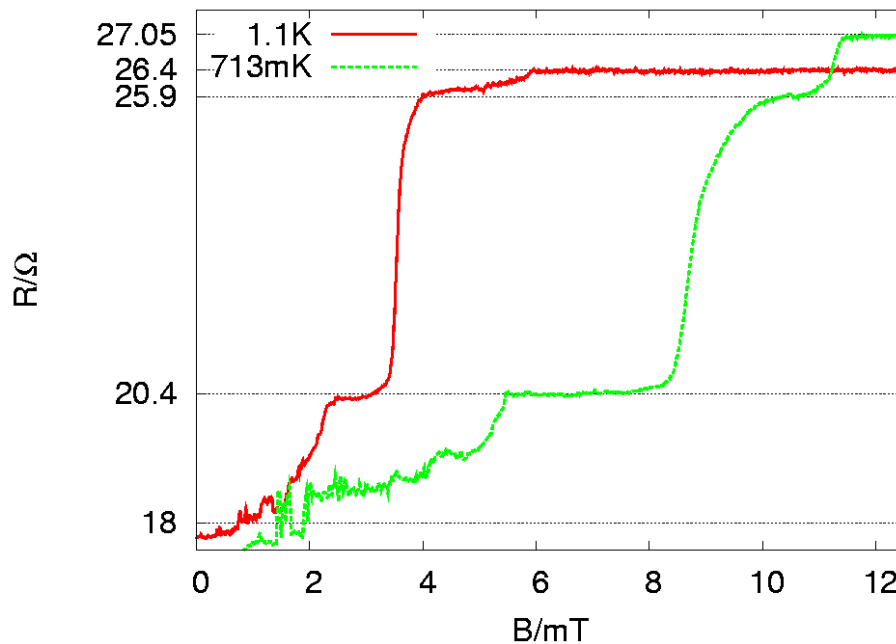


FIG. 3.6 – Caractéristiques d'une jonction à cassure en champ magnétique. Celle de gauche a été faite à l'état non étiré (1,1K), celle de droite, après avoir étiré légèrement la jonction (0,7K).

La première caractéristique de la figure 3.6 (en rouge) a été réalisée à 1,1K juste après le saut supraconducteur à 1,18K, avant même d'avoir étiré la jonction. La seconde (en vert), mesurée à 0,7K, a été réalisée après que l'on a eu légèrement étiré la jonction. Les deux grandes différences entre ces deux caractéristiques concernent d'une part un déplacement du champ critique et d'autre part l'amplitude du deuxième saut (celui qui apparaît à plus haut champ). Le déplacement du champ critique est relié tout simplement à la température de mesure des caractéristiques:

## Deuxième Partie: Basses Températures

plus la température de mesure est basse, plus le champ critique est grand. Nous associons la variation d'amplitude du dernier saut à l'état d'étirement de la jonction. Ainsi le dernier saut correspond en général au pont suspendu de la jonction à cassure et le grand saut qui le précède correspond aux arrivées de courant en aluminium. Les résistances respectives de ces deux parties distinctes de l'échantillon peuvent être lues sur la figure 3.6. La résistance de la partie centrale de la jonction était de  $0,5 \Omega$  avant d'être étirée et de  $1,15 \Omega$  après étirement. La résistance des arrivées de courant est de  $5,5 \Omega$ .

Une dernière comparaison s'impose avec un contact avec peu de canaux, c'est-à-dire pour une jonction étirée. Dans les caractéristiques des figures 3.7 nous ne pouvons distinguer plus qu'un seul saut, attribué au pont suspendu de la jonction.

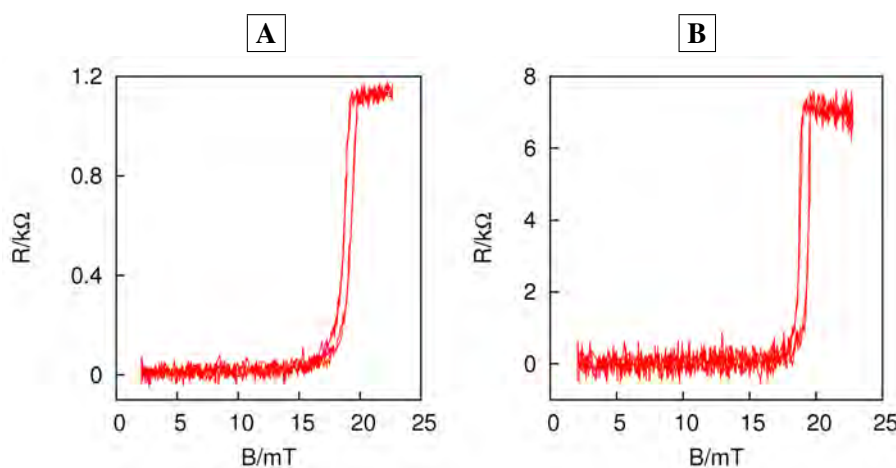


FIG. 3.7 – Caractéristiques d'une jonction à cassure en champ magnétique. **A** A environ  $11 G_0$ . **B** A  $2 G_0$ . Comme la résistance des arrivées de courant ne dépasse jamais  $50 \Omega$ , nous ne voyons plus que le saut correspondant à la partie centrale.

N.B.: Ce type de transition avec plusieurs sauts est aussi observé avec des morceaux d'aluminium polycristallin [Coch 56], eux aussi composés d'entités distinctes.

### 3.2.2 Température critique

Lors de la détermination de la température critique, nous avons pu observer un léger effet d'hystérésis. Celui-ci était dû, en y regardant de plus près, à la vitesse de refroidissement du cryostat, vitesse beaucoup plus grande que celle du réchauffement. Ainsi le thermomètre mesurait une température différente de celle présente

effectivement au niveau de l'échantillon<sup>12</sup>. Nous nous limiterons donc aux mesures effectuées lors du réchauffement du cryostat.

Certaines mesures de température nous ont cependant donné lors du réchauffement des résultats qualitativement très différents. Dans un premier cas, nous observons un saut de résistance abrupt comme décrit dans la figure 3.8.

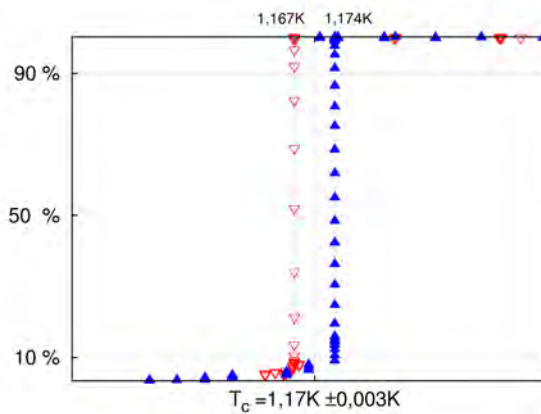
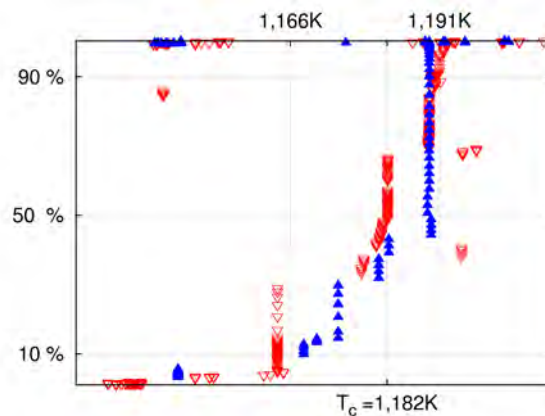


FIG. 3.8 – Pourcentage de la résistance finale en fonction de la température (jonction non étirée) lors du saut supraconducteur en température. Deux mesures à vitesse de réchauffement moyenne pour le même échantillon.

Pourtant si l'on refait ces mesures en diminuant au maximum la vitesse de réchauffement, on observe une augmentation progressive de la résistance aux bornes de la jonction, comme décrit par la figure 3.9.



12. Ce décalage en température est relié au temps nécessaire afin de réaliser l'équilibre thermique du système. En effet, le thermomètre est en meilleur contact thermique avec le système que l'échantillon, qui lui est "suspendu" pour être déformé. La température du thermomètre est donc stabilisée plus rapidement que celle de la jonction. Cas extrême: à température stable du thermomètre, pendant le refroidissement, le saut supraconducteur arrive environ avec une minute de retard.

FIG. 3.9 – Pourcentage de la résistance finale (jonction non étirée) en fonction de la température lors du saut supraconducteur en température. Deux mesures effectuées à des vitesses de réchauffement particulièrement lentes pour le même échantillon. Nous déterminons  $T_c$  à 50% du saut.

Sur la figure 3.9, on peut considérer que nous avons une augmentation continue de la tension jusqu'à 1,182 K, et un dernier saut à 1,191 K. La structure reprend probablement partie par partie ses propriétés normales, comme cela est aussi observé dans la section 3.2.1 pour le double saut en champ magnétique. Sachant que la température de transition dans les nanocristaux d'aluminium dépend fortement de la taille de ces derniers<sup>13</sup> (voir [Susu 74a], [Susu 74b] et [O A 69] pour les expériences), différentes tailles de structures pourraient présenter différents  $T_c$ .

Enfin, nous trouvons dans [Land 90] six expériences avec des températures de transition de l'aluminium bulk allant de 1,175 K à 1,183 K. Nos valeurs sont ainsi en accord avec celles reportées dans la littérature.

### 3.2.3 Saut en courant électrique

Qu'en est-il du courant critique? Considérons la relation 3.1 qui décrit pour un contact SNS court, la façon dont varie le produit  $I_c R_N$  [Buck 04].

$$I_c R_n = \frac{3\pi}{2e} \frac{\Delta_0^2(x=0)}{k_B T_c} \frac{d/\xi_N}{\sinh(d/\xi_N)} \quad (3.1)$$

avec  $R_N$  la résistance normale,  $I_c$  le courant critique,  $d$  la longueur du domaine conducteur normal,  $\Delta_0$  le gap à 0 K,  $\xi_N$  la longueur de cohérence dans le matériau normal.

Dans notre cas nous avons affaire à un contact SS. Cela nous mène à la relation 3.2.

$$\lim_{d \rightarrow 0} I_c R_n = \frac{3\pi}{2e} \frac{\Delta_0^2}{k_B T_c} \quad (3.2)$$

Ainsi, en utilisant  $T_c = 1,182$  K et  $\Delta_0 = 185$   $\mu$ eV, nous obtenons pour 3.2  $I_c R_N \simeq 1,581 \cdot 10^{-3}$  V.

---

13. Cet effet est dû aux "nouveaux" modes phononiques prenant en compte la surface et augmentant ainsi le couplage électron-phonon. Pour plus d'informations sur la théorie voir [Leav 81].

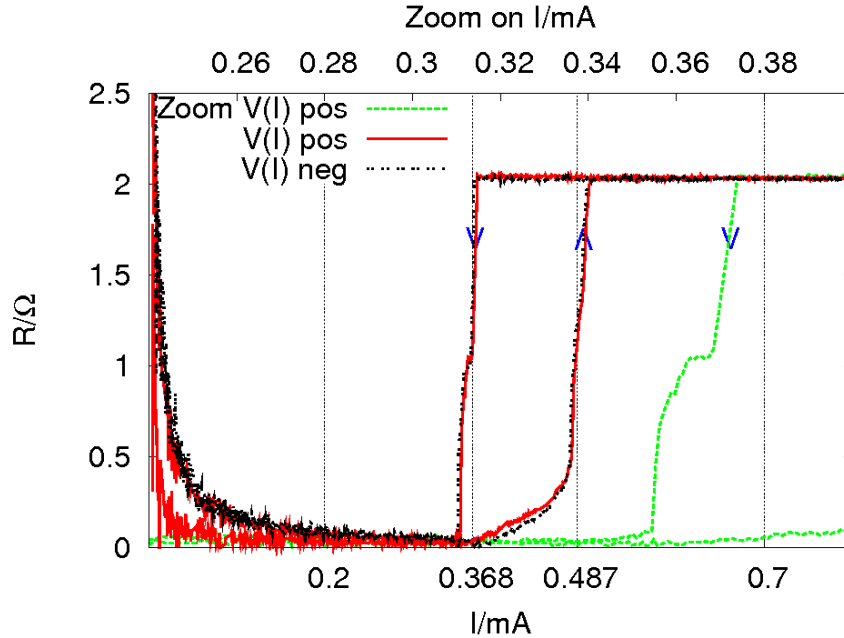


FIG. 3.10 – Saut supraconducteur en courant d'une jonction non étirée. En rouge les courants positifs et en noir les courants négatifs. En vert, un zoom (axe des abscisses en haut) du saut en courant décroissant.

Si l'on applique cela au cas réel de notre échantillon de la figure 3.10 avec un  $R_N = 2 \Omega$ , notre courant critique BCS devrait être de  $0,794 \text{ mA}$ . Nous sommes donc respectivement pour l'aller et le retour à 46% et 61% de la valeur théorique pour un supraconducteur de type purement BCS. Tinkham [Tink 96] écrit qu'il est tout à fait possible d'obtenir un courant critique de l'ordre de 10% du courant critique théorique BCS. Notre cryostat nous permet de nous approcher très près de la valeur théorique.

De plus nous voyons une hystérésis pour le saut supraconducteur. Ce saut a lieu autour de  $0,487 \text{ mA}$  pour les courants croissants et autour de  $0,368 \text{ mA}$  pour les courants décroissants. Cet effet est dû à la température électronique qui est plus grande dans le métal conducteur normal que dans le métal supraconducteur [Cour 08].

Enfin, dans la partie droite de la figure 3.10, nous avons agrandi l'un de ces doubles sauts en courant. Nous pouvons voir ici une marche correspondant probablement aux arrivées de courant, et une autre correspondant à la jonction elle-même, comme décrit en 3.2.1.

### 3.3 Courbes d'ouverture et de fermeture

Nous allons maintenant regarder plus en détail plusieurs courbes d'ouverture et de fermeture.

#### 3.3.1 Principe

Les courbes d'ouverture et de fermeture sont réalisées en déplaçant le moteur à vitesse constante tout en mesurant la conductance. Nous obtenons ainsi, avant que la jonction ne se casse totalement, un fil constitué de très peu d'atomes. La conductance de ces atomes est déterminée, comme décrit en 1.5, par la somme des canaux de conduction du contact.

$$G = \frac{2e^2}{h} \sum_n \tau_n = G_0 \sum_n \tau_n \quad (3.3)$$

Pendant l'allongement, les canaux de conduction successifs disparaissent, créant un diagramme en marches caractéristique, comme celui présenté à la figure 3.11.

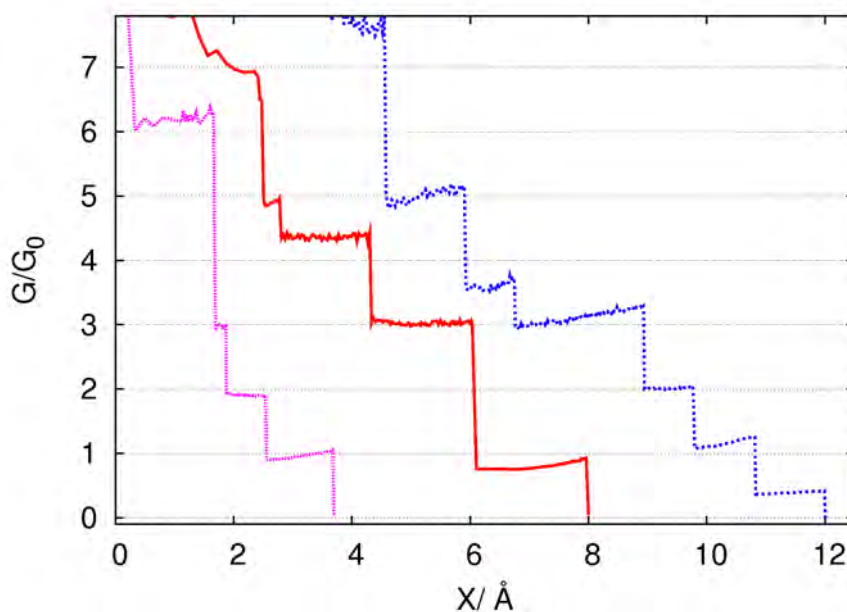


FIG. 3.11 – Courbes d'ouverture autour de 200 mK. Nous avons la conductance de la jonction en ordonnées et le déplacement des électrodes en abscisses.

Inversement, lors de la fermeture du contact, nous retrouvons ce même type de courbes inversées.



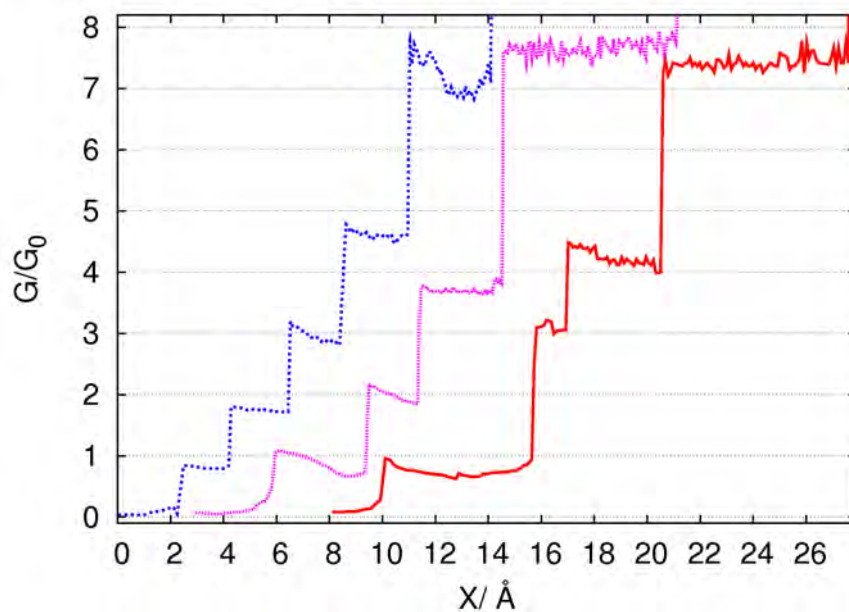


FIG. 3.12 – Courbes de fermeture autour de 200 mK

Si l'on observe plus en détail les dernières marches des courbes d'ouverture, nous constatons qu'elles sont le plus souvent recourbées vers le haut.

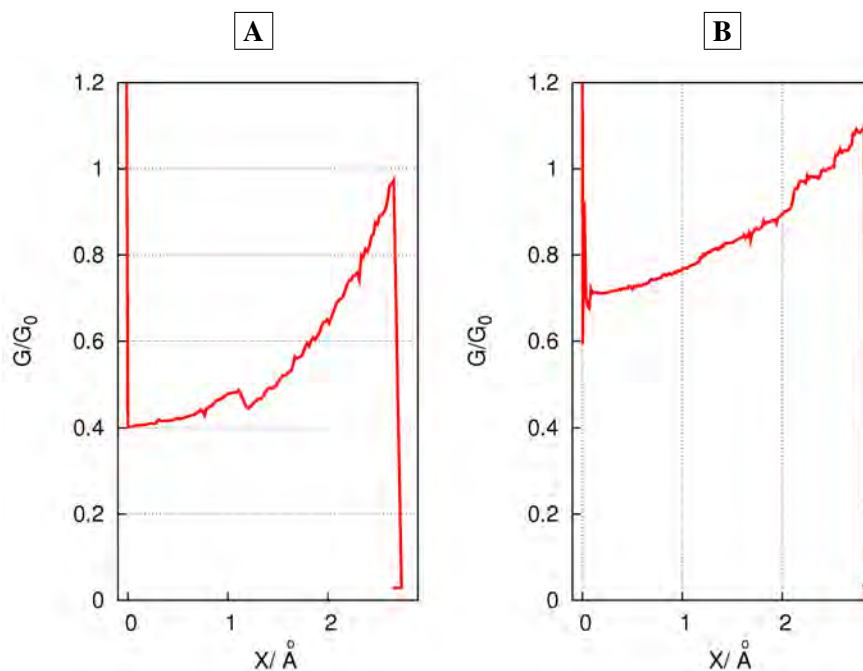


FIG. 3.13 – **A** Dernier plateau particulièrement courbé. **B** Dernier plateau avec une courbure plus faible.

## Deuxième Partie: Basses Températures

Deux exemples de ce type de courbe sur le dernier plateau sont présentés dans les figures 3.13. Ce comportement, spécifique à l'aluminium, a été expliqué par Cuevas et al. [Cuev 98a] (voir section 1.2.6). Sur le dernier plateau — correspondant au contact monoatomique — nous attendons une participation de trois orbitales ([Cuev 98b]) à la conductance: un canal  $sp_z$  particulièrement ouvert et deux canaux transmettant peu,  $p_x$  et  $p_y$  (Voir section 1.2.2). L'augmentation de la conductance est due à une forte augmentation (ressemblant à une résonance dans la densité d'états) du canal  $sp_z$  lors de l'étirement.

### 3.3.2 Stabilité de la mesure et conductance tout au long d'une orbitale

La conductance d'une orbitale peut être étudiée soit en tension, soit en compression. Si nous déplaçons le moteur en avant et en arrière autour du dernier plateau de conductance, il est possible d'une part de constater la stabilité du contact monoatomique — la conductance repasse toujours par les mêmes points —, et d'autre part d'étudier la conductance du dernier contact en tension et en compression.

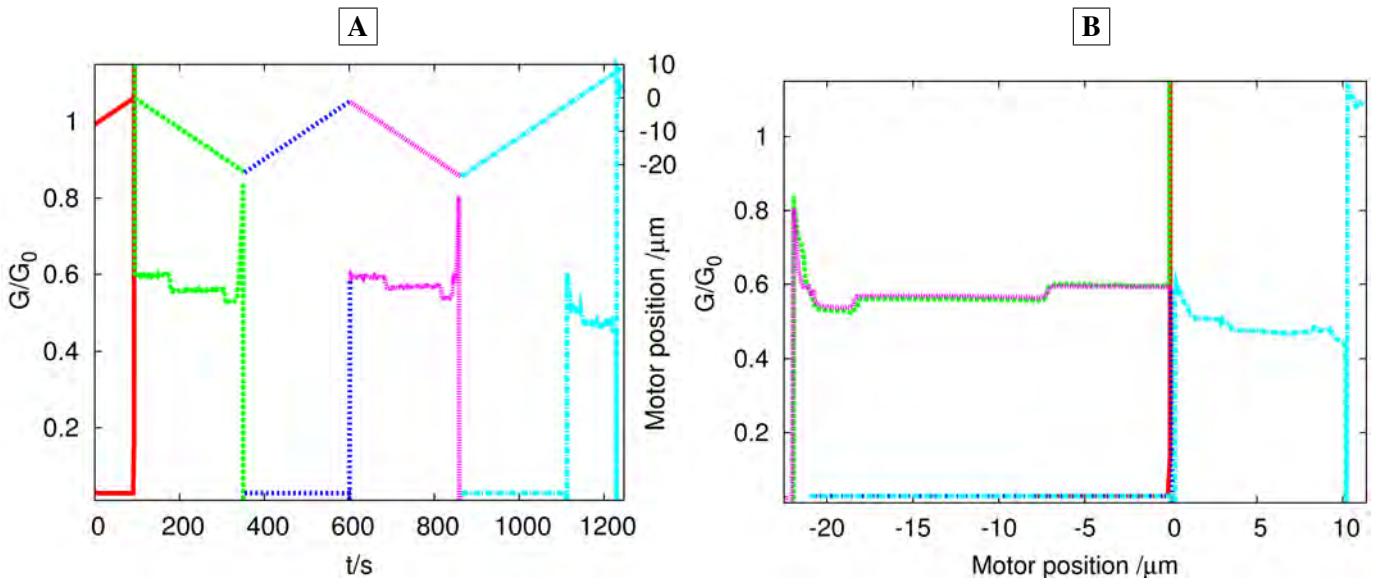


FIG. 3.14 – **A** Courbe du haut: le déplacement du moteur et donc de la vis en fonction du temps (ordonnées de droite). Courbe du bas: conductance de la jonction en fonction du temps. **B** conductance donnée en fonction du déplacement de la vis (un offset de  $1,2 \mu\text{m}$  est ajouté au déplacement de la vis à chaque passage par  $G=0$ ).

Sur le graphique 3.14 **A**, nous voyons que le dernier plateau de conductance est de la même forme lorsque le moteur repasse par le même endroit. Le contact monoatomique est donc stable (pas de réarrangement). Si l'on trace ce graphique en

fonction du déplacement du moteur (à droite), nous pouvons voir que la conductance repasse toujours par le même point 0, moyennant un offset constant. Nous mesurons — dans les diagrammes en 3.14 [B] et 3.15 [B] — à droite la conductance de l'orbitale en compression et à gauche en tension.

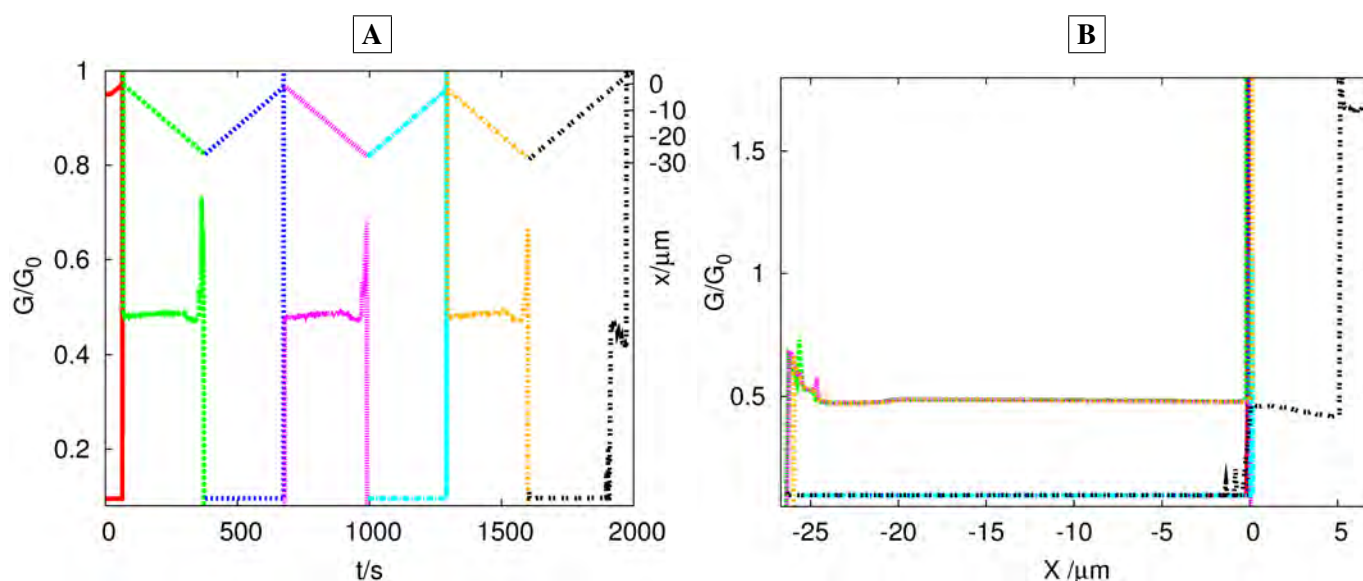


FIG. 3.15 – a) En haut, le déplacement du moteur en fonction du temps. En bas, la conductance de la jonction en fonction du temps. b) Cette même conductance en fonction du déplacement de la vis (un offset de  $1,1 \mu\text{m}$  est ajouté au déplacement de la vis à chaque passage par  $G=0$ ). L'échantillon est le même que celui de la figure 3.14, mais la mesure a été réalisée après beaucoup d'ouvertures et de fermetures, ce qui correspond à une configuration de contact totalement différente.

### 3.3.3 Histogramme des conductances

Si l'on réalise à l'aide des courbes d'ouverture (telles que celles de la figure 3.11) un histogramme des valeurs de conductance, nous obtenons, comme décrit dans la figure 1.7 page 21, la figure 3.16.

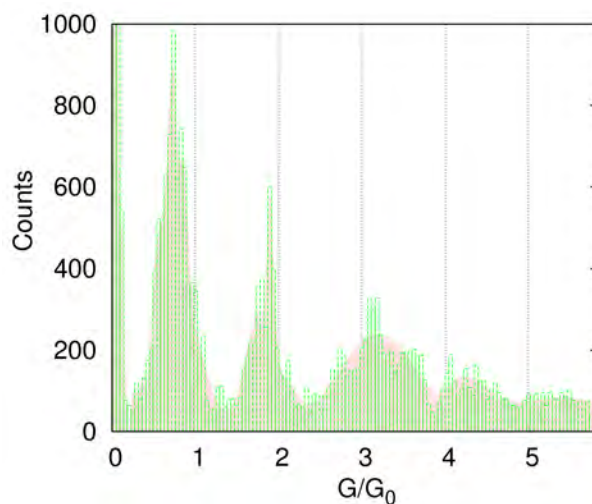


FIG. 3.16 – Histogramme de la conductance de 52 courbes d'ouverture. En arrière-plan, ces mêmes données lissées à l'aide de splines.

Quatre ou cinq maximums  $y$  sont visibles, lesquels correspondent bien aux contacts préférentiels déjà mesurés dans la littérature (Figure 1.7 page 21). Si nous nous concentrons sur les trois premiers maximums (figure 3.17), nous pouvons distinguer la conductance principalement reliée à un monomère (à environ  $2 G_0$ ) et celle principalement reliée à un dimère (à environ  $1 G_0$ ). Rappelons ici que d'après les simulations de la section 1.2.3 page 17, le dernier plateau correspond à une conduction au travers de dimères ou de chaînes.

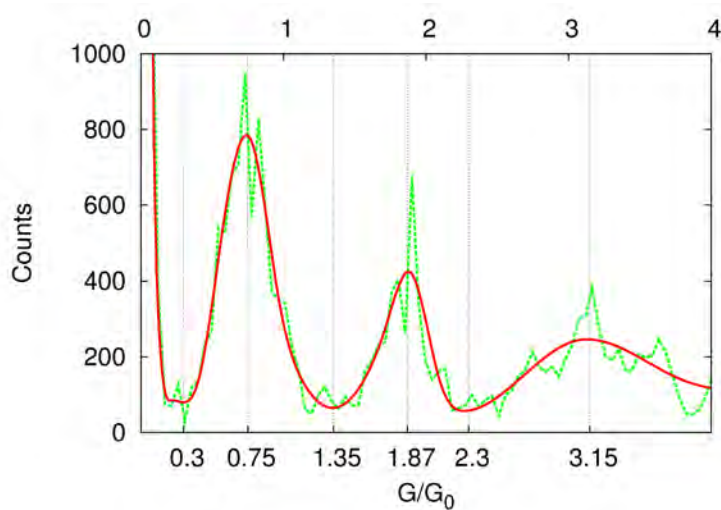


FIG. 3.17 – Histogramme de la conductance de 52 courbes d'ouverture entre 0 et  $4 G_0$ . La courbe en continu est un spline des données. Ainsi nous pouvons définir un dimère entre  $0,3 G_0$  et  $1,35 G_0$  et un monomère entre  $1,37 G_0$  et  $2,3 G_0$  d'après la section 1.2.3 page 17.

### 3.3.4 Sauts dans la conductance du dernier plateau

Si l'on regarde en détail les courbes d'ouverture, nous pouvons voir, pour beaucoup d'entre elles, de petits sauts sur les marches:

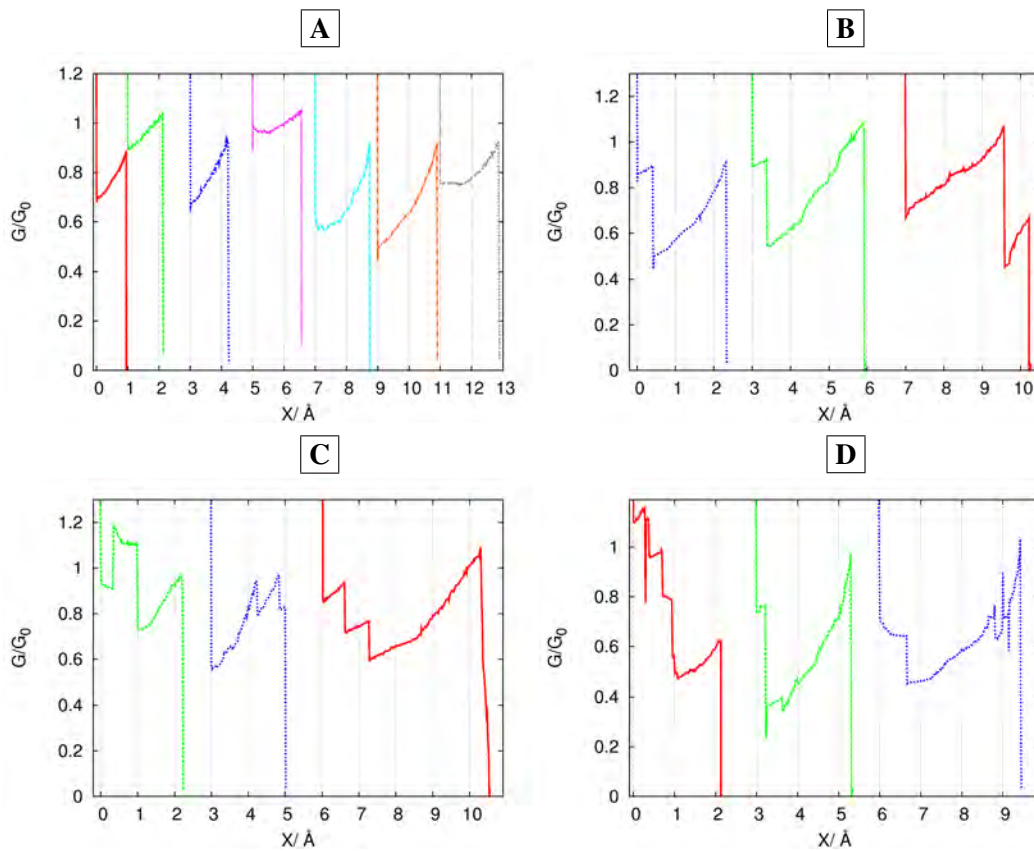


FIG. 3.18 – Derniers plateaux d'aluminium, organisés en fonction du nombre de sauts qu'ils présentent. **A** plateaux "simples", **B** plateaux avec un saut, **C** plateaux avec deux sauts, **D** plateaux avec de multiples sauts ( $>2$ ).

Ces sauts ne sont pas compréhensibles si l'on considère que la conductance est donnée par une structure dimère donnée. Le domaine autour de  $1 G_0$  (entre  $0,3 G_0$  et  $1,35 G_0$ ) est un domaine dans lequel nous n'avons que des dimères (voir section 1.2.3). Une possibilité serait de considérer, comme pour l'or [Yans 98], une chaîne monoatomique plus longue qu'un dimère. Chaque fois qu'un atome passe dans la chaîne, la conductance change. Pour juger de la validité de cette hypothèse,

examinons la longueur des derniers plateaux en fonction du moment où ils ont été mesurés. On obtient:

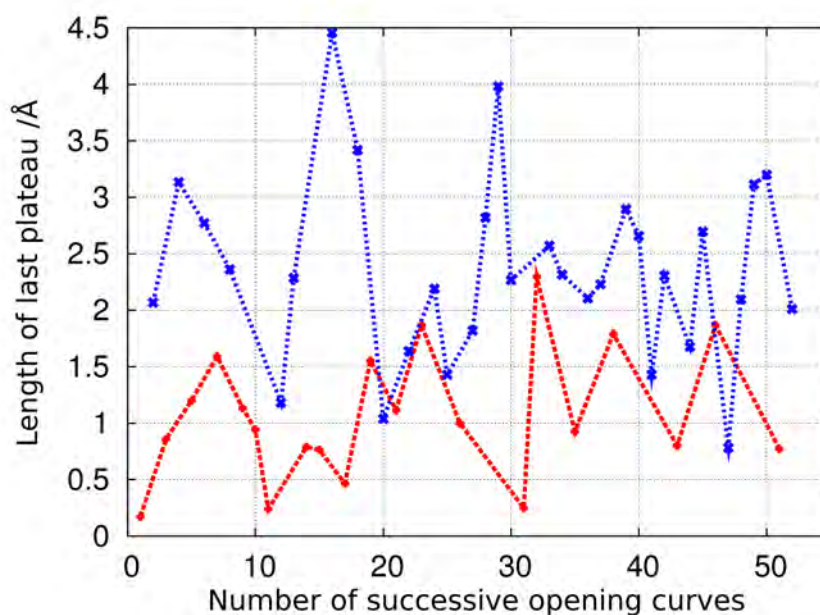


FIG. 3.19 – Longueur du dernier plateau en fonction du nombre de courbes d'ouvertures déjà réalisées. En bleu: pour les plateaux avec sauts (un, deux ou plus). En rouge: pour les plateaux dépourvus de sauts.

Bien que les données soient bruitées, nous pouvons dire qu'en moyenne les derniers plateaux présentant des sauts sont plus longs que ceux n'en présentant pas. Notons que la longueur maximale des plateaux sans sauts semble être de 2 Å d'après les figures 3.18 et 3.19. Néanmoins si l'on regarde les longueurs des derniers plateaux avec sauts, ces dernières ne sont pas égales à des multiples de la distance interatomique, comme cela est connu des autres chaînes dans les métaux [Smit 01] [Smit 03b]. Rappelons que dans l'aluminium la distance interatomique est de 2,863 Å. L'hypothèse d'une chaîne monoatomique qui s'allongerait ne semble donc pas valide dans le cas présent. Attendons la section 3.6 pour proposer une nouvelle hypothèse quant-à l'origine de ces sauts.

Un dernier phénomène qui demande à être analysé est celui du moment de l'apparition de plateaux avec sauts dans la succession des courbes d'ouverture. Bien que le nombre de courbes d'ouvertures ne soit pas très grand ici, nous pouvons faire un



histogramme de l'apparition de derniers plateaux avec sauts et sans sauts.

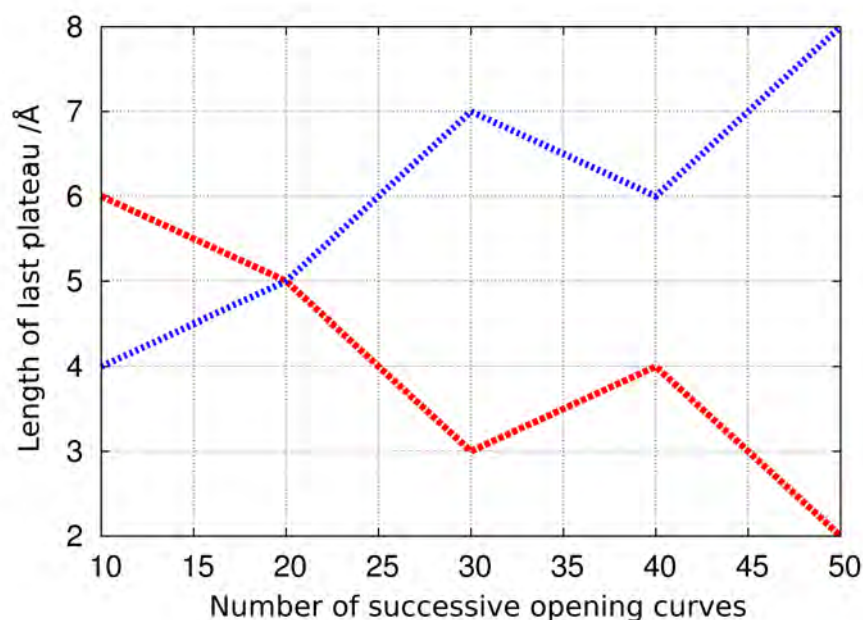


FIG. 3.20 – Histogramme du nombre de plateaux avec sauts (pointillés fins en bleu) et sans sauts (pointillés épais en rouge). Chaque point représente le nombre de plateaux avec et sans sauts pour les 10 courbes d'ouvertures précédentes.

Nous pouvons voir dans la figure 3.20 que le nombre de plateaux avec sauts tend à augmenter et celui sans sauts à diminuer au fur et à mesure du temps. Le phénomène d'augmentation de la longueur des plateaux au fur et à mesure des courbes d'ouvertures est connu de notre groupe. L' "entraînement" de la jonction permet d'obtenir des courbes d'ouvertures de plus en plus longues. Si l'on fait un lien avec la section 1.2.4 de la partie I, nous pouvons émettre l'hypothèse d'une reconstruction du contact en direction  $\langle 111 \rangle$  au fur et à mesure des courbes d'ouvertures.

### 3.4 Réflexions d'Andreev dans les jonctions en aluminium

La détermination des canaux de conduction à partir des courbes expérimentales a été introduite à la section 1.5 de cette partie (page 56).

