



**HAL**  
open science

# Jonctions supraconductrices à effet Tunnel pour le comptage de photons en astronomie

Bertrand Delaet

► **To cite this version:**

Bertrand Delaet. Jonctions supraconductrices à effet Tunnel pour le comptage de photons en astronomie. Instrumentation et méthodes pour l'astrophysique [astro-ph.IM]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2000. Français. NNT : . tel-00723781

**HAL Id: tel-00723781**

**<https://theses.hal.science/tel-00723781>**

Submitted on 14 Aug 2012

**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.

# Jonctions supraconductrices à effet tunnel pour le comptage de photons en astronomie



Bertrand DELAËT

UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER-GRENOBLE I  
SCIENCES ET GÉOGRAPHIE

**Thèse**

soutenue publiquement le 1<sup>er</sup> décembre 2000 par

Bertrand DELAËT

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Joseph Fourier

Discipline : Microélectronique

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

Jury : A. CASTETS  
L. DUMOULIN (rapporteur)  
P. FEAUTRIER  
A. GILABERT (rapporteur)  
J-L. MONIN (président)  
J-C. VILLÉGIÉ

Thèse préparée au Laboratoire d'Astrophysique de l'Observatoire de  
Grenoble et au Service de Physique Statistique, Magnétisme et  
Supraconductivité, du CEA-Grenoble.

*Merci à tous.*



# Abstract

We report on the fabrication and the study of Superconducting Tunnel Junction (STJ) with aluminium trapping layers, and the results obtained in photon detection. STJ's are constituted by a superconducting absorber layer where the photon energy is converted into quasiparticles and by an Al-AlO<sub>x</sub>-Al structure (SIS junction) to confine and count this quasiparticle excess at very low temperature.

This work first focuses on the structural and electrical analysis of niobium and tantalum absorbers grown epitaxially by magnetron sputter deposition on 600 °C heated R-plane sapphire substrates. We obtained relative resistive ratios (RRR) of about 30 for (100) epitaxial Nb and Ta films yielding to mean free paths larger than 50 nm.

We developed all the STJ fabrication process, including arrays of STJ's, on 3" wafers and we characterized the electrical and magnetic properties of Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al-Nb junctions at 4.2 K and 200 mK. A large part of niobium-based STJ's have excellent quality factors (dynamic resistance under the gap voltage over normal resistance) over 250000 at 200 mK, showing a good reliability and reproducibility of the STJ fabrication process.

Finally, we demonstrate the photon counting capability at near-infrared wavelengths ( $\lambda = 0.78 \mu\text{m}$ ) with a niobium based STJ mono-pixel detector at 200 mK and read-out by a charge sensitive amplifier. Such STJ detectors are very promising for low light level optical and near-infrared applications for ground based astronomy.

**Keywords:** Superconducting Tunnel Junctions (STJ), thin films, epitaxy, photon detection, near infrared.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Introduction</b>	<b>9</b>
1.1	Intérêt des Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel . . . . .	9
1.1.1	Applications en astronomie . . . . .	10
1.1.2	État de l'art . . . . .	10
1.2	Objectifs et contexte scientifique . . . . .	13
<b>2</b>	<b>Rappels théoriques</b>	<b>17</b>
2.1	Rappels sur la supraconductivité . . . . .	17
2.1.1	Propriétés des matériaux à l'état supraconducteur . . . . .	17
2.1.2	Description théorique . . . . .	17
2.2	Effet tunnel et effet Josephson dans la jonction Supraconducteur- Isolant-Supraconducteur . . . . .	20
2.2.1	Courant de quasiparticules . . . . .	21
2.2.2	Courant de paires . . . . .	22
2.3	Le détecteur JSET . . . . .	26
2.3.1	Principe physique du détecteur . . . . .	26
2.3.2	Temps de vie caractéristiques . . . . .	30
<b>3</b>	<b>Procédé de fabrication des JSET</b>	<b>37</b>
3.1	Choix des matériaux . . . . .	37
3.1.1	Choix de l'absorbeur . . . . .	37
3.1.2	Choix de la barrière . . . . .	39
3.2	Réalisation d'une jonction Nb/Al-AlO <sub>x</sub> -Al/Nb . . . . .	40
3.2.1	Principe de la pulvérisation cathodique . . . . .	40
3.2.2	Choix et préparation des substrats . . . . .	41
3.2.3	Dépôt de la multicouche . . . . .	42
3.2.4	L'oxydation de la barrière . . . . .	44
3.2.5	Procédé d'élaboration . . . . .	45
3.2.6	Autres dépôts . . . . .	52

3.3	Synthèse . . . . .	55
<b>4</b>	<b>Étude de l'absorbeur et de la jonction</b>	<b>59</b>
4.1	Étude de l'absorbeur . . . . .	59
4.1.1	Analyse structurale des absorbeurs en niobium et tantale	60
4.1.2	Caractérisation électrique de l'absorbeur par des me- sures de résistance en fonction de la température . . .	71
4.2	Caractérisation électrique et magnétique des jonctions . . . .	76
4.2.1	Mesures à 4,2 K . . . . .	76
4.2.2	Mesures à 200 mK . . . . .	81
4.2.3	Évaluation de l'énergie de gap du niobium utilisé dans les expériences de détection de photons . . . . .	83
4.3	Synthèse . . . . .	83
<b>5</b>	<b>Résultats sur la détection de photons à l'aide d'une JSET à base de niobium</b>	<b>87</b>
5.1	Description de l'expérience . . . . .	87
5.1.1	Le cryostat . . . . .	88
5.1.2	La partie optique . . . . .	89
5.1.3	L'électronique d'acquisition . . . . .	90
5.2	Réponse d'une JSET à absorbeur en niobium à un rayonne- ment X de 5,89 keV . . . . .	91
5.3	Comptage de photons dans l'infrarouge proche ( $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$ ) à l'aide d'une JSET à absorbeur en niobium . . . . .	97
5.4	Synthèse et perspectives . . . . .	102
<b>6</b>	<b>Conclusion</b>	<b>107</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>117</b>