Les ajustements de plus de quatre canaux ont été réalisés ici à l'aide d'un programme commandant une routine d'ajustement de type Monte-Carlo écrite par J.J.

## Deuxième Partie: Basses Températures

Riquelme et al. [Riqu 05]. Les ajustements de quatre canaux et moins ont été réalisés à l'aide d'un autre programme commandant une routine d'ajustement écrite par R. Cron [Cron 01] et qui passe en revue toutes les possibilités de combinaisons de canaux. Il n'y a donc dans ce cas là pas de danger de tomber dans un minimum local

Les routines d'ajustement utilisent la caractéristique  $I(V)$ , et essaient de l'approximer à l'aide d'un nombre défini de caractéristiques  $I(V)$  d'un canal unique tel que calculées par Cuevas et al. [Cuev 96]. Bien sûr, plus le nombre de canaux utilisés pour l'ajustement est grand, plus il est difficile de décomposer en canaux de conduction sans équivoque. Pour un nombre de canaux de conduction inférieur à six, nous obtenons des résultats très reproductibles.

Les échantillons en aluminium mesurés montrent comme prévu une multitude de réflexions d'Andreev, comme illustré dans la figure 3.21.

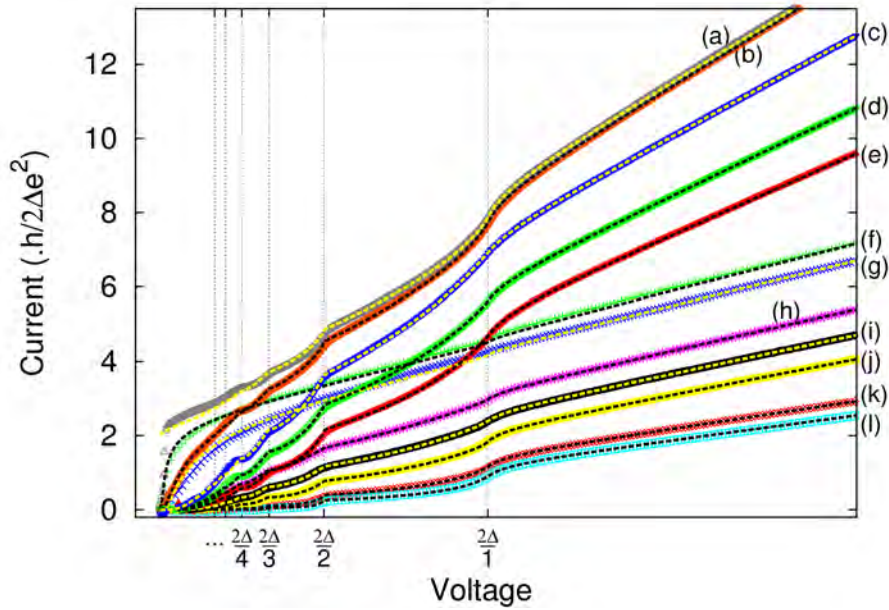


FIG. 3.21 – Différentes caractéristiques  $I(V)$  subharmoniques. Les courbes les plus pentues correspondent à des contacts avec une conductance autour de  $2 G_0$ , les moins pentues à des contacts avec une conductance autour de  $1 G_0$ . Ces caractéristiques ont été ajustées et leur ajustement leur est superposé. Pour chaque courbe, voici la décomposition en canaux de conduction obtenue:

a)	$\tau_1 = 1.000$	$\tau_2 = 0.712$	$\tau_3 = 0.249$	$\tau_4 = 0.249$	$\tau_5 = 0.248$	$\tau_6 = 0.118$
b)	$\tau_1 = 0.967$	$\tau_2 = 0.710$	$\tau_3 = 0.316$	$\tau_4 = 0.311$	$\tau_5 = 0.192$	$\tau_6 = 0.114$
c)	$\tau_1 = 0.860$	$\tau_2 = 0.623$	$\tau_3 = 0.588$	$\tau_4 = 0.282$		
d)	$\tau_1 = 0.811$	$\tau_2 = 0.610$	$\tau_3 = 0.450$	$\tau_4 = 0.151$	$\tau_5 = 0.018$	$\tau_6 = 0.005$
e)	$\tau_1 = 0.758$	$\tau_2 = 0.466$	$\tau_3 = 0.451$	$\tau_4 = 0.206$		
f)	$\tau_1 = 0.992$	$\tau_2 = 0.108$				
g)	$\tau_1 = 0.958$	$\tau_2 = 0.095$				



- h)  $\tau_1 = 0.800$   $\tau_2 = 0.170$       i)  $\tau_1 = 0.705$   $\tau_2 = 0.186$   $\tau_3 = 0.010$   
 j)  $\tau_1 = 0.608$   $\tau_2 = 0.145$   $\tau_3 = 0.072$     k)  $\tau_1 = 0.458$   $\tau_2 = 0.173$   
 l)  $\tau_1 = 0.359$   $\tau_2 = 0.209$

### 3.5 Correspondance entre mesure et ajustement des réflexions d'Andreev

Afin d'examiner plus en détail la qualité de l'ajustement, concentrons nous, à titre d'exemple, sur deux courbes mesurées. L'une correspond à un contact à environ  $1 G_0$ , l'autre à un contact à environ  $2 G_0$  (voir figure 3.22).

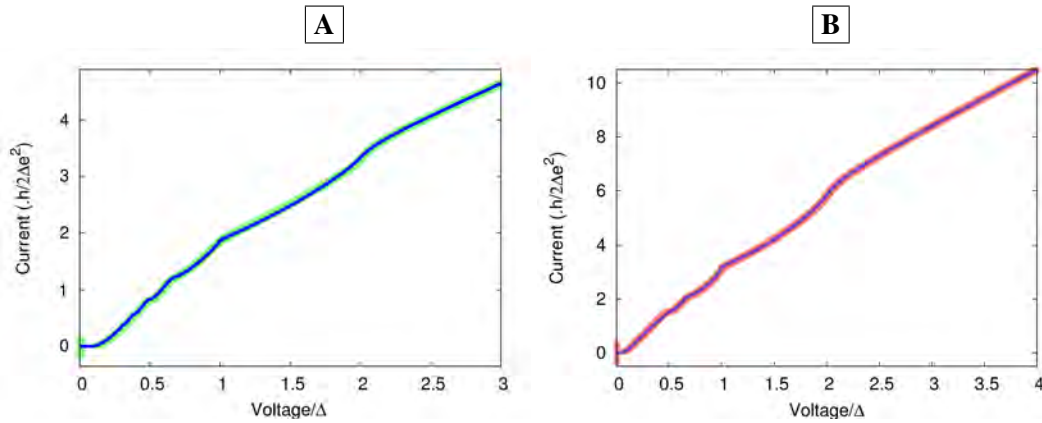


FIG. 3.22 – Caractéristiques  $I(V)$  mesurées d'un contact (a) de  $1 G_0$  (en vert) et de (b)  $2 G_0$  (en rouge).

a) Les paramètres de l'ajustement sont pour le dimère (ligne bleue - 2 canaux):

$$\tau_1 = 0.824 \pm 0.0001 \quad \tau_2 = 0.261 \pm 0.003.$$

b) Pour le monomère nous obtenons (pointillés bleus - 5 canaux):

$$\tau_1 = 0.899 \pm 0.0008 \quad \tau_2 = 0.504 \pm 0.003 \quad \tau_3 = 0.045 \pm 0.003$$

$$\tau_4 = 0.149 \pm 0.03 \quad \tau_5 = 0.026 \pm 0.02$$

Comme chaque caractéristique a été mesurée plusieurs fois ( $\sim 10\times$ ), l'erreur est calculée à partir des résultats des différents ajustements.

Les deux ajustements présentés à la figure 3.22 correspondent à première vue relativement bien aux courbes mesurées. Cependant une représentation différente des courbes données à la figure 3.22 met en évidence certaines divergences. Cette nouvelle représentation est proposée dans la littérature par [Sche 97] et permet de visualiser plus en détail les réflexions d'Andreev. Elle consiste à représenter  $G_{absolu}$  ( $I/V$ ) en fonction de  $V$  (voir 3.23 (a)). Bien que les réflexions premières deviennent ainsi bien visibles, nous pouvons améliorer cela et distinguer toutes les réflexions en représentant  $G_{relatif}$  ( $dI/dV$ ) en fonction de  $1/V$  (figure 3.23 (b)).

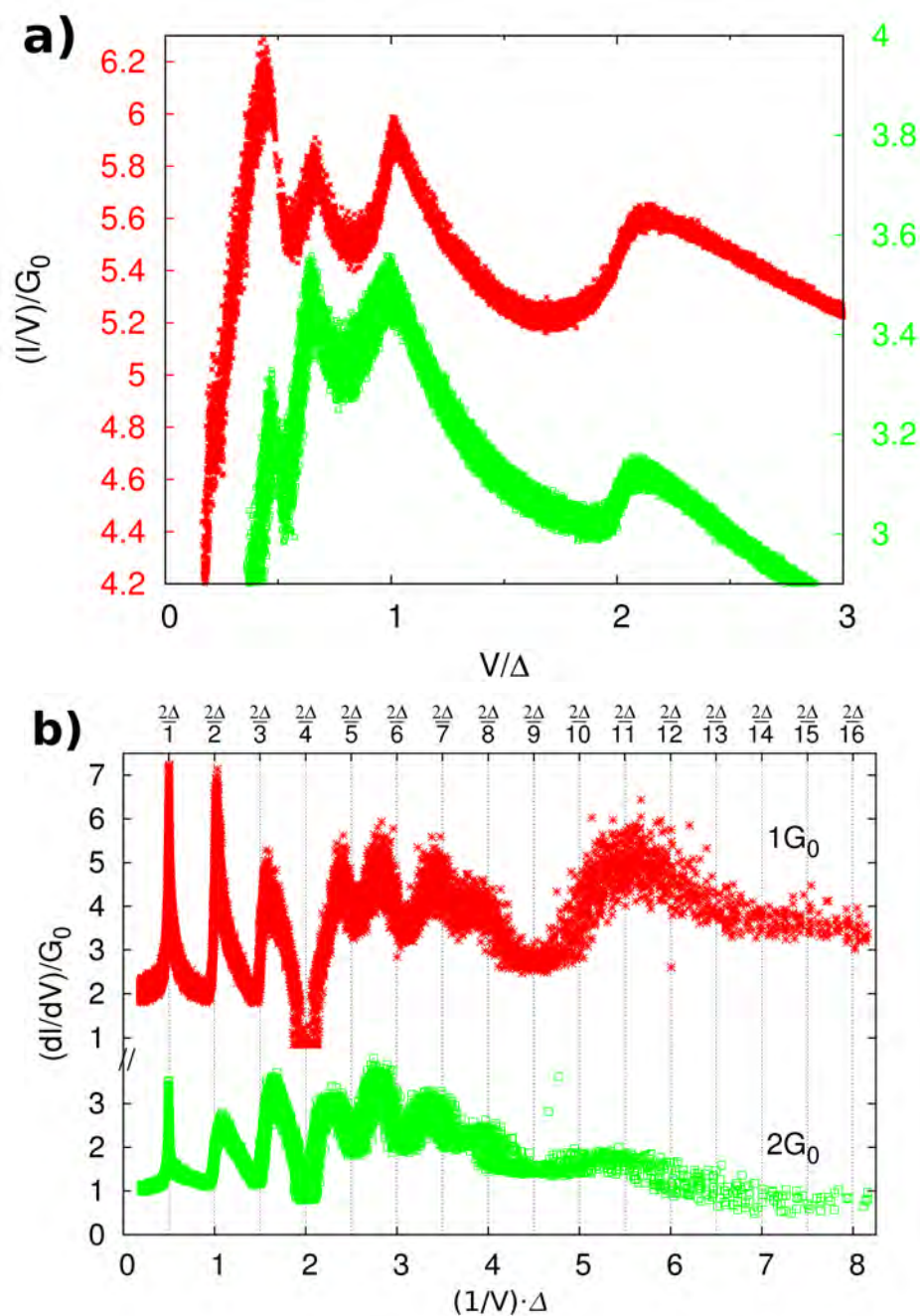


FIG. 3.23 – Réflexions d'Andreev pour une conductance de  $2 G_0$  (en rouge - monomère) et une conductance de  $1 G_0$  (en vert - dimère). (a) Conductance absolue mesurée en unité de  $G_0$  en fonction de l'inverse de la tension électrique. (b) Conductance différentielle mesurée en unité de  $G_0$  en fonction de l'inverse de la tension électrique.

Nous voyons dans la figure 3.23 (b), que pour la première réflexion d'Andreev, le maximum tombe très exactement sur l'énergie d'excitation  $2\Delta$ . Pour ce qui est des deux réflexions suivantes, l'énergie de chaque réflexion se rapproche de plus en plus d'un minimum. A partir de  $\frac{2\Delta}{4}$  jusqu'à  $\frac{2\Delta}{6}$ , l'énergie des réflexions tombe sur un minimum. Pour  $\frac{2\Delta}{7}$  et  $\frac{2\Delta}{8}$  que nous pouvons encore attribuer à des réflexions d'Andreev, l'énergie se rapproche de plus en plus d'un maximum. Autour de  $\frac{2\Delta}{9}$ , il semble y avoir une résonance indépendante du contact mesuré. Ceci pourrait être attribué à une résonance de l'environnement électromagnétique [Hols 94] [Sche 97] identique pour ces deux contacts, car ils ont été mesurés pour le même échantillon.

Afin de montrer que la mesure directe de  $dI/dV$  donne de meilleurs résultats qu'une dérivée numérique de  $I(V)$ , nous superposons les deux caractéristiques dans la figure 3.24.

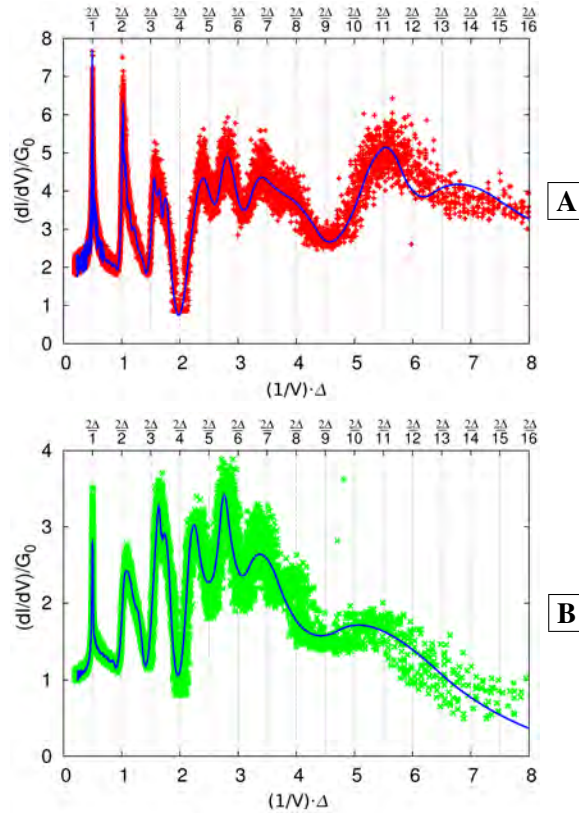


FIG. 3.24 – Caractéristiques  $dI/dV$  en fonction de  $1/V$  mesurées directement pour un contact **A** de  $1 G_0$  et **B** de  $2 G_0$ . En bleu, les dérivées numériques des caractéristiques  $I(V)$ .

On peut voir que, la mesure directe est en général moins arrondie et que certaines réflexions d'andreev ne peuvent être vues dans la dérivée numérique.

## Deuxième Partie: Basses Températures

Si l'on compare maintenant la dérivée numérique des ajustements considérés dans la figure 3.22, avec la mesure lock-in directe  $\frac{dI}{dV}$  de la figure 3.23 (b) nous obtenons:

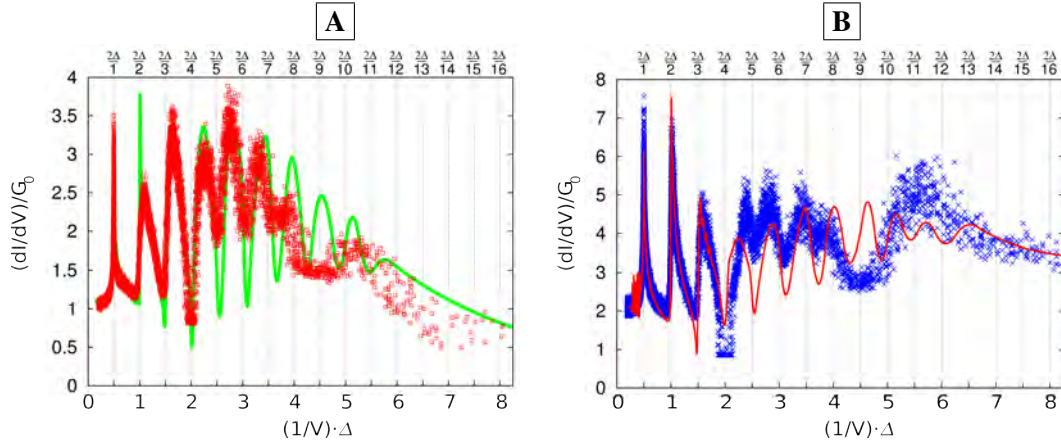


FIG. 3.25 – Caractéristiques  $dI/dV$  en fonction de  $1/V$  pour un contact **A** de  $1 G_0$  et **B** de  $2 G_0$ . En continu, les dérivées numériques des ajustements présentés à la figure 3.22.

La superposition des dérivées d'ajustements nous permet tout d'abord de mettre en évidence la résonance en  $\frac{2\Delta}{9}$  présente dans les deux contacts. Puis, si l'on considère seulement la position des maxima et minima des mesures, nous pouvons voir qu'ils correspondent à l'ajustement jusqu'à  $\frac{2\Delta}{5}$ . Un léger décalage entre données mesurées et calculées est visible pour les ordres plus élevés. Nous retrouvons par ailleurs dans les données calculées le décalage des minima et maxima par rapport aux énergies des réflexions. Ceci n'est donc pas un artefact de mesure.

Si l'on considère maintenant l'amplitude des oscillations, on peut dire que la correspondance n'est pas très bonne pour les trois premières réflexions; cette dernière ne s'améliore d'ailleurs pas pour les réflexions suivantes. Afin de comprendre un peu mieux l'apport de chaque canal, voyons la décomposition de chaque ajustement en canaux simples:

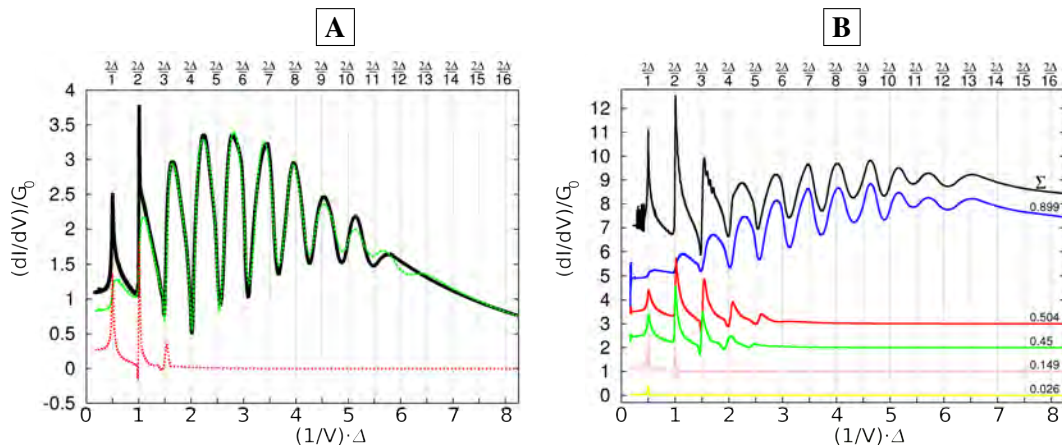


FIG. 3.26 – Caractéristiques calculées  $dI/dV$  en fonction de  $I/V$  pour un contact (a) de  $1 G_0$  et (b) de  $2 G_0$ , avec leur décomposition en canaux (la somme des canaux est chaque fois représentée en noir). Pour plus de lisibilité, les apports en  $\boxed{B}$  de chaque canal ont été décalés en  $Y$  d'une distance  $1 G_0$ . Ainsi le dernier canal (le cinquième, en jaune) n'a pas été déplacé, l'avant dernier canal (le quatrième, en rose) est déplacé de  $1 G_0$  vers le haut, et ainsi de suite jusqu'à la somme des canaux de conduction (en noir) qui est déplacée de  $5 G_0$ . Les transmissions correspondantes sont indiquées sur le graphique. En  $\boxed{A}$  la transmission des canaux est  $\tau_1 = 0.824$  en vert et  $\tau_2 = 0.261$  en rouge.

La décomposition en canaux de la figure 3.26, nous montre que, pour un contact avec deux canaux, la décomposition est relativement simple. Le canal ayant la conductance la plus faible participe principalement aux ordres premiers, alors que le contact avec une conductance élevée, possède une structure plus développée pour les ordres élevés. Comme la probabilité de transmission d'un mode donné est de  $\tau^n$ , avec  $n$  l'ordre du mode, cela n'est pas étonnant. Dans le cas extrême d'un canal de transmission très faible (en jaune par exemple), nous n'obtenons quasiment plus qu'un seul pic correspondant au premier ordre. Ainsi, il n'est plus possible de dire ici, si nous avons à faire à un canal unique ou à plusieurs canaux distincts, où la somme des apports donnerait ce même canal unique. Notons que le programme de calcul cherche à minimiser le nombre de canaux utilisés. De plus, que nous ayons à faire à un canal avec une haute ou avec une basse transmission, il n'est pas possible de prédire si c'est un maximum ou un minimum qui tombe sur les énergies des réflexions d'Andreev. Enfin, en 3.25, ce sont parfois les mesures qui sont plus pointues que l'ajustement et parfois l'inverse. Un lissage des données dû à du bruit ne permet donc pas d'expliquer la déviation entre les mesures et l'ajustement.

#### En conclusion,

- La position des multiples réflexions est relativement bien reproduite par les ajustements.
- Il n'est pas possible de prédire en fonction de la transmission d'un canal, si pour ce dernier ce ne sont que les maxima ou que les minima qui tombent sur l'énergie des réflexions. Ceci est bien reproduit par les ajustement.
- Nous voyons dans les deux contacts autour de  $\frac{2\Delta}{9}$ , une résonance indépendante des multiples réflexions d'Andreev, qui correspond probablement à une résonance de l'environnement électromagnétique.
- L'amplitude des maxima et minima mesurée est peu comparable à celle des ajustements. Cela n'est pas un simple problème de bruit (ni de tension d'excitation, ni de température trop haute) sur la mesure qui lisserait ces extrema. L'hypothèse la plus plausible est donc une partielle inadéquation de ce type d'ajustement<sup>14</sup>.

14. Les raisons de cette inadéquation peuvent être nombreuses. La densité d'états peut par exemple

- Seuls les canaux de plus 10% de transmission peuvent être clairement reconnus et identifiés de façon non équivoque.

Nous proposons ici de réaliser à l'avenir les ajustements à l'aide de la mesure de la dérivée des réflexions d'Andreev ( $dI/dV$ ) tout en donnant un poids donné à la pente de la courbe  $I(V)$  (à la résistance normale). Ceci devrait permettre de mieux apprécier les différences entre mesure et calcul.

### 3.5.1 Détermination du gap de l'aluminium

Afin de déterminer la largeur du gap, nous avons procédé à une série d'ajustements successifs d'une même caractéristique  $I(V)$  pour diverses valeurs de gap. Une telle série a été réalisée pour la caractéristique  $2 G_0$  de la figure 3.22. L'erreur obtenue est représentée dans la figure 3.27.

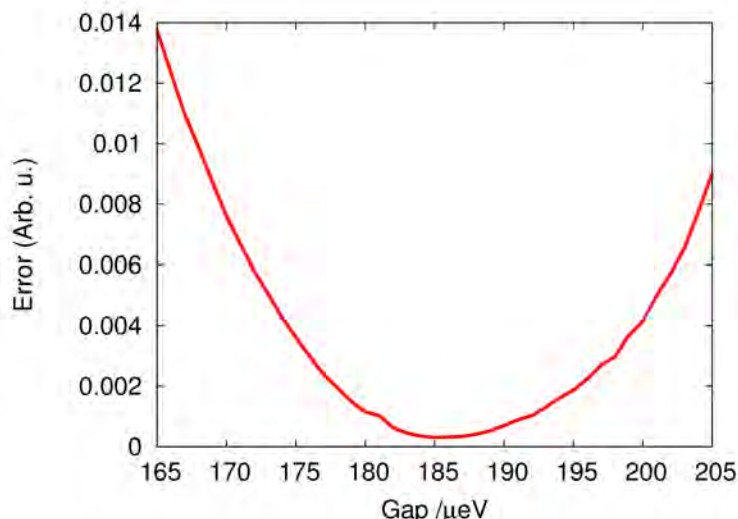


FIG. 3.27 – Erreur de l'ajustement en fonction de la valeur utilisée pour le gap.

Nous pouvons voir que le minimum se trouve à  $185 \mu eV$ . Cette valeur a été ajustée plusieurs fois avec différentes caractéristiques  $I(V)$  en obtenant chaque fois le même résultat. C'est pourquoi nous l'utilisons comme largeur de notre gap.

## 3.6 Canaux de transmission dans les jonctions simples

A l'aide des ajustements précédemment expliqués, nous allons essayer d'interpréter quatre courbes d'ouverture pour lesquelles les canaux de conduction ont été déterminés pour chaque point de mesure. Commençons tout d'abord par une

être différente des deux côtés de la jonction. Un effet Kondo peut mener à des différences entre les réflexions d'Andreev paires et impaires [Sand 07] [Eich 07]. Ainsi, peut-être que des ajustements plus détaillés, peuvent permettre d'obtenir davantage d'information sur les contacts.



analyse de ce qui pourrait se passer dans un contact monoatomique

### 3.6.1 Calculs théoriques de possibles configurations de contacts monoatomiques

Toutes les simulations suivantes ont été réalisées à notre demande par Michael Häfner dans le groupe de Carlos Cuevas à Madrid. Les positions sont fixées, et la transmission des différents canaux est calculée à l'aide de la théorie *tight-binding* décrite dans [Cuev 96] et [Paul 08]. La direction dans laquelle le contact est défini est  $\langle 111 \rangle$  et le cristal a une structure fcc.

#### Chaînes monoatomiques d'aluminium

La première question que l'on peut se poser est la possibilité de former des chaînes monoatomiques lors de l'ouverture d'un contact en aluminium, comme cela est possible avec les métaux 5d tel que l'or [Smit 01]. Pour ce faire une simulation de chaîne monoatomique a été réalisée et sera comparée plus loin à nos mesures.

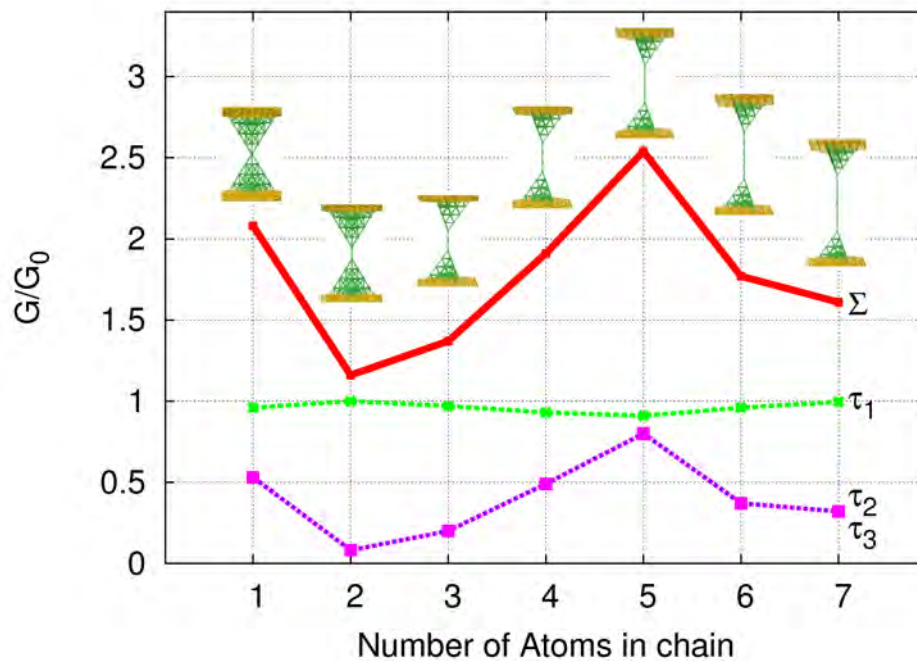


FIG. 3.28 – Calcul de l'évolution de la conductance totale, ainsi que l'évolution des canaux de conduction en fonction de la longueur d'une chaîne monoatomique en aluminium (Données de Michael Häfner).

Nous voyons ici que la conductance d'une chaîne monoatomique oscille en fonction de sa longueur. Ce phénomène, déjà connu pour d'autres métaux [Smit 03a] avec une période plus courte, a été décrit théoriquement [Thyg 03] [Xu 07] dans l'aluminium. Bien que les auteurs se recourent, seul M. Häfner a pu décrire de manière satisfaisante les canaux de conduction. En effet, pour des raisons de symétrie, le second et le troisième canal doivent être dégénérés, ce qui n'est pas le cas dans la simulation de Thygesen et Jacobsen. M. Häfner insiste cependant ici sur une incertitude quant à la transmission absolue des canaux. Cette "erreur" est intrinsèque à une approche tight-binding telle qu'il l'utilise.

En résumé, une chaîne monoatomique serait caractérisée, dans une décomposition en canaux, par un canal de conduction constante proche de  $1 G_0$  et deux canaux dégénérés, de transmission beaucoup plus faible, et dont, pour les chaînes courtes, la transmission augmente rapidement en fonction de la longueur de la chaîne. La conductance totale augmente alors rapidement aussi. Enfin, particularité à laquelle nous n'avons pas accès, des sauts de conductance devraient indiquer le moment où un nouvel atome passe dans la chaîne.

### Angle entre les atomes d'un dimère

Une seconde question que l'on peut se poser concerne l'influence de l'angle formé par les atomes du contact.

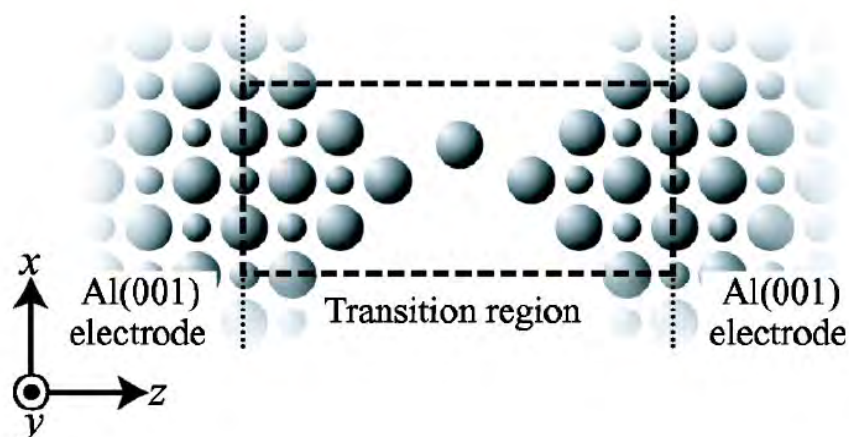


FIG. 3.29 – Position stable d'un atome d'aluminium entre deux contacts  $\langle 100 \rangle$ , calculée par Ono et al. [Ono 04].

En effet, divers auteurs montrent que le minimum énergétique d'une chaîne monoatomique ne correspond pas toujours à une chaîne droite [Sen 01] [Ono 04], tel que décrit dans la figure 3.29. Dans la simulation qui suit, nous avons considéré



un dimère dont la liaison forme un angle  $\alpha$  avec la direction du contact. L'influence de cet angle sur la conductance est représentée à la figure 3.30.

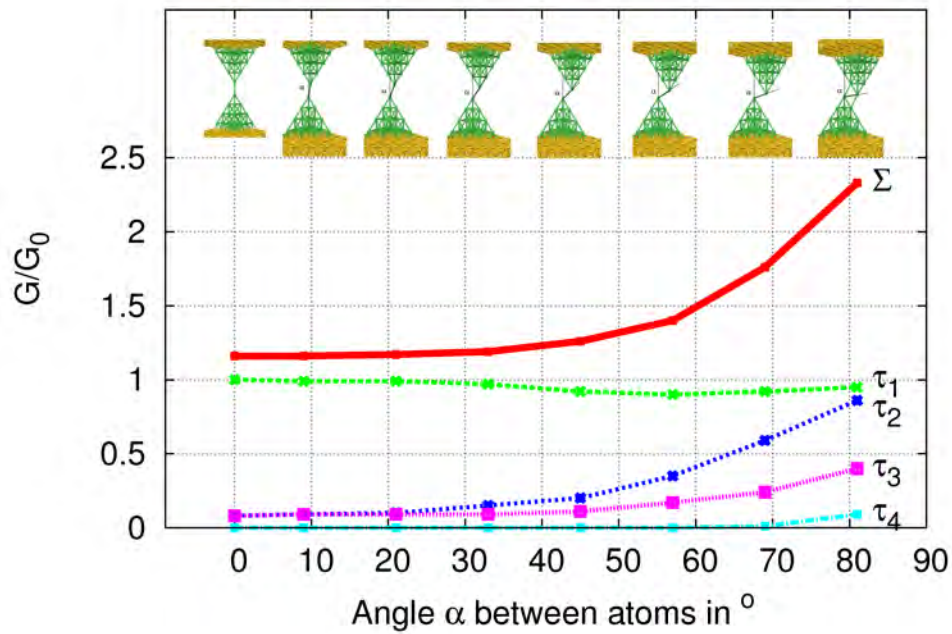


FIG. 3.30 – Calcul de la transmission totale et de la transmission de chaque canal de conduction en fonction de l'angle formé entre la liaison des atomes du dimère et la direction du contact (Données de Michael Häfner) — mouvement correspondant à un type de cisaillement — .

A partir d'un angle d'environ  $30^\circ$ , la dégénérescence des deux canaux  $\tau_2$  et  $\tau_3$  commence à être levée. Tout d'abord le canal  $\tau_2$  augmente quasiment seul jusqu'à  $57^\circ$ , puis le canal  $\tau_3$  suit. Enfin, un nouveau canal  $\tau_4$  apparaît vers  $81^\circ$ . On ne peut dès lors plus parler de contact monoatomique. Quant au canal  $\tau_1$ , sa conductance reste relativement constante autour de  $1 G_0$ .

Afin de rendre ce comportement plausible, considérons de manière simplifiée que nous n'avons que des orbitales atomiques  $p_x$ ,  $p_y$ , et  $p_z$  tel que décrit dans la figure 3.31.

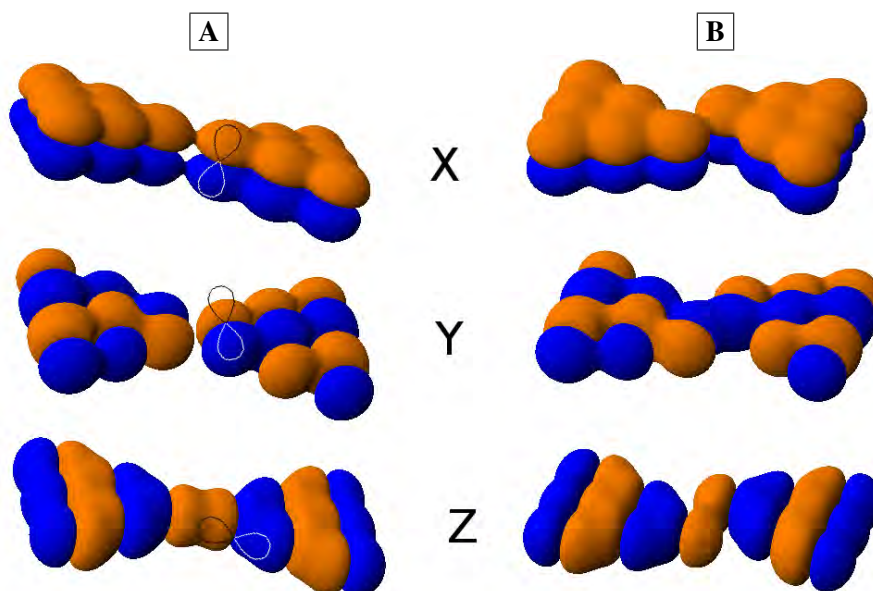


FIG. 3.31 – Calcul d'orbitales  $p$  dans les trois directions de l'espace pour un dimère en ligne [A] et un dimère avec un angle [B]. Le contour de l'orbitale représenté en [A] (ligne fine), permet de visualiser l'orientation des orbitales. Les atomes se trouvent aux noeuds des orbitales. Les surfaces des orbitales sont définies à 10% de probabilité. Cette structure a été simulée à l'aide du logiciel "Orbital Viewer".

Dans ce cas là, on voit que pour un contact constitué d'orbitales en X, le recouvrement des orbitales peut rester quasiment inchangé lorsque les deux atomes du dimère tournent l'un autour de l'autre.

Pour les orbitales en Y, nous passons d'un recouvrement d'orbitales antiliant [A] à un recouvrement liant [B].

Enfin pour les orbitales en Z, nous avons un changement de recouvrement entre la géométrie en ligne [A] et celle en coin [B] qui peut conduire à un léger changement (augmentation ou diminution) de la conductance de cette orbitale.

Ainsi, si l'on attribue une orbitale à chaque canal de conduction, tel que cela est fait dans la section 1.2.2 de la partie I, il est plausible qu'un canal de conduction reste pratiquement inchangé pendant que la dégénérescence des deux autres est levée et que leur transmission change en fonction de l'angle entre les deux atomes du dimère.

### Influence des atomes environnants

Le contact peut être également influencé par les atomes environnants. Examinons l'influence d'une variation du nombre de premiers voisins des atomes du contact.

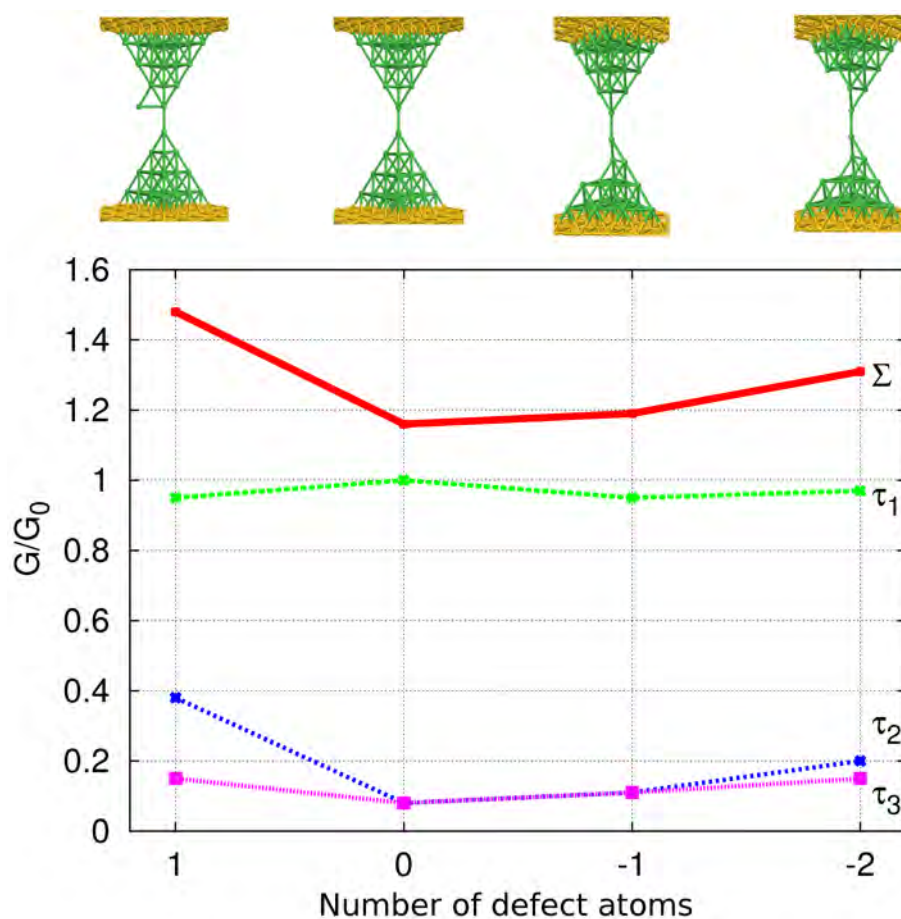


FIG. 3.32 – Influence du nombre d'atomes d'un côté et de l'autre du contact sur la transmission totale ainsi que sur les différents canaux (Données de Michael Häfner).