# INTRODUCTION

# Chapitre 1

## Introduction

### 1.1 Intérêt des Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel

Les avancées scientifiques sont souvent dues à l'amélioration des dispositifs de mesure. Depuis que la spectroscopie a fait son apparition au XIX<sup>e</sup> siècle, il est possible d'analyser la composition et les propriétés des corps célestes. Afin de scruter le ciel toujours plus loin et d'étudier tout le spectre électromagnétique de l'Univers, la recherche de nouvelles techniques de détection de particules et de photons individuels s'est accrue ces dernières années. La plupart de ces nouveaux détecteurs fonctionnent à très basse température, repoussant ainsi les limites de sensibilité.

L'utilisation de Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel (JSET) a été introduite la première fois en 1982 par Kurakado [1]. Il observe alors que le faible gap d'un supraconducteur ( $\sim 1$  meV) permet d'envisager une résolution en énergie bien supérieure à celle des détecteurs semiconducteurs ( $\sim 1$  eV), à condition que la température de fonctionnement soit adaptée à ce faible gap. Les avantages du détecteur JSET sont sa capacité à combiner en mode comptage de photons, une bonne résolution en énergie ( $E/\Delta E > 1000$  à 6 keV), une bonne efficacité quantique ( $> 90$  % de l'ultraviolet à l'infrarouge proche), un bon taux de comptage ( $\sim 10$  kHz) et ce, pour un domaine spectral très large (des rayons gamma à l'infrarouge proche) [2], [3]. De plus, cette technologie pourrait permettre la réalisation de détecteurs bi-dimensionnels de taille relativement grande.

### 1.1.1 Applications en astronomie

L'exceptionnelle coexistence de qualités habituellement antagonistes avec les divers détecteurs classiques de l'astronomie, qu'ils soient de type Dispositifs à Transfert de Charges, photodiodes à avalanche ou tubes amplificateurs, etc..., fournit des perspectives tout à fait remarquables pour un certain nombre d'applications astronomiques utilisant cette nouvelle technologie. Nous donnons ici quelques idées directrices des voies les plus prometteuses pour l'utilisation des détecteurs JSET.

Deux classes d'applications profiteraient principalement de ce type de détection dans le domaine visible et infrarouge proche :

- La spectro-imagerie, qui bénéficierait au premier plan de la résolution en énergie et disposerait de détecteurs "tridimensionnels" qui lui font défaut. On peut ainsi concevoir des modes spectro-imageurs qui gagneraient en rapport signal sur bruit, temps d'observation ou simplification opto-mécanique par rapport à tout montage actuel.
- Toute technique observationnelle requérant une grande résolution temporelle sans perte de rendement quantique ni de rapport signal sur bruit, et en tout premier lieu, la haute résolution angulaire: l'exploration d'un système de franges (interférométrie) ou d'un ensemble de sous-pupilles (senseurs de front d'onde en optique adaptative) ont un besoin critique de récepteurs offrant un rendement quantique excellent sur un champ éventuellement grand.

De même, la capacité des détecteurs JSET à compter les photons à une fréquence de plus de 10 kHz et avec une très bonne résolution en énergie, les rend très attractifs pour une utilisation dans le domaine des rayons X. Les rayons X sont principalement émis par les plasmas de température supérieure à  $\sim 10^6$  K qui se trouvent, par exemple, dans les couronne stellaires, les restes de supernova, les disques d'accrétion dans les systèmes binaires compacts ou les noyaux galactiques actifs. Du spectre en énergie de ces sources de rayons X, on peut déterminer les propriétés physiques et dynamiques d'objets astrophysiques comme la température et la densité des électrons du plasma ou la distribution de vitesses de la masse des objets [77], [5].

### 1.1.2 État de l'art

Deux principaux types de détecteurs offrent les meilleures résolutions en énergie dans la bande 0,3-15 keV : le détecteur JSET et le bolomètre supraconducteur TES (Transition Edge Sensor). La résolution en énergie du premier est, comme nous le verrons au chapitre suivant, limitée par les



fluctuations statistiques du nombre d'excitations, alors que la résolution en énergie du détecteur TES est intrinsèquement limitée par les fluctuations statistiques de la température du matériau absorbant.

Le bolomètre TES consiste en un absorbeur généralement métallique avec une capacité calorifique propre  $C$ , thermiquement couplé par une conductivité  $G$  à un réservoir de chaleur à température  $T$  (typiquement 0,1 K), et un thermomètre pour mesurer l'élévation de température lors de l'absorption d'un rayonnement. Le thermomètre est un matériau supraconducteur qui fonctionne à une température proche de sa transition critique, transitant du stade de supraconducteur au stade normal pour une variation de température de seulement quelques mK. Le taux de comptage est limité par la constante de temps thermique  $\tau = \frac{C}{G}$ . Les performances atteintes par les deux types de détecteurs mono-pixel (JSET et TES) sont résumées dans les tableaux 1.1 et 1.2.