D'après la figure 3.32, l'influence d'un atome seul rajouté d'un côté du contact est grande; la conductance est augmentée de 30% entre cette situation ( $X=1$ ) et celle d'un dimère en ligne ( $X=0$ ). Notons que la situation  $X=1$  se rapproche de la formation d'un monomère. Rappelons également que la conductance d'un monomère est attendue à  $2 G_0$ , soit une valeur bien plus élevée que pour un dimère (voir figure 1.6 page 20), ce qui peut expliquer la forte augmentation observée ici. La déconstruction du contact par enlèvement d'atomes est bien moins grande. Notons ici une légère augmentation de la conductance de  $X=0$  à  $X=2$  qui s'apparente à la formation d'une chaîne atomique (voir figure 3.28).

### Étirement d'une jonction

La dernière influence considérée est celle d'une jonction étirée au delà de son point d'équilibre. Dans ce cas la conductance diminue parallèlement pour tous les canaux de conduction. Ceci est simplement expliqué par un recouvrement moins important des orbitales.

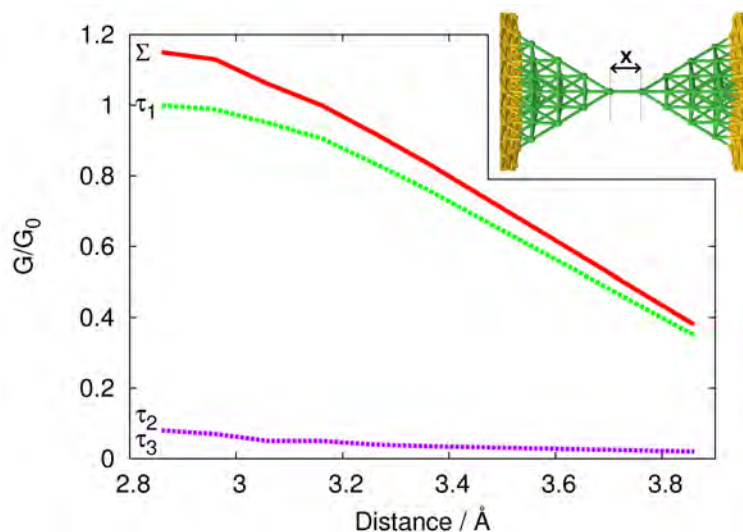


FIG. 3.33 – Conduction des canaux en fonction de la distance entre les deux atomes du dimère (Données de Michael Häfner).

Dans cet étirement, qui intervient après la forte augmentation de la conductance du premier canal (cf. figure 1.9 page 24) — allant jusqu'à une conductance de 1 —, nous voyons que tous les canaux ont un comportement identique, avec une conductance qui diminue rapidement avec l'étirement.

Nous allons voir maintenant s'il est possible de retrouver l'une ou l'autre de ces signatures dans nos mesures.

### 3.6.2 Mesures des canaux de conduction

La procédure de mesure est la suivante: le moteur est avancé par pas successifs et une courbe I(V) est enregistrée à chaque position du moteur.

Notre analyse se concentre sur les contacts de quatre canaux et moins, tout d'abord pour être sûr du résultat quantitatif de l'ajustement<sup>15</sup>, ensuite parce que, pour trois canaux de conduction, la structure est très probablement un contact de taille atomique (monomère, dimère, chaîne) approchable par des calculs (les autres types de

<sup>15</sup>. Nous utilisons ici la procédure d'ajustement testant toutes les combinaisons de canaux (voir début de page 100).

structures d'un diamètre supérieur à un atome ont un nombre de canaux supérieur à 3. Voir section 1.2.3 page 17).

Examinons quatre courbes d'ouverture et leur décomposition en canaux de conduction. Toutes ces mesures ont été réalisées sur un même échantillon.

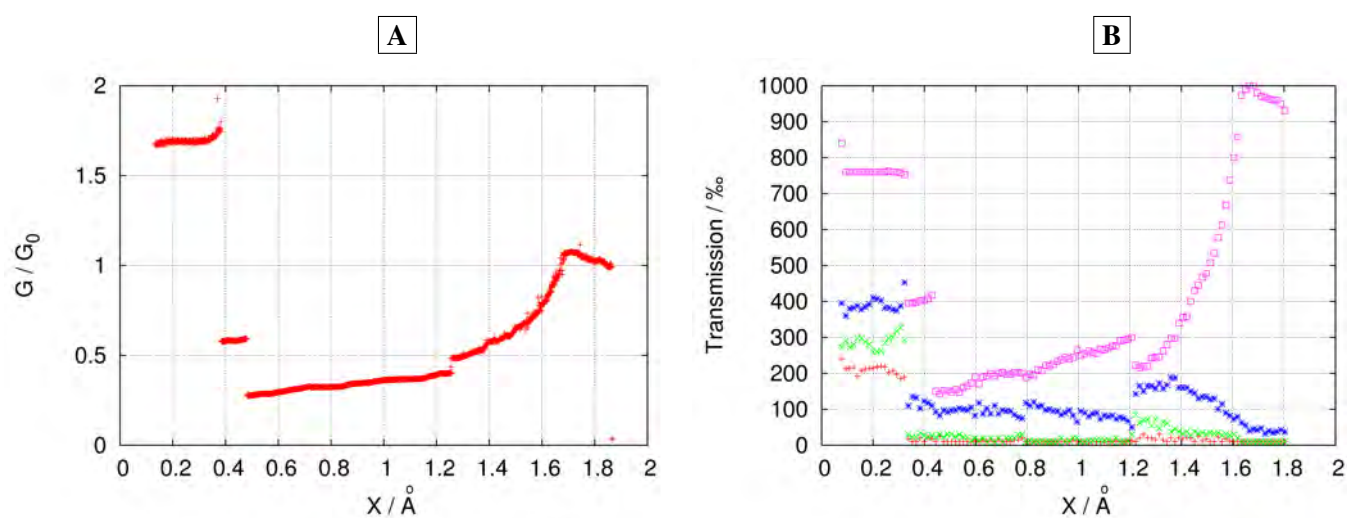


FIG. 3.34 – [A]: Derniers plateaux d'une courbe d'ouverture. [B]: Décomposition en canaux de conduction.

Dans la figure 3.34 nous voyons que, partant d'un contact avec quatre canaux de conduction, nous passons à une structure dimère à  $0,3\text{Å}$ . Cette structure ne semble pas être particulièrement stable, car à  $0,45\text{Å}$  une autre structure dimère se forme avec une transmission fortement diminuée pour le premier canal. A  $1,2\text{Å}$ , la structure dimère est de nouveau modifiée. La diminution de la conductivité après  $1,7\text{Å}$  est associée au recouvrement des orbitales qui diminue de plus en plus. Nous retrouvons entre chaque saut et pour chaque dimère, l'augmentation de transmission du premier canal liée à la mise en résonance de  $sp_z$  (voir section 1.2.6 page 23).



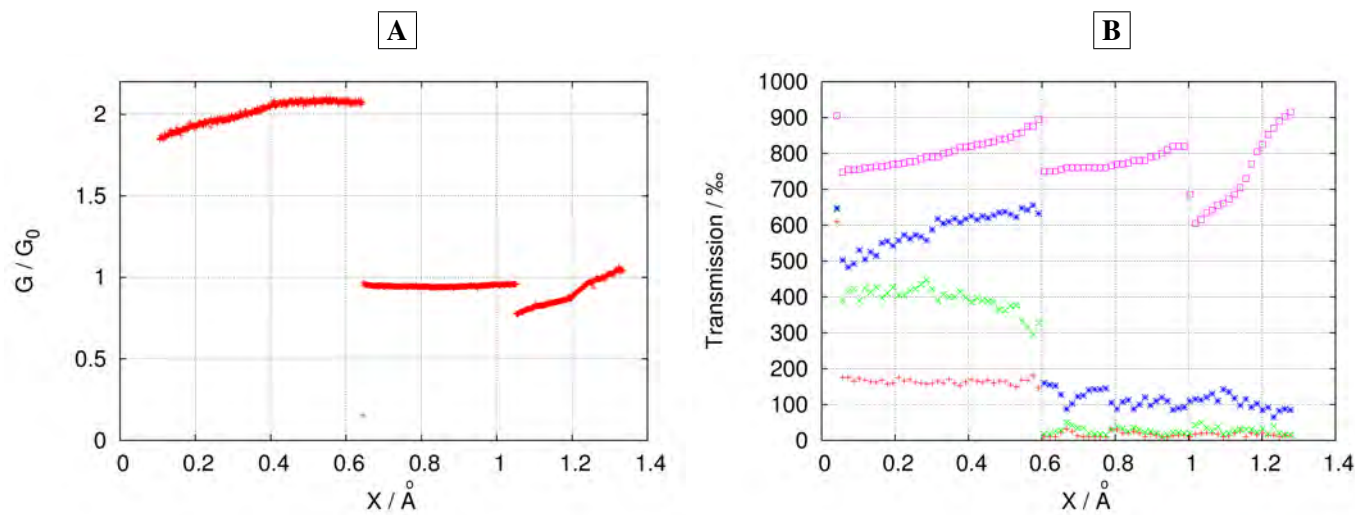


FIG. 3.35 – **A**: Derniers plateaux d'une courbe d'ouverture. **B**: Décomposition en canaux de conduction.

Pour la figure 3.35, nous partons a priori d'une structure monomère (ici quatre canaux), puis passons à  $0,6\text{Å}$  à une structure dimère à deux canaux. A  $1\text{Å}$  une nouvelle structure dimère se forme. Pour les deux structures dimères, nous retrouvons l'augmentation de la transmission du premier canal de l'aluminium lors de l'étirement du contact.

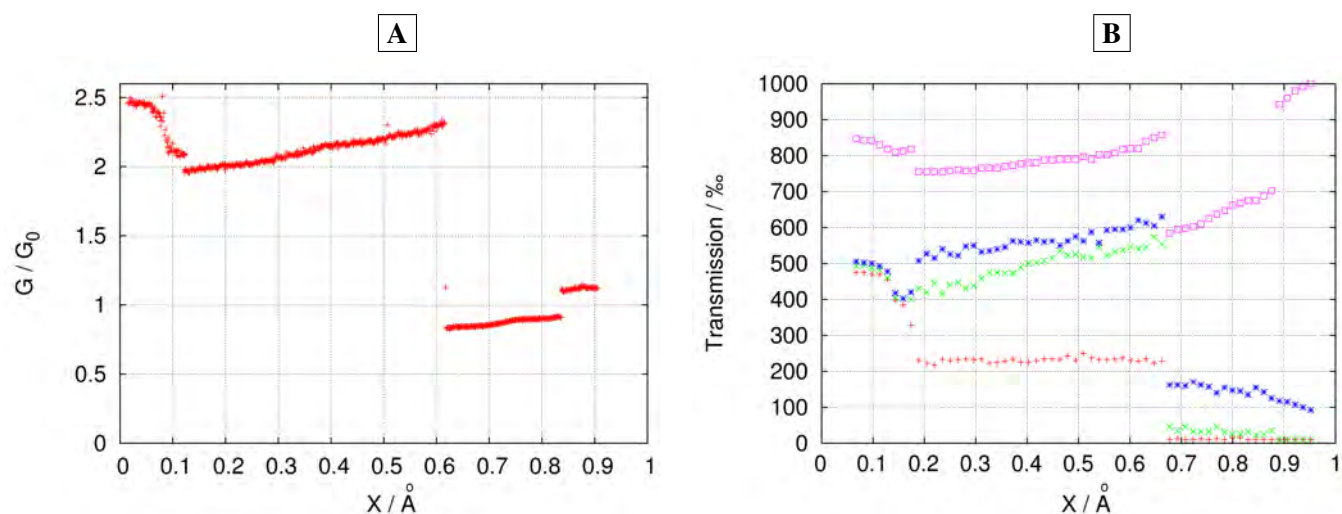


FIG. 3.36 – **A**: Derniers plateaux d'une courbe d'ouverture. **B**: Décomposition en canaux de conduction.

Sur la troisième caractéristique, figure 3.36, on peut voir ce qui se passe lorsqu'un calcul est réalisé avec trop peu de canaux entre  $0\text{\AA}$  et  $0,15\text{\AA}$ . Les canaux restant se retrouvent tous à la même conductance. Cet effet est mis en évidence par un test de calcul avec plus de quatre canaux non présenté ici. Outre cet effet, nous observons à  $0,65\text{\AA}$  une première structure dimère et à  $0,9\text{\AA}$  une seconde.

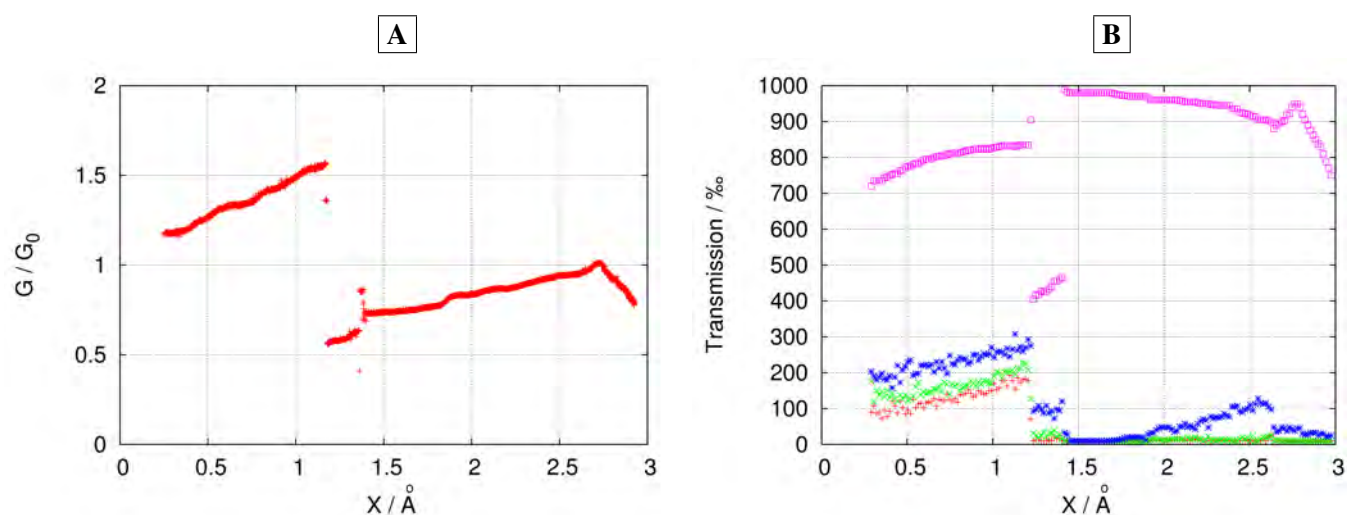


FIG. 3.37 – [A]: Derniers plateaux d'une courbe d'ouverture. [B]: Décomposition en canaux de conduction.

Cette quatrième et dernière caractéristique (figure 3.37) a un comportement qualitativement différent des autres. Trois structures dimères peuvent être identifiées ici: l'une à partir de  $1,2\text{\AA}$ , la seconde à partir de  $1,4\text{\AA}$ , et la dernière à partir de  $2,7\text{\AA}$ . La première structure dimère se comporte comme celles identifiées précédemment. La différence vient de la deuxième structure apparaissant lors de l'étiement. La deuxième structure possède un premier canal de transmission décroissante associé à un second canal de transmission croissante. Nous reconnaissons ici la signature d'un dimère non aligné avec le contact (avec une forte augmentation de la transmission du canal secondaire - figure 3.30 page 110). La troisième structure présente un canal principal dont la transmission augmente, comme pour la plupart des derniers plateaux de l'aluminium, puis rediminue lorsque le recouvrement des orbitales diminue.

Ces quatre mesures des canaux de conduction sont représentatives des sauts que nous trouvons pour l'aluminium. Ainsi il est possible de tirer les conclusions suivantes:

- Le plateau de conductance à  $1 G_0$  est a priori associé à une structure dimère (figure 1.6 page 20) ou à une chaîne monoatomique (figure 3.28 page 108), cependant nos observations tendent à montrer qu'il n'y a pas de chaînes monoatomiques dans l'aluminium. Nous n'avons en effet pas observé de chan-

gement brusque (dû au saut d'atome) associé à un canal fort de transmission constante et à des canaux secondaires de transmission croissante. De plus l'histogramme des longueurs de plateaux ne montre pas de structure régulière aux multiples de la distance interatomique (figure 3.19 page 99). En outre, l'augmentation de conductance du canal principal correspond au comportement d'un dimère sous étirement du contact. Ce comportement reste visible après chaque saut, ce qui tend à prouver que la structure dimère est conservée.

- La forte augmentation de transmission du premier canal est toujours reliée à des canaux secondaires de transmission constante (fig. 3.35) ou décroissante (fig. 3.34; 3.36; 3.37). La mesure réalisée par Scheer et al. [Sche 97] confirme ce fait. Les calculs réalisés par Cuevas et al. [Cuev 98a] et décrits dans la première partie, section 1.2.6 page 23, décrivent eux des canaux de conduction secondaires augmentant légèrement.
- Nous n'observons à aucun moment trois canaux sur le dernier plateau mais seulement deux. Nous en concluons que nos contacts sont fortement asymétriques. En effet une levée de dégénérescence est attendue dès que le contact est asymétrique et il n'est pas improbable qu'une configuration asymétrique puisse correspondre à un canal de transmission très faible.
- La diminution de la conductance du premier canal juste avant de rompre est probablement due à l'allongement du contact et à une conductance évoluant de plus en plus vers l'effet tunnel (voir mesures 3.34 et 3.37 ainsi que la simulation figure 3.33 page 113).
- La diminution de la conductance du premier canal avec une augmentation du second (fig. 3.37) peut-être expliquée par la rotation d'un atome autour de l'autre (voir fig. 3.30).
- Après chaque petit saut sur un même plateau autour de  $1 G_0$ , nous retrouvons une augmentation du premier canal ainsi que des canaux secondaires soit constants, soit diminuants. Comme il ne s'agit probablement pas d'un effet de déconstruction comme décrit dans la figure 3.32 (le premier canal reste relativement constant), nous attribuons cela à un effet de "slip-stick", pour lequel l'atome réalisant la jonction entre les deux contacts est "tiré" sur l'un des contacts (voir section suivante).

### 3.6.3 Arguments pour un déplacement en slip-stick

Un certain nombre d'observations tirées de nos mesures expérimentales et mentionnées dans les sections précédentes peuvent être expliquées par un déplace-



ment de type slip-stick du dernier atome de la jonction.

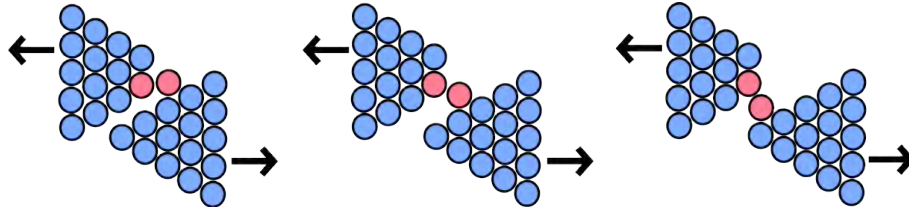


FIG. 3.38 – Mode de déplacement potentiel de la jonction, de type slip-stick. Le contact reste en tout point monoatomique.

Le premier point concerne l’allongement des plateaux au fur et à mesure du nombre d’ouvertures ainsi que l’augmentation du nombre de sauts sur ces plateaux. Si l’on part de l’hypothèse que le contact se reconstruit en direction  $\langle 111 \rangle$  au fur et à mesure des ouvertures, la surface sur laquelle un effet de slip-stick, tel que décrit en 3.38, peut se produire s’allonge. Le nombre de sauts possibles augmente aussi avec une surface de plus en plus plane. Par ailleurs les plateaux intermédiaires, comme nous l’avons vu auparavant, ont tous une conductance de dimère c’est-à-dire une conductance proche de  $1 G_0$  avec une transmission du canal principal qui augmente sous étirement du contact. Ceci est compatible avec un contact slip-stick.

Le déplacement de type slip-stick permet donc d’expliquer de façon très satisfaisante nos observations expérimentales.

### 3.6.4 Probabilité d’apparition des canaux de conduction

La répartition des transmissions des canaux de conduction reflète le type d’orbitales participant au contact. En effet, comme nous avons pu le voir dans les figures 1.3 page 17 et 1.6 page 20, nous avons, pour un contact autour de  $1 G_0$ , deux canaux dégénérés  $p_x$  et  $p_y$  de faible transmission, et un canal  $sp_z$  de transmission haute. Ceci se reflète dans un histogramme calculé par Cuevas et. al. (Fig. 3.39 **B**). Si l’on compare cet histogramme théorique avec un histogramme calculé à partir des trois premières courbes d’ouverture précédemment présentées, nous obtenons:

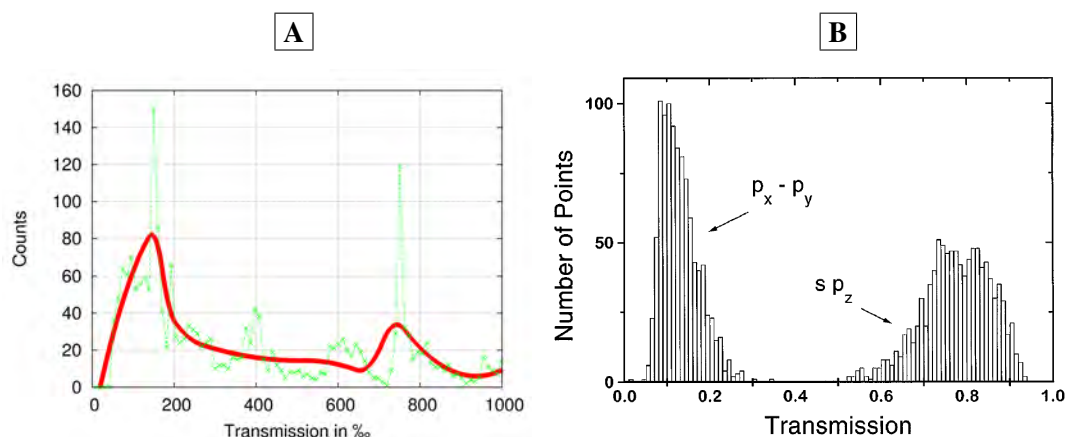


FIG. 3.39 – **A** Histogramme des canaux de conduction de trois courbes d'ouverture. La courbe verte correspond à la mesure et la courbe rouge continue, à une approximation spline de ces valeurs. L'histogramme a été "mis à zéro" pour toutes les valeurs inférieures à 42 ‰. Ceci permet d'enlever tous les canaux ne participant pas à la conductance. **B** Histogramme théorique des canaux de conduction dans un contact d'aluminium à  $1 G_0$  [Cuev 98b].

Le nombre de mesures I(V) de l'histogramme mesuré **A** est relativement élevé. Cependant ces mesures ne proviennent que de trois courbes d'ouvertures. Si l'on considère néanmoins que chaque petit saut dans les courbes d'ouvertures correspond à un changement de configuration du contact, l'histogramme expérimental correspondrait alors à huit mesures de contacts distincts. En résumé, la correspondance de ces deux histogrammes est bonne; nous en concluons que nous avons une forte décomposition en au moins deux types de canaux pour les courbes d'ouvertures ne montrant pas d'effet de rotation d'un atome par rapport à l'autre. Nous associerons donc le pic de faible transmission à un canal de type  $p_x$  ou  $p_y$  et le pic de plus haute transmission à un canal  $sp_z$ .

### 3.7 Blocage de Coulomb dans les transistors à un électron

Dans cette partie nous allons présenter une mesure de structure de type transistor à un électron (voir section 2.4.2) et allons, à l'aide du chapitre 2 de la première partie, essayer de l'interpréter. Les simulations suivantes ont été réalisées à l'aide du simulateur "SIMON" de type Monte-Carlo [Wass 97], permettant de simuler la caractéristique d'une jonction SSS (voir chapitre 2).

La structure était constituée d'une jonction à cassure et d'une jonction tunnel  $Al/Al_2O_3/Al$  entourant un îlot d'environ  $500 \mu m$  de diamètre (voir figure 2.13 page 77).

Après avoir refroidi la structure, une courbe  $I(V)$  a été mesurée (figure 3.40) permettant de voir que la jonction tunnel en oxyde possédait un gap standard de jonction SIS, avec une résistance de  $32 \text{ k}\Omega$ <sup>16</sup>.

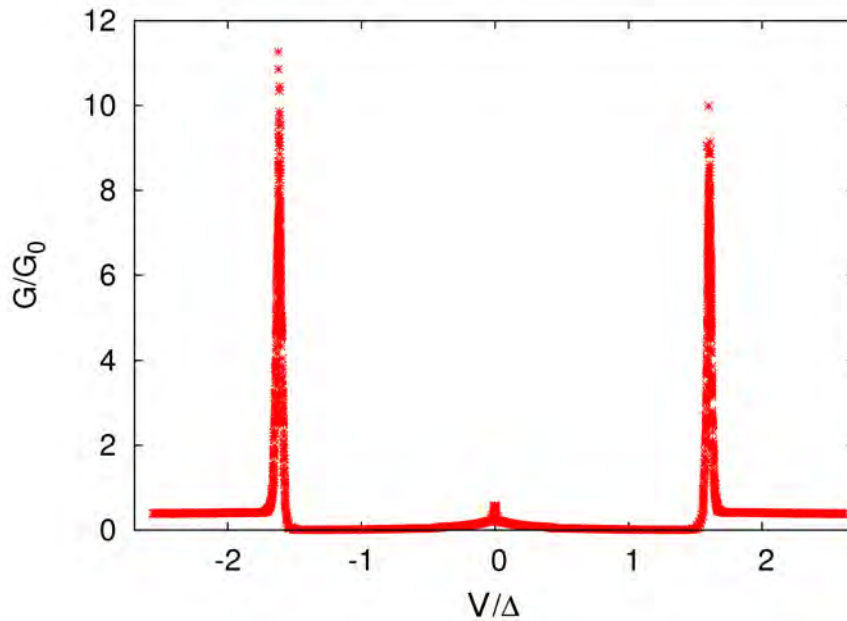


FIG. 3.40 – Caractéristique  $\frac{dI}{dV}(V)$  sur une structure non étirée, semblable aux caractéristiques de jonctions à cassure ouvertes de la figure 3.2. Le gap est légèrement plus petit que le gap aux très basses températures car cette mesure a été faite au-dessus de  $1\text{K}$ . La structure autour de  $0\text{V}$  est due à un effet tunnel des électrons excités au-dessus du gap supraconducteur à cette température et disparaît typiquement aux très basses températures.

Une fois la jonction tunnel en oxyde caractérisée (celle-ci comporte  $32 \text{ k}\Omega$ ), la jonction à cassure a été ouverte et stabilisée à  $223 \text{ k}\Omega$ <sup>17</sup>. La caractéristique obtenue dans cet état est la suivante:

16. Une telle résistance est compatible avec l'apparition de réflexions d'Andreev à travers l'oxyde entre les deux contacts supraconducteur l'entourant

17. Cette haute résistance doit permettre d'observer le blocage de Coulomb.

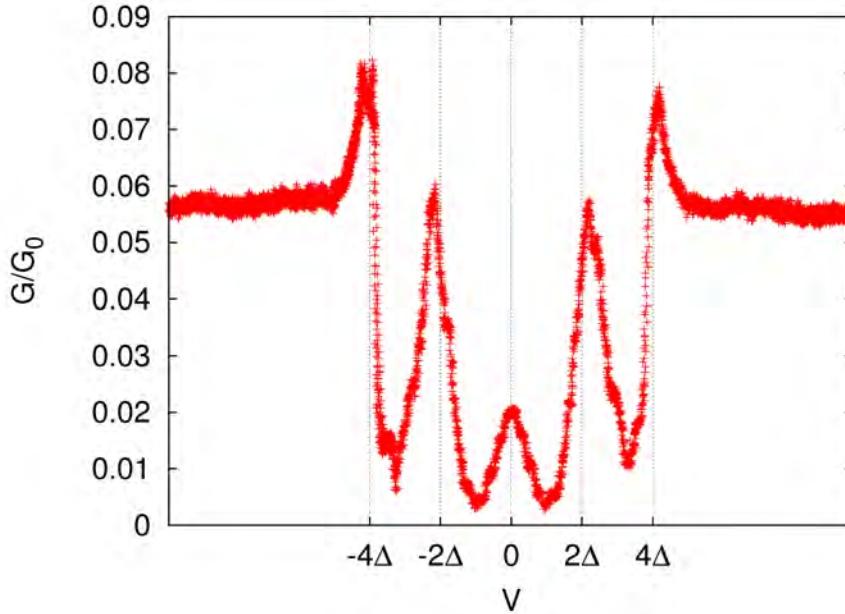


FIG. 3.41 – Caractéristique  $dI/dV(V)$  pour une structure de type transistor à un électron. Le gap utilisé en abscisse est de  $185 \mu\text{eV}$ . La température est de  $800 \text{ mK}$ .

De fortes oscillations sont visibles dans cette caractéristique. La question est de savoir à quoi elles correspondent et notamment si elles correspondent à un phénomène de blocage de Coulomb. Notons qu'une variation de la tension de grille ne change rien à cette mesure. Afin de mieux comprendre cette mesure, nous simulons le contact. Pour ce faire, nous avons besoin d'un ordre de grandeur pour les capacités des deux jonctions. Pour la jonction en oxyde, nous savons que nous avons un recouvrement des deux structures d'environ  $100\text{nm} \times 500\text{nm}$ . Sachant que l'épaisseur d'oxyde que nous avons laissé croître doit être de l'ordre de grandeur de l'oxyde natif, c'est-à-dire environ  $2 \text{ nm}$ , appliquons la formule pour un condensateur plan  $C = \epsilon_r \epsilon_0 \frac{A}{d}$  avec un  $\epsilon_r = 9$  moyen (Voir Annexe B). Nous obtenons dans ce cas là une capacité de  $2 \cdot 10^{-15} \text{ F}$ . Pour la jonction à cassure, nous considérons une capacité au moins 10 fois plus petite<sup>18</sup>, c'est-à-dire  $\approx 10^{-16} \text{ F}$ . Une simulation d'un contact SSS<sup>19</sup> à  $800 \text{ mK}$  nous montre que nous devons chercher le blocage de Coulomb dans les "bras" de la caractéristique 3.41, au delà de  $4\Delta$ , et que sa période est égale à  $E_C$ , l'énergie de chargement de l'îlot ne comprenant que la jonction en oxyde<sup>20</sup>. Si nous faisons une FFT de ces bras, nous obtenons un

18. Au vu des dimensions géométriques d'une jonction à cassure étirée, on attend une capacité nécessairement bien plus petite que celle de la jonction oxyde décrite plus haut.

19. SSS par abus de langage, SISIS plus strictement.

20. La période en  $2E_C$  que nous avons obtenue dans les simulations du chapitre 2 était due à deux capacités participant à part égale au blocage du courant. Ici nous avons une jonction fortement transparente, ce qui explique une période de  $E_C$  seulement.

bruit en  $1/f$  caractéristique d'un bruit basses fréquences.

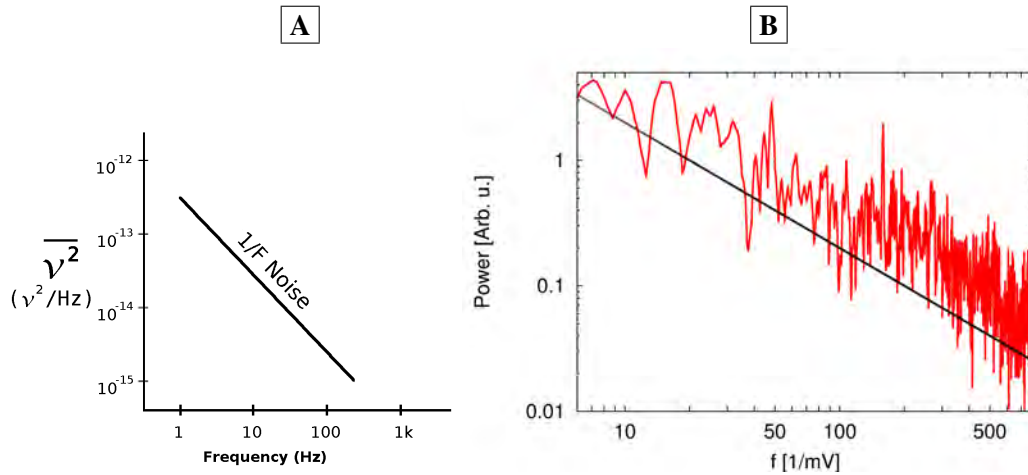


FIG. 3.42 – **A** Caractéristique  $1/f$  théorique [Zone 06] et **B** FFT des bras (au delà de  $4\Delta$ ) de la mesure donnée figure 3.41.

Si nous présentons cette même caractéristique, non pas en fonction de la fréquence mais en fonction de la période, nous obtenons la figure 3.43 **A**.

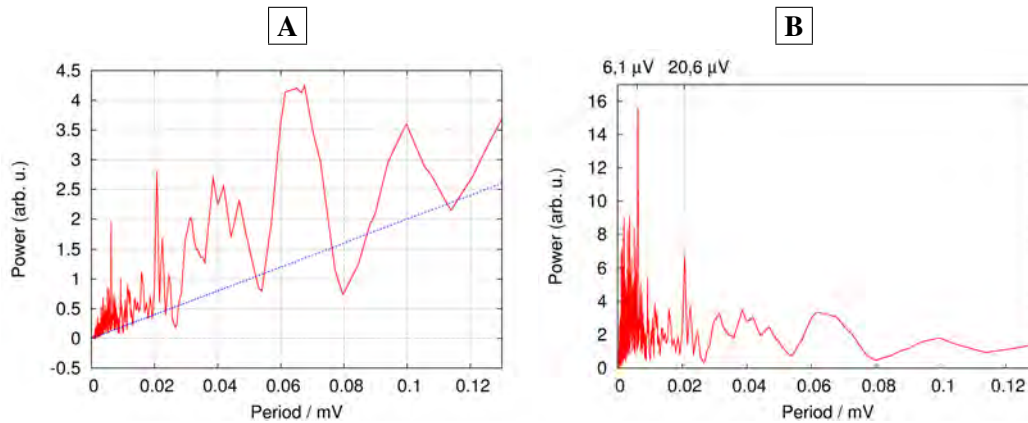


FIG. 3.43 – **A** FFT en fonction de la période. Si l'on soustrait le bruit en  $1/f$ , on obtient la caractéristique **B**. Sur cette dernière, deux pics peuvent être identifiés. L'un est à  $6,1 \mu V$ , l'autre à  $20,6 \mu V$ .

En soustrayant le bruit en  $1/f$ , nous pouvons identifier deux pics susceptibles d'être attribués au blocage de Coulomb. Regardons maintenant la FFT de trois bras indépendants (bras de la figure 3.41 pour plusieurs mesures successives).

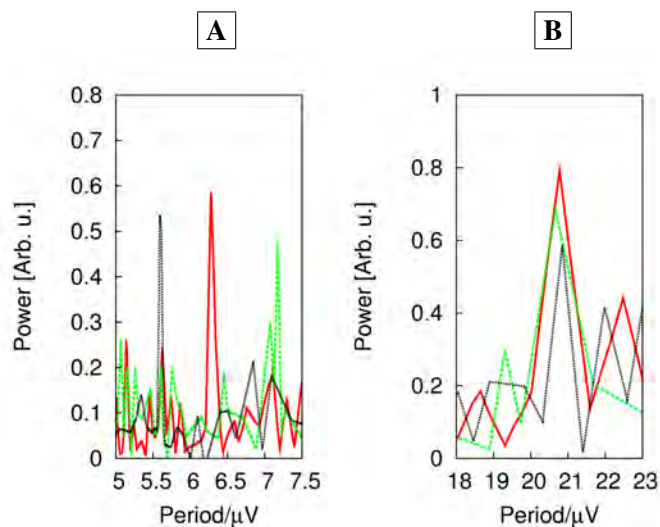


FIG. 3.44 – Zoom sur chaque pic de la figure 3.43 **B**, avec contribution de chaque bras indépendant (La puissance absolue de chaque bras a été normalisée de manière à avoir des pics d'intensité comparable).

Nous pouvons voir que le pic à  $6,1 \mu V$  n'est porté que par une seule courbe, alors que pour le pic à  $20,6 \mu V$ , les trois bras apportent une contribution. Si l'on lance une simulation avec une capacité correspondant à  $E_c = 20,6 \mu V$ , c'est-à-dire de  $3,88 \cdot 10^{-15} F$ , nous obtenons:

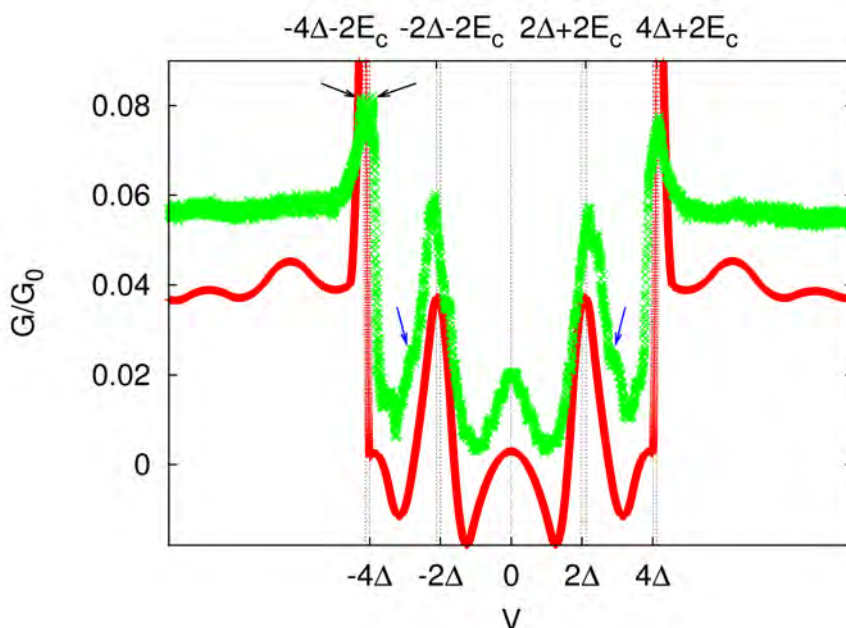


FIG. 3.45 – Caractéristique  $\frac{dI}{dV}(V)$  mesurée (figure 3.41) en vert. En rouge et décalée en Y pour des raisons de lisibilité, caractéristique simulée puis numériquement dérivée et lissée d'une structure SSS à 800 mK avec  $C_1 = 3,88 \cdot 10^{-15} F$  et  $C_2 = 10^{-16} F$ . Les flèches noires indiquent un double pic que l'on voit aussi dans la caractéristique simulée en diminuant le lissage. De même les flèches bleues montrent un épaulement, lui aussi visible en diminuant le lissage.

Cette simulation nous montre que les grandes structures (les oscillations) de la caractéristique  $dI/dV$  ne sont qu'une conséquence du gap supraconducteur de la structure. Comme la simulation par "SIMON" ne prend pas en compte les réflexions d'Andreev, mais que néanmoins chaque petite structure de la caractéristique mesurée est reproduite par la simulation, nous pouvons en conclure que les réflexions d'Andreev ne sont pas visibles dans nos mesures. Du fait de leurs résistance respective, rappelons que des réflexions d'Andreev pourraient avoir lieu dans la jonction en oxyde mais pas dans la jonction à cassure ouverte.

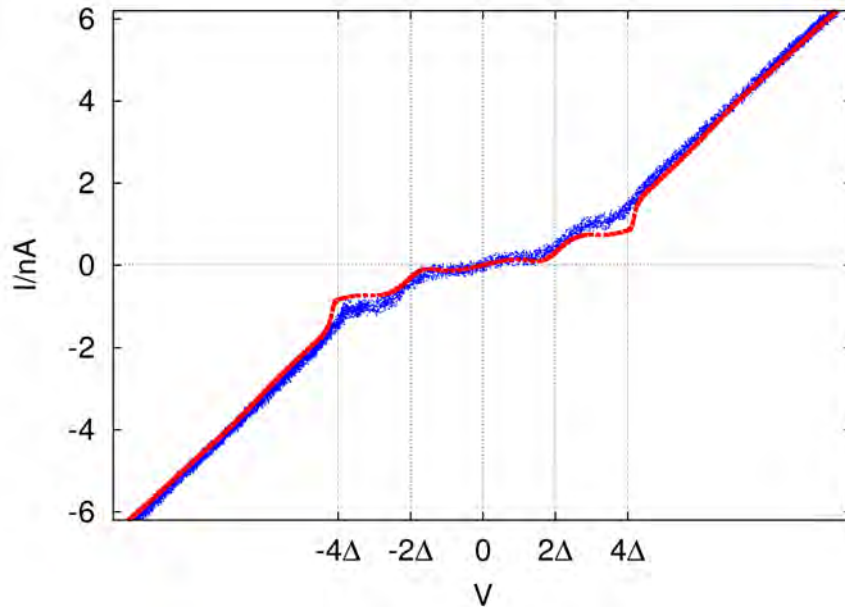


FIG. 3.46 – Caractéristique  $I(V)$  mesurée (en bleu) superposée à la caractéristique simulée (en rouge) avec le lissage utilisé précédemment (à 800 mK pour mesure et simulation).

Sur la figure 3.46, la correspondance entre simulation et mesure est satisfaisante. En supprimant le lissage, on peut clairement distinguer les effets du blocage



de Coulomb comme représenté à la figure 3.46.

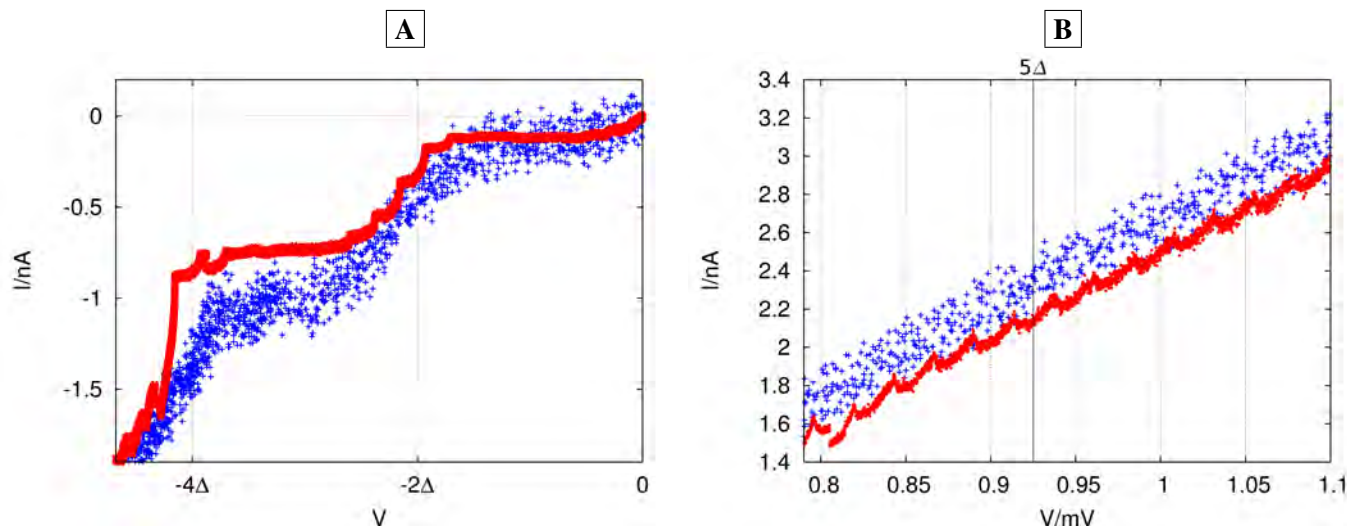


FIG. 3.47 – Zoom sur deux endroits stratégiques des caractéristiques 3.46 en supprimant le lissage utilisé plus tôt ( $\Delta = 185 \mu\text{eV}$ ).

Pour la courbe **A** de la figure 3.47, nous voyons que la hauteur relative des structures dues au blocage de coulomb est relativement faible. Il n'est pas étonnant qu'elles ne soient pas visibles dans la mesure. D'après l'agrandissement du bras au delà de  $4\Delta$  donné dans la figure 3.47 **B**, il semble que le blocage de Coulomb ne peut être distingué qu'à travers une FFT de la mesure. Notons que la capacité que nous trouvons par la FFT de la mesure (figure 3.43)  $C = 3,88 \cdot 10^{-15} F$  est très proche de celle estimée par notre approximation à  $2 \cdot 10^{-15} F$ .

En résumé, une structure de type transistor à un électron a été mesurée, sa structure principale a pu être expliquée en terme de gap supraconducteur, sans avoir recours aux réflexions d'Andreev ni au blocage de Coulomb. Enfin le blocage de Coulomb a pu être identifié dans le bruit des bras de la caractéristique 3.45. L'énergie de chargement du transistor est de  $20,6 \mu\text{eV}$ , à comparer à l'énergie thermique à 800 mK de  $69 \mu\text{eV}$ . Il serait donc judicieux de réaliser des structures avec une capacité plus petite<sup>21</sup> afin que les manifestations du blocage de Coulomb ressortent du bruit.

21. Cela a été tenté mais malheureusement sans succès, du fait de difficultés technologiques rencontrées au niveau de la réalisation pratique de la structure SET (Optimisation de l'épaisseur d'oxyde).



## Bibliographie

- [Buck 04] W. Buckel and R. Kleiner. *Supraleitung - Grundlagen und Anwendungen*. Wiley-VCH Verlag, 6th Ed., 2004.
- [Chan 59] G. Chanin, E. A. Lynton, and B. Serin. “Impurity Effects on the Superconductive Critical Temperature of Indium and Aluminum”. *Phys. Rev.*, Vol. 114, No. 3, pp. 719–724, May 1959.
- [Coch 56] J. F. Cochran, D. E. Mapother, and R. E. Mould. “Superconducting Transition in Aluminum”. *Phys. Rev.*, Vol. 103, No. 6, pp. 1657–1669, Sep 1956.
- [Cour 08] H. Courtois, M. Meschke, J. T. Peltonen, and J. P. Pekola. “Origin of Hysteresis in a Proximity Josephson Junction”. *Physical Review Letters*, Vol. 101, No. 6, p. 067002, 2008.
- [Cron 01] R. Cron. *Atomic Contacts: a Test-Bed for Mesoscopic Physics*. PhD thesis, Université Paris 6, 2001.
- [Cuev 96] J. C. Cuevas, A. Martín-Rodero, and A. L. Yeyati. “Hamiltonian approach to the transport properties of superconducting quantum point contacts”. *Phys. Rev. B*, Vol. 54, No. 10, pp. 7366–7379, Sep 1996.
- [Cuev 98a] J. C. Cuevas, A. Levy Yeyati, A. Martín-Rodero, G. Rubio Bollinger, C. Untiedt, and N. Agrait. “Evolution of Conducting Channels in Metallic Atomic Contacts under Elastic Deformation”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 81, No. 14, pp. 2990–2993, Oct 1998.
- [Cuev 98b] J. C. Cuevas, A. L. Yeyati, and A. Martín-Rodero. “Microscopic Origin of Conducting Channels in Metallic Atomic-Size Contacts”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 80, No. 5, pp. 1066–1069, Feb 1998.
- [Eich 07] A. Eichler, M. Weiss, S. Oberholzer, C. Schönenberger, A. L. Yeyati, J. C. Cuevas, and A. Martín-Rodero. “Even-Odd Effect in Andreev Transport through a Carbon Nanotube Quantum Dot”. *Physical Review Letters*, Vol. 99, No. 12, p. 126602, 2007.
- [Hols 94] T. Holst, D. Esteve, C. Urbina, and M. H. Devoret. “Observation of the effect of an electromagnetic environment with sharp resonances on the current-voltage characteristics of a small capacitance tunnel junction”. *Physica B Condensed Matter*, Vol. 203, No. 3-4, pp. 397–403, Dec. 1994.

## Deuxième Partie: Basses Températures

---

- [Land 90] Landolt-Börnstein. *Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik - Band III/21a*. Vol. Gruppe III: Kristall- und Festkörperphysik- Supraleiter, Springer-Verlag, 1990.
- [Leav 81] C. R. Leavens and E. W. Fenton. “Superconductivity of small particles”. *Phys. Rev. B*, Vol. 24, No. 9, pp. 5086–5092, Nov 1981.
- [O A 69] J. S. O. A. E. Cherney. “Enhancement of superconductivity in thin aluminium films”. *Canadian Journal of Physics*, Vol. 47, No. 10, pp. 1101–1106, 1969.
- [Ono 04] T. Ono and K. Hirose. “Geometry and conductance of Al wires suspended between semi-infinite crystalline electrodes”. *Phys. Rev. B*, Vol. 70, No. 3, p. 033403, Jul 2004.
- [Pauf 74] P. Paufler. “Einfluß der Realstruktur auf einige Eigenschaften von Supraleitern”. *Kristall und Technik*, Vol. 9, No. 5, pp. 533–550, 1974.
- [Paul 08] F. Pauly, J. Viljas, U. Huniar, M. Hafner, S. Wohlthat, M. Burkle, J. Cuevas, and G. Schon. “Cluster-based density-functional approach to quantum transport through molecular and atomic contacts”. *Arxiv*, pp. 0806–4173, 2008.
- [Riqu 05] J. Riquelme, L. de la Vega, A. Yeyati, N. Agrait, A. Martin-Rodero, and G. Rubio-Bollinger. “Distribution of conduction channels in nanoscale contacts: Evolution towards the diffusive limit”. *Europhysics Letters*, Vol. 70, No. 5, pp. 663–669, 2005.
- [Sand 07] T. Sand-Jespersen, J. Paaske, B. M. Andersen, K. Grove-Rasmussen, H. I. J. rgensen, M. Aagesen, C. B. S. rensen, P. E. Lindelof, K. Flensberg, and J. N. rd. “Kondo-Enhanced Andreev Tunneling in InAs Nanowire Quantum Dots”. *Physical Review Letters*, Vol. 99, No. 12, p. 126603, 2007.
- [Sche 97] E. Scheer, P. Joyez, D. Esteve, C. Urbina, and M. Devoret. “Conduction Channel Transmissions of Atomic-Size Aluminium Contacts”. *PRL*, Vol. 78, No. 18, pp. 3535–3538, 1997.
- [Sen 01] P. Sen, S. Ciraci, A. Buldum, and I. P. Batra. “Structure of aluminum atomic chains”. *Phys. Rev. B*, Vol. 64, No. 19, p. 195420, Oct 2001.
- [Skal 64] S. Skalski, O. Betbeder-Matibet, and P. R. Weiss. “Properties of Superconducting Alloys Containing Paramagnetic Impurities”. *Phys. Rev.*, Vol. 136, No. 6A, pp. A1500–A1518, Dec 1964.
- [Smit 01] R. H. M. Smit, C. Untiedt, A. I. Yanson, and J. M. van Ruitenbeek. “Common Origin for Surface Reconstruction and the Formation of Chains of Metal Atoms”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 87, No. 26, p. 266102, Dec 2001.
- [Smit 03a] R. H. M. Smit, C. Untiedt, G. Rubio-Bollinger, R. C. Segers, and J. M. van Ruitenbeek. “Observation of a Parity Oscillation in the Conductance of Atomic Wires”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 91, No. 7, p. 076805, Aug 2003.

- 
- [Smit 03b] R. Smit. *Characterization of the Ultimate Nanowire*. PhD thesis, Universiteit Leiden, February 2003.
- [Susu 74a] H. S. Susumu Matsuo and S. Noguchi. “Superconducting transition temperature of aluminum, indium, and lead fine particles”. *Journal of Low Temperature Physics*, Vol. 15, No. 5-6, pp. 481–490, 1974.
- [Susu 74b] H. M. Susumu Matsuo and S. Noguchi. “Particle Size and Superconducting Transition Temperature of Aluminum Fine Particles”. *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 13, pp. 351–354, 1974.
- [Thyg 03] K. S. Thygesen and K. W. Jacobsen. “Four-Atom Period in the Conductance of Monatomic Al Wires”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 91, No. 14, p. 146801, Sep 2003.
- [Tink 96] M. Tinkham. *Introduction to superconductivity*. McGraw-Hill, Inc., 1996.
- [Wass 97] C. Wasshuber, H. Kosina, and S. Selberherr. “SIMON-A simulator for single-electron tunnel devices and circuits”. *Computer-Aided Design of Integrated Circuits and Systems, IEEE Transactions on*, Vol. 16, No. 9, pp. 937–944, Sep 1997.
- [Xu 07] Y. Xu, X. Shi, Z. Zeng, Z. Y. Zeng, and B. Li. “Conductance oscillation and quantization in monatomic Al wires”. *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 19, No. 5, p. 056010 (7pp), 2007.
- [Yans 98] A. I. Yanson, G. R. Bollinger, H. E. van den Brom, N. Agraït, and J. M. van Ruitenbeek. “Formation and manipulation of a metallic wire of single gold atoms”. *Nature*, Vol. 395, pp. 783–785, October 1998.
- [Zgir 05] M. Zgirski, K.-P. Riihonen, V. Touboltsev, and K. Arutyunov. “Size Dependent Breakdown of Superconductivity in Ultranarrow Nanowires”. *Nano Letters*, Vol. 5, No. 6, pp. 1029–1033, 2005.
- [Zone 06] N. D. Zone. “Sampling Quality”. Tutorial, National Instruments, Sept. 2006.



**Troisième partie**

**Température ambiante**

# Chapitre 1

## Réalisation et actionnement des structures

Les membranes en silicium réalisées à partir de substrat SOI<sup>1</sup> font partie entre-temps des MEMS<sup>2</sup> les plus utilisés dans l'industrie. A l'origine, ce type de membranes avait été développé afin de fabriquer des masques pour lithographie à faisceau d'ions, technique autrefois très prometteuse [Buts 99a] [Buts 99b] [Letz 00] [Buts 03], puis pour lithographie à projection d'électrons (LEEPL) [Yosh 02]. Les capteurs de pression ont représenté les premières utilisations MEMS des membranes SOI [Yang 99] [Fern 06]. Entre-temps, à titre d'exemple, les membranes SOI peuvent servir de micro-plaques chauffantes [Chun 04], utilisées entre autres pour des capteurs de gaz intégrables en technologie CMOS et bi-CMOS. Le chauffage de la membrane permet d'augmenter la sensibilité et la rapidité de réponse d'un matériau chemorésistif [Udre 01] [Lu 01], l'avantage de la membrane étant de minimiser les pertes thermiques et donc de minimiser la consommation en énergie. On peut encore citer des capteurs/émetteurs d'ultrasons (ultrasonic transducer) [Cian 02], des convertisseurs électromécaniques [Mart 07] [Fuld 01], dont des accéléromètres [Ishi 01]. Précisons ici que les membranes habituellement utilisées en industrie sont relativement épaisses — du micromètre à la dizaine de micromètres — par rapport aux membranes présentées dans ce travail, à savoir 340 nm d'épaisseur pour la plupart d'entre elles.

En recherche fondamentale, les membranes en silicium ultra-fines à base de SOI viennent tout juste de faire leur entrée en scène [Soto 04] [Groe 08] [R Wa 08].

---

1. SOI: Silicon On Insulator - Substrat composé d'une base en silicium épaisse (le bulk - de quelques centaines de microns d'épaisseur), surmontée d'une fine couche d'oxyde recouverte d'une fine couche de silicium (respectivement le Box et le Top-Si - de moins de 10 micromètres d'épaisseur au total). La dernière évolution de ce type de substrat s'appelle Smart-Cut Unibound de la firme SOITEC. Les couches supérieures y sont réalisées avec des épaisseurs d'une dizaine de nanomètres seulement, la couche de Top-Si conservant une qualité comparable à celle du bulk [Brue 95] [Brue 97].

2. MEMS: Micro-Electro-Mechanical Systems

## 1.1 Membranes

Les membranes en silicium utilisées ici peuvent être fabriquées soit à l'aide d'une gravure sèche plasma, avec la technique Deep Reactive Ion Etching (DRIE), soit à l'aide d'une technique humide en solution KOH ou TMAH<sup>3</sup>. Le principe de réalisation des membranes reste cependant le même, quel que soit le type de gravure utilisé.

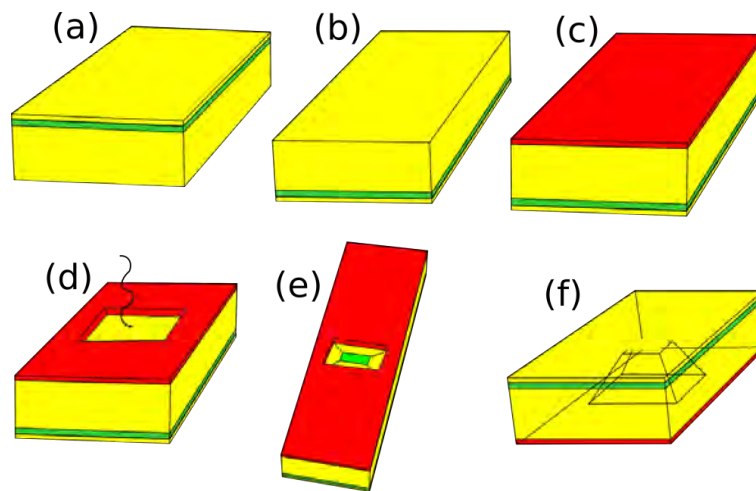


FIG. 1.1 – Principe de réalisation des membranes

Partant en [a] d'un substrat SOI ayant une couche d'oxyde enterrée (en vert), on dépose sur la face arrière [b] un masque [c] constitué soit de nitrure de silicium<sup>4</sup> pour la gravure KOH, soit de résine épaisse pour la gravure DRIE<sup>5</sup>. La définition des ouvertures des membranes [d] se fait soit à l'aide d'un laser (nitrure), soit en photolithographie UV (résine). La plaquette de silicium est ensuite gravée jusqu'à la couche d'oxyde enterrée [e]. Pour finir, la couche d'oxyde enterrée est enlevée [f] dans une solution d'acide fluorhydrique. Ainsi ne demeure que la couche de top-Si qui forme la membrane.

Nous allons voir maintenant les deux possibilités offertes pour la gravure.

### 1.1.1 Deep Reactive Ion Etching

Cette technique, qui existe sous différentes formes [Walk 01], est utilisée ici sous la forme du procédé Bosch [Laer 03] [Laer 05]. Ce procédé est appliqué sur les substrats recouverts de résine, une fois les ouvertures des membranes définies

3. Ces deux solutions sont des bases fortes. TMAH: Tetra-Méthyl-Ammonium-Hydroxide.

4. Déposé en PECVD avec une épaisseur d'environ 500 nm

5. Résine AZ 4562, avec une épaisseur d'environ 8  $\mu\text{m}$

par la photolithographie. Précisons que l'oxyde natif de la face arrière est retiré<sup>6</sup> avant le dépôt de la résine. Par ailleurs, la résine été choisie de façon à pouvoir être étalée en couches d'épaisseur d'environ  $8 \mu\text{m}$ , soit une épaisseur suffisante pour résister à une attaque DRIE de 80 min permettant d'atteindre la couche d'oxyde enterrée.

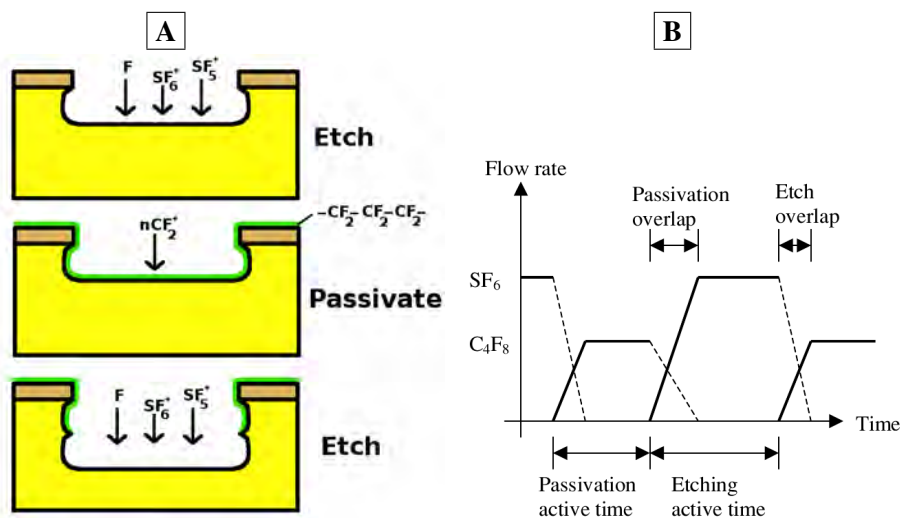


FIG. 1.2 – [A] Evolution de la gravure au cours du procédé Bosch. [B] Evolution des flux de gaz dans la chambre en fonction du temps [Chan 05].

La DRIE Bosch consiste à alterner à une fréquence élevée<sup>7</sup> un plasma  $SF_6$  avec un plasma  $C_4F_8$ . Pendant la phase  $SF_6$ , le silicium est attaqué de manière relativement isotrope<sup>8</sup>. Pendant la phase  $C_4F_8$ , des ions  $CF_2^+$  sont créés et forment une couche de téflon sur la surface du wafer. Lors du prochain pas de gravure, seuls les ions du plasma  $SF_6$  possédant une énergie cinétique suffisante peuvent pulvériser la barrière de téflon et attaquer ainsi le silicium. La couche de téflon ne sera donc détruite qu'au fond et non sur les flancs de la cavité.

Le procédé Bosch permet ainsi d'obtenir des flancs quasiment verticaux, soit une attaque fortement anisotrope couplée à une vitesse de gravure très élevée et à une rugosité faible.

6. L'oxyde fait barrière à la gravure. Si l'on omettait cette étape, cela résulterait en une rugosité de surface très élevée. En réalisant la photolithographie directement après le passage au HF, l'oxyde natif n'a pas le temps de se reformer (voir Annexe E).

7. 9s de  $SF_6$  et 3s de  $C_4F_8$ . Un wafer d'une épaisseur de  $525 \mu\text{m}$  est gravé en 80 min, ce qui correspond à 400 périodes. Ainsi, pendant chaque période, le plasma  $SF_6$  grave une épaisseur de  $1,3 \mu\text{m}$ , soit une vitesse de gravure d'environ 150 nm/s.

8. En augmentant l'énergie des ions, la gravure serait plus anisotrope, mais la rugosité augmenterait aussi fortement.



### 1.1.2 Gravure KOH

La gravure à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) est l'une des plus anciennes méthodes utilisées pour structurer le silicium en profondeur. Lorsque l'on met une surface de silicium de type (100) en contact avec une solution de KOH, des trous en forme de pyramides inversées avec des angles de  $54,74^\circ$  sont créés, libérant les surfaces de type {111} du cristal (voir figure 1.3). Les côtés de la pyramide sont alignés avec les directions de type  $\langle 100 \rangle$ .

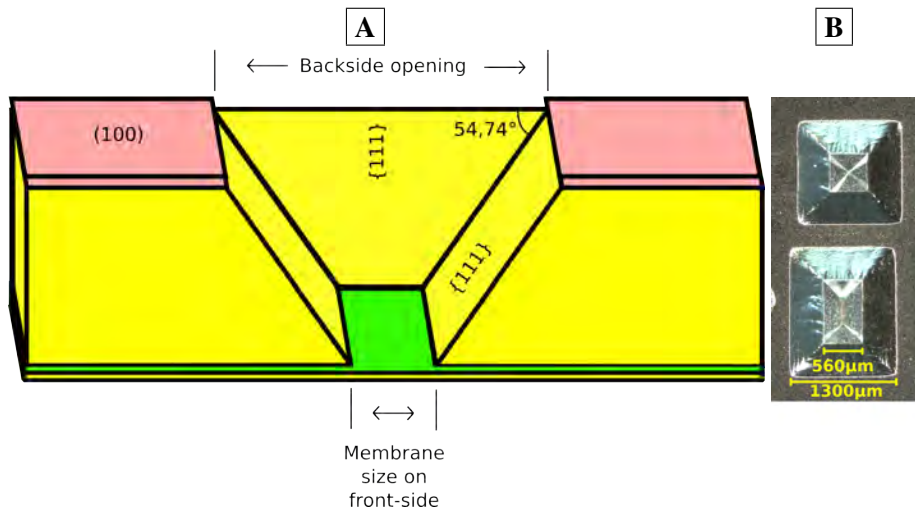


FIG. 1.3 – En [A] vue en coupe de la gravure d'une pyramide de silicium par une solution de KOH. L'orientation cristalline des surfaces est indiquée. Le masque est représenté en rouge clair et l'oxyde enterré en vert. [B] Image au microscope optique d'une telle pyramide pour une gravure ayant traversé de part en part le substrat SOI. Au fond on distingue les arrivées de courant qui étaient sur la membrane et qui ont subsisté après gravure complète du substrat.

Différents modèles ont été proposés pour expliquer la libération des surfaces {111}. Le premier considère le nombre de liaisons par atome pour différentes surfaces de la structure diamant; ce nombre est plus élevé pour les plans {111} que pour les plans {100} [Bean 90]. Un autre modèle considère que la densité de liaisons pendantes est deux fois plus élevée pour les surfaces {100} et {110} que pour les surfaces {111} [Seid 90]. Ces liaisons pendantes constituent chacune un site de réaction pour les ions  $OH^-$  en solution; la vitesse de réaction est d'autant plus élevée que la densité de sites de réaction est grande.

D'un point de vue pratique, la gravure KOH de la face arrière est réalisée à l'aide d'un porte-échantillon qui protège la face avant de la plaquette de SOI (figure 1.4).

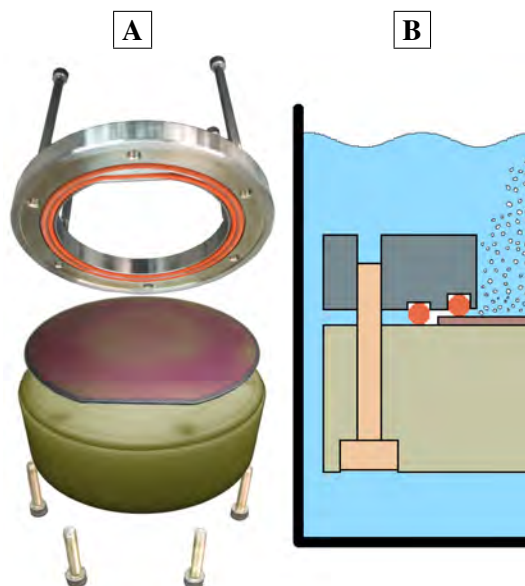


FIG. 1.4 – **A** Photographie des éléments utilisés afin de réaliser une gravure KOH. **B** Schéma des éléments une fois la plaquette montée.

### 1.1.3 Comparaison des gravures

Présentons ici, pour chaque technique de gravure, les principaux avantages et inconvénients auxquels nous avons eu à faire.

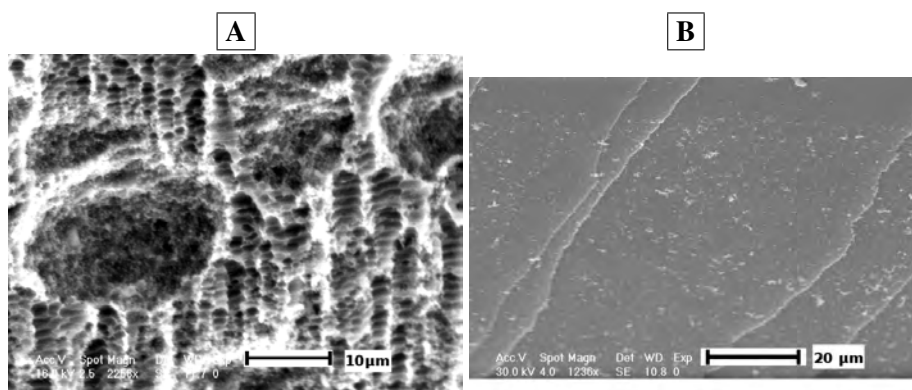


FIG. 1.5 – Images MEB de flancs de cratères de gravure du silicium réalisés **A** en DRIE et **B** en solution KOH.

La figure 1.5 montre l'aspect des flancs de cratères pour chaque type de gravure. La surface gravée par DRIE présente des cavités de différentes dimensions.

Les plus petites sont dues au principe de la gravure (voir figure 1.2). Les grandes cavités proviennent d'un effet de température. En effet, la gravure DRIE dégage beaucoup d'énergie et provoque un échauffement local de la surface gravée, d'où la nécessité d'un refroidissement face avant de la plaquette SOI<sup>9</sup>. Cependant, en cas de refroidissement insuffisant, certaines zones de la surface peuvent être plus chaudes et sont alors gravées plus rapidement. Ce problème d'échauffement local s'intensifie au cours du temps de gravure. La densité des cavités ainsi formées augmente donc en fonction de la profondeur de gravure. N'ayant pas la possibilité de changer les paramètres de gravure, nous n'avons pu éviter ce problème dont résulte des bords de membrane en forme de dents de scie<sup>10</sup>. Ces dents de scie peuvent influencer la déformation de la membrane.

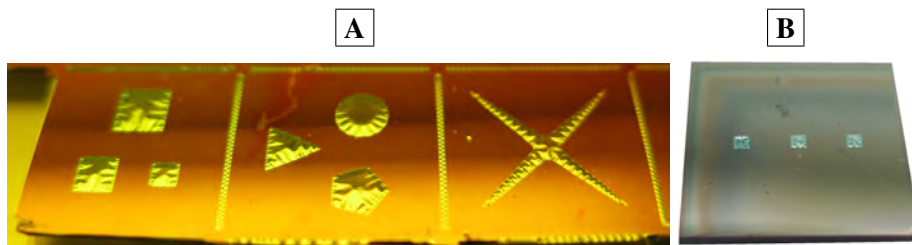


FIG. 1.6 – [A] Membranes réalisées par gravure DRIE. [B] Membranes réalisées par gravure KOH.

Le principal avantage de la DRIE concerne la diversité de formes réalisables (figure 1.6 [A]). Comme cette technique n'est pas limitée par les directions cristallographiques, il est possible de réaliser toutes sortes de formes de membranes indépendamment de l'orientation cristallographique du substrat. De plus une gravure DRIE dure environ une heure contre 24h pour la gravure KOH<sup>11</sup>.

La gravure KOH, elle, n'est sensible qu'aux directions cristallographiques. Ainsi, une erreur de définition du masque<sup>12</sup>, ou une rugosité initiale de surface très élevée, seront compensées pendant la gravure. Au final les surfaces gravées correspondent strictement aux directions cristallographiques du wafer. Par ailleurs la forme (forcément) rectangulaire des membranes est parfaitement définie. De plus, ayant monté un banc de gravure KOH, nous avons eu accès aux paramètres de gravure humide. Le procédé a donc pu être optimisé.

Pour plus de détails sur la réalisation de structures sur membranes voir [Laco 06] et pour plus de détails sur les gravures voir [Mado 02] [Laco 06] [Koch 09].

9. A l'aide d'azote liquide.

10. Notons que l'état de surface (ainsi que l'épaisseur) de la membrane même n'est défini que par la gravure finale HF de l'oxyde enterré. Cette gravure est hautement sélective; elle n'attaque pratiquement pas le silicium. Les possibles variations d'épaisseur de l'oxyde ne jouent donc aucun rôle pour l'épaisseur de la membrane finale.

11. Pour plus de détails de la gravure KOH et TMAH voir [Veen 01b] [Veen 01a]

12. Par exemple, des bords désalignés par rapport aux directions  $\langle 100 \rangle$  du silicium.

## 1.2 Jonctions à cassure sur membranes

La suite du procédé est pratiquement la même que celle décrite dans la partie II pour les substrats de bronze (voir figure 2.9 page 74). La seule différence est l'utilisation d'une couche de polyimide de 100 nm d'épaisseur seulement, ce qui est beaucoup plus fin que les  $2\ \mu\text{m}$  de polyimide sur substrat de bronze. La raison en est que l'on veut utiliser une épaisseur de polyimide faible devant l'épaisseur de la membrane, qui est de 340nm. De plus la couche de polyimide sera totalement enlevée de la surface de la membrane non protégée par les structures métalliques. Le schéma d'une jonction à cassure simple sur membrane est présenté à la figure 1.7.

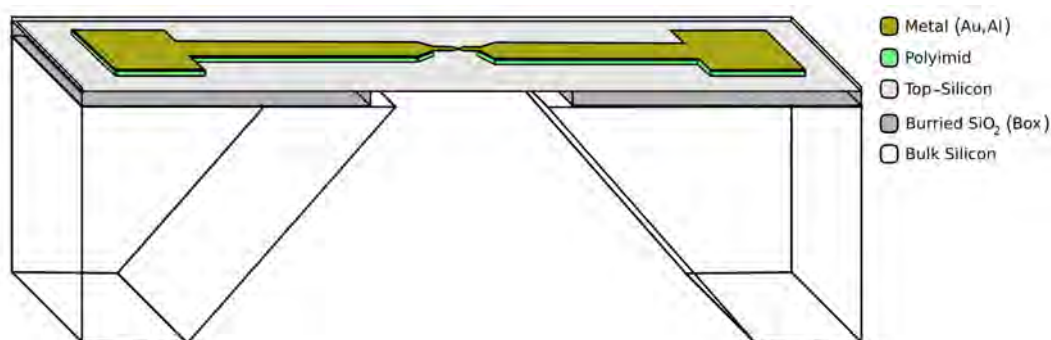


FIG. 1.7 – Représentation schématique d'une jonction à cassure métallique sur membrane en silicium. La structure en métal se trouve sur une couche de polyimide qui a été complètement sous-gravée à l'endroit de la constriction, libérant cette dernière.

Dans la partie basses températures, nous avons présenté une structure constituée d'un îlot entouré d'une jonction à cassure d'un côté, et d'une jonction tunnel en oxyde d'aluminium de l'autre. Cette structure SET était ajustable par le biais de la jonction à cassure.

La continuation de ce type de mesure est une structure constituée de deux jonctions à cassure entourant un îlot (voir figure 1.8).

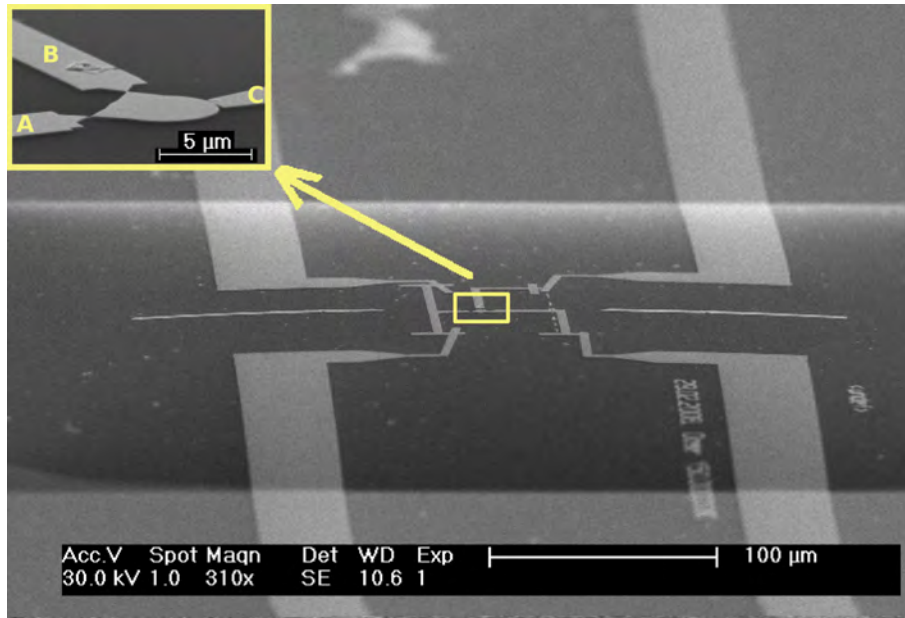


FIG. 1.8 – Image MEB d'une structure SET sur membrane réalisée à l'aide de deux jonctions à cassure (A et B) entourant un îlot. Une jonction peut être ajustée en fonction de l'autre en variant la position d'un piston déformant la membrane par le dessous. En C une électrode de référence est reliée à l'îlot. Elle permet de mesurer de façon indépendante la conductance à travers l'une ou l'autre des deux jonctions à cassure. Cette même électrode, placée légèrement plus loin de l'îlot et déconnectée de celui-ci, peut servir de grille d'une structure SET à double jonction à cassure.

Nous avons ainsi réalisé un mécanisme d'actionnement permettant d'ajuster la déformation (et donc l'ouverture) des deux jonctions l'une par rapport à l'autre.

Un piston, décrit dans la section suivante, permet en appuyant localement sous la membrane, d'ajuster le degré d'ouverture d'une jonction par rapport à l'autre.

### 1.3 Mécaniques principales

Afin de contrôler l'ouverture des jonctions à cassure, nous avons réalisé différents systèmes d'actionnement mécanique permettant d'effectuer des mesures à température ambiante ou aux basses températures également. Ces systèmes sont présentés dans la figure 1.9.



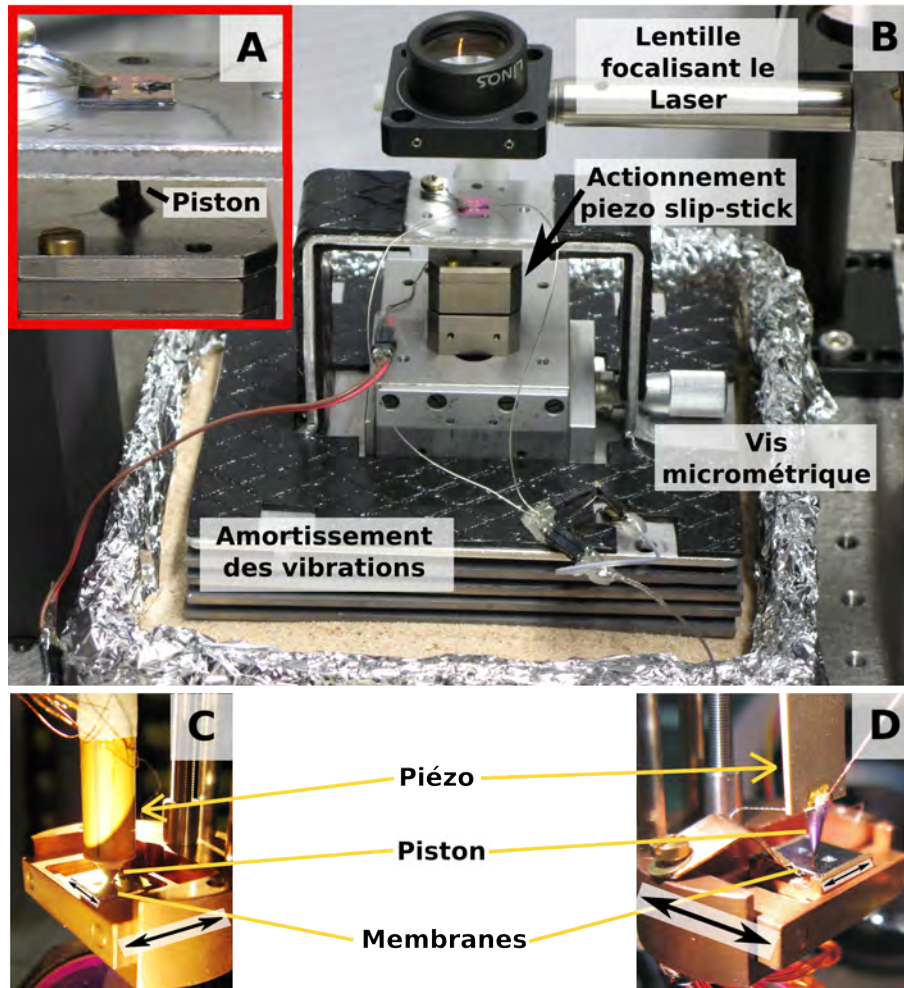


FIG. 1.9 – Mécaniques d'actionnement des membranes. [A], [B] à température ambiante, [C] et [D] compatibles basses températures. [B] Actionnement à l'aide d'une combinaison de moteur piézoélectrique de type slip-stick et de vis micrométriques. Une seule vis micrométrique est visible; la seconde se trouve à l'arrière. En insert [A], vue rapprochée de l'échantillon et du piston. [C] Actionnement utilisable aux basses températures, fonctionnant à l'aide d'un tube piézoélectrique qui permet de se déplacer dans les trois directions de l'espace. Ce tube est surmonté d'une pointe faisant office de poussoir. L'amplitude de chaque déplacement est limitée ici à  $1 \mu\text{m}$ . [D] Actionnement basses températures, fonctionnant à l'aide d'une plaque piézo se courbant dans une seule direction, avec une amplitude de  $50 \mu\text{m}$  aux basses températures. En [C] et en [D], nous pouvons distinguer également deux "tiroirs" imbriqués permettant de préajuster la position de la membrane par rapport au piston (Les deux directions d'ajustement sont marquées sur la figure).