Table 1.1 – *Comparaison des performances entre les détecteurs JSET et TES aux longueurs d'onde visible-IR proche.*

	$E$ (eV)	$\Delta E$ (eV)	Efficacité quantique	Taux de comptage (kHz)
JSET (Ta/Al) [6]	2	0,15	70 %	10
JSET (Ta/Al) [5]	1,24	0,1	70 %	8
TES (W) [8]	0,3 - 3	0,15	10 % - 50 %	2,6

Table 1.2 – *Comparaison des performances entre les détecteurs JSET et TES à 5,9 keV.*

	$E/\Delta E$ théorique	$E/\Delta E$ expérimental	Efficacité quantique	Taux de comptage (kHz)
JSET (Nb/Al) [41], [4]	$\sim 1500$	207	6 %	10
JSET (Ta/Al) [10]	$\sim 2000$	460	28 %	-
TES (Mo/Cu) [11]	4600	1300	63 %	0,08

Les performances actuelles des JSET et des TES sont très prometteuses pour leur intégration dans les futurs détecteurs à comptage de photon. La très bonne résolution en énergie des bolomètres TES dans la gamme des rayons X provient du fait que leur résolution en énergie théorique ne dépend pas de l'énergie du photon. Cependant, leur taux de comptage reste beaucoup plus faible que celui des détecteurs JSET. De plus, il n'existe pas pour le moment de réseaux de TES même si des travaux sont en cours [7], [8].

L'ESTEC a développé l'unique prototype de camera JSET (caméra S-Cam) dans le monde à base d'une mosaïque de  $6 \times 6$  jonctions de structure Ta/Al (voir figure 1.1).

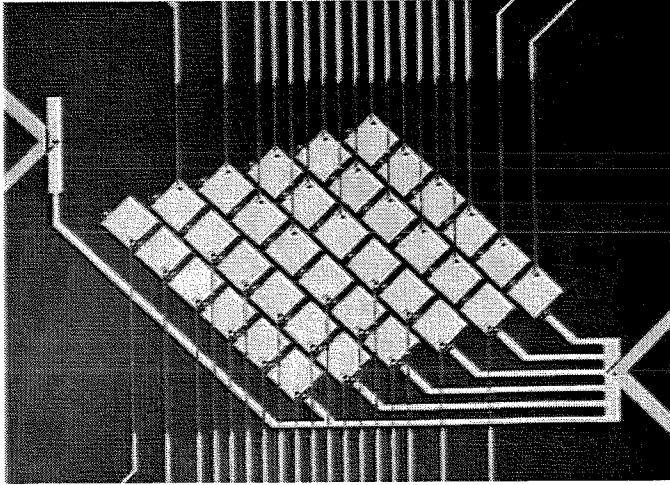


Figure 1.1 – Détecteur  $6 \times 6$  pixels à base de jonctions en tantale utilisé par la caméra S-Cam [9].

Dans ce concept d'instrument, il y a un préamplificateur (et un fil de sortie du cryostat) par pixel, soit 36 sorties en parallèle. La rapidité de lecture de la mosaïque est donc très grande (5000 images par seconde). La sensibilité de l'instrument a été limitée à la bande 350-700 nm, essentiellement pour couper les photons dans l'infrarouge qui saturent très vite le détecteur. Une

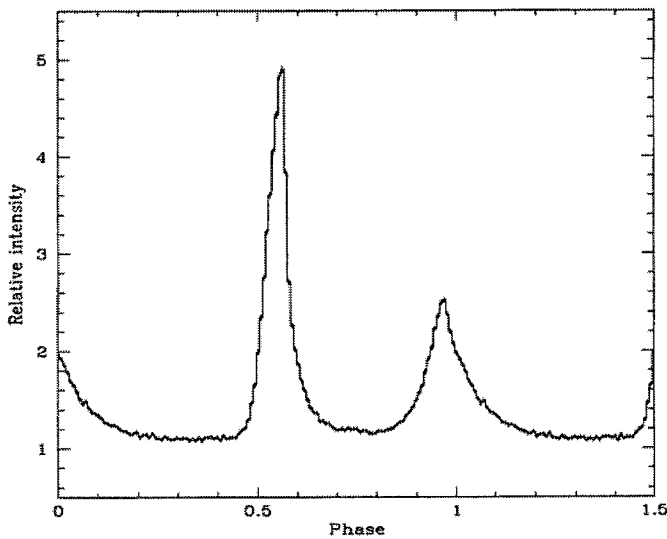


Figure 1.2 – Spectre du Crabe (pulsar) produit par la caméra S-Cam en février 1999 en 50 minutes d'observation, l'acquisition des différentes bandes spectrales étant simultanée [9].

fenêtre de cryostat et des filtres froids sont utilisés pour couper le domaine IR. Le pouvoir de résolution en longueur d'onde ( $\lambda/\Delta\lambda$ ) varie de 7 (à 350 nm) jusqu'à 3.5 (à 700 nm) [9]. Cette caméra S-Cam a obtenu ses premiers résultats astronomiques en février 1999 sur le ciel au télescope William Herschel (WHT) aux Iles Canaries (voir référence [9]). La figure 1.2 montre le spectre obtenu alors que le télescope était pointé sur le pulsar du Crabe. Toutes les bandes spectrales sont mesurées simultanément.

## 1.2 Objectifs et contexte scientifique

Le travail de recherche de cette thèse s'inscrit dans le cadre de l'étude de "la faisabilité d'un détecteur JSET pour son intégration dans un instrument pour l'astronomie au sol", débutée en 1996 par le Laboratoire d'Astrophysique de l'Observatoire de Grenoble (LAOG) en collaboration avec d'autres laboratoires Grenoblois. Les objectifs scientifiques du LAOG visent les applications pour la spectro-imagerie (essentiellement en visible) et pour l'optique adaptative (comptage de photons pour la détection en infrarouge non-thermique à grand champ). Les deux laboratoires avec lesquels le LAOG collabore sont :

- le Centre de Recherche sur les Très Basses Températures du CNRS (CRTBT), en particulier avec Alain Benoit, qui a apporté son expertise sur la cryogénie à très basse température et a mis à disposition un cryostat à dilution capable de descendre jusqu'à 100 mK en moins de 12h. Le CRTBT a, de plus, conçu la chaîne d'amplification à faible bruit.
- le groupe de Jean-Claude Villégier du Laboratoire de Cryophysique (LCP) du CEA-Grenoble, qui développe les applications électroniques des supraconducteurs. J'ai pu bénéficier des moyens du groupe pour réaliser et étudier les JSET ainsi que les couches minces supraconductrices qui composent les jonctions.