La mécanique montrée dans la figure 1.9 **B** permet d'une part de varier avec une grande précision la hauteur du piston (qui peut-être vu dans l'insert **A**) à l'aide du moteur piézo, et d'autre part de déplacer latéralement le piston à l'aide des vis micrométriques. Ainsi, le piston peut être placé exactement en dessous de la jonction à l'aide d'un microscope. La pointe du piston est constituée ici soit de graphite, soit de verre. Le graphite permet de déplacer la pointe de manière continue alors qu'elle est en contact avec la membrane, et ce, même pour une déformation importante de la membrane. Le verre permet de n'avoir que peu d'influence en lumière laser. Il n'absorbe que très peu la lumière visible et son coefficient de dilatation thermique est très faible. Cet actionnement a été développé pour faire des mesures à température ambiante.

Pour réaliser des mesures aux basses températures, nous avons réalisé l'actionnement 1.9 **C**, qui aurait théoriquement assez d'amplitude ( $\sim \pm 1 \mu m$ ) pour ouvrir et refermer un système de deux jonctions (voir figure 1.8) en se déplaçant latéralement<sup>13</sup>. Il est par contre impossible de placer la membrane à  $1 \mu m$  près en dessous du piston, simplement en poussant à l'aide d'une pincette les deux tiroirs imbriqués de la figure 1.9 **C**. La mécanique 1.9 **D** a été réalisée pour permettre une plus grande amplitude de déplacement latéral du piézo, ceci par contre dans une seule direction de l'espace. Le problème de positionnement initial du piston subsiste mais est moins critique. La solution idéale à ce problème serait une "table" piézo slip-stick fonctionnant aux basses températures, et assez compacte pour être positionnée sous le piston dans l'espace libre de la mécanique basses températures<sup>14</sup>.

La mécanique 1.9 **D** a été testée et fonctionne à température ambiante. Elle pourra être utilisée pour des expériences futures aux basses températures.

---

13. En déplaçant latéralement le piston, il est possible d'ouvrir et de refermer la jonction à cassure. En effet la membrane est plus fortement étendue juste à côté du piston que plus loin (voir section 2.4.1).

14. Une telle table peut être trouvée chez la firme *Attocube* mais à un prix prohibitif, d'où l'actionnement développé ici.

## Bibliographie

- [Bean 90] K. E. Bean and W. R. Runyan. *Semiconductor Integrated Circuit Processing Technology*. Addison-Wesley, New York, 1990.
- [Brue 95] M. Bruel. “Silicon on insulator material technology”. *Electronics Letters*, Vol. 31, No. 14, pp. 1201–1202, July 1995.
- [Brue 97] M. Bruel, B. Aspar, and A. Auberton-Herve. “Smart-Cut: A New Silicon On Insulator Material Technology Based on Hydrogen Implantation and Wafer Bonding”. *Jpn. J. Appl. Phys*, Vol. 36, No. 3B Pt 1, pp. 1636–1641, 1997.
- [Buts 03] J. Butschke. *Die SOI-Scheibe der Mikroelektronik als neue Prozessbasis für nanostrukturierte Silizium Membranmasken*. PhD thesis, Fakultät Konstruktions- und Fertigungstechnik, Universität Stuttgart, 2003.
- [Buts 99a] J. Butschke, A. Ehrmann, B. Hofflinger, M. Irmscher, R. Kasmaier, F. Letzkus, H. Loschner, J. Mathuni, C. Reuter, C. Schomburg, *et al.* “SOI Wafer Flow Process for Stencil Mask Fabrication”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 46, No. 1, pp. 473–476, 1999.
- [Buts 99b] J. Butschke, A. Ehrmann, E. Haugeneder, M. Irmscher, R. Kaesmaier, K. Kragler, F. Letzkus, H. Loeschner, J. Mathuni, I. W. Rangelow, C. Reuter, F. Shi, and R. Springer. “PN and SOI wafer flow process for stencil mask fabrication”. In: U. F. W. Behringer, Ed., *Proceedings of SPIE*, pp. 20–29, SPIE, 1999.
- [Chan 05] C. Chang, Y.-F. Wang, Y. Kanamori, J.-J. Shih, Y. Kawai, C.-K. Lee, K.-C. Wu, and M. Esashi. “Etching submicrometer trenches by using the Bosch process and its application to the fabrication of antireflection structures”. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 15, No. 3, pp. 580–585, 2005.
- [Chun 04] G. Chung. “Fabrication and characterization of micro-heaters with low-power consumption using SOI membrane and trench structures”. *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 112, No. 1, pp. 55–60, 2004.
- [Cian 02] E. Cianci, V. Foglietti, G. Caliano, and M. Pappalardo. “Micromachined capacitive ultrasonic transducers fabricated using silicon on insulator wafers”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 61, pp. 1025–1029, 2002.



- [Fern 06] M. Fernández-Bolaños, N. Abelé, V. Pott, D. Bouvet, G. Racine, J. Quero, and A. Ionescu. “Polyimide sacrificial layer for SOI SG-MOSFET pressure sensor”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 83, No. 4-9, pp. 1185–1188, 2006.
- [Fuld 01] M. Földner, A. Dehé, R. Aigner, T. Bever, and R. Lerch. “Silicon microphones with low stress membranes”. *Proceedings of Transducers*, Vol. 1, pp. 126–129, 2001.
- [Groe 08] J. Groenen, F. Poinsothe, A. Zwick, C. M. S. Torres, M. Prunnila, and J. Ahopelto. “Inelastic light scattering by longitudinal acoustic phonons in thin silicon layers: From membranes to silicon-on-insulator structures”. *Physical Review B*, Vol. 77, No. 4, p. 045420, 2008.
- [Ishi 01] M. Ishida, Y. Matsumoto, and H. Takao. “SOI Sensors”. *Sensors Update*, Vol. 6, No. 1, pp. 301–331, September 2001.
- [Koch 09] C. Koch and T. J. Rinke. *Lithographie - Theorie und Anwendung von Fotolacken, Entwicklern, Ätzchemikalien und Lösemitteln*. 2008-2009. MicroChemicals.
- [Laco 06] J. Laconte, D. Flandre, and J.-P. Raskin. *Micromachined Thin-Film Sensors for SOI-CMOS Co-Integration*. Springer Verlag, 2006.
- [Laer 03] F. Laermer and A. Urban. “Challenges, developments and applications of silicon deep reactive ion etching”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 67, pp. 349–355, 2003.
- [Laer 05] F. Laermer and A. Urban. “Milestones in deep reactive ion etching”. *Solid-State Sensors, The 13th International Conference on Actuators and Microsystems, 2005, TRANSDUCERS’05*, Vol. 2, pp. 1118–1121, 2005. Robert Bosch GmbH Stuttgart.
- [Letz 00] F. Letzkus, J. Butschke, B. Höfflinger, M. Irmscher, C. Reuter, R. Springer, A. Ehrmann, and J. Mathuni. “Dry etch improvements in the SOI wafer flow process for IPL stencil mask fabrication”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 53, No. 1-4, pp. 609–612, 2000.
- [Lu 01] C.-C. Lu, F. Udrea, J. W. Gardner, D. Setiadi, T. Dogaru, T. H. Tsai, and J. A. Covington. “Design and coupled-effect simulations of CMOS micro gas sensors built on SOI thin membranes”. *Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS 2001*, Vol. 4408, No. 1, pp. 86–95, 2001.
- [Mado 02] M. J. Madou. *Fundamentals of Microfabrication - The science of Miniaturization*. CRC Press, second edition Ed., 2002.
- [Mart 07] P. Martins, S. Beclin, S. Brida, S. Metivet, O. Stojanovic, and C. Malhaire. “Design of bossed silicon membranes for high sensitivity microphone applications”. *Microsystem Technologies*, Vol. 13, No. 11, pp. 1495–1500, 2007.
- [R Wa 08] R. Waitz — O. Schecker, and E. Scheer. “Nanofabricated adjustable multicontact devices on membranes”. *Review of Scientific Instruments*, Vol. 79, No. 9, p. 093901, 2008.

- [Seid 90] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgärtel. “Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions”. *Journal of The Electrochemical Society*, Vol. 137, p. 3612, 1990.
- [Soto 04] C. M. Sotomayor Torres, A. Zwick, F. Poinssotte, J. Groenen, M. Prunnila, J. Ahopelto, A. Mlayah, and V. Paillard. “Observations of confined acoustic phonons in silicon membranes”. *physica status solidi(c)*, Vol. 1, No. 11, pp. 2609–2612, 2004.
- [Udre 01] F. Udrea, J. Gardner, D. Setiadi, J. Covington, T. Dogaru, C. Lu, and W. Milne. “Design and simulations of SOI CMOS micro-hotplate gas sensors”. *Sensors & Actuators: B. Chemical*, Vol. 78, No. 1-3, pp. 180–190, 2001.
- [Veen 01a] E. van Veenendaal, K. Sato, M. Shikida, A. Nijdam, and J. van Suchtelen. “Micro-morphology of single crystalline silicon surfaces during anisotropic wet chemical etching in KOH: velocity source forests”. *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 93, No. 3, pp. 232–242, 2001.
- [Veen 01b] E. van Veenendaal, K. Sato, M. Shikida, and J. van Suchtelen. “Micromorphology of single crystalline silicon surfaces during anisotropic wet chemical etching in KOH and TMAH”. *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 93, No. 3, pp. 219–231, 2001.
- [Walk 01] M. J. Walker. “Comparison of Bosch and cryogenic processes for patterning high-aspect-ratio features in silicon”. *MEMS Design, Fabrication, Characterization, Packaging*, Vol. 4407, No. 1, pp. 89–99, 2001.
- [Yang 99] L. J. Yang and Y.-M. Chang. “Micro pressure sensor with submillimeter size by silicon bulk micromachining”. *Micromachined Devices and Components V*, Vol. 3876, No. 1, pp. 260–266, 1999.
- [Yosh 02] M. Yoshizawa. “Sub-50 nm stencil mask for low-energy electron-beam projection lithography”. *Journal of Vacuum Science, Technology B: Microelectronics, Nanometer Structures*, Vol. 20, p. 3021, 2002.

## Chapitre 2

# Mesures et résultats

Différentes mesures effectuées sur membranes seules (mesures mécaniques statiques et dynamiques) et structures de jonctions à cassure sur membranes (mesures électriques en déformation mécanique) sont présentées dans ce chapitre. Quand cela est nécessaire, le banc de mesure utilisé est rapidement décrit. Certaines de ces mesures ont été réalisées conjointement avec mon diplomant Reimar Waitz, que j'ai formé et encadré pendant une année.

### 2.1 Oxydation de la membrane

Comme cela est visible sur la figure 1.6 page 136, les membranes fabriquées sont naturellement plissées<sup>1</sup>. Cela est dû à la différence de paramètre de maille entre le silicium et son oxyde. La distance interatomique varie [Ng 99] de 2,35 Å (liaison Si-Si) dans le *Si* à 1,6 Å (liaison Si-O) dans le *SiO<sub>2</sub>*.



FIG. 2.1 – Images au microscope optique des différents stades d'oxydation d'une membrane d'essai, de faible dimension. En [a] la gravure vient d'être réalisée, et la membrane possède encore une couche épaisse ( $\approx 400$  nm) de *SiO<sub>2</sub>* Box en face

1. Précisons que le volume du *SiO<sub>2</sub>* est environ 2,25 fois plus important que celui du *Si* à quantité égale de *Si* (en raison de l'oxygène additionnel). Cependant pour de faibles épaisseurs d'oxyde natif, c'est surtout la différence de paramètre de maille qui joue un rôle dans la déformation des membranes. Pour des couches épaisses de *SiO<sub>2</sub>* formées par oxydation à haute température, ce sera principalement la différence des coefficients dilatation thermique qui jouera un rôle [Guyo 97].

### Troisième Partie: *Température ambiante*

---

arrière. En [b] la membrane a été plongée dans une solution de HF afin d'enlever la couche d'oxyde enterrée. En [c], la membrane a passé 5 minutes à l'air libre. En [d], la membrane a passé 24h à l'air libre. Nous avons choisi de montrer cette membrane, car elle présente des effets de bord marqués qui mettent clairement en évidence l'évolution de l'oxydation.

Plus la couche d'oxyde natif est épaisse, plus elle force le silicium sous-jacent à se "friper". L'effet de l'épaisseur d'oxyde sur la surface de la membrane est clairement visible à la figure 2.1. En [b], l'épaisseur d'oxyde est quasiment nulle car l'oxyde vient d'être retiré au HF; en [c], l'épaisseur d'oxyde natif formé sur chaque face est de 6 Å environ [Stew 01] (voir figure E.1 page 201) et en [d] l'épaisseur est de l'ordre de 9 Å. En [a] enfin, la membrane est encore associée à l'oxyde Box de plusieurs centaines de nanomètres d'épaisseur de la plaquette SOI. L'évolution entre chaque image est claire et montre une nette influence de l'épaisseur d'oxyde sur l'état de stress des membranes et ce, dès quelques Å d'épaisseur seulement.

Ce stress a son origine dans l'interface. Il a été montré dans la littérature que l'interface, loin d'être abrupte, s'étend sur quelques ångström à quelques dizaines ångström [Himp 88] [Good 85] [Ng 99]. Des simulations ont montré que le nombre d'oxydation du Si augmente à mesure que l'on rentre dans le  $SiO_2$  [Ng 99], c'est-à-dire que l'interface consiste en une couche de transition déficiente en oxygène. Dans cette couche de transition, Ng et al. ont trouvé que la maille de silicium est contractée de quelques pour cent par rapport au bulk, alors que la maille d'oxyde de silicium est dilatée, soit un stress mécanique à l'interface [Ravi 87]. Les images [b] à [d] de la figure 2.1 correspondent donc probablement à une croissance d'épaisseur d'oxyde en deçà de l'épaisseur de la zone de transition, d'où une évolution de l'état de stress en fonction du temps d'oxydation. Par contre dans l'image [a], l'origine du stress est vraisemblablement thermique, avec un stress lié au procédé de "bounding" à chaud du Top-Si avec le Box lors de la fabrication des plaquettes SOI [Brue 95] [Brue 97]. De plus, nous trouvons dans la littérature une vitesse de croissance d'oxyde (d'oxyde thermique) fortement dépendante de l'état de contrainte du silicium. Ainsi une surface plane sera oxydée beaucoup plus rapidement qu'une surface convexe, qui s'oxydera légèrement plus rapidement qu'une surface concave [Kao 85] [Kao 87]. Les variations vont ici jusqu'à 30% de différence d'épaisseur d'oxyde. Nous pouvons penser que de telles variations de vitesse s'appliquent aussi à la croissance de l'oxyde natif. Si tel est le cas, la déformation initiale de la membrane peut conduire à une croissance inhomogène d'oxyde natif sur la surface, d'où la formation d'îlots d'oxyde d'épaisseur variable sur la membrane. Ces îlots peuvent à leur tour influencer la déformation de la membrane et contribuer à délimiter des zones de déformation sur les membranes oxydées.

## 2.2 Déformation statique de la membrane

Dans cette section nous allons examiner l'aptitude de la membrane à être déformée. Nous commençons par présenter les différents dispositifs expérimentaux utilisés afin de déformer la membrane.

### 2.2.1 Principe de mesure de déformation

Afin de réaliser des mesures de déformation, les membranes ont été déformées, soit globalement (figure 2.2 **A**) en appliquant une pression, soit localement (figure 2.2 **B**) à l'aide d'un piston.

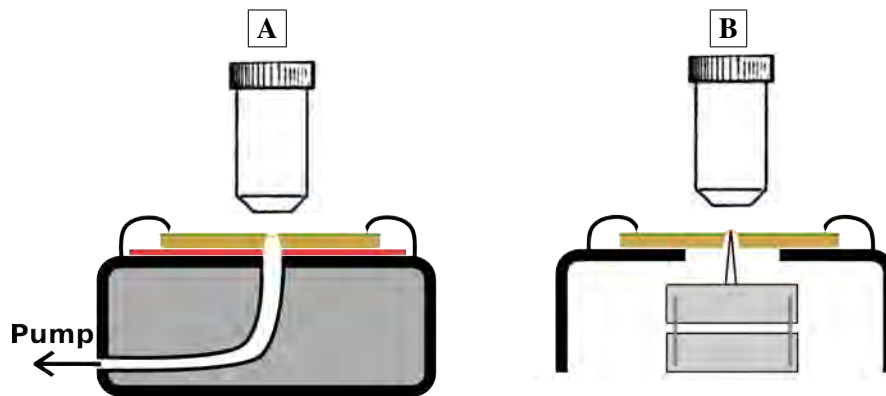


FIG. 2.2 – **A** Mesure en pression. Sous la membrane se trouve un joint en silicone (en rouge). **B** Mesure à l'aide d'un piston. Celui-ci est soit en graphite soit en verre. Le morceau de silicium portant les membranes est fixé dans chaque cas à l'aide de deux pointes.

Concernant l'application de la pression, les déformations présentées ici ont été réalisées en sous-pression. L'échantillon de silicium étant simplement pressé en deux points sur le joint en silicone (voir figure 2.2), l'application de sur-pression va de pair avec des fuites d'air qui induisent des vibrations. A partir d'un certain degré de vibration, les membranes sont détruites. Une sous-pression présente l'avantage d'aspirer le morceau de silicium vers le bas, ce qui colmate automatiquement d'éventuelles fuites. Concernant la déformation par le piston, nous avons utilisé le banc de mesure présenté à la figure 1.9 **B**. Le piston peut être approché de la membrane à l'aide d'un système piézo slip-stick. Pour un déplacement plus fin, le piézo est utilisé en mode continu.

Les déformations ont été réalisées sous deux profilomètres optiques différents, permettant d'obtenir soit une image tridimensionnelle à l'aide d'une mesure en décalage de phase, soit une mesure en coupe à l'aide d'un système de suivi de distance focale.

Nous allons maintenant regarder la déformation des membranes pour différentes situations, en considérant tout d'abord la déformation générée par un oxyde natif en l'absence de contrainte externe.

#### 2.2.2 Déformation sous l'effet de l'oxyde natif

##### Mesures de profil de membranes au repos

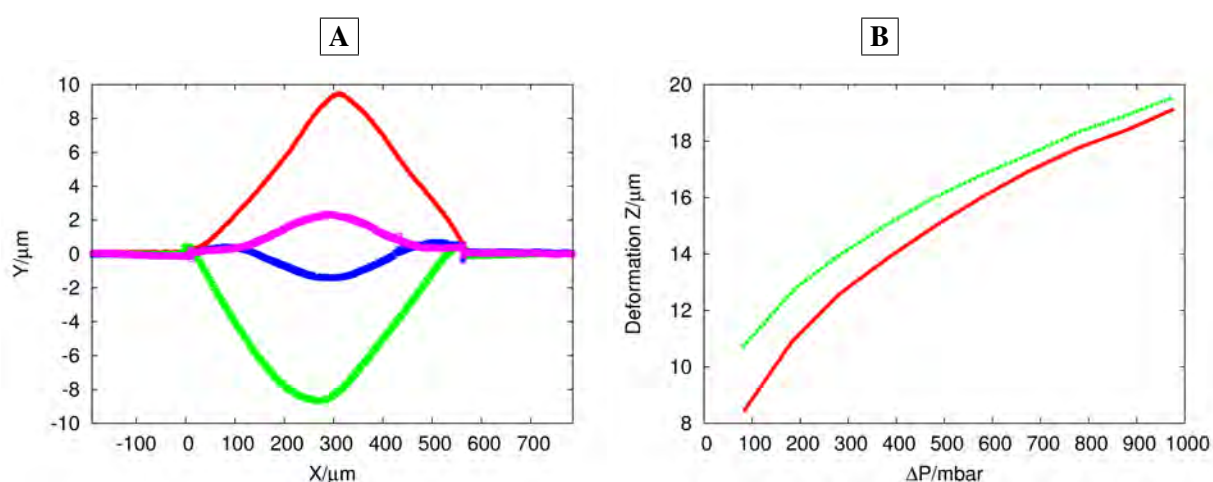


FIG. 2.3 – **A** Etats bistables d'une membrane carrée de 570 μm de largeur, dépourvue d'arrivées de courant. Les plus fortes déformations vers le haut et vers le bas (en rouge et en vert) correspondent aux deux états de la membrane avec oxyde natif (soit 12 Å d'oxyde d'après [Stew 01]); les plus faibles déformations (en bleu et en rose) correspondent aux deux états de la membrane avec peu d'oxyde (5 min après passage HF, soit 6 Å d'oxyde d'après [Stew 01]). **B** Déformation de cette membrane en appliquant une sous-pression ΔP. En vert, membrane avec oxyde natif complètement formé, et en rouge, membrane avec peu d'oxyde (10 min après passage HF, soit 6 Å environ [Stew 01]).

Les membranes de  $570 \mu\text{m}$ , en l'absence de contrainte extérieure, possèdent des états bistables<sup>2</sup> (voir figure 2.3 **A**). Comme ces états sont fortement influencés par la présence ou non d'oxyde, nous pourrions penser que la déformation de la membrane sous contrainte extérieure peut elle aussi dépendre fortement de l'état d'oxydation. Une mesure effectuée en appliquant une sous-pression d'un côté de la membrane (figure 2.3 **B**) nous montre que, plus la force augmente, plus les déformations de la membrane avec et sans oxyde tendent à s'aligner. La force exercée ici par la sous-pression augmente jusqu'à être du même ordre de grandeur que celle exercée par l'oxyde.

### Estimation de la contrainte mécanique initiale dans une membrane

Dans ce paragraphe, nous allons faire usage des propriétés piézorésistives du silicium pour estimer la contrainte résiduelle d'une membrane en silicium au repos.

Pour plus de détails sur la piézorésistance du silicium, voir [Lysk 01] [Kand 82] [Zavr 93] [Grev 04].

Nous avons mesuré ici la résistance électrique d'une jonction à cassure en aluminium sur membrane dépourvue de couche de polyimide entre le métal et le silicium, c'est-à-dire notamment sans sous-gravure au niveau de la constriction. La mesure a été réalisée avec une "LR-700"<sup>3</sup>, "boîte noire" fonctionnant en mesures quatre points, avec un lock-in intégré ayant une fréquence fixée à 16 Hz. La tension d'excitation utilisée pour ces mesures était de 1mV.

La membrane étudiée ici possédait au repos deux configurations stables, bombée pour l'une et incurvée pour la seconde, avec une forte déformation due à la présence d'oxyde natif (voir figure 2.1). Le passage de l'une à l'autre de ces deux configurations a pu se faire en appliquant une impulsion de pression. Dans la figure 2.4, on peut voir une variation de résistance de la jonction en fonction du changement de position de la membrane à chaque nouvelle impulsion de pression, la position de la membrane ayant été déterminée à chaque instant à l'aide d'un microscope optique.

---

2. D'après [Malh 02], pour des membranes de 3 mm de côté, les états bistables apparaissent pour toutes membranes d'une épaisseur inférieure à  $10 \mu\text{m}$ .

3. "Linear Research 700", appareil anciennement de la firme *Linear Research* rachetée entre temps par la firme *Lakeshore*.

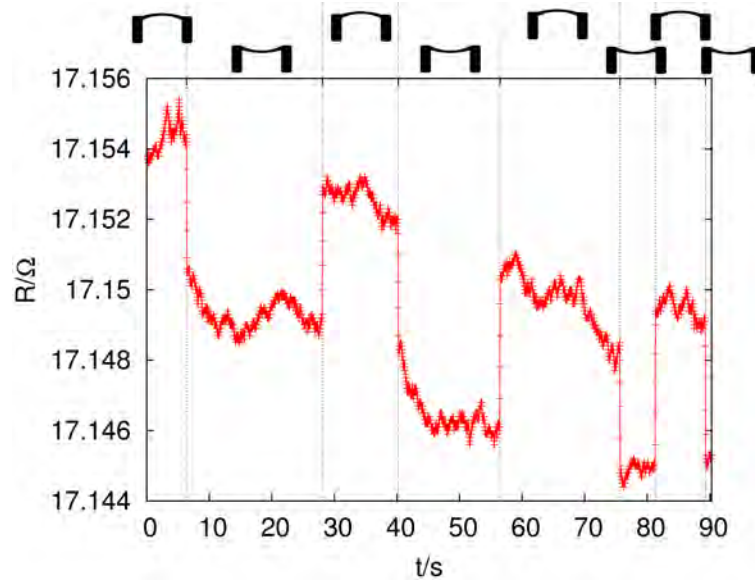


FIG. 2.4 – *Changement de résistance aux bornes de la jonction à cassure en fonction de la position de la membrane. Au-dessus de la figure est donnée une représentation schématique de la membrane en fonction du temps.*

Nous savons que la résistance attendue pour une jonction à cassure non cassée doit se situer entre 40  $\Omega$  et 100  $\Omega$ , or la mesure donnée à la figure 2.4 révèle une résistance mesurée aux bornes de la structure de l'ordre de 17  $\Omega$  seulement. La jonction n'étant dans le cas présent pas isolée du substrat en silicium, il est donc probable que le courant circule en parallèle dans le silicium et dans l'aluminium. Si l'on considère dans le cas présent que la jonction à cassure "standard" a une résistance d'environ 70  $\Omega$ , alors la résistance de la partie de la membrane en silicium par laquelle passe le courant est estimée à environ 22  $\Omega$ . Avec une variation de résistance d'environ 4  $m\Omega$  à chaque changement de position, nous obtenons un  $\frac{\Delta R}{R_0} = 2 \cdot 10^{-4}$ .

Nous pouvons utiliser la piézorésistivité du silicium pour estimer la valeur de la contrainte dans la membrane, associée à la déformation selon une direction  $\langle 100 \rangle$ <sup>4</sup>

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \sigma_1 \pi_{11} + \sigma_2 \pi_{12} \quad (2.1)$$

avec  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  les composantes de la contrainte dans le plan de la membrane

4. La formule 2.1 est valable pour notre silicium dopé entre  $1,3 \cdot 10^{15} cm^{-3}$  et  $2,6 \cdot 10^{15} cm^{-3}$  à une température d'environ 25°C.



( $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma$  pour une contrainte biaxiale au centre de la membrane) et  $\pi_{ij}$  les coefficients du tenseur de piézorésistivité<sup>5</sup>.

$$\sigma = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\pi_{11} + \pi_{12}} = 3,3 \cdot 10^6 \text{ Pa} \quad (2.2)$$

La variation de résistance de la figure 2.4 correspond à deux fois l'état de contrainte dans la membrane dans l'une des deux configurations stables, bombée ou incurvée, soit une contrainte de l'ordre de 1 à 2 GPa de la membrane, équivalente à une pression de 10 à 20 bar. La contrainte exercée par l'oxyde sur la membrane semble importante. Cependant si l'on compare cette contrainte avec le stress de rupture d'un wafer de silicium qui est de 3700 bar [Hu 82], la membrane sous 10 bar de pression est probablement loin de son point de rupture. Dans le cas d'un oxyde épais thermique en oxydation humide, la contrainte due à l'oxyde pourrait être bien plus importante. Citons [Guyo 97] qui trouve dans une membrane de silicium de 4,4  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, contrainte à l'aide d'une couche d'oxyde de 2,1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, un stress local maximum de 2300 bar, soit 60% de la contrainte de rupture<sup>6</sup>.

### 2.2.3 Déformation sous l'effet d'une sous-pression

La déflexion maximale  $h$  d'une membrane sous application d'une pression  $p$  extérieure est donnée par la formule suivante [Dege 01]:

$$p \simeq \frac{4t\sigma_0}{r^2}h + \frac{8t}{3r^4}Y \cdot k \cdot h^3 \quad (2.3)$$

avec  $t$  l'épaisseur de la membrane,  $r$  le rayon de la membrane<sup>7</sup> (membrane ronde),  $\sigma_0$  le stress résiduel,  $Y$  le module biaxial et  $k$  une fonction d'ajustement proche de l'unité. Nous pouvons dans la formule 2.3 voir que le stress résiduel n'est représenté que dans le terme linéaire de cette équation. Aux hautes déformations le terme en  $h^3$  domine, ce qui explique que la déflexion des deux membranes avec et sans oxyde tende à se rapprocher (figure 2.3 [B]).

Nous pouvons réécrire 2.3 sous la forme

$$F = p \cdot A \simeq A \cdot C_1 \cdot h + A \cdot C_2 \cdot h^3 \quad (2.4)$$

5.  $\pi_{11} = 6,6 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$  et  $\pi_{12} = -1,1 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$  [Smit 54]

6. Au vu de la déformation possible et de la variation des propriétés électriques des membranes sous tension, il serait intéressant dans une application potentielle électromécanique des membranes, de déformer localement la membrane afin d'influencer de manière ponctuelle les propriétés électriques (Un exemple "d'ingénierie" du diagramme de bande sur SOI peut-être trouvé sous [Sutt 03]).

7. Formule donnée pour des membranes rondes en silicium

### Troisième Partie: *Température ambiante*

avec  $A$  l'aire de la membrane et  $C_1$  et  $C_2$  les coefficients donnés dans la formule 2.3.

Nous avons mesuré la déformation de plusieurs membranes en appliquant une sous-pression d'un côté<sup>8</sup>. La déformation des membranes est reportée dans la figure 2.5 en fonction de la force appliquée. Les données sont ajustées à l'aide de la formule 2.4.

Les paramètres des ajustements sont les suivants:

Membrane 1a:  $C_1 \cdot A = 2 \cdot 10^{-5} \frac{N}{\mu m}$  et  $C_2 \cdot A = 4,5 \cdot 10^{-6} \frac{N}{\mu m^3}$   
(ajustement bleu - largeur  $570 \mu m$  sans oxyde natif)

Membrane 1b:  $C_1 \cdot A = -3,5 \cdot 10^{-4} \frac{N}{\mu m}$  et  $C_2 \cdot A = 5,19 \cdot 10^{-6} \frac{N}{\mu m^3}$   
(ajustement rouge - largeur  $570 \mu m$  avec oxyde natif)

Membrane 2:  $C_1 \cdot A \simeq 0 \frac{N}{\mu m}$  et  $C_2 \cdot A = 1,2 \cdot 10^{-7} \frac{N}{\mu m^3}$   
(ajustement vert - largeur  $3,55 \text{ mm}$  sans oxyde natif)

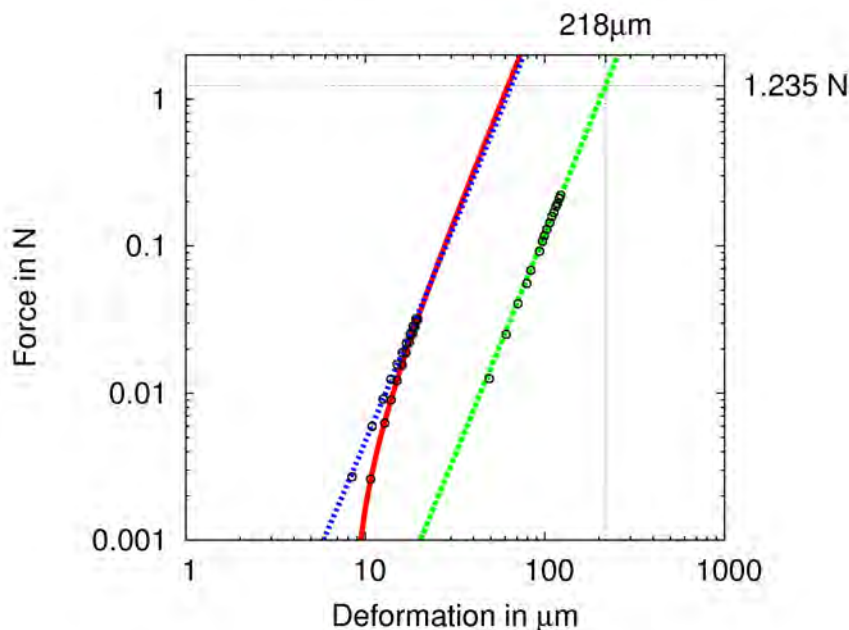


FIG. 2.5 – Déformation de deux membranes en fonction de la force de sous-pression appliquée (les lignes correspondent aux ajustements et les points aux données mesurées). En bleu et en rouge une membrane de  $570 \mu m$  de côté avec (en rouge) et

8. Les mesures en sur-pression sont instables, comme décrit auparavant. Nous serons donc toujours limités en sous-pression à des mesures d'une valeur maximale de une atmosphère. D'autre part, précisons que la valeur maximale de déflexion mesurable par notre profilomètre optique était de  $100 \mu m$ .

sans (en bleu) oxyde natif; en vert, une membrane de 3,55 mm de côté sans oxyde natif.

Nous voyons que la forme de nos courbes de déformation en fonction de la force appliquée diffèrent fortement pour les petites forces d'un échantillon à l'autre. La déformation est par contre qualitativement semblable pour les hautes forces.

Afin de comparer nos mesures entre elles, calculons les valeurs de déformation initiale  $h_0 = -\sqrt{\frac{C_1 \cdot A}{C_2 \cdot A}}$  (sans pression appliquée), de stress initial  $\sigma_0 = (C_1 \cdot A) \cdot \frac{r^2}{4r \cdot A}$  (en utilisant pour  $r$  la moitié de la largeur de nos membranes carrées) et de module biaxial  $Y = (C_2 \cdot A) \cdot \frac{3r^4}{8r \cdot A}$  (avec  $k \approx 1$ ). Nous trouvons ainsi:

$$\begin{aligned} \text{Membrane 1a: } h_0 &\approx -2,1 \mu\text{m} & \sigma_0 &\approx 37 \text{ bar} & Y &= 101 \text{ GPa} = 1,01 \cdot 10^6 \text{ bar} \\ \text{Membrane 1b: } h_0 &\approx 8,2 \mu\text{m} & \sigma_0 &\approx -643 \text{ bar} & Y &= 116 \text{ GPa} = 1,16 \cdot 10^6 \text{ bar} \\ \text{Membrane 2: } h_0 &\approx 0 \mu\text{m} & \sigma_0 &\approx 0 \text{ bar} & Y &= 104 \text{ GPa} = 1,04 \cdot 10^6 \text{ bar} \end{aligned}$$

Remarquons tout d'abord que pour la membrane de 570  $\mu\text{m}$ , on retrouve une déflexion initiale  $h_0$  de 2  $\mu\text{m}$  en l'absence d'oxyde natif et de 8  $\mu\text{m}$  avec oxyde natif. Ces valeurs de déflexion déduites de nos calculs recourent les valeurs mesurées de la figure 2.3.

Comparons maintenant le module biaxial calculé des membranes avec le module d'Young du silicium bulk en direction  $\langle 100 \rangle$ , qui est de 130 GPa [Fran 04]. Nos calculs ci-dessus nous livrent une valeur d'environ 110 GPa, soit proche de celle du silicium bulk. En effet, pour une épaisseur de 340 nm, il est probable que le silicium réagisse encore en tout point macroscopiquement. Nos calculs révèlent également une valeur de stress initial particulièrement élevée pour la membrane avec oxyde. Lorsque l'on enlève l'oxyde, le stress diminue fortement, sans toute fois disparaître totalement. Le stress résiduel n'est nul que pour la grande membrane (dans la limite de notre précision) pour laquelle les effets de bords sont beaucoup moins forts. Le stress non nul de la petite membrane permet les états bistables de la figure 2.3.

Si l'on compare avec les mesures réalisées dans la section 2.2.2, où nous trouvons un stress de 10 bar environ, le stress de la membrane oxydée semble ici beaucoup plus important (643 bar). Or, lorsque l'on regarde la forme d'une membrane à l'état statique avec une couche d'oxyde natif et des arrivées de courant, nous voyons que l'oxyde natif crée des déformations importantes mais que la rigidité des arrivées de courant empêche toute déformation importante de la membrane à cet endroit (voir figure 2.6).

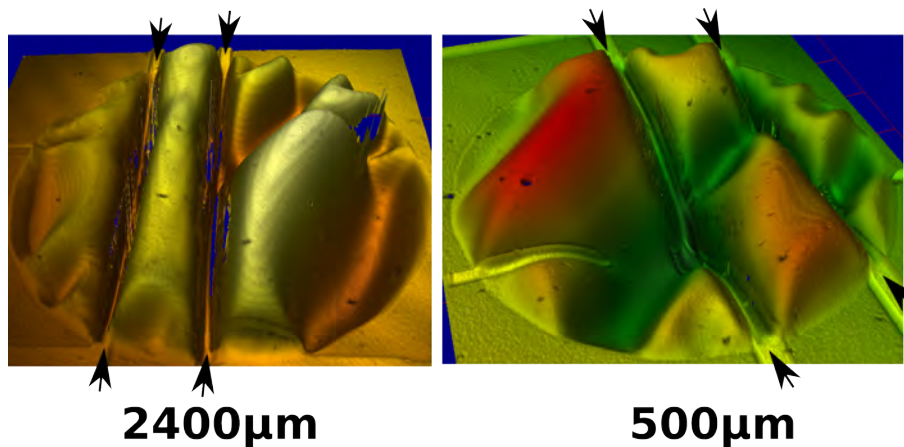


FIG. 2.6 – Déformation de deux membranes rondes de respectivement 2400  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$  de diamètre. La déformation est due à l'oxyde natif présent sur chaque face de la membrane. Cette déformation est bloquée au niveau des arrivées de courant (indiquées par des flèches), pour une part en raison de la rigidité du métal et d'autre part en raison de l'absence d'oxyde sous les arrivées de courant.

Comme le courant, dans le cas de nos mesures de la piézorésistivité, passe probablement par le silicium placé juste en dessous des arrivées de courant, nous obtenons par cette mesure une pression résiduelle beaucoup plus faible que dans le cas de membranes dépourvues d'arrivées de courant et mesurées dans leur ensemble.

Enfin, nous avons aussi mesuré (non montré ici) que la membrane de 3,55 mm résiste sans se casser à une sous-pression de -1 bar. Cette pression correspond à une force de 1,235 N, soit à une déformation de 218  $\mu\text{m}$  d'après la figure 2.5. Nous ne pouvons mesurer cette valeur de déformation à l'aide de notre profilomètre optique puisque celui-ci permet de mesurer au maximum une déformation de 100  $\mu\text{m}$ . Cette valeur de 1,235 N, correspond à un poids de 0,126 Kg réparti sur la membrane. Bien que cette valeur semble particulièrement élevée, nous avons pu déterminer que, dans la limite de précision de notre ajustement et selon l'hypothèse que la formule valais aussi pour les membranes carrées, les membranes possèdent les mêmes caractéristiques mécaniques que le bulk.

### 2.2.4 Déformation sous l'effet d'un piston

Afin de déterminer l'effet d'une pression locale, nous regardons la déformation de la membrane sous l'effet d'un piston (voir section 2.2.1).

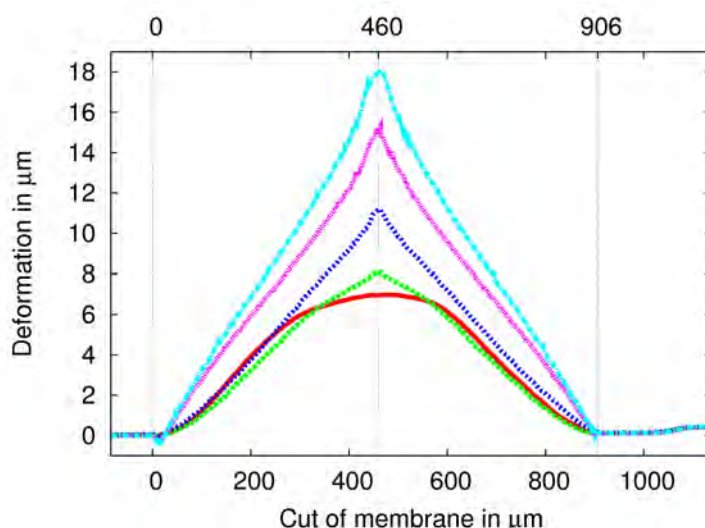


FIG. 2.7 – Mesure suivant la diagonale de la déformation d'une membrane de 600  $\mu\text{m}$  pour différentes hauteurs du piston (membrane avec arrivées de courant).

Nous voyons dans la figure 2.7 une vue en coupe de la membrane pour différentes positions d'un piston. La déformation est ici qualitativement différente de celle d'une sous-pression. En raison de la force ponctuelle appliquée, nous obtenons un profil en pointe, alors que les membranes mesurées en sous-pression présentent des profils arrondis en tout endroit (sauf bien sûr à l'endroit où la membrane est reliée au bulk). Ici, le profil de la membrane de part et d'autre du piston est droit. Au niveau de l'apex, la membrane épouse localement la forme du piston. Ce dernier effet est particulièrement visible dans les courbes en bleu foncé et en bleu clair, et est reconnaissable au changement de pente local au point de déformation maximale.