C'est un an après le début de cette collaboration que j'ai débuté ma thèse. Basé principalement au CEA Grenoble, j'ai été co-encadré durant ma thèse par Philippe Feautrier du LAOG et Jean-Claude Villégier au CEA Grenoble, mon directeur de thèse habilité étant Alain Castets.

Le chapitre 2 de ce document commence par un bref rappel sur la supraconductivité et les jonctions Supraconducteur-Isolant-Supraconducteur (SIS) avant une description du détecteur JSET et son principe physique. Le chapitre 3 détaille entièrement la fabrication des JSET. Le chapitre 4 traite,

quant à lui, de la caractérisation et de l'optimisation des matériaux absorbeurs en niobium et tantale ainsi que des jonctions fabriquées. Le chapitre 5 est consacré aux résultats préliminaires obtenus sur la détection de photons X de 5,9 keV et de photons de 1,59 eV (infrarouge proche) à l'aide d'une jonction Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb.

# RAPPELS THÉORIQUES

# Chapitre 2

## Rappels théoriques

### 2.1 Rappels sur la supraconductivité

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

#### 2.1.1 Propriétés des matériaux à l'état supraconducteur

Lorsque la résistivité d'un matériau chute brutalement à zéro en dessous d'une *température critique*  $T_C$ , d'un *champ magnétique critique*  $H_C$  et d'un *courant critique*  $I_C$ , on dit que le matériau est supraconducteur. Il se comporte alors comme un matériau diamagnétique parfait : le champ magnétique extérieur est exclu du supraconducteur et ne pénètre plus qu'à la surface du matériau ; il décroît exponentiellement depuis la surface sur une longueur  $\lambda_L$  (appelée longueur caractéristique de London) où circulent les supercourants : c'est l'effet Meissner [12].

$$B(x) = B(0) \exp \frac{-x}{\lambda_L} \quad \text{avec} \quad \lambda_L = \sqrt{\frac{m^*}{\mu_0 n_s e^2}} \quad (2.1)$$

où  $m^*$  est la masse effective de l'électron et  $n_s$  est la densité d'électrons supraconducteurs.

#### 2.1.2 Description théorique

La théorie Bardeen Cooper Schrieffer (BCS) [14] décrit l'état supraconducteur fondamental à  $T = 0$  comme le résultat de la condensation des élec-



trons situés au niveau de Fermi en *paires de Cooper*. L'idée est que la "mer de Fermi" est instable s'il existe une attraction même faible entre électrons. Une paire de Cooper est formée par l'interaction attractive de deux électrons, de moments et spins opposés, via les phonons. Elle est décrite par le potentiel BCS, qui est constant et égal à  $-V$  pour des énergies inférieures à  $\hbar\omega_D$  (énergie de Debye), et égal à 0 pour des énergies supérieures à  $\hbar\omega_D$ . L'énergie  $E_S$  de l'état fondamental à  $T = 0$  est inférieure à l'énergie  $E_N$  de l'état normal et fait apparaître l'existence d'un *gap*  $\Delta$  :  $E_S - E_N = -\frac{1}{2}N(0)\Delta^2$  où  $N(0)$  est la densité d'états au niveau de Fermi.

Les excitations possibles du système sont appelées *quasiparticules* et ont une énergie  $E$  telle que :

$$E = (\Delta^2 + \varepsilon^2)^{\frac{1}{2}} \quad \text{avec} \quad \varepsilon = \frac{\hbar^2 \vec{k}^2}{2m} \quad (2.2)$$

$\varepsilon$  est l'énergie d'un électron de vecteur d'onde  $\vec{k}$  du métal normal par rapport au niveau de Fermi. Il n'y a donc pas d'énergie d'excitation inférieure à  $\Delta$  et la densité de ces excitations  $N(E)$ , représentée figure 2.1, vaut :

$$\begin{cases} N_S(E) = N(0) \operatorname{Re} \left( \frac{E}{(E^2 - \Delta^2)^{1/2}} \right) & \text{si } E > \Delta \\ N_S(E) = 0 & \text{si } E < \Delta \end{cases} \quad (2.3)$$

La distance sur laquelle les deux électrons de la paire de Cooper interagissent est appelée *longueur de cohérence* :  $\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta(0)}$ .  $v_F$  est la vitesse de Fermi et  $\Delta(0)$ , dit *gap BCS*, est l'énergie de gap à température nulle. Pour un supraconducteur à *couplage faible*,  $\Delta(0) = 1,76 k_B T_C$  où  $k_B$  est la constante

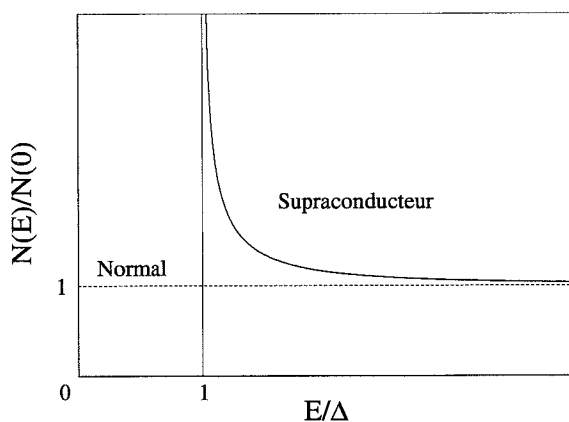


Figure 2.1 - Densité d'états excités dans un supraconducteur de gap  $\Delta$ .