Nous avons observé que les membranes standard de 600  $\mu\text{m}$  de large se brisent sous la pression du piston pour des valeurs de déflexion maximales comprises entre 30  $\mu\text{m}$  et 40  $\mu\text{m}$ . Cela correspond, pour la membrane 1 de la section précédente, à une force comprise entre 130 mN et 320 mN (en utilisant la formule 2.4). Cela nous permet d'approximer la force exercée par le piston au point de rupture, cette force n'étant pas accessible par notre banc de mesure. Cependant cette approximation reste grossière, car la valeur de force estimée par la formule 2.4 correspond à une force distribuée sur la membrane entière et non concentrée au point de contact avec le piston comme dans le cas présent. Ce point de rupture en déformation avec

piston est déterminé par les défauts mécaniques créés au niveau de l'apex dans le silicium. Cela est illustré par le fait qu'une membrane, fortement déformée à l'aide d'un piston et loin de son point de rupture dynamique, finit toujours par casser au bout d'un certain temps. Cela peut être expliqué par la formation progressive de dislocations qui évoluent et fragilisent le matériau jusqu'à conduire à la rupture, généralement au niveau du point de contact avec le piston. Précisons pour finir que les déformations typiques appliquées par le piston pour contrôler l'ouverture de la jonction à cassure sur membrane sont de l'ordre<sup>9</sup> de  $15 \mu m$ , soit loin du point de rupture.

## 2.3 Déformation dynamique en vibrations

Les mesures en vibrations ont été réalisées avec un profilomètre optique permettant, à l'aide d'une mesure stroboscopique, de "figer" l'image de déformation des modes propres de la membrane. L'excitation de la membrane est réalisée à l'aide d'un piézo collé sur le substrat silicium en dessous de la membrane. La fréquence d'excitation du piézo est contrôlée par le profilomètre<sup>10</sup>.

### 2.3.1 Vitesses de propagation

Afin d'interpréter la déformation en vibration de nos membranes, il nous faut en premier lieu avoir une idée des vitesses de propagation des oscillations mécaniques dans les membranes. Nous considérons que les oscillations de membranes correspondent à des vibrations acoustiques de surface<sup>11</sup> (SAW<sup>12</sup>) du silicium, pour lesquelles la profondeur de pénétration des ondes acoustiques devient comparable à l'épaisseur du matériau.

---

9. Cette valeur de déflexion standard dépend très fortement de la distance sur laquelle la jonction est sous-gravée, c'est-à-dire de la distance sur laquelle nous avons un pont suspendu.

10. La fréquence d'images stroboscopiques correspond à la fréquence d'excitation du piézo. La mesure consiste à scanner une fenêtre de fréquences, en illuminant avec une lampe à la fréquence d'excitation du piézo. Si une image se fige, cela signifie qu'il s'agit d'un mode propre, dont la déformation varie périodiquement au cours du temps.

11. Des ondes transversales

12. Surface Acoustic Waves

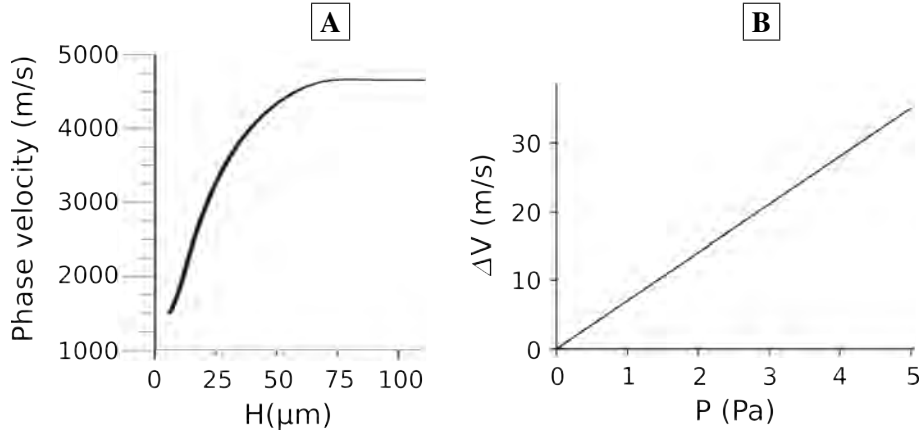


FIG. 2.8 – **A** Simulation de la vitesse de propagation d'ondes acoustiques de surface dans une membrane de silicium en fonction de l'épaisseur de cette membrane [Chen 04]. La simulation a été réalisée pour des membranes immergées dans de l'eau. **B** Variation de la vitesse de propagation de SAW sur du silicium bulk en fonction d'une pression uniforme appliquée [Jian 05] (en courbant le wafer).  $\Delta V$  correspond à la différence de vitesse de propagation avec et sans courbure.

Nous voyons dans la figure 2.8 **A** la vitesse de propagation des ondes acoustiques de surface en fonction de l'épaisseur d'une membrane en silicium. Bien que la simulation s'applique à un environnement aqueux et non à de l'air, il est clair que nous aurons dans nos membranes de 340 nm d'épaisseur une vitesse de propagation fortement réduite par rapport à celle attendue dans le silicium bulk. D'après la figure 2.8 **B**, l'influence de la pression sur la vitesse de propagation est linéaire aux faibles pressions. Cela n'est plus vrai pour les fortes pressions [Jian 05]. En résumé, nous pouvons dire que notre vitesse de propagation dépendra fortement de l'état d'oxydation de la membrane, celui-ci induisant de fortes variations de contrainte de la membrane.

Markus Schmotz dans le groupe du Prof. Leiderer, à l'université de Konstanz, a réalisé des mesures de vitesses de propagation d'ondes acoustiques sur nos membranes<sup>13</sup> à l'aide d'une excitation laser. La mesure consiste à envoyer une impulsion laser au temps  $t=0$  et à mesurer la propagation de l'onde acoustique. Un second laser est utilisé pour la détection. La position respective des lasers sur la membrane est schématisée à la figure 2.9. Le spot du laser de détection est fixe et se trouve au centre de la membrane alors que la position du spot du laser d'excitation est variée le long d'une droite traversant de part en part la membrane.

13. Ici, dépourvues d'arrivées de courant

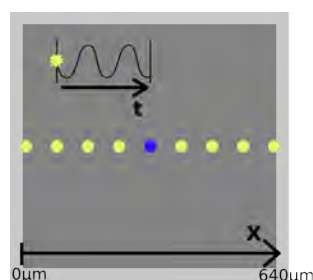


FIG. 2.9 – *Principe de la mesure de Marcus Schmotz. Le premier laser — vert — (YAG, doublé en fréquence, 532 nm), permet à l'aide d'une impulsion très courte (30 ns) de chauffer localement la membrane et donc de créer une vague mécanique dans celle-ci. Le second laser — bleu — (laser Argon 488 nm), dont le spot est fixé au milieu de la membrane, permet la détection du passage d'une vague mécanique. La taille de chaque spot est d'environ 30 μm.*

La détection de la vague mécanique est réalisée à l'aide de la réflexion du rayon du laser de détection sur une photodiode à plusieurs cadrants.

Le moment d'arrivée de différentes vagues sert à dresser une carte de propagation des ondes en fonction du temps (figure 2.10). Chaque point de mesure, pour une position X donnée du laser d'excitation, correspond à un moyennage de 20 mesures distinctes. Cette carte est utilisée afin de déterminer la vitesse de propagation d'ondes acoustiques sur nos membranes.

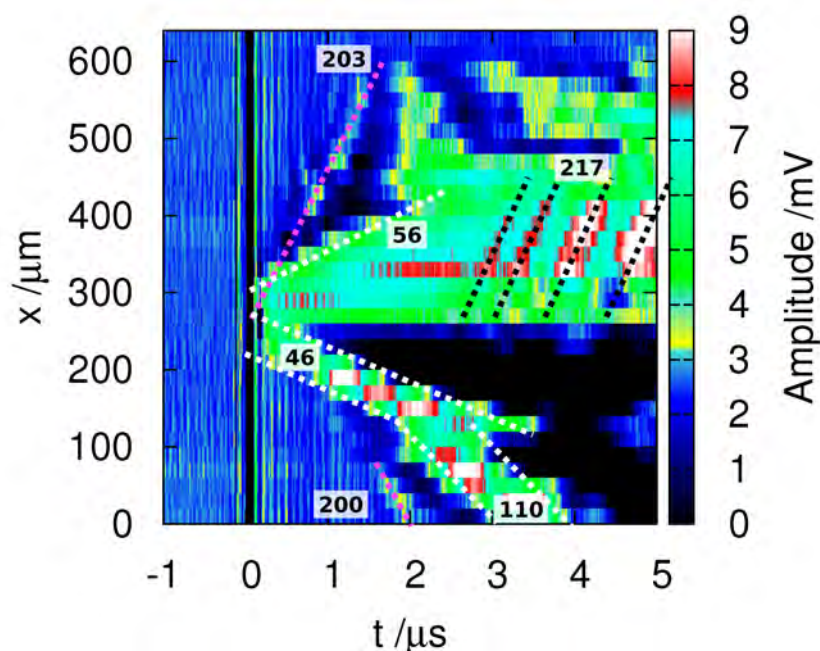


FIG. 2.10 – *Mesure du passage de vagues mécaniques sur la membrane en fonction*



du temps. La membrane est carrée et de taille  $600 \times 600 \mu\text{m}$ . La distance entre chaque mesure est de  $20 \mu\text{m}$ . Différentes vagues sont repérées en pointillés sur la figure. La vitesse des vagues (en m/s) est indiquée sur la figure. Données de Marcus Schmotz.

Comme les vagues proviennent d'un échauffement local du silicium sous l'influence du laser, le type de vagues émises dépend de la taille du spot laser et de la puissance absorbée par le silicium. Ainsi, pour une même taille de spot et une même puissance, et négligeant les effets de bords, l'effet sera toujours le même et une série de vagues d'une vitesse donnée sera émise<sup>14</sup>.

Nous pouvons voir dans la figure 2.10 que différentes vitesses peuvent être déterminées. Deux types de vagues se distinguent, celles ayant une vitesse autour de 200 m/s et celles avec une vitesse autour de 50 m/s. Les plus rapides ne sont que très peu visibles lors de leur passage directement après l'impulsion (pointillés rouges). Elles apparaissent beaucoup plus clairement sur la figure 2.10 à leur retour au point de mesure, une fois réfléchies sur les bords (pointillés noirs dans la figure 2.10).

Dans la partie basse de la figure 2.10, on observe un changement de vitesse à  $2 \mu\text{s}$  de temps de mesure. Ce changement pourrait venir de l'influence du bord ou d'une épaisseur d'oxyde localement différente. Ceci peut également expliquer l'asymétrie entre la partie supérieure et la partie inférieure de la figure 2.10.

Nous déterminons donc par cette mesure que les vitesses de propagation sur nos membranes sont comprises entre 50 et 200 m/s.

### 2.3.2 Fréquences "propres"

Nous avons réalisé un spectre de fréquences de trois membranes rondes de différents diamètres à l'aide d'une mesure stroboscopique dans un profilomètre optique.

---

14. Il est possible de faire une analogie avec un caillou que l'on jette dans une mare. Si l'on jette toujours le même caillou avec la même vitesse dans la mare, les vagues seront à chaque fois les mêmes si le système a le temps, entre deux lancers, de revenir à son état d'équilibre, et que les bords ne sont pas trop rapprochés du lieu d'observation.

### Mesures aux basses fréquences

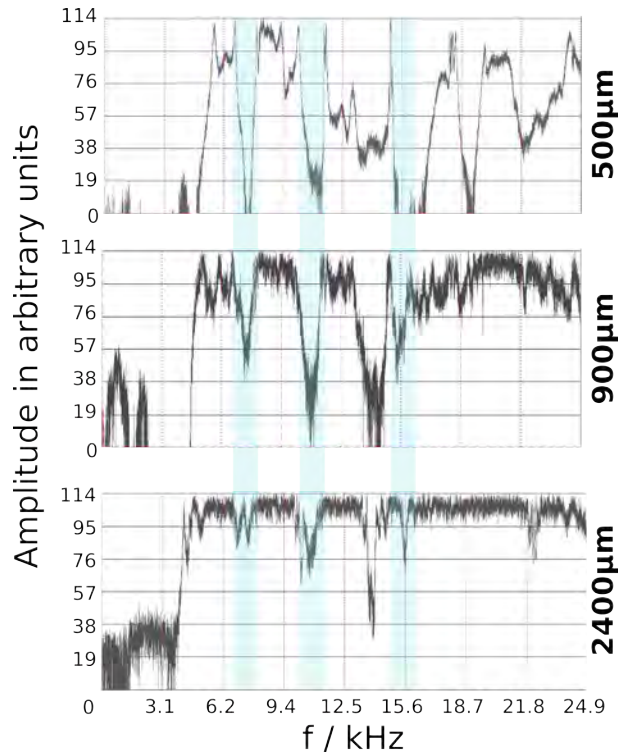


FIG. 2.11 – Pour différents diamètres de membranes rondes, amplitude de l'oscillation en fonction de la fréquence de vibration. Ces spectres ont été mesurés en un point donné de chaque membrane.

La première information que le spectre de la figure 2.11 nous livre concerne la fréquence du premier mode de vibration. Celui-ci est situé à

- 5,8 kHz pour la membrane de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 5,2 kHz pour la membrane de 900  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 4,4 kHz pour la membrane de 2400  $\mu\text{m}$  de diamètre.

Ce résultat est à première vue surprenant si l'on considère que le mode fondamental devrait fortement dépendre de la taille de la membrane. Si l'on calcule les vitesses de propagation respectives, on obtient à l'aide<sup>15</sup> de  $c = \lambda \cdot f$ :

- 5,8 m/s pour la membrane de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 9,36 m/s pour la membrane de 900  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 21,12 m/s pour la membrane de 2400  $\mu\text{m}$  de diamètre.

---

15. avec  $\lambda$  la longueur d'onde du mode fondamental qui correspond au double du diamètre de la membrane.

Ces vitesses se situent dans la tranche inférieure des vitesses trouvées dans la figure 2.10.

Reconsidérons maintenant la figure 2.11 plus en détail. Au delà du simple début des oscillations, situé environ à la même fréquence pour les trois membranes, nous pouvons distinguer divers domaines, pour lesquels l'amplitude des oscillations diminue simultanément pour les trois tailles de membranes (trois exemples sont surlignés en bleu clair). Comment expliquer cela si l'on considère que chaque taille de membrane possède des modes propres fortement liés à sa taille et donc différents pour chaque membrane<sup>16</sup>. Précisons ici que les trois membranes mesurées se trouvaient sur le même morceau de silicium. Les vibrations induites dans l'une ou l'autre des membranes peuvent donc être couplées avec les autres membranes. De même la fréquence de début des oscillations peut être fortement influencée par la plus grande des membranes par effet de couplage. Ceci peut expliquer les apparentes très faibles vitesses de propagation dans les deux membranes les plus petites.

### Découpage de la membrane en sous-domaines

A côté de l'influence réciproque des membranes, on peut se demander pourquoi la membrane la plus grande ne présente que peu de modes, ceux-ci étant de surcroît mal définis. Cela peut s'expliquer en examinant de plus près l'aspect des membranes au repos. Si l'on regarde une image d'interférences des membranes prise par le profilomètre, il est possible de définir différentes zones sur les membranes (voir figure 2.12).

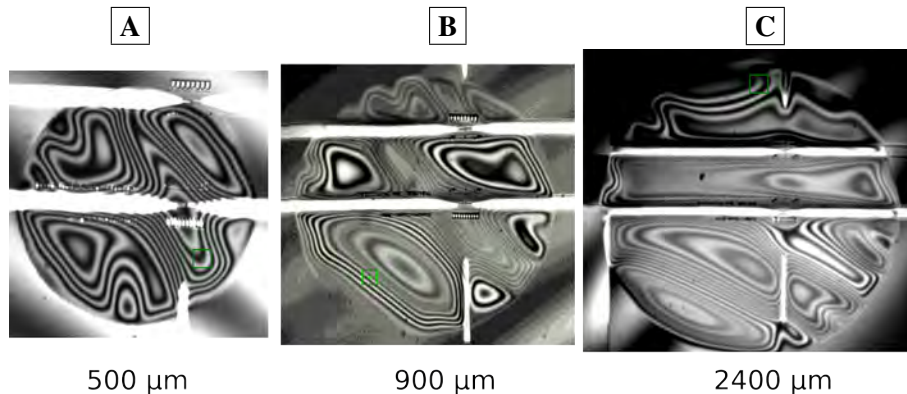


FIG. 2.12 – Photos de différentes membranes rondes aux repos. A l'aide des interférences, il est possible de distinguer les extrema de la déformation de ces membranes. Les lignes blanches horizontales et verticales correspondent à des arrivées de courant situées sur la membrane.

<sup>16</sup> La solution la plus simple serait de dire que le piézo n'arrive pas à exciter à ces fréquences-là. Par contre il serait bizarre qu'il y ait autant de fréquences aussi proches les unes des autres et aussi bien définies pour lesquelles l'actionnement piézo pose problème. Nous ne considérons donc pas qu'il s'agit de l'excitation piézo.

Ces zones correspondent à des extrema de la déformation statique<sup>17</sup>. Ces extrema délimitent eux-mêmes des "sous-membranes". Les sous-régions ont une influence sur la répartition des oscillations établies<sup>18</sup>.

Si l'on essaye de compter le nombre d'extrema sur chaque membrane, nous arrivons environ à:

- 8 pour la membrane de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 11 pour la membrane de 900  $\mu\text{m}$  de diamètre
- 14 pour la membrane de 2400  $\mu\text{m}$  de diamètre

avec une taille de domaine décroissante (Attention, il faut prendre en compte la différence d'échelle entre les images [A], [B] et [C] de la figure 2.12). Si l'on considère que chacun de ces domaines possède des fréquences propres, et que ces domaines peuvent présenter un couplage entre eux, soit d'autres fréquences propres additionnelles, nous arrivons à la conclusion que plus la taille des domaines est grande, plus le nombre de domaines est élevé et plus la membrane vibrera pour un grand nombre de fréquences différentes.

Lorsque l'on regarde au profilomètre la forme d'un mode à quelques kHz, on peut voir en effet que les domaines délimitant les oscillations sont ceux de la déformation statique<sup>19</sup>. Ceci apparaît nettement sur la figure 2.13, qui représente l'amplitude de déformation d'un mode de vibration, l'amplitude de déformation statique étant soustraite de l'image.

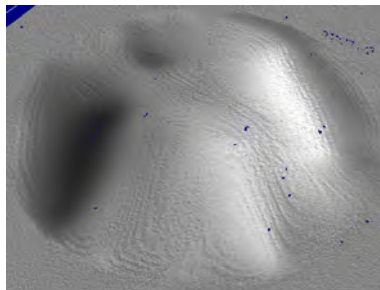


FIG. 2.13 – Amplitude pour un instant donné d'une vibration de la membrane à quelques kHz (la déformation statique a été soustraite de cette image). On peut voir différents domaines définis par les zones oxydées et les arrivées de courant (voir figure 2.12 [A]). La taille de cette membrane est de 500  $\mu\text{m}$ .

La membrane vibre ainsi par domaines, définis non seulement par la déformation initiale due à l'oxyde, comme présenté plus tôt, mais aussi par les arrivées de

---

17. Ces domaines existent, bien que de manière réduite, aussi dans le cas de membranes sans arrivées de courant.

18. En effet l'amplitude de la déformation statique est de l'ordre du micromètre alors que l'amplitude des vibrations est de quelques centaines de nanomètres seulement (Membranes avec arrivées de courant).

19. Des films montrant ce comportement ont pu être enregistrés.

courant que l'on distingue sur la figure 2.12 [A]. Ces arrivées de courant, des films de métal<sup>20</sup> déposés sur les membranes, ne vibrent pratiquement pas, définissant ainsi des noeuds pour les vibrations autorisées. Par conséquent, si l'on mesure des spectres à différents endroits de la membrane, les spectres obtenus diffèrent; c'est ce qui est présenté à la figure 2.14:

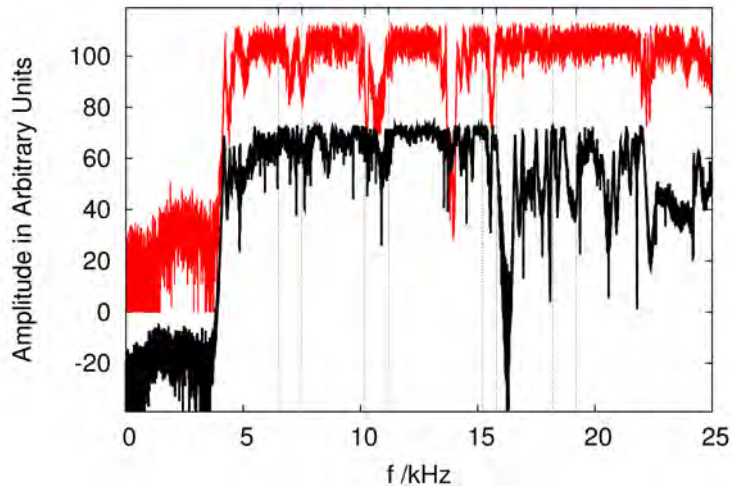


FIG. 2.14 – Deux spectres de vibration pour la membrane de 2400  $\mu\text{m}$ , réalisés en mesurant l'amplitude en deux endroits différents de la membrane.

Dans la figure 2.14, nous pouvons voir que les structures résultant d'un couplage entre les membranes persistent. Pour les fréquences au delà de 17 kHz, des structures plus définies, c'est-à-dire avec une variation d'amplitude plus grande, apparaissent dans la courbe noire. Ces dernières peuvent être considérées comme appartenant à un sous-domaine de la membrane.

### Mesures aux hautes fréquences

Enfin, lorsque l'on monte en fréquence, le nombre de modes autorisés pour chaque membrane diminue. En effet, plus la fréquence augmente, plus les longueurs d'ondes de vibration correspondantes sont petites. Aux basses fréquences, ces longueurs d'ondes sont de l'ordre de grandeur ou plus grandes que la taille des sous-domaines statiques, d'où un couplage croisé de ces domaines et donc un grand nombre de modes autorisés. Aux plus hautes fréquences, la longueur d'onde devient très petite par rapport à la taille des domaines, qui ne jouent alors plus de rôle dans la définition des modes autorisés, d'où des modes plus discrets et mieux définis. Il faut considérer ici que, plus les conditions aux limites sont fortes (ici

20. L'épaisseur de l'or est ici de 100 nm. Pour rappel, l'épaisseur de la membrane est de 340nm.

le bord de la membrane), mieux les modes sont définis. Pour un domaine défini par l'oxydation de la membrane, les conditions aux limites sont moins bien fixées, d'où une résonance pour un domaine de fréquences beaucoup plus large.

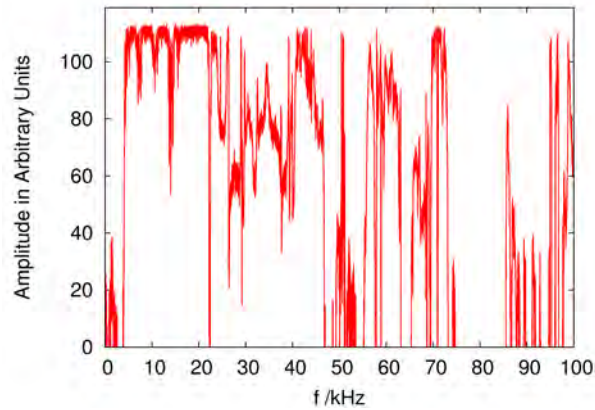


FIG. 2.15 – Spectre d'oscillations de la membrane de 2400  $\mu\text{m}$  de diamètre, pour des fréquences de 0 à 100 kHz.

Dans la figure 2.15, nous voyons qu'à partir de 85 kHz, des modes de plus en plus définis apparaissent. Si l'on regarde à de plus hautes fréquences encore, nous obtenons:

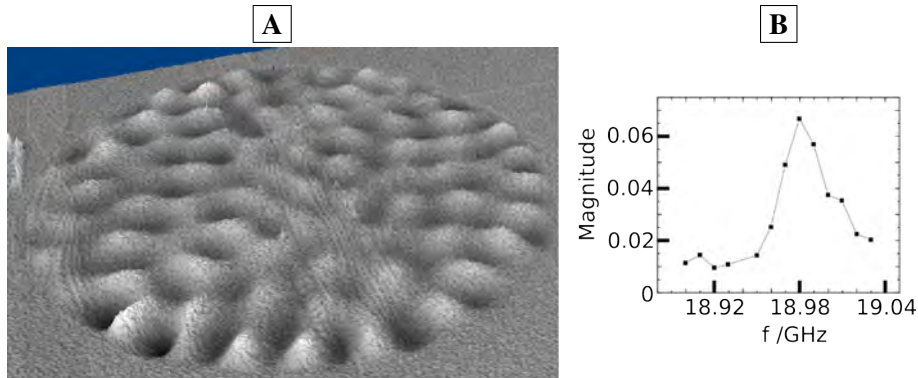


FIG. 2.16 – **A** Image statique d'un mode de la membrane ronde de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre à une fréquence de 1,5 MHz. L'amplitude des oscillations est d'environ 16 nm. Le background statique est ici soustrait à l'image d'oscillation. **B** Mode de la membrane à 19 GHz, mesuré par Daniel Issenmann dans le groupe de Thomas Dekorsy à l'université de Konstanz. Ce mode correspond au premier mode de vibration en épaisseur. La membrane a environ 220 nm d'épaisseur et a été mesurée au milieu de la membrane à l'aide de la technique ASOPS [Bart 07] basée sur la stroboscopie laser femtoseconde.

Dans la figure 2.16 **A** nous pouvons voir qu'à haute fréquence les arrivées de courant n'ont plus d'influence dans la répartition des oscillations de la membrane. On peut déterminer la vitesse de propagation en comptant le nombre de maxima (8 ou 9) sur un diamètre de membrane. Cela nous livre une vitesse de propagation d'environ 90 m/s.

D'autre part dans la figure 2.16 **B** est présenté le premier mode de résonance en épaisseur pour une membrane d'une épaisseur d'environ 220 nm<sup>21</sup>. Pour notre épaisseur standard de 340 nm, Florian Hudert et Daniel Issenmann observent une résonance à  $12,17 \text{ GHz} \pm 0,01 \text{ GHz}$  avec une puissance laser de 100 mW, le laser étant dirigé sur le centre de la membrane<sup>22</sup>. Avec une puissance laser de 150 mW, la résonance se déplace à  $12,00 \text{ GHz} \pm 0,02 \text{ GHz}$ . Si le spot du laser est positionné près du bord de la membrane, on retrouve des valeurs semblables au spot de 100 mW dirigé au centre de la membrane.

Cela veut dire que la vitesse longitudinale du son (vibration en épaisseur) dans le silicium est de:

- $f \cdot 2 \cdot t = 12,17 \text{ GHz} \cdot 2 \cdot 340 \text{ nm} = 8276 \text{ m/s}$

pour une puissance laser de 100 mW et un spot au milieu de la membrane, ou une puissance de 150 mW et un spot au bord de la membrane

- $f \cdot 2 \cdot t = 12,0 \text{ GHz} \cdot 2 \cdot 340 \text{ nm} = 8160 \text{ m/s}$

pour une puissance laser de 150 mW au milieu de la membrane.

Ces valeurs sont très proches de la vitesse du bulk en direction  $\langle 100 \rangle$  dans le silicium, qui est de 8480 m/s [Hao 00].

Enfin, si l'on considère une puissance de 100 mW (soit 8276 m/s) pour la mesure de la figure 2.16 **B**, alors nous pouvons estimer l'épaisseur de notre membrane. Cette dernière est de 218 nm, ce qui correspond à notre première estimation. Cependant il faut noter que l'échauffement de la membrane lors d'une excitation laser n'est pas pris en compte dans nos calculs. Cet échauffement a tendance à amollir localement le matériau, diminuant ainsi la vitesse du son. Pour le spot de 150 mW, nous obtenons donc une vitesse moins grande que pour le spot de 100 mW. De plus, la chaleur produite par le laser est plus rapidement "évacuée" lorsque le spot est sur le bord de la membrane, menant dans ce cas-là à une vitesse du son plus haute. Ainsi la différence entre la vitesse dans le bulk et celle mesurée à 100 mW, pourrait provenir de l'échauffement laser.

#### En conclusion:

- Il est difficile de voir aux basses fréquences les modes propres des membranes entières. La vibration des membranes est alors influencée par les ma-

21. Cette épaisseur, plus fine que l'épaisseur standard de nos membranes, a été obtenue à l'aide d'une oxydation thermique sèche d'une membrane standard, suivie d'un bain d'acide fluorhydrique pour enlever l'oxyde. Nous ne connaissons donc pas l'épaisseur exacte de cette membrane.

22. Excitation et mesure se font ici au même endroit.

tériaux déposés (arrivées de courant), les zones définies par l'oxydation et par la présence d'autres membranes sur un même substrat. D'autre part, plus la membrane est petite, plus les modes sont bien définis.

- A plus hautes fréquences (par exemple à 1,5 MHz), les caractéristiques géométriques des membranes reprennent le dessus, revenant à des modes définis par la membrane entière.
- Les premiers modes d'épaisseur apparaissent à partir d'une dizaine de GHz. La vitesse de propagation déduite correspond environ à celle du bulk. La différence provient probablement de l'échauffement local de la membrane dû à la puissance laser utilisée.
- Les vitesses de propagation transversales les plus basses trouvées sont de l'ordre de 5 m/s à 20 m/s, ce qui est beaucoup plus bas que les valeurs du bulk (4917 m/s [Jian 05]). D'autres mesures à hautes fréquences et en excitation laser donnent des vitesses allant jusqu'à 200 m/s. Ces vitesses dépendent probablement de l'état d'oxydation de la membrane.

Nous pouvons ainsi dire que le domaine de fréquence le mieux contrôlé pour l'étude des propriétés élastiques des membranes se trouve entre 100 KHz et 10 GHz. En dessous de 100 kHz des effets parasites gênent les modes propres, et au-dessus de 10 GHz, des modes couplés avec l'épaisseur sont attendus. Pour atteindre des fréquences plus hautes sans modes d'épaisseur, il faudra donc diminuer l'épaisseur de la membrane.

## 2.4 Ouverture d'une jonction à cassure sur membrane

La publication qui suit, traite de l'actionnement mécanique des jonctions à cassure sur membranes, utilisant la mécanique pour température ambiante présentée à la figure 1.9 [B]. Les paramètres mécaniques de l'actionnement de contacts atomiques, ainsi que la possibilité d'actionner de façon contrôlée plusieurs jonctions sur une même membrane y sont présentés. Les jonctions à cassure sont réalisées ici en or (100 nm d'épaisseur), car à température ambiante<sup>23</sup> l'aluminium s'oxyderait instantanément, une fois la jonction ouverte. Enfin l'or présente un dernier plateau très stable; nous pouvons facilement nous placer sur un contact monoatomique. En fin de publication, des mesures laser sont présentées. Ces mesures font l'objet de la section suivante (section 2.5).

### 2.4.1 Publication

---

23. Ceci est aussi valable pour les très basses pressions. Tobias Böhler de notre groupe a pu déterminer qu'à température ambiante et à une pression de  $10^{-9}$  mbar, une jonction en aluminium s'oxyde en une 1/2 heure environ.



## Nanofabricated adjustable multicontact devices on membranes

Reimar Waitz,<sup>1</sup> Olivier Schecker,<sup>1,2</sup> and Elke Scheer<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, University of Konstanz, D-78457 Konstanz, Germany

<sup>2</sup>IMEP-LAHC, MINATEC-INPG, F-38016 Grenoble, France

(Received 2 June 2008; accepted 25 July 2008; published online 8 September 2008)

Adjustable atomic size contacts realized by break junctions have become a standard tool during the last decade. Although nanofabricated break junctions may in principle be incorporated onto complex electronic circuits, a fundamental drawback of the standard break junction technique is its limitation to a single adjustable junction per device. We have fabricated single break junctions as well as devices containing two break junctions on a silicon membrane. The junctions are adjusted by positioning a fine tip via piezocontrol on the rear side of the membrane. We describe the fabrication process of the membranes and the devices and present results obtained on circuits made of gold and platinum. We show that the junctions can be addressed independently by a suitable choice of the tip position. Single-atom contacts, vacuum tunneling contacts as well as larger contacts can be stabilized. © 2008 American Institute of Physics. [DOI: 10.1063/1.2972148]

### I. INTRODUCTION

The investigation of electrical properties of matter at the atomic level has become possible by the development of techniques such as the scanning tunneling microscope or mechanically controllable break junctions (MCBs).<sup>1</sup> A variety of realizations of MCBs have been put forward including “notched-wire” MCBs (Ref. 2) and lithographically defined MCBs.<sup>3</sup> So far they have in common a bulk substrate made of metal, plastic, or silicon. The adjustment is performed by uniformly bending the substrate. A pushing rod is placed at the rear side of the device closely to the single break junction and two countersupports insure the bending. Since the typical dimension of the bending mechanism is on the millimeter to centimeter scale, it is impossible to integrate and address in a controllable way more than one junction.

We have overcome this restriction by defining MCBs on silicon membranes produced from silicon-on-insulator (SOI) wafers.<sup>4</sup> We use the elasticity of the membranes to expand them locally with the help of a thin tip and by this means to stretch the metallic nanostructures on top. By displacing the tip in the plane of the membrane the point of maximum expansion can be adjusted according to the designed device. The lateral positioning precision is in the order of micrometers.

In standard MCB realizations the junctions are suspended from the substrate by several hundred nanometers to micrometers.<sup>3</sup> This is advantageous to exclude possible influence from the substrate, e.g., in molecular electronics applications.<sup>5</sup> However, it hampers using the substrate as back gate or for imaging field distributions.<sup>6,7</sup> On bulky substrates the high suspension is necessary to ensure reliable breaking of the contacts because a particular freestanding length is required for breaking the junctions by elastic and reversible deformation of the substrate. As a compromise a combination of lithographically defined MCBs with electromigration for reducing the initial thickness of the nano-bridge has been put forward.<sup>8</sup> Since in our new device the

quantity which defines the elongation of the metal structures is the strain and the elastic expansion resulting from the strain, the suspension height may be reduced considerably without further reduction of the lithographically defined bridge diameter [see Figs. 1(a) and 2].

### II. SAMPLE FABRICATION PROCEDURE

We start from SOI wafers (Company SOITEC, Grenoble) into which we define freestanding single-crystalline membranes out of Si with a thickness of  $340 \pm 5$  nm, which is defined by the thickness of the silicon top layer by the fabrication process of the wafer. The crystal orientation of the membrane is [100]. The top layer resides on an oxide layer produced by thermal oxidation of Si with an approximate thickness of  $400 \pm 15$  nm. Smaller Si thicknesses down to 24 nm (Ref. 10) have been reported in literature. Our fabrication process is similar to the one described in Ref. 9. After having produced the membranes with a size of  $0.6 \times 0.6$  mm<sup>2</sup>, we cover the wafers with the membranes with a 100 nm thin layer of polyimide (T-10001 from Brewer Science Inc.) using an adhesion promoter APX-K1 from the same company. This layer has a twofold function. At first it can be etched away in order to suspend the metallic nanobridges and secondly it isolates the metallic nanostructures electrically from the silicon substrate which has a finite conductance at room temperature ( $\rho$  ranges from 14 to 22  $\Omega$  cm). We then cover the substrates with a standard double layer system of polymethyl methacrylate (PMMA, 100 nm thick) and methyl methacrylate-methacrylic acid (MMA-MAA, 600 nm thick) for electron beam lithography and cut the wafer in quadratic pieces of  $8 \times 8$  mm<sup>2</sup>. We perform the exposure in a scanning electron microscope equipped with a pattern generator with the desired design. Examples are shown in Figs. 1(a) and 1(b). After development, the metal is evaporated (we tested Al, Pt, and Au) onto the substrate from an electron gun. The next steps are the lift-off of the mask in acetone and isotropic reactive ion etch-

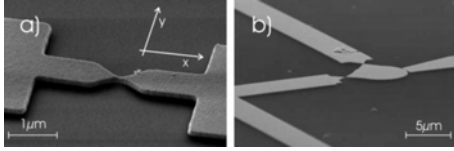


FIG. 1. (a) Electron micrograph of a single gold break junction on a membrane. (b) Electron micrograph of a double junction separated by a circular island of size of  $6 \mu\text{m}$ . For measuring the conductance of both junctions independently a reference electrode has been attached to the island.

ing of the polyimide in oxygen plasma. The goal of this etching step is twofold. First the narrow bridge has to be detached from the substrate in order to guarantee concentration of the mechanical strain at the bridge for reliable breaking. Secondly, the polyimide on the parts of the membrane which are not covered by metal has to be removed for improving the optical and mechanical properties of the membrane. These two requirements can be fulfilled by suitable choice of the etching parameters [pressure of 1 mbar, power of 50 W, flow of 50 SCCM (SCCM denotes cubic centimeter per minute at STP)  $\text{O}_2$ ], which result in an etching rate of  $2.5 \text{ nm/min}$  laterally. The process is stopped when the metal structures are underetched laterally by  $\Delta w \approx 500 \text{ nm}$ . Manifold geometries including single break junctions [Fig. 1(a)] as well as double junctions with a small island in between [Fig. 1(b)] can be fabricated. The minimum island size is limited by the underetching width  $D_{\text{min}} > 2 \Delta w$ .

### III. MECHANICAL CONTROL SYSTEM

The chips with the membranes are then clamped onto a stretching mechanism consisting of a sample holder which carries the chip and a fine tip controlled by a uniaxial piezostage (from Attocube, model ANPz 100, for the  $z$ -motion perpendicular to the membrane), which is itself mounted on a mechanically controlled  $x$ - $y$  table [see Fig. 2, for the definition of the  $x$  and  $y$  directions see Fig. 1(a)]. We use the slip-stick mode of the stage for coarse approach and the piezoeffect of the stage element for the fine adjustment. The resolution of the  $z$ -detection of our profilometer is limited to a few nanometers, although the stability of the stage should allow subnanometer precision and the results of our transport measurements also suggest the stability to be in this range

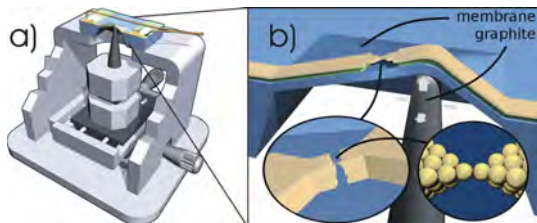


FIG. 2. (Color online) (a) Schematics of the breaking mechanism, showing the sample holder and a cut through a sample (not to scale), the tip, and its control scheme with mechanical  $x$ - $y$  stage and piezocontrol for the  $z$  motion. (b) Zoom into panel (a) demonstrating the working principle of the setup. The typical membrane size is  $0.6 \times 0.6 \text{ mm}^2$  with a thickness of  $340 \text{ nm}$ .

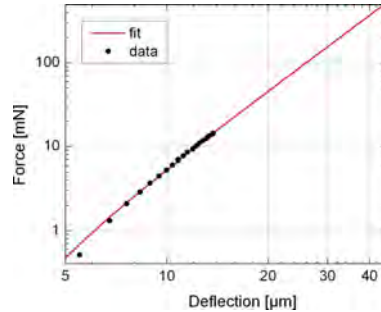


FIG. 3. (Color online) The force needed to cause a given deflection of a membrane with  $0.4 \text{ mm}$  diameter by applying underpressure on one side. The fit has been performed according to  $F(z) = C \times (z^3 - z_0^2 z)$ .

(see below). The motion of the tip can be monitored with an optical profiler with integrated microscope and recorded by a charge coupled device camera. The precision with which the tip can be positioned laterally is in the order of  $1 \mu\text{m}$ , given by the precision of the micrometer screws. Upon pushing the tip toward the membrane it is stretched locally. We tried different tip materials including glass, graphite, Macor® ceramics, epoxy, and metal pins. Best results were obtained with glass and graphite. The glass tips have almost spherical ends and are made from short pieces of homemade glass rod with a diameter between roughly  $40$  and  $100 \mu\text{m}$  by melting the ends and cleaning in ethanol after cooling down. The resulting ends have diameters between  $60$  and  $250 \mu\text{m}$ . The glass tips are robust and give very reproducible deformations. They are used for the optical measurements described below. However, for experiments which require displacing the tip along the membrane, graphite tips are advantageous, since the glass tips have the tendency to adhere to the membrane and to move laterally in a slip-stick motion. The graphite tips are made from pencils by careful polishing. The effective curvature varies from tip to tip, but is estimated to be in the order of  $10$ – $20 \mu\text{m}$ . While the graphite tips slide easily along the rear side of the membrane, their tip shape changes resulting in strong variations of the required vertical displacement in order to produce a particular deformation of the membrane and in the formation of multiple tips.

The force, which is required to deform the membrane, can be estimated from the deflection of the membrane when expanded by hydrostatic pressure and recording the shape with the profilometer. Since our setup has only the ability to apply underpressure on one side, we are limited to forces lower than  $1 \text{ atm}$  times the area of the membrane. The fit function we use in Fig. 3 is  $F(z) = C \times (z^3 - z_0^2 z)$  with the fit parameters  $C = 5.87 \times 10^{-6} \text{ N}/\mu\text{m}^3$  and  $z_0 = 3.0 \mu\text{m}$ . This value of  $z_0$  is in the order of magnitude of the deflection of the membrane without applied pressure. Geometrical considerations lead to a strain proportional to  $z^2$ , thus with Hooke's law one expects the energy to increase proportional to  $z^4$  and the force with  $z^3$ . This fit function is commonly used in the membrane bulging method for characterizing the elastic properties.<sup>11</sup> Our breaking mechanism usually works at deflections of about  $15 \mu\text{m}$  corresponding to about  $20 \text{ mN}$ . At forces in the range of  $250$ – $500 \text{ mN}$  (estimated from that fit)

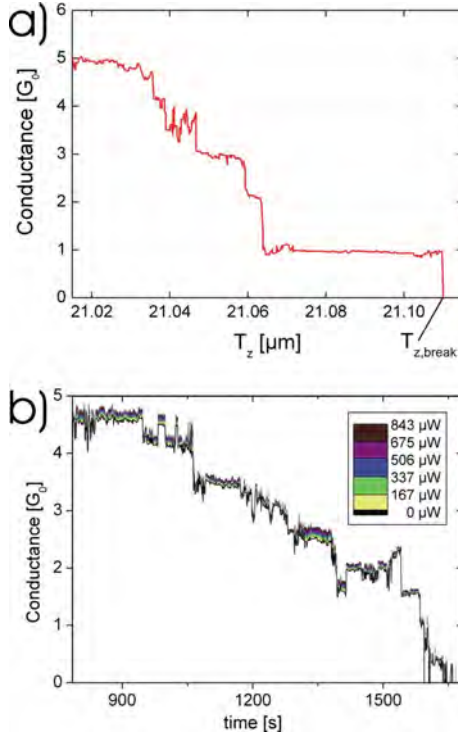


FIG. 4. (Color online) (a) Conductance  $G$  as a function of vertical displacement  $T_z$  of a gold break junction measured under ambient conditions. (b) Conductance vs time of a gold junction when opened with a constant  $z$ -speed of the tip of approximately  $1 \text{ nm/s}$  and when irradiated with laser light with wavelength  $\lambda=488 \text{ nm}$  and power  $P$  as indicated in the legend. The spot has a diameter of approximately  $10 \mu\text{m}$ .

the membranes tend to break. Of course these numbers only represent a rough estimation because with applied pressure, the force is spread over the whole membrane, in contrast to a very concentrated force, which we use for controlling the MCBs.

#### IV. RESULTS

##### A. Function and stability of the setup

The operation of the setup is tested by recording the conductance  $G$  of a gold break junction as a function of the  $z$ -position of the tip  $T_z$ . In Fig. 4(a) we show an example of such an “opening trace” when the tip is displaced by  $27 \mu\text{m}$  in  $x$  direction from the bridge. The conductance decreases in steps of a typical height of the conductance quantum  $G_0=2e^2/h$  ( $e$ : elementary charge;  $h$ : Planck’s constant). A last step of  $G \approx 1G_0$  is observed, which is typical for single-atom contacts of gold.<sup>1</sup> Upon further deformation the metallic contact breaks and a tunneling contact is formed ( $T_z=T_{z,\text{break}}$ ). When the tip is withdrawn the junction closes again to roughly its initial conductance of typically  $200G_0$ . In order to demonstrate the sensitivity to the lateral position of the tip, we plot in Fig. 5 the displacement in  $z$ -direction which is required for breaking a junction to the tunneling regime  $T_{z,\text{break}}$  as a function of tip position in  $x$  and  $y$  direc-

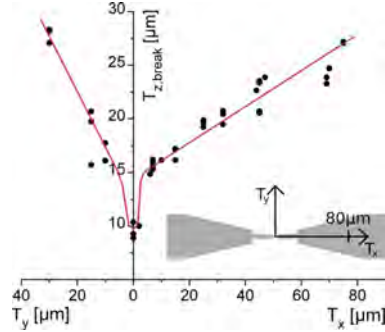


FIG. 5. (Color online) Sensitivity of the setup to lateral motion of the tip. The main panel shows the displacement in  $z$ -direction which is required for breaking a nanobridge  $T_{z,\text{break}}$  as a function of the position of the tip with respect to the nanobridge. The directions  $x$  and  $y$  are defined in the inset.

tions, where  $x$  is parallel to the bridge and  $y$  is perpendicular. As expected, small displacements in  $y$  direction drastically reduce the sensitivity of the setup, i.e., a larger  $T_z$  is necessary for breaking the bridge. When exceeding a deformation in  $z$  direction of  $30\text{--}45 \mu\text{m}$  (depending on the shape of the tip), the membranes break along the crystallographic  $[011]$  and  $[01\bar{1}]$  directions.

At variance to break junctions on bulk substrates which can be regarded as a homogeneous bending beam,<sup>2</sup> here the local elastic stretching of the membrane controls the deformation of the metal bridge. In order to control the elongation of the MCB, we need to estimate the strain of the membrane parallel to the leads at the location of the nanobridge. For that purpose we choose the following coordinate systems [see Fig. 6(a)]: The location  $(r_x, r_y)$  is measured relative to the tip and the tip position  $(T_x, T_y, T_z)$  relative to the center of the flat membrane. In general, the local strain  $\varepsilon$  depends on the location  $(r_x, r_y)$  and on  $(T_x, T_y, T_z)$ . We assume here that the break junction is located in the center of a quadratic membrane with the edge length of  $d$ . Below we will focus on the case when the tip is positioned directly underneath the leads, that is,  $T_y=0$  and on locations on the leads, that is,  $r_y=0$ . In the next step we assume that when the tip is near the center of the membrane, we can write the local strain  $\varepsilon$  as a product of the strain averaged over the entire lead and a symmetric weight function  $e(r_x)$  that only depends on  $r_x$ ,

$$\varepsilon(r_x, T_z, T_x) = e(r_x) \cdot \bar{\varepsilon}(T_z, T_x). \quad (1)$$

The definition of the average strain  $\bar{\varepsilon}(T_z, T_x) = \int_{-d/2}^{d/2} dr_x e(r_x, T_z, T_x)$  together with Eq. (1) leads to the standardization of the weight function,

$$\int_0^{d/2} dr_x e(r_x) = \frac{d}{2}. \quad (2)$$

On the other hand  $\bar{\varepsilon}$  can easily be obtained by geometrical considerations [Fig. 6(a)],

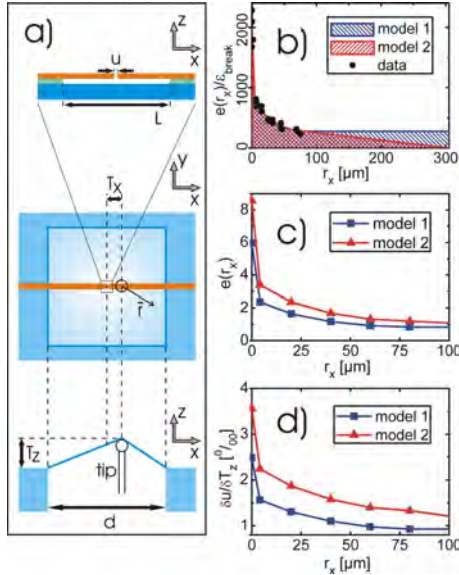


FIG. 6. (Color online) Schemes and data necessary for determining the relationship between the motion and the position of the tip and the resulting deformation of the membrane. (a) Scheme of the sample geometry (not to scale) with all relevant dimensions (see text). (b) Relative elongation  $e(r_x)/\epsilon_{\text{break}}$  of the membrane. The data points have been calculated with Eq. (5) and the data in Fig. 5. The lines are two different extrapolations of the data, which we name models 1 and 2. (c) Weight function  $e(r_x)$  deduced from models 1 and 2. (d) Relative motion  $\delta u/\delta T_z$  as a function of the tip position along the  $x$  axis for models 1 and 2 (for details, see text).

$$\bar{\epsilon}(T_z, T_x) = \frac{\sqrt{\left(\frac{d}{2} + T_x\right)^2 + T_z^2} + \sqrt{\left(\frac{d}{2} - T_x\right)^2 + T_z^2}}{d} - 1. \quad (3)$$

In Fig. 5 we depict the tip positions in  $z$  direction  $T_{z,\text{break}}$  where the MCB breaks for a given tip location in the membrane plane. We assume that the relevant point for the local strain is the center of the membrane (where the nanobridge is located):  $r_x = -T_x$ . Since the contact always breaks under the same strain  $\epsilon_{\text{break}}$ , we can conclude,

$$\epsilon(r_x = -T_x, T_{z,\text{break}}, T_x) = \epsilon_{\text{break}} = \text{const.}, \quad (4)$$

and with Eq. (1) and the symmetry of  $e(r_x)$  it follows

$$\frac{e(r_x = T_x)}{\epsilon_{\text{break}}} = \frac{1}{\bar{\epsilon}[T_{z,\text{break}}(T_x), T_x]}. \quad (5)$$

On the right hand side we insert the empirical data from Fig. 5 and the expression Eq. (3) to gain  $e(r_x)/\epsilon_{\text{break}}$  [see Fig. 6(b)]. An estimated value for the missing constant  $\epsilon_{\text{break}}$  can be obtained by the standardization condition Eq. (2):  $\int_0^{d/2} dr_x e(r_x)/\epsilon_{\text{break}} = d/2\epsilon_{\text{break}}$ .

The integral depends on the extrapolation of the experimental data to the border of the membrane. We are confident that the true value is somewhere between models 1 and 2 defined in Fig. 6(b) leading to  $\epsilon_{\text{break}}$  between 0.30% and 0.43% for this sample.

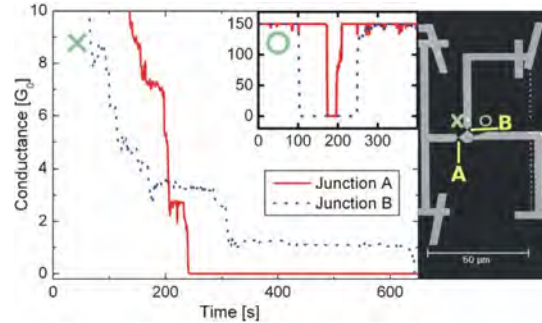


FIG. 7. (Color online) Conductance vs time of junctions A and B of the circuit shown in the right panel when the tip was located at the position indicated by the cross. Inset: Conductance vs time of junctions A and B of the circuit shown in the right panel when the tip was located at the position indicated by the circle. At  $t=160$  s the motion direction of the tip is reversed. Right panel: The cross (circle) indicates the tip positions at which the opening curves shown in the left panel and the inset have been recorded.

Now we have the weight function  $e(r_x)$  [Fig. 6(c)], and with it the local strain  $\epsilon$  responsible for the breaking of the MCB allowing us to calculate the reduction ratio

$$\rho = \frac{\delta u}{\delta T_z} = L \frac{\partial}{\partial T_z} \epsilon \quad (6)$$

[see Fig. 6(d)]. The lower the reduction ratio, the easier it is to maintain stable contacts over a long period of time. For the standard MCB on a massive substrate,  $\rho$  is a constant for a given sample layout. On membranes, we have to be more specific since  $\rho$  depends on the same parameters as the local strain. To make things easier it can be shown that for the relevant range of parameters, i.e.,  $T_z < 35 \mu\text{m}$  and  $|T_x| < 50 \mu\text{m}$ , the following term is a good approximation of Eq. (3):

$$\bar{\epsilon} = 2 \frac{T_z^2}{d^2}. \quad (7)$$

For the issue of stability we are interested in  $\rho$  at the point of breaking,  $\rho_{\text{break}} = (\delta u / \delta T_z)|_{T_z=T_{z,\text{break}}} = L (\partial / \partial T_z) \epsilon(r_x = -T_x, T_z, T_x)|_{T_z=T_{z,\text{break}}}$  using Eqs. (1), (4), and (7) we obtain an expression that can be calculated using the empirical data for  $\epsilon_{\text{break}}$  and  $e(x)$  [see Fig. 6(c)]:

$\rho_{\text{break}} = (2\sqrt{2}L/d) \sqrt{e(T_x) \epsilon_{\text{break}}}$ . Empirically we find  $\rho \approx 0.001$  when the tip is located underneath the bridge. Detailed observation of the shape of the membrane reveals that the elastic limit of the membrane is higher than the one of the metal film. This study will be published elsewhere.

## B. Control of multijunction devices

The versatility of the technique is demonstrated by controlling two junctions which are arranged perpendicularly to each other [see Fig. 1(b)]. Figure 7 shows the conductance of both junctions as a function of time when opening and closing with constant speed for different positions in the  $x$ - $y$  plane. When positioning the tip close to junction A, junction B is mainly unaffected and vice versa. In this particular experiment it was our goal to find the position at which both



junctions have comparable size in the few-atom regime, with similar conductance values and break at a similar  $T_z$ . This would, for example, be required for studying charging effects in metallic single-electron transistors with variable junctions. As can be seen from Fig. 7 for this sample layout the desired situation was approximately obtained for the tip position indicated by a cross in the right panel of Fig. 7. The inset of Fig. 7 shows an example in which junction B opens and closes well before a conductance change can be recorded for junction A (tip located at the circle in the right panel of Fig. 7).

### C. Influence of light irradiation onto the conductance of atomic-sized contacts

When irradiating break junctions with laser light, many effects may occur, including — among others — thermal expansion of the metal and the substrate, the excitation of photocurrents, or conductance changes, due to the excitation of hot electrons.<sup>12,13</sup> For studying the effect of electronic excitations thermal expansion and other influences of the substrate should be reduced as much as possible. For this goal our new technique is advantageous as well: The thin silicon membranes are almost transparent for visible light and the thermal contact between metal and membrane is much better because of the smaller thickness of the polyimide layer. In Fig. 4(b) we plot the conductance of a gold junction when driving the tip with constant  $z$ -speed as a function of time when irradiating with laser light with a wavelength  $\lambda=488$  nm and varying power  $P$  as indicated in the legend. We observe an enhancement of the conductance which is roughly proportional to  $P$  for almost all values of  $G$ . The size of the conductance change varies remarkably from plateau to plateau although they may have very similar conductance. An example for this observation is given for the two adjacent plateaus for  $G \approx 2.5G_0$  with a conductance changes  $\Delta G_1=0.2G_0$  and  $\Delta G_2=0.05G_0$ . From this observation we deduce that the conductance changes depend on the individual atomic arrangement of the contacts, which rules out thermal expansion effects of the substrate or the metallic electrodes.

### V. CONCLUSIONS

In conclusion, we have introduced a new variation of MCBs, which are realized on thin silicon membranes. We

demonstrated the stability of the technique which is sufficient to stabilize and to characterize the transport properties of single-atom contacts under the influence of external control parameters. The technique overcomes the limitation of the existing MCB experiments because it allows us to control more than one junction on the same circuit. We will use it for studying the influence of optical excitations onto the conductance<sup>12,13</sup> and for controllable metallic single-electron transistors.<sup>14</sup>

### ACKNOWLEDGMENTS

We are indebted to T. Dekorsy, A. Erbe, and P. Leiderer for fruitful discussions. We thank G. Hahn (Photovoltaics group) for use of equipment and F. Book, H. Haverkamp, and A. Herguth for their contributions to the membrane preparation. We gratefully acknowledge financial support from the DFG through SFB767.

R.W. and O.S. contributed equally in this work.

- <sup>1</sup>N. Agraït, A. Levy Yeyati, and J. M. van Ruitenbeek, *Phys. Rep.* **377**, 81 (2003).
- <sup>2</sup>C. J. Muller, J. M. van Ruitenbeek, and L. J. de Jongh, *Physica C* **191**, 485 (1992).
- <sup>3</sup>J. M. van Ruitenbeek, A. Alvarez, I. Piñeyro, C. Grahmann, P. Joyez, M. H. Devoret, D. Esteve, and C. Urbina, *Rev. Sci. Instrum.* **67**, 108 (1996).
- <sup>4</sup>M. Bruel, *Electron. Lett.* **31**, 1201 (1995).
- <sup>5</sup>J. M. van Ruitenbeek, E. Scheer, and H. Weber, in *Introducing Molecular Electronics*, Lecture Notes in Physics, edited by G. Cuniberti, G. Fagas, and K. Richter (Springer, New York, 2005).
- <sup>6</sup>P. Leiderer, C. Bartels, J. König-Birk, M. Mosbacher, and J. Boneberg, *Appl. Phys. Lett.* **85**, 5370 (2004).
- <sup>7</sup>K. Ueno, S. Juodkazis, V. Mizeikis, K. Sasaki, and H. Misawa, *Adv. Mater. (Weinheim, Ger.)* **20**, 26 (2008).
- <sup>8</sup>J. J. Parks, A. R. Champagne, G. R. Hutchison, S. Flores-Torres, H. D. Abruña, and D. C. Ralph, *Phys. Rev. Lett.* **99**, 026601 (2007).
- <sup>9</sup>J. Butschke, A. Ehrmann, E. Haugeneder, M. Irmscher, R. Kaesmaier, K. Kragler, F. Letzkus, H. Loeschner, J. Mathuni, I. W. Rangelow, C. Reuter, F. Shi, and R. Springer, *Proc. SPIE* **3665**, 20 (1999).
- <sup>10</sup>C. M. Sotomayor Torres, A. Zwick, F. Poinsotte, J. Groenen, M. Prunnila, J. Ahopelto, A. Mlayah, and V. Paillard, *Phys. Status Solidi C* **1**, 2609 (2004).
- <sup>11</sup>A. Degen, N. Abedinova, T. Gotszalkb, E. Sossnaa, M. Kratzemberga, and I. W. Rangelow, *Microelectron. Eng.* **57**, 425 (2001).
- <sup>12</sup>J. K. Viljas and J. C. Cuevas, *Phys. Rev. B* **75**, 075406 (2007).
- <sup>13</sup>D. C. Guhr, D. Rettinger, J. Boneberg, A. Erbe, P. Leiderer, and E. Scheer, *Phys. Rev. Lett.* **99**, 086801 (2007).
- <sup>14</sup>H. Grabert and M. H. Devoret, *Single Charge Tunneling*, NATO ASI Series Vol. 294 (Plenum, New York, 1992).

## 2.4.2 Mécanique basses températures

Afin de montrer qu'il est possible de positionner de façon précise un piston sous une membrane dans le cryostat, nous avons réalisé une ouverture puis fermeture de jonction à cassure en déplaçant une pointe de piston en graphite latéralement sous une membrane (voir figure 2.17). Cette mesure a été réalisée dans le cryostat à température ambiante, à l'aide de la mécanique basses températures présentée dans la figure 1.9 D page 139.

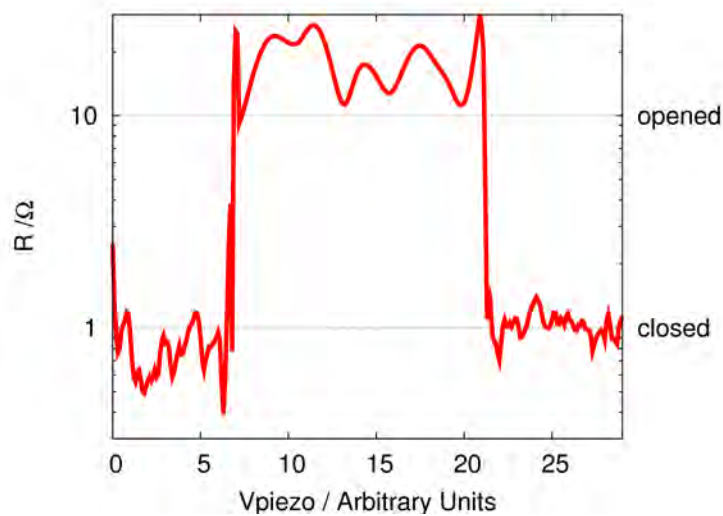


FIG. 2.17 – Ouverture et fermeture d'une jonction à cassure sur membrane à l'aide de la mécanique 1.9 D page 139. Cette ouverture et fermeture a été réalisée en déplaçant latéralement de manière continue le piston suivant la direction  $Y$  définie à la figure 2.19 page 175. Le déplacement du piston selon  $Y$ , c'est-à-dire l'amplitude sur l'axe des abscisses ci-dessus, est de l'ordre de 2 à 3  $\mu m$ .

Dans cette mesure, 10% seulement de l'amplitude maximale du piézo a été utilisée (principalement pour placer le piston). Il faut savoir que l'on perd un facteur trois environ, pour le déplacement atteint par le piézo aux basses températures. Par ailleurs, Wildöer et al. donnent pour le déplacement latéral d'une pointe STM entre la température ambiante et les basses températures une valeur d'environ 100  $\mu m$  [Wild 94]. Dans notre cas, le piézo est fortement fixé sur une plaque de Macor (céramique), ce qui ne lui permet pas de bouger lorsqu'il se refroidit. Ce n'est pas le cas d'une pointe STM fixée à une mécanique slip-stick, qui est par nature reliée de façon assez libre au reste du système. Nous pensons donc que le déplacement de la pointe dans notre système sera de loin inférieur à 100  $\mu m$ . Ce déplacement devra néanmoins être pris en compte et la difficulté principale consistera ici à réaliser le placement initial du piézo aux basses températures, sans voir directement la position de la pointe sous la membrane.

## 2.5 Mesures de conduction électrique en lumière laser

Les membranes, au-delà de présenter des caractéristiques mécaniques étonnantes, absorbent peu la lumière visible de par leur faible épaisseur. Nous avons donc utilisé ces dernières comme substrat de jonction à cassure pour des mesures laser.

### 2.5.1 Discussion des effets possibles lors de l'irradiation laser de contacts atomiques

Les contacts atomiques sur membranes irradiées par faisceau laser peuvent présenter différents effets, à savoir:

- ◇ Dilatation thermique
- ◇ Transport assisté par photons [Vilj 07]
- ◇ Les contacts peuvent faire office d'antennes optiques.
- ◇ Effet photoélectrique
- ◇ Effet thermoélectrique
- ◇ Un effet de redressement ("rectification effect") peut enfin entrer en ligne de compte.

#### Dilatation thermique

Cet effet, que nous allons considérer dans la partie 2.5.4, peut soit induire une augmentation de la conductance, dans le cas où les contacts en métal se dilatent fortement, soit une diminution de la conductance, dans le cas où la membrane se dilate fortement. Le choix d'une membrane comme substrat étant basé sur sa faible absorption, il est probable que c'est principalement la dilation des contacts qui jouera un rôle. Cet effet produit un déplacement d'électrodes similaire à la fermeture d'une jonction lors d'un échauffement en lumière laser.

#### Transport assisté par photons

Ce type de transport, décrit dans [Vilj 07] est basé sur l'idée que l'influence de la lumière se traduit en un champ électrique alternatif que l'on retrouve entre les deux côtés du contact atomique. Ceci a pour effet d'exciter un certain nombre d'électrons de la bande de conduction à des énergies plus hautes, énergies pour lesquelles la conductance est différente de la conductance au niveau de Fermi. Ainsi à une énergie donnée, pour l'aluminium, on attend une augmentation de la conductance, pour le platine une diminution de celle-ci, et pour l'or soit l'un soit l'autre. Cet effet est fortement dépendant du métal utilisé.

### Effet d'antennes optiques

Lorsque l'on irradie une structure de dimension faible par rapport à la longueur d'onde, le champ électrique induit est très fortement dépendant de la géométrie de la structure considérée. Le champ peut ainsi être intensifié de plusieurs ordres de grandeur sur des structures données (voir [Merl 08] pour un type de structures similaires). Ce champ superpose une tension additionnelle à la tension "réelle" aux bornes de la jonction. De plus, des plasmons de surface, excitations collectives de la mer d'électrons, peuvent être excités. Ces derniers peuvent cheminer sur de longues distances (de l'ordre de dizaines de  $\mu m$ ), et donc influencer la jonction.

### Effets non considérés

**L'effet photoélectrique** peut induire un courant supplémentaire si l'on considère que les deux côtés de la jonction peuvent avoir une densité d'états différente. Le courant qui correspond à l'émission de photoélectrons, peut à son tour diminuer la tension mesurée aux bornes d'une jonction à cassure. Ceci se traduira par un offset de tension dans la caractéristique  $I(V)$ . Cette dernière ne passera plus par 0. Cet effet n'est pas observé, ce qui nous amène à ne pas le considérer.

Dans le cadre de **l'effet thermoélectrique**, un courant peut être généré dans la jonction du fait que deux matériaux à deux températures différentes possèdent une différence de peuplement de leur densité d'états. Pour les mêmes raisons que celles citées précédemment, nous ne considérons pas cet effet par la suite.

**L'effet de redressement** est lié à une caractéristique  $I(V)$  non ohmique et donc à une différence entre la conductance différentielle et la conductance totale. Les caractéristiques mesurées étant le plus souvent ohmiques pour les petites tensions utilisées, cet effet n'entre pas en ligne de compte [Guhr 07].

### 2.5.2 Banc de mesure en lumière laser

Pour ces mesures, nous avons utilisé la mécanique de la figure 1.9 B page 139, utilisant cette fois un piston en verre. Le banc de mesure utilisé a été réalisé et mis à disposition par Daniel Guhr (Voir [GUHR 08] pour plus de détails) qui effectuait le même type de mesures sur substrats de bronze [Guhr 07]. Les éléments dont nous avons besoin, sont décrits dans la figure 2.18.



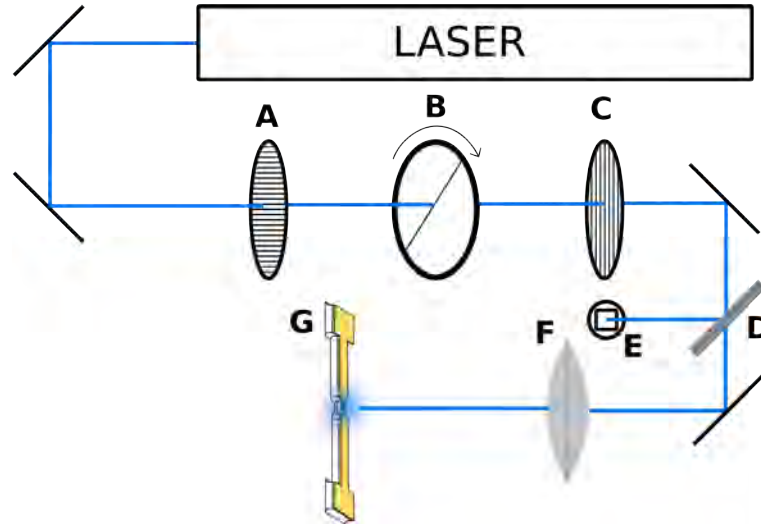


FIG. 2.18 – Schéma du banc de mesure en lumière laser. Le montage fonctionne à l'aide d'un laser Argon-Krypton, que nous utilisons ici à une longueur d'onde de 488 nm (bleu). Nous avons: (A) Un polarisateur à  $0^\circ$ ; (B) Une lame à retard  $\lambda/2$  montée sur un moteur. Cette lame à retard nous permet de tourner la direction de polarisation de la lumière en tournant le moteur. (C) Un polarisateur monté en angle droit (à  $90^\circ$ ) par rapport au polarisateur (A). Ceci permet de couper toute lumière parasite arrivant directement de (A), et de varier l'intensité du laser en fonction du moteur (la lumière ne passe totalement que si la lame retard fait tourner l'angle de polarisation de  $90^\circ$ ). (D) Lame séparatrice qui permet de diviser le faisceau en deux parties, dont l'une sera mesurée en (E) par une photodiode tandis que l'autre est focalisée sur l'échantillon (G) par une lentille convergente (F).

Ce banc de mesure permet d'induire une variation de l'intensité du laser de forme sinusoïdale.

### 2.5.3 Influence de la lumière laser sur la conductance d'une jonction à cassure

Cette mesure est présentée au paragraphe C de la section 2.4.1 page 170.

### 2.5.4 Absorption et influence de la membrane sur le courant électrique induit par Laser

Afin de tester l'influence de la lumière laser sur la jonction à cassure en fonction de la position du spot, nous avons réalisé une mesure pendant laquelle la conductance de la jonction est maintenue relativement constante, entre  $0,8 G_0$  et  $1,2 G_0$ , à l'aide d'un programme en boucle de contrôle qui ajuste la position du

piézo, et donc l'écartement des deux contacts de la jonction à cassure. Comme vu dans la dernière section, la conductance d'une jonction à cassure augmente légèrement lorsque celle-ci est irradiée en lumière laser. Afin de vérifier que cet effet ne provient pas d'une déformation de la membrane, engendrant un déplacement des électrodes, nous avons irradié la membrane directement au niveau de la jonction à cassure mesurée, ainsi qu'en différents points éloignés de cette jonction. Les axes de déplacement du spot laser sont indiqués à la figure 2.19. Le laser a été déplacé successivement le long de chaque axe X ou Y. Les mesures de variation de conductance associées sont présentées à la figure 2.20.

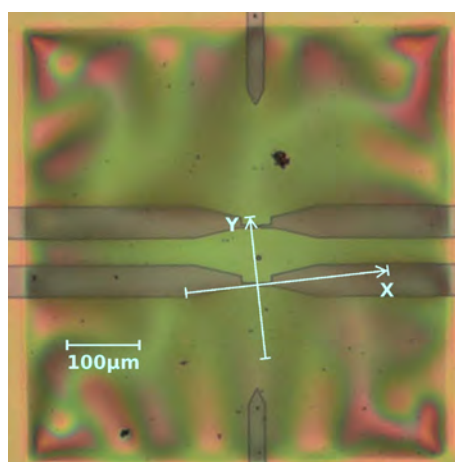


FIG. 2.19 – Déplacement de la position du spot laser sur la membrane correspondant aux mesures de variation de conductance données à la figure 2.20.

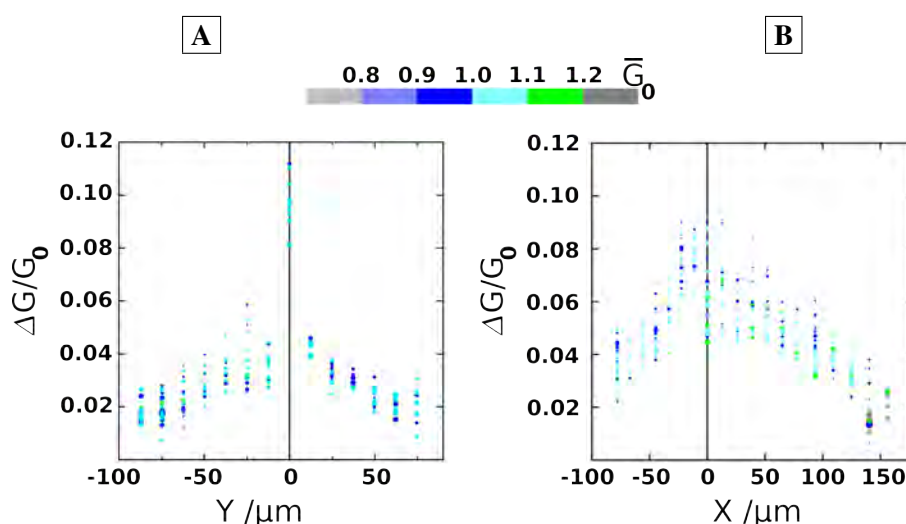


FIG. 2.20 – Influence de la lumière laser sur la conductance d'une jonction à cassure en fonction de la distance à cette jonction. La couleur de chaque point correspond à la conductance instantanée de la jonction. La taille de chaque point

correspond à la qualité de l'ajustement nécessaire à l'obtention de la variation de conductance (plus le point est gros, plus l'ajustement est bon). La variation de conductance s'entend ici entre jonction illuminée et jonction non illuminée.

Nous voyons clairement dans la figure 2.20 [A] que, pour un déplacement du spot laser selon la direction Y perpendiculaire à la jonction, le signal est particulièrement fort lorsque le spot laser se trouve exactement sur la jonction; ce signal est environ trois fois plus faible lorsque le spot laser se trouve à côté de la jonction. L'effet principal responsable de l'augmentation de la conductivité de la jonction à cassure est donc très clairement indépendant de la membrane. Le choix d'utiliser des membranes en silicium comme substrat pour réaliser des mesures en lumière laser est donc justifié. D'après ces mesures, la taille maximum du spot laser sur nos membranes est inférieure à  $40 \mu\text{m}$ .

Concernant la direction X dans la figure 2.20 [B], l'interprétation est moins évidente. Le maximum de la variation de conductivité se trouve au niveau de la jonction, la décroissance de cette dernière en fonction de la distance est beaucoup moins prononcée que pour un déplacement en Y. L'asymétrie observée provient probablement du déplacement du spot qui n'est pas strictement parallèle aux arrivées de courant (voir figure 2.19). Sur une distance de  $25 \mu\text{m}$  du côté gauche de la jonction, la réponse est quasiment constante. Ceci correspond probablement à un spot laser touchant le centre de la jonction. La figure 2.20 [B] peut être divisée en deux domaines: une région centrale au niveau de la jonction, et une région plus éloignée, pour laquelle le spot laser est dirigé sur les arrivées de courant.

Concernant la partie centrale, l'augmentation de la conductance pourrait provenir d'un échauffement de l'or, tendant à rapprocher les électrodes. Ainsi, cette augmentation devrait être constante pour une même conductance. Lorsque l'on regarde la figure 4b à la page 168, nous voyons par exemple autour de  $2,5 G_0$  deux domaines avec des variations de conductance très différentes ( $\Delta G_1 \approx 0,05 G_0$  et  $\Delta G_2 \approx 0,2 G_0$ ). Ainsi, la dilatation thermique n'est pas l'effet principal. Il reste donc l'effet d'antennes optiques, et l'effet de transport assisté par photons.

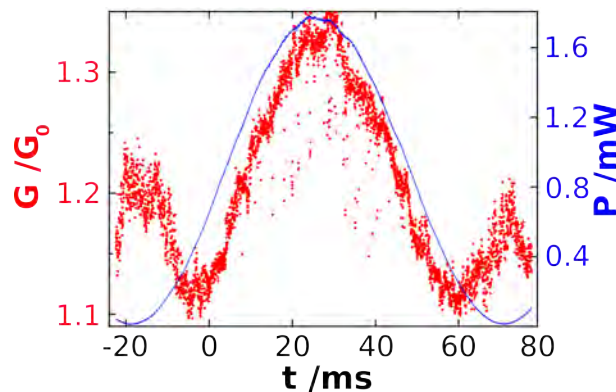


FIG. 2.21 – En bleu, puissance du laser arrivant sur la jonction en fonction du temps. En rouge, conductance de la jonction en fonction du temps. Le spot laser est positionné à  $X=0$  et  $Y=0$ .

La seule indication que nous avons concernant un effet de transmission assistée par photons est une mesure montrant une diminution de la conductance, pour une très faible énergie (voir figure 2.21). Nous voyons qu'à partir de 60 ms, c'est-à-dire à partir de 0,2 mW environ de puissance laser, la conductance de la jonction augmente alors que la puissance laser continue à diminuer. Ceci ne peut être relié à l'effet d'antennes optiques, qui ne peut avoir une influence inverse à l'énergie du Laser. L'effet de transmission assistée par photons peut lui par contre, changer de signe pour l'or. Ainsi, on peut considérer qu'un effet menant à une variation de conductivité positive s'additionne avec l'effet de transmission assistée par photons. Cela explique qu'à différentes puissances laser, l'effet dominant varie. Voyons tout d'abord l'influence à plus longues distances avant de pouvoir formuler une hypothèse sur ce second effet.

A plus longue distance (plus grande que le diamètre du spot), nous voyons dans la figure 2.20 [B] qu'une variation de conductance persiste. A plus de 100  $\mu\text{m}$  de distance, celle-ci ne peut être de type plasmons de surface, en tenant compte du fait que leur libre parcours moyen est de l'ordre de la dizaine de micromètre [Gühr 07]. La conductivité thermique de l'or étant particulièrement haute, nous pensons qu'il s'agit ici d'une dilatation thermique menant à une augmentation de la conductivité.

Ainsi, on peut considérer deux domaines dans la figure 2.20 [B], l'un se trouve autour de 0  $\mu\text{m}$  et l'augmentation de la conductivité est attribuée au moins aux deux effets de dilatation thermique et de transmission assistée par photons, menant à une variation de la conductance toujours positive, sauf pour les très faibles intensités laser. Le second domaine, que l'on peut voir à plus de 30  $\mu\text{m}$  du centre de la jonction (soit de l'ordre de grandeur de la taille du spot laser) est attribué à la seule dilatation thermique de l'or.

Afin de confirmer cette hypothèse, il serait nécessaire d'effectuer des mesures sur d'autres métaux<sup>24</sup> ainsi que des mesures de courbes d'ouvertures en plaçant le spot à côté de la jonction.

---

24. Le platine a été mesuré, mais en raison de problèmes techniques, ce dernier était fortement mélangé à de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , d'où des caractéristiques électriques non compréhensibles. Quant à l'aluminium, il ne peut être mesuré à température et pression ambiante, car il oxyderait trop rapidement, une fois la jonction ouverte.

## Bibliographie

- [Bart 07] A. Bartels, R. Cerna, C. Kistner, A. Thoma, F. Hudert, C. Janke, and T. Dekorsy. “Ultrafast time-domain spectroscopy based on high-speed asynchronous optical sampling”. *Review of Scientific Instruments*, Vol. 78, No. 3, p. 035107, 2007.
- [Brue 95] M. Bruel. “Silicon on insulator material technology”. *Electronics Letters*, Vol. 31, No. 14, pp. 1201–1202, July 1995.
- [Brue 97] M. Bruel, B. Aspar, and A. Auberton-Herve. “Smart-Cut: A New Silicon On Insulator Material Technology Based on Hydrogen Implantation and Wafer Bonding”. *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 36, No. 3B Pt 1, pp. 1636–1641, 1997.
- [Chen 04] P. Chen, W. Chen, and S. Pao. “In Situ Monitoring of Silicon Membrane Thickness during Wet Etching using a Surface Acoustic Wave Sensor”. *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 43, No. 6A, pp. 3611–3617, 2004.
- [Dege 01] A. Degen, N. Abedinov, T. Gotszalk, E. Sossna, M. Kratzenberg, and I. Rangelow. “Stress analysis in Si membranes for open stencil masks and mini-reticles using double bulging and resonance methods”. *Microelectronic Engineering*, Vol. 57, pp. 425–432, 2001.
- [Fran 04] D. R. França and A. Blouin. “All-optical measurement of in-plane and out-of-plane Young’s modulus and Poisson’s ratio in silicon wafers by means of vibration modes”. *Measurement Science and Technology*, Vol. 15, No. 5, pp. 859–868, 2004.
- [Good 85] S. M. Goodnick, D. K. Ferry, C. W. Wilmsen, Z. Liliental, D. Fathy, and O. L. Krivanek. “Surface roughness at the Si(100)-SiO<sub>2</sub> interface”. *Phys. Rev. B*, Vol. 32, No. 12, pp. 8171–8186, Dec 1985.
- [Grev 04] A. Greve and J. Olsen. “Piezoresistivity in silicon and silicon germanium”. bachelor thesis, June 2004. MIC - Department of Micro and Nanotechnology Technical University of Denmark.
- [Guhr 07] D. C. Guhr, D. Rettinger, J. Boneberg, A. Erbe, P. Leiderer, and E. Scheer. “Influence of Laser Light on Electronic Transport through Atomic-Size Contacts”. *Physical Review Letters*, Vol. 99, No. 8, p. 086801, 2007.