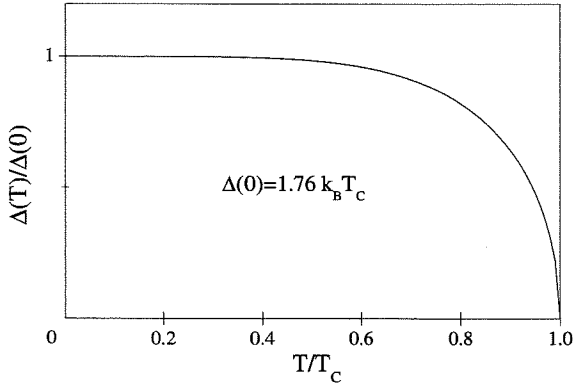


Figure 2.2 – Variation de l'énergie de gap d'un supraconducteur à couplage faible en fonction de la température.

de Boltzman. La variation de l'énergie de gap d'un supraconducteur en fonction de la température  $\Delta(T)$ , dans un cas plus général, est indiquée sur la figure 2.2 et peut être approximée par [13] :

$$\Delta(T) \simeq \begin{cases} \Delta(0) - e^{-\Delta(0)/k_B T} \sqrt{2\pi\Delta(0)k_B T} & \text{pour } T \ll T_C \\ 1.74 \Delta(0) \sqrt{1 - T/T_C} & \text{pour } T \approx T_C \end{cases} \quad (2.4)$$

De manière macroscopique, et pour une température  $T$  voisine de  $T_C$ , la théorie de Ginsburg et Landau [15] décrit l'état supraconducteur à l'aide du paramètre d'ordre :  $\psi(r) = |\psi(r)| \exp(i\phi(r))$  où  $\phi(r)$  est la phase de la fonction d'onde au point  $r$ . Les équations de Ginsburg-Landau permettent de montrer qu'une perturbation de cette fonction d'onde s'étale sur une longueur caractéristique  $\xi$  de la forme :

$$\xi = \frac{\Phi_0}{2\sqrt{2}\pi H_C \lambda} \quad (2.5)$$

où  $\Phi_0 = h/2e = 2 \times 10^{-15}$  Wb est le quantum de flux, et  $\lambda$ , la profondeur de pénétration du champ magnétique qui dépend de  $\lambda_L$ . Cette longueur de cohérence ( $\xi$ ) permet aussi de distinguer deux types de supraconducteurs. En effet, un matériau à l'état supraconducteur aura un comportement différent s'il est :

**de Type I** ( $\xi > \frac{\lambda}{\sqrt{2}}$ ) : la supraconductivité est alors détruite pour une valeur de champ supérieure à  $H_c$ .

**de Type II** ( $\xi < \frac{\lambda}{\sqrt{2}}$ ) : où l'on observe deux valeurs caractéristiques du champ :  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$ . En dessous de  $H_{C1}$ , on a l'état Meissner classique et, lorsque  $H$  est compris entre  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$ , des quanta de flux pénètrent dans l'échantillon sous forme de *vortex*; on dit alors que le matériau est dans l'état mixte.

**Pour  $T$  voisin de  $T_C$  :** et en utilisant les résultats BCS, on détermine des valeurs approchées de  $\xi(T)$  et  $\lambda(T)$  en fonction de  $\xi_0$ ,  $\lambda_L$  et de  $l$  (le libre parcours moyen électronique à l'état normal) :

– Cas limite propre :

$$\xi(T) \simeq 0,74 \frac{\xi_0}{\left(1 - \frac{T}{T_C}\right)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.6)$$

$$\lambda(T) \simeq 0,71 \lambda_L \left(1 - \frac{T}{T_C}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.7)$$

– Cas limite sale ( $l \ll \xi$ ) :

$$\xi(T) \simeq 0,85 \frac{\sqrt{\xi_0 l}}{\left(1 - \frac{T}{T_C}\right)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.8)$$

$$\lambda(T) \simeq 0,64 \lambda_L \sqrt{\frac{\xi_0}{l}} \left(1 - \frac{T}{T_C}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

**Pour  $T \ll T_C$  :** nous utilisons les expressions suivantes de la longueur de cohérence dans le film supraconducteur :

– Cas limite propre :

$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{l} \quad (2.10)$$

– Cas limite sale ( $l \ll \xi$ ) :

$$\xi(T) = \sqrt{\frac{\hbar D}{k_B T_C}} \quad \text{où } D \sim \frac{1}{3} \sqrt{\frac{T}{T_C}} v_f l \quad \text{est la constante de diffusion [16].} \quad (2.11)$$

## 2.2 Effet tunnel et effet Josephson dans la jonction Supraconducteur-Isolant-Supraconducteur

Une jonction Supraconducteur-Isolant-Supraconducteur (SIS) est composée de deux électrodes supraconductrices séparées par un isolant.

On parle d'effet tunnel quand des particules franchissent de façon quantique une barrière de potentiel. Dans le cas des jonctions SIS, l'isolant doit être suffisamment fin (5 à 30 Å) pour qu'il y ait un passage tunnel de quasiparticules ou de paires d'un supraconducteur à l'autre. Dans ce cas, les phases des fonctions d'onde des deux supraconducteurs sont corrélées et ne peuvent varier indépendamment l'une de l'autre [17].

### 2.2.1 Courant de quasiparticules

On peut modéliser simplement le transport du courant d'un métal à l'autre à travers une barrière tunnel par un modèle de semiconducteur. On représente classiquement le métal normal par une distribution continue d'états d'énergie de particules indépendantes (fermions), de densité  $N_N(0)$ . A  $T = 0K$ , tous les niveaux en dessous de l'énergie de Fermi sont remplis, et à  $T > 0K$ , la distribution des électrons est régie par la fonction de Fermi-Dirac.