- [GUHR 08] D. GUHR, D. RETTINGER, J. BONEBERG, A. ERBE, P. LEIDERER, and E. SCHEER. “Influence of chopped laser light onto the electronic transport through atomic-sized contacts”. *Journal of Microscopy*, Vol. 229, No. 3, pp. 407–414, 2008.
- [Guyo 97] Y. Guyot, C. Malhaire, M. Le Berre, B. Champagnon, A. Sibai, E. Bustarret, and D. Barbier. “Micro-Raman study of thermoelastic stress distribution in oxidized silicon membranes and correlation with finite element modeling”. *Materials Science & Engineering B*, Vol. 46, No. 1-3, pp. 24–28, 1997.
- [Hao 00] H.-Y. Hao and H. J. Maris. “Study of Phonon Dispersion in Silicon and Germanium at Long Wavelengths Using Picosecond Ultrasonics”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 84, No. 24, pp. 5556–5559, Jun 2000.
- [Himp 88] F. J. Himpel, F. R. McFeely, A. Taleb-Ibrahimi, J. A. Yarmoff, and G. Hollinger. “Microscopic structure of the  $SiO_2/Si$  interface”. *Phys. Rev. B*, Vol. 38, No. 9, pp. 6084–6096, Sep 1988.
- [Hu 82] S. M. Hu. “Critical stress in silicon brittle fracture, and effect of ion implantation and other surface treatments”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 53, No. 5, pp. 3576–3580, 1982.
- [Jian 05] Q. Jiang, X. Yang, H. Zhou, and J. Yang. “Analysis of surface acoustic wave pressure sensors”. *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 118, No. 1, pp. 1–5, 2005.
- [Kand 82] Y. Kanda. “A graphical representation of the piezoresistance coefficients in silicon”. *Electron Devices, IEEE Transactions on*, Vol. 29, No. 1, pp. 64–70, 1982.
- [Kao 85] D. Kao, J. McVittie, W. Nix, and K. Saraswat. “Two-dimensional silicon oxidation experiments and theory”. *1985 International Electron Devices Meeting*, Vol. 31, pp. 388–391, 1985.
- [Kao 87] D. Kao, J. McVittie, W. Nix, and K. Saraswat. “Two-dimensional thermal oxidation of silicon I. Experiments”. *Electron Devices, IEEE Transactions on*, Vol. 34, No. 5, pp. 1008–1017, 1987.
- [Lysk 01] J. M. Lysko. “Silicon micromechanical sensors model of piezoresistivity”. *Optoelectronic and Electronic Sensors IV*, Vol. 4516, No. 1, pp. 1–9, 2001.
- [Malh 02] C. Malhaire, A. Didiergeorges, M. Bouchardy, and D. Barbier. “Mechanical characterization and reliability study of bistable  $SiO_2/Si$  membranes for microfluidic applications”. *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 99, No. 1-2, pp. 216–219, 2002.
- [Merl 08] J. Merlein, M. Kahl, A. Zuschlaga, A. Sell, A. Halm, J. Boneberg, P. Leiderer, A. Leitenstorfer, and R. Bratschitsch. “Nanomechanical control of an optical antenna”. *Nature Photonics*, Vol. 2, pp. 230 – 233, 2008.

- 
- [Ng 99] K.-O. Ng and D. Vanderbilt. “Structure and oxidation kinetics of the Si(100)-SiO<sub>2</sub> interface”. *Phys. Rev. B*, Vol. 59, No. 15, pp. 10132–10137, Apr 1999.
- [Ravi 87] N. M. Ravindra, J. Narayan, D. Fathy, J. K. Srivastava, and E. A. Irene. “Silicon oxidation and Si-SiO<sub>2</sub> interface of thin oxides”. *MRS*, Vol. 2, pp. 216–221, 1987.
- [Smit 54] C. S. Smith. “Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon”. *Phys. Rev.*, Vol. 94, No. 1, pp. 42–49, Apr 1954.
- [Stew 01] D. Stewart, P. Beck, and U. Thumser. “Growth of Native Oxide”. Tech. Rep., Stanford Nanofabrication Facility, 2001.
- [Sutt 03] P. Sutter, E. Suttera, P. Rugheimer, and M. G. Lagally. “Nanoscale strain and band structure engineering using epitaxial stressors on ultrathin silicon-on-insulator”. *Surface Science - Proceedings of the 7th International Conference on Nanometer-Scale Science and Technology and the 21st European Conference on Surface Science*, Vol. 532–535, pp. 789–794, June 2003.
- [Vilj 07] J. K. Viljas and J. C. Cuevas. “Role of electronic structure in photoassisted transport through atomic-sized contacts”. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, Vol. 75, No. 7, p. 075406, 2007.
- [Wild 94] J. W. G. Wildöer, A. J. A. van Roy, H. van Kempen, and C. J. P. M. Harmans. “Low-temperature scanning tunneling microscope for use on artificially fabricated nanostructures”. *Review of Scientific Instruments*, Vol. 65, No. 9, pp. 2849–2852, 1994.
- [Zavr 93] P. M. Zavracky, K. Warner, I. Lassic, and J. Green. “Piezoresistivity of silicon-on-insulator films by zone-melting recrystallization”. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 3, No. 2, pp. 96–101, 1993.

## Conclusion et Perspectives

Ce travail de thèse a porté sur la mesure de phénomènes électroniques aux très basses températures, mesures réalisées sur des contacts points en aluminium, ainsi que sur l'élargissement et l'application de ce type de mesures à des structures doubles de jonctions à cassure sur membranes en silicium.

Dans la partie basses températures de ce travail, nous avons pour une part montré que l'aluminium ne forme probablement pas de chaînes monoatomiques au delà du dimère et que les petits sauts communément observés dans les courbes d'ouverture, et non expliqués jusqu'à maintenant, peuvent provenir d'un effet de slip-stick des derniers atomes de la jonction. Le blockage de Coulomb a pu être observé dans une structure SET composée d'une jonction à cassure et d'une jonction en oxyde entourant un îlot central. A température ambiante, une double jonction à cassure sur membrane a pu être actionnée de manière satisfaisante. Cela ouvre la voie à la réalisation de doubles jonctions à cassures sur membranes mesurables aux basses températures. Un exemple de structures est illustré à la figure 2.22.

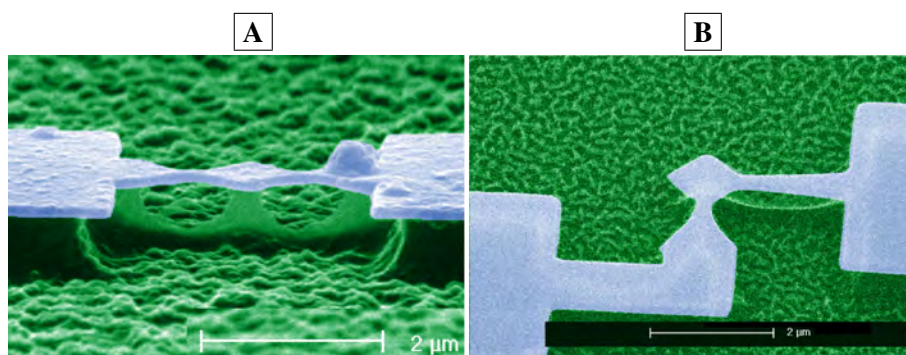


FIG. 2.22 – Image MEB de doubles jonctions à cassure, l'une en ligne **A**, l'autre en coin **B**.

De telles jonctions doivent permettre d'ajuster les canaux de conduction de chaque côté de l'îlot, permettant de voir, par exemple, les interactions entre le blockage de Coulomb et les multiples réflexions d'Andreev, interactions non observées jusqu'à maintenant.



Dans le cadre des mesures à température ambiante, nous avons pu voir que le stress initial de la membrane peut être particulièrement fort, induisant une déformation initiale de la membrane qui influence les caractéristiques statiques et dynamiques de déformation des membranes. Dans ce travail nous avons estimé à plusieurs reprises et par plusieurs méthodes le stress mécanique. Cependant, ces estimations ne peuvent que constituer des approximations grossières, car elles s'appuient sur un certain nombre d'hypothèses. Idéalement, l'analyse des caractéristiques mécaniques des membranes pourrait passer par une analyse directe du stress, par exemple à l'aide d'ellipsomètres capables de faire des mesures locales avec une résolution latérale pouvant descendre jusqu'à  $1\ \mu\text{m}$  seulement selon l'objectif utilisé (voir figure 2.23).

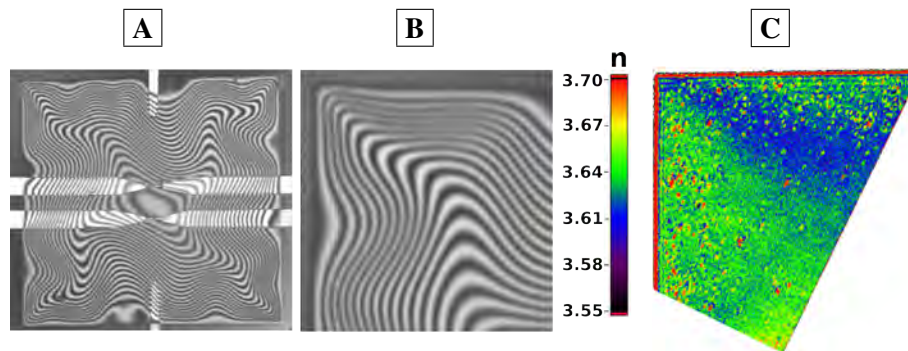


FIG. 2.23 – **A** Image réalisée dans un profilomètre optique, montrant une membrane carrée de  $600\ \mu\text{m}$  de largeur. Les lignes d'interférence donnent les lignes de niveau. **B** Zoom d'une hauteur d'environ  $250\ \mu\text{m}$  sur l'un côté de la membrane **A**. **C** Image d'une hauteur d'environ  $300\ \mu\text{m}$  prise sur une autre membrane sans arrivées de courant dans un ellipsomètre, permettant de réaliser une cartographie locale de l'indice de réfraction du silicium de la membrane.

Ce type de mesures permettrait de dresser une cartographie directe de l'indice de réfraction, comme présenté dans la figure 2.23. Cet indice de réfraction peut à son tour être relié au stress des membranes [Wong 07] [Bruc 70] [Farg 84].

A température ambiante, des expériences en lumière laser ont été également conduites. D'après nos mesures, il semble que l'augmentation de la conductance d'une jonction illuminée par rapport à une jonction non illuminée est due à un effet transmission assistée par photons couplé à de la dilatation thermique. L'utilisation d'une membrane en silicium permet de s'affranchir d'une influence du substrat due à la dilatation thermique de celui-ci comme c'est le cas pour des substrats bulk [GUHR 08].

Enfin, les jonctions à cassure simples et doubles constituent des Nano Systèmes Electromécaniques pouvant servir de capteur. Ces systèmes sont influencés par la lumière, les vibrations mécaniques, la chaleur et, dans le cas des doubles jonctions, par le champ électrique statique (effet de grille). Des actionnements autres que celui d'un piston ou celui d'une différence de pression de gaz d'un côté de la membrane devront être développés afin de pouvoir utiliser la forte miniaturisation des jonctions à cassure sur membranes dans un détecteur. Cet actionnement est nécessaire pour ajuster la sensibilité du système et réajuster le contact en ouvrant et refermant les jonctions à cassure. Par exemple, un actionnement, soit par pression extérieure exercée par un fluide (non compressible), soit de type capacitif, permettant une déformation globale de la structure sur membrane, est pensable, mais reste entièrement à développer. Ce type de structure peut néanmoins déjà être réalisé de manière intégrée sur wafer de silicium, en suivant le procédé de fabrication que nous avons développé.

Une autre perspective serait de créer des trous dans la membrane au niveau des noeuds d'une vibration préexistante afin de réaliser des résonateurs possédant des fréquences de résonance bien définies. Ces trous permettraient d'une part que seule la vibration pour laquelle la membrane est prévue puisse être excitée, et d'autre part que les tensions existantes au niveau des noeuds soient considérablement réduites. Ainsi la vibration sélectionnée présenterait de plus grandes amplitudes de vibration.

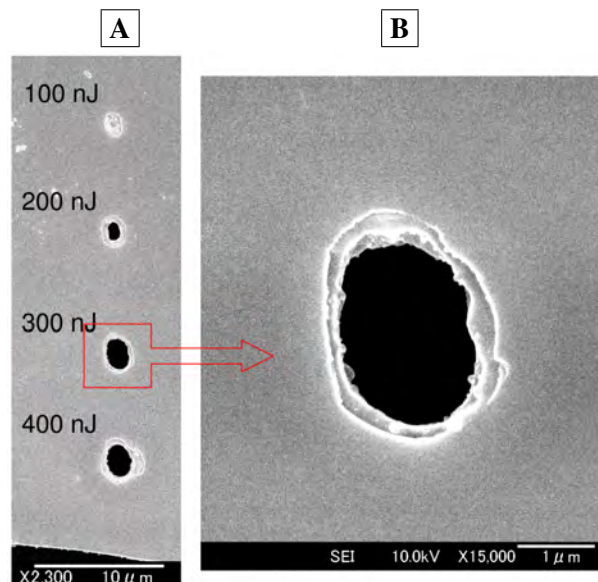


FIG. 2.24 – Image MEB montrant des tests de structuration de nos membranes en silicium (de 340 nm d'épaisseur) utilisant un laser femtoseconde. Chaque trou

*visible sur cette image correspond à 20 impulsions laser, dont l'énergie totale est indiquée sur la figure. Les puissances dégagées sont de l'ordre de la centaine de Watt. Image aimablement mise à disposition par M. le Prof. H. Misawa [Misa 08].*

En résumé, ce travail a permis d'une part de progresser dans la connaissance des contacts monoatomiques en aluminium, et il ouvre la voie à des expériences plus complexes sur doubles jonctions à cassure aux basses températures. D'autre part, la réalisation de nanostructures sur membranes en silicium et l'étude de l'influence d'une excitation mécanique et d'une excitation en lumière laser sur celles-ci posent les bases d'un développement futur de nouveaux capteurs de type NEMS, intégrables en technologie silicium.

# Bibliographie

- [Bruc 70] R. Bruckner. “Properties and structure of vitreous silica. I”. *J. Non-Cryst. Solids*, Vol. 5, No. 2, pp. 123–175, 1970.
- [Farg 84] A. Fargeix and G. Ghibaudo. “Densification of thermal SiO<sub>2</sub> due to intrinsic oxidation stressing”. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 17, No. 11, pp. 2331–2336, 1984.
- [GUHR 08] D. GUHR, D. RETTINGER, J. BONEBERG, A. ERBE, P. LEIDERER, and E. SCHEER. “Influence of chopped laser light onto the electronic transport through atomic-sized contacts”. *Journal of Microscopy*, Vol. 229, No. 3, pp. 407–414, 2008.
- [Misa 08] H. Misawa and S. Juodkazis. “Silicon membranes: macro-scale optomechanical/fluidic nano-devices”. private communication, September 2008. Research Institute for Electronic Science, Hokkaido University, Sapporo, Japan.
- [Wong 07] T. K. S. Wong, Y. Gong, P. Yang, and C. M. Ng. “Characterization of biaxial stressed silicon by spectroscopic ellipsometry and synchrotron x-ray scattering”. *Semiconductor Science and Technology*, Vol. 22, No. 11, pp. 1232–1239, 2007.

# Remerciements

Je voudrais en tout premier lieu remercier Elke Scheer. Je voudrais te remercier de m'avoir permis de commencer une thèse sur un sujet que je t'avais présenté. Je te remercie de m'avoir donné les moyens financiers et matériels (non négligeables) pour mettre en place ma mesure, d'avoir financé mon poste tout au long de ces années. Merci d'avoir toujours eu du temps à m'accorder. Merci pour ton regard souvent juste lorsque quelque chose ne fonctionnait pas au laboratoire. Merci pour m'avoir toujours soutenu pour l'organisation de ma thèse "un peu" hors normes. Merci de m'avoir permis de commencer et de terminer cette cotutelle qui me tenait très à coeur.

Ensuite je tiens à remercier Jacques Zimmermann pour le soutien qu'il m'a accordé, pour m'avoir permis de réaliser cette cotutelle, pour avoir pris son rôle de directeur de thèse très au sérieux, même à distance, pour être un chercheur passionné tel que j'ai pu le vivre. Je te souhaite un début de retraite le plus agréable possible.

Je voudrais remercier M. Doudin, M. Courtois et M. Ghibaudo d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Merci à M. Leiderer pour l'intérêt porté à mon travail et pour m'avoir prouvé que l'on peut tout à fait avoir une longue carrière derrière soi et être enthousiasmé par les expériences scientifiques comme au premier jour. Merci d'avoir accepté de faire partie de mon jury.

Merci à Artur Erbe pour les informations sur le silicium en solution HF et l'achat des Yokogawa. Merci d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Ensuite la "Scheer-Family", où je commencerai par "l'ancienne garde". En tout premier, je voudrais remercier le dieu Python: Christian. Merci pour m'avoir introduit à la très grande majorité des techniques et appareils, pour avoir toujours

été disponible quand j'avais une difficulté. Et, quoi que tu en dises, la physique est une religion et toi un intégriste !

Merci à Bernd le noir, mon voisin, pour ne pas dire ami de bureau, pendant toutes ces années. Merci pour tout ton soutien et ton optimisme délirant "Ever tried? Ever failed? No matter. Try again. Fail better."

Merci à Cécile, Debu et Vojko, le trio inséparable, pour l'aide basses températures tout au long de ces années.

Merci à Daniel pour avoir pu utiliser son banc de mesure laser, monté pendant sa thèse, et à l'aide duquel une partie des mesures de ma thèse ont été effectuées.

Puis merci à Hansi, qui termine sa thèse en même temps que moi. Merci pour avoir réalisé un certain nombre de câbles basses températures avec moi. Merci pour avoir toujours eu quelque part une idée, une connaissance qui permette d'obtenir tel ou tel objet.

Merci à Jochen pour le temps passé ensemble, même si faisant partie des "Z", je ne le voyais pas très souvent.

Merci à Tobias pour avoir toujours eu une porte ouverte quand j'avais une difficulté. Bravo pour nous avoir montré qu'il est tout à fait possible d'obtenir en temps record des résultats impressionnants. Bonne chance chez Bosch !

Merci à Ursula, notre postdoc théoricienne dans un groupe d'expérimentateurs. Merci pour les infos sur les SET, et pour avoir toujours eu du temps pour répondre à mes questions.

Enfin merci à vous tous pour la bouteille de mousseux sur mon échelle le jour où j'ai réussi à atteindre pour la première fois les 20 mK, merci pour les bières bues en fin de soirée devant les cryostats, pour les tours de France regardés ensemble au labo, pour les styles de musique très "différents" que nous avons pu goûter pendant que chacun, souvent à moitié couché sous son cryo, travaillait à monter son expérience. Le labo n'aurait pas été ce qu'il a été sans vous.

Merci à Reimar mon diplomant dont je me suis occupé pendant une année entière. Merci d'avoir partagé avec toi toutes ces mesures lasers. Il est clair que sans ton aide je n'aurais jamais pu réaliser autant de mesures sur les membranes.

Merci à Michael pour les explications STM et les références que tu m'as indiquées.

Merci à Ansgar pour les innombrables dessins techniques que tu as faits à partir de mes croquis. Sans toi, la mécanique basses températures et la plupart des réalisations techniques d'ailleurs auraient été bien difficiles à faire.

Merci à Sabine, notre secrétaire, pour l'aide organisationnelle au jour le jour.

Merci à tout le reste de notre groupe: Shoupeng, Martina, Thomas, Stefan Egle, Simon, et tous ceux que je ne cite pas explicitement, pour l'aide de tous les jours, pour l'ambiance familiale et pour les filtres réalisés pour mon cryo.

Merci à Stefan Tibus pour l'aide avec la programmation Shell. Merci surtout pour avoir sauvé in extremis mes données le jour où j'ai voulu imprimer...

Merci aux différents ateliers. Merci à l'atelier de mécanique, en particulier pour la réalisation de la mécanique basses températures, à l'atelier d'électronique en particulier pour la réalisation du "tableau de distribution", du "bipolarisateur" et de l'ampli bas-bruit.

Merci à Félix Book, Helge Haverkamp et Axel Herguth pour les dépôts PECVD de nitrure, l'ouverture laser des masques et la découpe des plaques.

Merci à Irina, la roumaine, pour le temps passé ensemble et la motivation mutuelle.

Merci à Martine Gri pour les soudures, les innombrables astuces (colles, masques, contacts ...). Tu es une vraie mine d'informations !

Merci à Aude Bouchard, Gregory Grosa et Xavier Mescot, pour l'aide concernant les mesures que j'ai faites à l'IMEP.

Merci aux anciens de l'IMEP; en particulier Stéphane, Kerem, Brice, Dimitris, Leily, Wipa, Kruno, Nicolas<sup>2</sup>, Delphine, Marlène, et tous ceux que j'oublie, pour l'ambiance très sympa.

Merci à Sandra Muller en particulier et au personnel du CIME en général pour la DRIE, la découpe de plaques et l'aide en salle blanche en général.

Merci à Carlos Cuevas pour les discussions portant sur mes mesures basses températures.

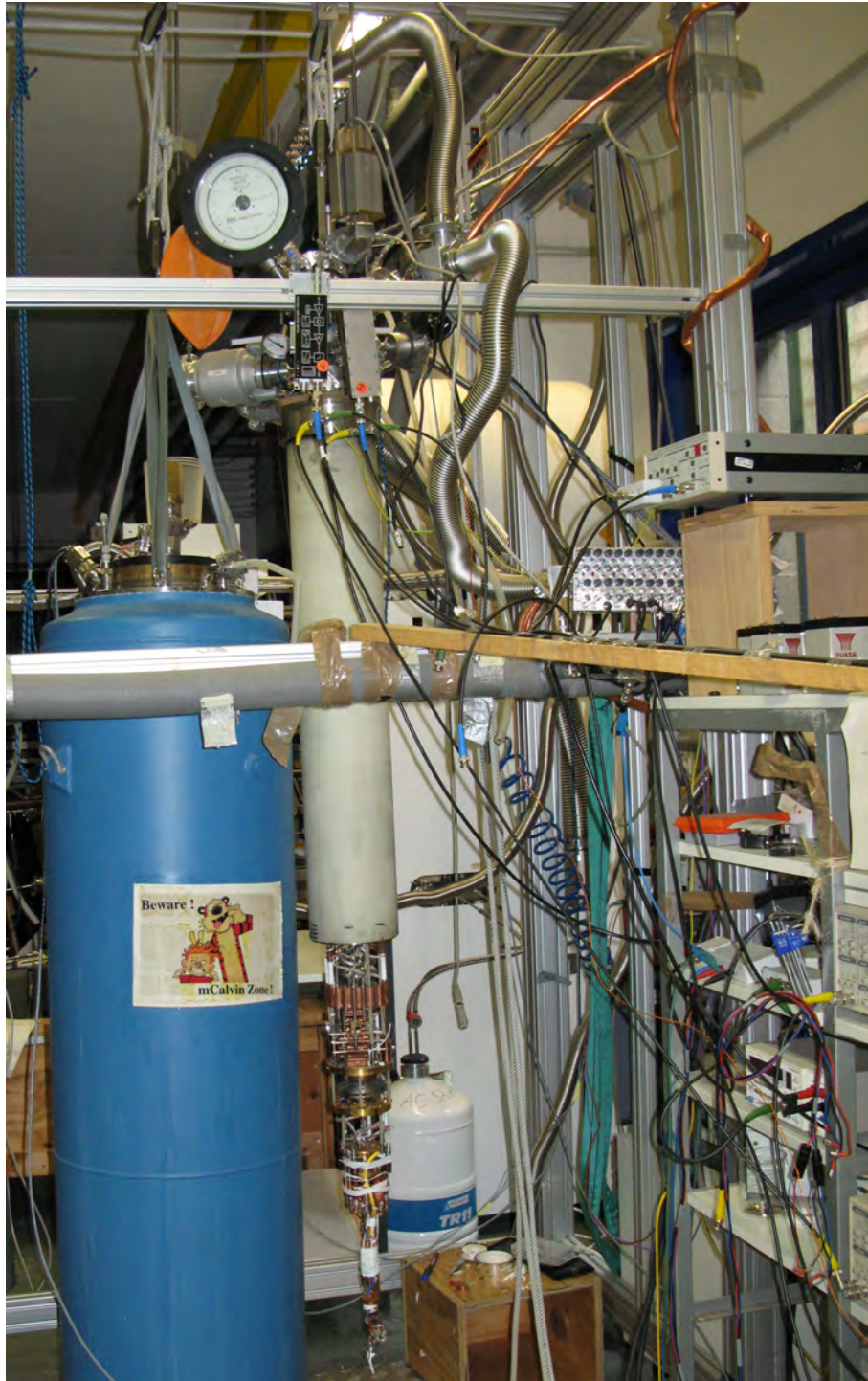
Merci beaucoup à Michael Häfner pour les simulations tight-binding des contacts atomiques sur lesquelles mes conclusions se basent.

Merci à mes parents pour les corrections orthographiques et grammaticales dans leur langue respective, et pour avoir essayé de comprendre l'intérêt du bricolage quotidien de leur fils.

Puis je voudrais remercier M<sup>lle</sup> prédoc Pélisson, dont je serai bientôt le mari. Merci pour la correction détaillée! de l'intégralité de la thèse, même si la physique fondamentale "*c'est vraiment pas mon truc !*", merci pour toutes les soirées de corrections, relectures, pour les fous rires, pour se serrer les coudes, pour m'ouvrir les yeux quand, de la Mensa, je ne vois pas le lac. Merci, parce que tu sais.

Enfin, je voudrais remercier toute l'équipe élargie Aude, Maia, Nadine, Nicole, Michael, Olivier ainsi que Luc, pour avoir été là et être là quand il le faut, et pour rendre la vie aussi belle qu'elle l'est parfois. Cette thèse vous est dédiée.





The truth I shall not know, but live in doubt,  
Till my bad angel fire my good one out.

THE PASSIONATE PILGRIM  
*William Shakespeare*

## **Quatrième partie**

### **Annexes**

## Annexe A

# Température critique de l'aluminium en fonction des impuretés contenues

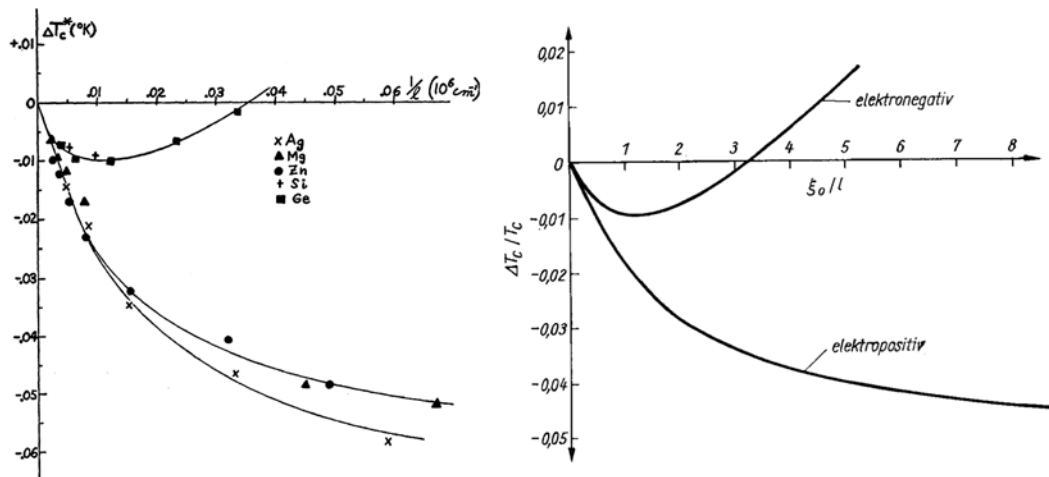


FIG. A.1 – Différence de température critique en fonction de la densité d'impuretés ( $l$ :longueur de diffusion moyenne) [Pauf 74], [Chan 59]

Pour plus de détails sur la théorie voir [Gins 65] et [Beli 87].

## Bibliographie

- [Beli 87] D. Belitz. “Electron-phonon interaction, ultrasonic attenuation, and Eliashberg function  $\alpha^2F(\omega)$  in impure metals”. *Phys. Rev. B*, Vol. 36, No. 5, pp. 2513–2518, Aug 1987.
- [Chan 59] G. Chanin, E. A. Lynton, and B. Serin. “Impurity Effects on the Superconductive Critical Temperature of Indium and Aluminum”. *Phys. Rev.*, Vol. 114, No. 3, pp. 719–724, May 1959.
- [Gins 65] D. M. Ginsberg. “Effect of Electron Mean Free Path on the Critical Temperature of Superconductors”. *Phys. Rev.*, Vol. 138, No. 5A, pp. A1409–A1411, May 1965.
- [Pauf 74] P. Paufler. “Einfluß der Realstruktur auf einige Eigenschaften von Supraleitern”. *Kristall und Technik*, Vol. 9, No. 5, pp. 533–550, 1974.

## Annexe B

# Données numériques concernant l'aluminium

Propriété	Valeur	Référence
$T_c$	1,18 K	[Anne 04] [Land 90]
$\lambda(0)$	1550 nm	[Anne 04]
$\xi(0)$	45 nm	[Anne 04]
$\kappa$	0,03	[Anne 04]
$H_c$	10 mT	[Buck 04]
$j_c$	$1,1 - 1,6 \cdot 10^{11} A/m^2$	[Klap 76]
$T_{liquid}$	660,4 °C	[Holl 95]
$T_{gas}$	2330 °C	[Holl 95]
Bond length dimere in gas phase	2,863 Å	[Bogi 98]
Native oxide thickness	2,15 nm	[Barn 06]
Alumina permittivity	$\epsilon_r = 9 - 10$	[Auer 96]
Crystal Structure	fcc from 4K to melting point	[Hatc 84]
Thermal expansion at 25K	$\alpha = 0,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal expansion at 75K	$\alpha = 8,1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal expansion at 293K	$\alpha = 23 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal conductivity at 0,5K	$\kappa = 100 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	[Loun 88]
Thermal conductivity at 1K	$\kappa = 41,1 W \cdot cm^{-1} \cdot K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal conductivity at 4K	$\kappa = 157 W \cdot cm^{-1} \cdot K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal conductivity at 80K	$\kappa = 4,32 W \cdot cm^{-1} \cdot K^{-1}$	[Hatc 84]
Thermal conductivity at 300K	$\kappa = 2,37 W \cdot cm^{-1} \cdot K^{-1}$	[Hatc 84]

Tab. B.1 – Tableau de valeurs numériques de l'aluminium

## Annexes

---

Propriété	Valeur	Référence
Electrical resistivity at 1,65K	$\kappa = 9,25 \cdot 10^{-5} \mu\Omega \cdot cm$	[Hatc 84]
Electrical resistivity at 4,22K	$\kappa = 9,25 \cdot 10^{-5} \mu\Omega \cdot cm$	[Hatc 84]
Electrical resistivity at 77,4K	$\kappa = 0,21 \mu\Omega \cdot cm$	[Hatc 84]
Electrical resistivity at 273K	$\kappa = 2,5 \mu\Omega \cdot cm$	[Hatc 84]
Lattice constant	4,0496 Å	[Hatc 84]
$\Theta_D$	420 K	[Buck 04]

Tab. B.2 – *Tableau de valeurs numériques de l'aluminium*

## Bibliographie

- [Anne 04] J. F. Annett. *Superconductivity, Superfluids, and Condensates*. Oxford University Press, 2004.
- [Auer 96] P. Auerkari. “Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics”. *Technical Research Centre of Finland. Research Notes(Finland)*, Vol. 1792, pp. 1–26, 1996.
- [Barn 06] V. Barnier, O. Heintz, D. Roberts, R. Oltra, and S. Costil. “XPS and SIMS study of aluminium native oxide modifications induced by Q-switched Nd:YAG laser treatment”. *Surface and Interface Analysis*, Vol. 38, No. 4, pp. 406–409, april 2006.
- [Bogi 98] A. Bogicevic, P. Hyldgaard, G. Wahnström, and B. I. Lundqvist. “Al Dimer Dynamics on Al(111)”. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 81, No. 1, pp. 172–175, Jul 1998.
- [Buck 04] W. Buckel and R. Kleiner. *Supraleitung - Grundlagen und Anwendungen*. Wiley-VCH Verlag, 6th Ed., 2004.
- [Hatc 84] J. E. Hatch. *Aluminum: Properties and physical metallurgy*. ASM International, 1984.
- [Holl 95] W. Holleman. *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*. Walter de Gruyter, 34. Ed., 1995.
- [Klap 76] T. Klapwijk and J. Mooij. “Microwave-enhanced superconductivity in aluminium films”. *Physica B*, Vol. 81, No. 1, pp. 132–136, January 1976.
- [Land 90] Landolt-Börnstein. *Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik - Band III/21a*. Vol. Gruppe III: Kristall- und Festkörperphysik- Supraleiter, Springer-Verlag, 1990.
- [Loun 88] O. V. Lounasmaa. *Experimental Principle and Methods Below 1K*. Academic Press, 1988.

## Annexe C

# Calcul d'une caractéristique I(V) Skalski

Le calcul suivant est basé sur les calculs de Skalski et. al. [Skal 64].

Il s'agit ici de faire le calcul du courant au travers d'une jonction SIS (Supraconducteur - Isolant - Supraconducteur). Nous partons de la densité d'états suivante:

$$E > \Delta : D(E) = \text{Re} \left[ \frac{|E|}{\sqrt{(E + c \cdot I)^2 - \Delta^2}} \right] \quad E \leq \Delta : D(E) = 0 \quad (\text{C.1})$$

avec  $c$  un coefficient de déviation<sup>1</sup> de la théorie BCS.  
A l'aide de la fonction de Fermi nous donnant l'occupation

$$F_{\text{fermi}}(E) = \frac{1}{1 + e^{\frac{E}{T}}} \quad (\text{C.2})$$

dépendante de la température  $T$ , nous pouvons écrire le courant à l'aide des deux densités d'états supraconductrices de l'équation C.1:

$$I(V) = \int_{-\infty}^{+\infty} D(E)D(E - eV) [F(E - eV) - F(E)] dE \quad (\text{C.3})$$

Numériquement, il faut faire attention ici à certains points singuliers, et déterminer les barrières de l'intégration afin d'obtenir un résultat stable.

---

1. Pair breaking parameter



## **Bibliographie**

- [Skal 64] S. Skalski, O. Betbeder-Matibet, and P. R. Weiss. “Properties of Superconducting Alloys Containing Paramagnetic Impurities”. *Phys. Rev.*, Vol. 136, No. 6A, pp. A1500–A1518, Dec 1964.

## **Annexe D**

# **Câblage du Cryostat**

Le cryostat est câblé comme indiqué par la figure D.1.

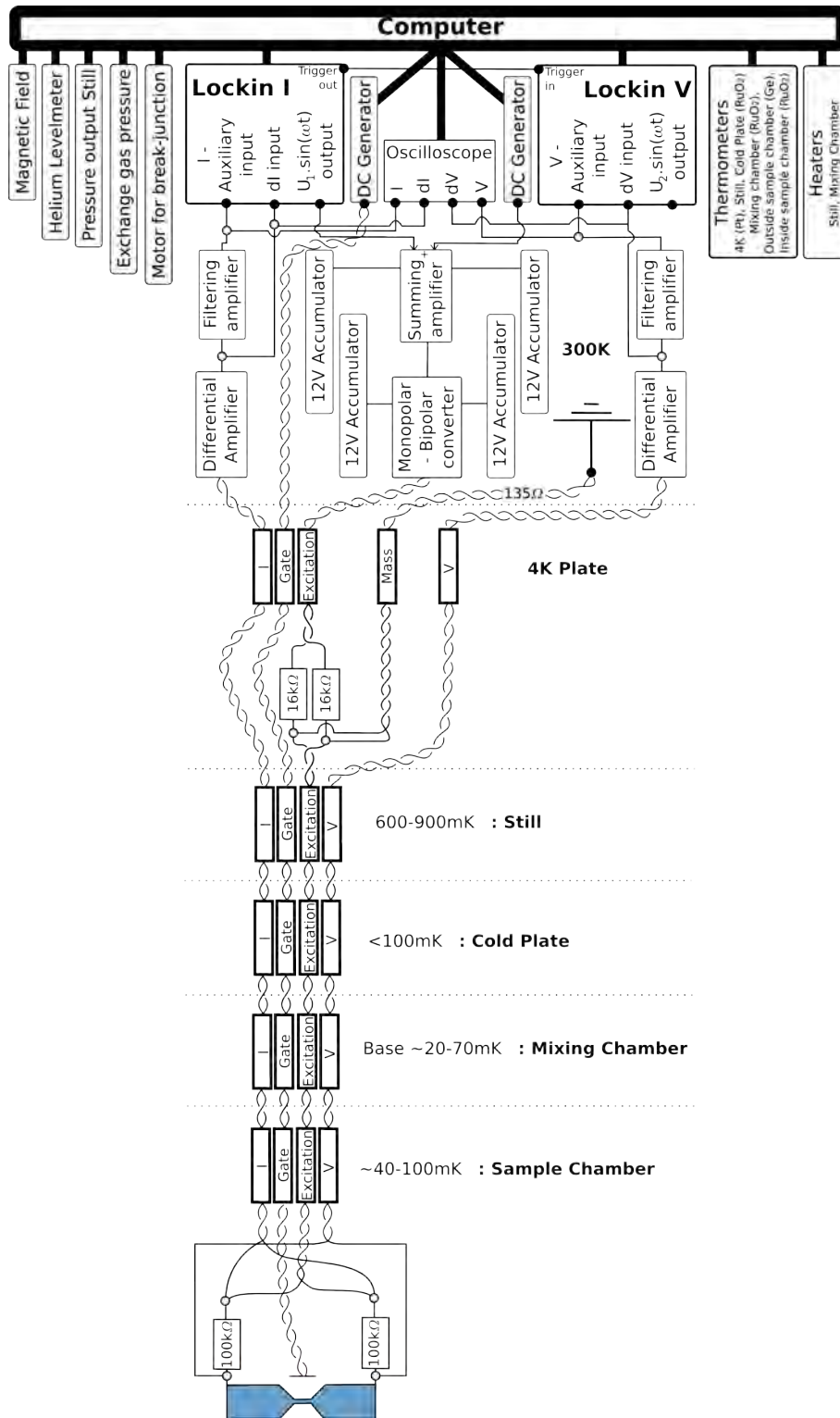


FIG. D.1 – Câblage du cryostat. A comparer avec le principe de câblage fig. 2.6 dans la section 2.3, page 71.

## Annexe E

# Vitesse d'oxydation du silicium

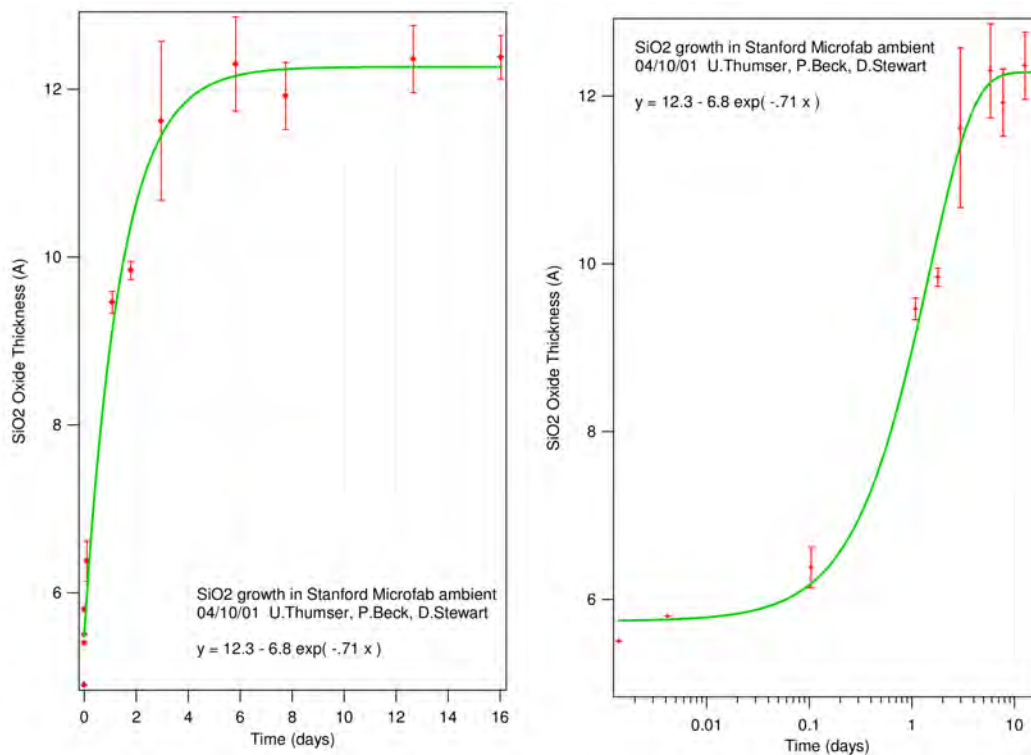


FIG. E.1 – *Épaisseur de l'oxyde natif du silicium en fonction du temps [Stew 01]*

## **Bibliographie**

[Stew 01] D. Stewart, P. Beck, and U. Thumser. “Growth of Native Oxide”. Tech. Rep., Stanford Nanofabrication Facility, 2001.