Lorsque l'on applique une tension  $V$  aux bornes de la jonction, les énergies se décalent de  $eV$ , et le courant tunnel allant du métal de gauche au métal de droite s'écrit :

$$I_{g \rightarrow d} = \frac{2\pi}{\hbar} \int_{-\infty}^{+\infty} |T|^2 N_g(E) f_g(E) N_d(E + eV) [1 - f_d(E + eV)] dE \quad (2.12)$$

où  $f(E) = \left(1 + e^{\frac{E}{k_B T}}\right)^{-1}$  est la fonction de Fermi-Dirac (en prenant l'origine des énergies au niveau de Fermi),  $|T|$ , l'élément de matrice de couplage tunnel entre les états d'égale énergie et donc  $|T|^2$  la probabilité tunnel, et les quantités  $N_g f$  et  $N_d(1 - f)$ , donnent respectivement le nombre d'états occupés à gauche et le nombre d'états disponibles à droite. En soustrayant le courant qui traverse la jonction dans l'autre sens et en faisant l'hypothèse que  $|T|$  est indépendant de  $E$ , le courant total s'écrit ( $I = I_{g \rightarrow d} - I_{d \rightarrow g}$ ) :

$$I = \frac{2\pi}{\hbar} |T|^2 \int_{-\infty}^{+\infty} N_g(E) N_d(E + eV) [f_g(E) - f_d(E + eV)] dE \quad (2.13)$$

Dans le cas de deux métaux normaux, les densités d'états des électrodes sont considérées constantes et égales à la densité d'état au niveau de Fermi, et l'expression 2.13 devient :

$$\begin{aligned} I_{NN} &= \frac{2\pi}{\hbar} |T|^2 N_N(0)^2 eV \\ &= G_N V \end{aligned} \quad (2.14)$$

La jonction a donc un comportement ohmique avec une conductance normale  $G_N = R_N^{-1}$ .

Dans l'état supraconducteur  $S$ , lorsqu'une paire de Cooper, située près du niveau de Fermi, est brisée par un apport d'énergie supérieur à deux fois

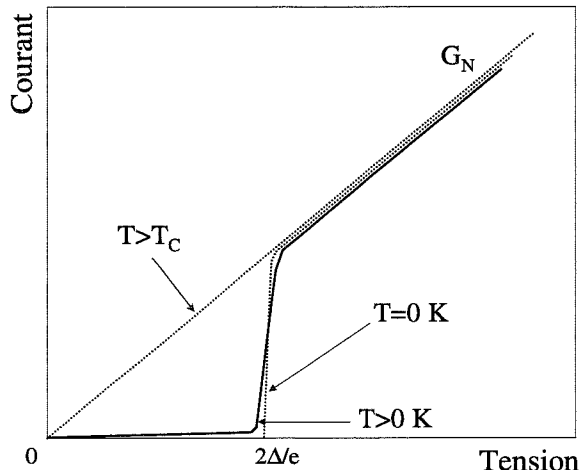


Figure 2.3 – Caractéristique  $I(V)$  du courant de quasiparticules à  $T=0$  K,  $T>0$  K et  $T>T_C$  d'une jonction SIS dont le gap de chaque supraconducteur est supposé identique (en pointillés). Courbe  $I(V)$  réelle à  $T>0$  K (en trait plein).

la valeur du gap, elle se transforme en deux quasiparticules. Ces quasiparticules peuvent alors traverser la barrière par effet tunnel. Dans le cas où les deux électrodes sont supraconductrices et ont des énergies de gap  $\Delta_1$  et  $\Delta_2$  (jonction  $S_1IS_2$ ), 2.13 s'exprime à l'aide de 2.3 :

$$I_{SS} = \frac{G_N}{e} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{|E|}{[E^2 - \Delta_1^2]^{1/2}} \frac{|E + eV|}{[(E + eV)^2 - \Delta_2^2]^{1/2}} [f(E) - f(E + eV)] dE \quad (2.15)$$

Cette intégrale doit être résolue numériquement; cependant, on remarque que l'intégrale diverge pour  $|E| < |\Delta_1|$  et  $|E + eV| < |\Delta_2|$ . Le graphe 2.3 montre l'allure qualitative de la courbe courant-tension d'une jonction SIS. À  $T = 0$  K, aucun courant ne passe tant que  $eV < \Delta_1 + \Delta_2$ . La densité d'états étant infinie pour  $eV = \Delta_1 + \Delta_2$ , il y a un saut discontinu du courant pour rejoindre la droite caractéristique de la conductance à l'état normal. À  $T > 0$  K, les paires de Cooper sont soumises à l'agitation thermique et donnent lieu à un courant de quasiparticules résiduel, appelé *courant de fuite*. C'est la partie de la courbe  $I(V)$  réelle, située en dessous du gap, sur la figure 2.3.

### 2.2.2 Courant de paires

Les paires de Cooper peuvent aussi être transférées par effet tunnel. Le courant de paires appelé *courant Josephson* peut être traité comme un système à deux niveaux, chacune des deux électrodes étant décrite par les fonctions d'onde suivantes :

$$\begin{cases} \psi_1 = \rho_1^{1/2} e^{j\varphi_1} \\ \psi_2 = \rho_2^{1/2} e^{j\varphi_2} \end{cases}$$

où  $\rho_1 = |\psi_1|^2$  et  $\rho_2 = |\psi_2|^2$  sont les densités de paires de Cooper de chacune des deux électrodes et  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  les phases des fonctions d'onde correspondantes. A partir des équations de Josephson (résultant de l'application de l'équation de Schrödinger au système), on détermine la densité de courant de paires qui traverse la jonction :

$$J = J_C \sin \varphi \quad (2.16)$$

avec  $J_C$  la densité de courant critique et  $\varphi$  la différence de phase des fonctions d'onde de part et d'autre de la barrière. La variation de  $\varphi$  en fonction du temps dépend de la différence de potentiel  $V$  appliquée à la jonction :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = \frac{4\pi eV}{h} \quad (2.17)$$

À tension nulle, la différence de phase est constante dans le temps et ne dépend que de  $J$  : tant que  $J < J_C$  : c'est l'*effet Josephson continu*.

Quand on applique une tension constante  $V = V_0$  aux bornes de la jonction, le courant Josephson oscille :

$$J(t) = J_C \sin \left( \frac{4\pi eV_0}{h} t + \varphi_0 \right) = \sin(\omega_0 t + \varphi_0) \quad (2.18)$$

où  $\omega_0$ , la pulsation Josephson, est telle que  $\omega_0/V_0 = 2\pi/\Phi_0 = 483.6$  MHz/ $\mu V$ . C'est l'*effet Josephson alternatif*.

L'électrodynamique de la jonction Josephson est décrite par l'équation de phase de Sine-Gordon 2.19 [17]. Cette équation tient compte du champ magnétique à l'intérieur de la jonction (champ extérieur plus champ propre), et de la densité de courant  $J = J_S + J_N$ .

$J_S = J_C \sin \phi$  est le courant de paires et  $J_N = R_N^{-1} E$  où  $\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = -\partial \vec{B} / \partial t$  est le courant de quasiparticules.

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} - \frac{1}{v^2} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} - \frac{\beta}{v^2} \frac{\partial \varphi}{\partial t} = \frac{1}{\lambda_J^2} \sin \varphi \quad (2.19)$$

avec :

- $\lambda_J = [\Phi_0 / (2\pi\mu_0 d J_C)]^{1/2}$  est la longueur de Josephson qui représente la profondeur de pénétration des courants et des champs magnétiques dans le plan de la jonction,



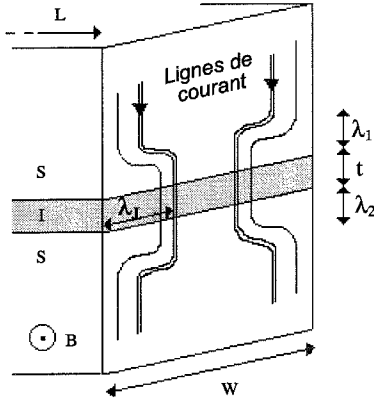


Figure 2.4 – Représentation schématique des paramètres électromagnétiques de la jonction SIS.

- $v = c(t/\epsilon_r d)^{1/2}$  est la vitesse de Swilhart [17] des ondes électromagnétiques dans la barrière d'épaisseur  $t$ ,
- $\beta = (R_{NN} C_S)^{-1}$  avec  $R_{NN}$  la résistance tunnel par unité de surface et  $C_S = \epsilon_0 \epsilon_r / t$  la capacité par unité de surface,
- et  $d = \lambda_1 + \lambda_2 + t$  la longueur de pénétration du champ magnétique dans la barrière et dans les deux électrodes supraconductrices (voir figure 2.4).

Comme l'illustre la figure de diffraction de Fraunhofer 2.5, le courant Josephson est très sensible au champ magnétique présent dans le plan de la jonction. En effet, dans le cas des jonctions courtes ( $L < 3\lambda_J$ ) et en présence d'un champ magnétique parallèle au plan de la jonction, la différence de phase obéit à l'équation :

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

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

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

$$I_C(\Phi) = I_C(0) \left| \frac{\sin\left(\pi \frac{\Phi}{\Phi_0}\right)}{\pi \frac{\Phi}{\Phi_0}} \right| \quad (2.20)$$

avec  $\Phi = BLd$  et  $I_C = J_C LW$ . Expérimentalement, la courbe  $I_C(\Phi)$  permet de déduire de deux extréma en flux successifs, la longueur caractéristique  $d = \lambda_1 + \lambda_2 + t = \Phi_0 / \Delta BL$ .

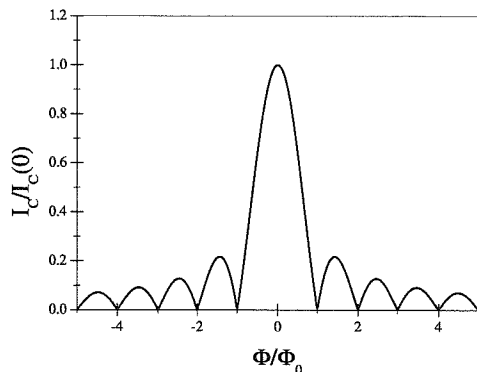


Figure 2.5 – *Figure de diffraction du courant critique en fonction du flux magnétique induit par un champ magnétique appliqué parallèlement au plan d'une jonction Josephson rectangulaire courte.*

### Résonances de Fiske

Les jonctions de longueur  $L$  finie présentant une désadaptation à ses extrémités se comporte comme une cavité résonnante. D'après l'équation de Sine-Gordon 2.19, à tension non nulle, une onde électromagnétique peut se développer dans la jonction et rentrer en résonance pour des fréquences  $\omega_n = 2\pi v \lambda_n^{-1}$ , où les  $\lambda_n = 2L/n$  sont les longueurs d'ondes des modes de résonance de la structure et  $v$ , la vitesse de phase de ces modes (vitesse de Swilhart). Ces modes de variation de phases de petites amplitudes sont alimentés par le courant Josephson battant à la fréquence  $\omega = \frac{2\pi V}{\Phi_0}$ . On parle de résonance de Fiske dans les jonctions courtes, et de résonances de vortex Josephson dans les jonctions plus longues (la phase tourne de  $2\pi$ ).

On observe donc des pics de courant aux tensions :

$$V_n = \frac{n\Phi_0 c}{2L} \sqrt{\frac{t}{\epsilon_r d}} \quad (2.21)$$

donc, en déterminant  $V_n$  et  $n$ , on peut assez facilement remonter à la capacité de la structure  $C_S = \epsilon_0 \epsilon_r / t$  [19].

## 2.3 Le détecteur JSET

### 2.3.1 Principe physique du détecteur

Les Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel (JSET) sont constituées de deux électrodes supraconductrices séparées par une barrière isolante, comme schématisé sur la figure 2.6. Le principe de la détection de photons est basé sur la conservation de l'énergie. Lorsqu'un photon est absorbé dans l'une des électrodes supraconductrices (appelé absorbeur) de la JSET, il s'ensuit un processus de création en cascade de charges impliquant des interactions électron-électron et électron-phonon. En quelques dizaines de nanosecondes, l'énergie du photon incident est convertie d'une part, en un nuage de quasiparticules hors d'équilibre d'énergie légèrement supérieure à l'énergie du gap de la structure supraconductrice, et d'autre part, en phonons d'énergie inférieure à  $2\Delta$ . Il suffit ensuite de *récolter* les quasiparticules créées. Pour ce faire, une différence de potentiel constante entre les deux électrodes supraconductrices est appliquée, permettant aux quasiparticules en excès de traverser la barrière par effet tunnel et d'être intégrées à l'aide d'un amplificateur de charge. La somme de tous les procédés tunnel donne lieu à un signal total proportionnel à l'énergie  $E$  du photon incident :

$$\frac{Q_0}{e} = N_0 = \frac{E}{\epsilon} \quad (2.22)$$

où  $Q_0$  est la charge initialement créée,  $e$ , la charge de l'électron,  $N_0$ , le nombre de charges initialement créées, et  $\epsilon$ , l'énergie minimum d'excitation (ou énergie effective requise pour générer une quasiparticule).  $\epsilon$ , calculé par simulation numérique par Kurakado [1], vaut  $1,75\Delta$  pour le niobium et le tantale [22], et non  $\Delta$  car une partie de l'énergie est convertie en phonons.

La plupart des processus qui rentrent en jeu dans la conversion de l'énergie d'un photon en quasiparticules sont schématisés sur les figures 2.7 et

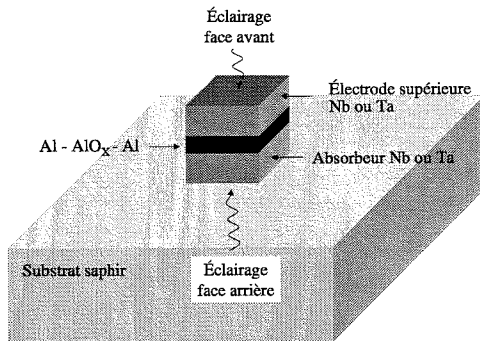


Figure 2.6 – Schéma de la Jonction Supraconductrice à Effet Tunnel (JSET) sur substrat de saphir pour permettre l'éclairage en face arrière.

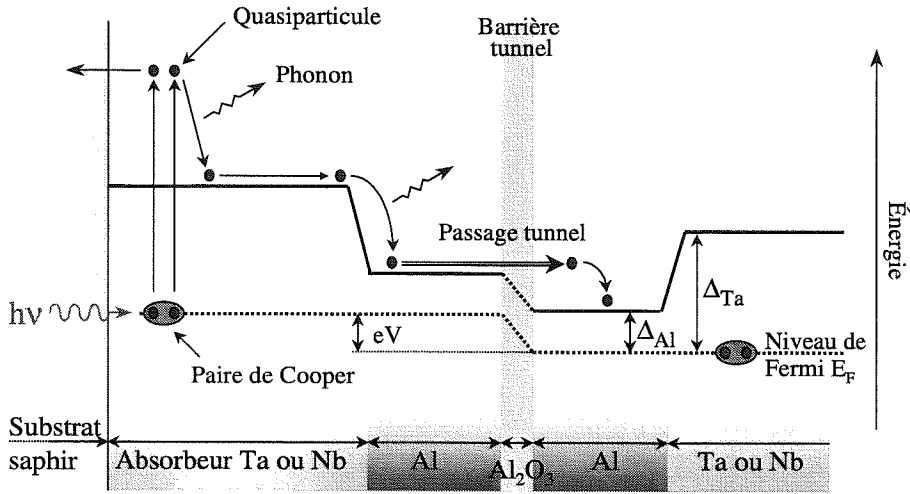


Figure 2.7 – Schéma de principe d'une JSET. L'énergie du photon incident, suite aux interactions impliquant électrons et phonons, est convertie dans l'absorbeur en  $N_0$  quasiparticules qui diffusent jusqu'à la barrière (la relaxation des quasiparticules générant des phonons capables de briser des paires de Cooper). La polarisation de la jonction ( $eV$ ) permet le passage des quasiparticules par effet tunnel.

2.8. L'énergie du photon absorbé génère deux quasiparticules par paire de Cooper brisée. Ces quasiparticules relaxent alors rapidement à des énergies plus basses, proches de  $\Delta$ . La cascade de phonons produits par ces relaxations peuvent, à leur tour, casser de nouvelles paires de Cooper, et ainsi de suite jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de phonons d'énergie supérieure à l'énergie de liaison d'une paire de Cooper ( $2\Delta$ ). Suivant l'équation 2.22, environ 400 quasiparticules par eV sont initialement créées dans un absorbeur en niobium.

Pour augmenter la probabilité tunnel des quasiparticules, Booth [28] a introduit le concept d'une couche de piégeage entre l'absorbeur et la barrière isolante. Cette couche de gap plus faible que l'absorbeur permet le confinement des quasiparticules près de la barrière, car il y a plus d'états d'énergie disponible pour les quasiparticules dans le supraconducteur au gap plus réduit. L'influence d'un supraconducteur sur un autre (ou sur un métal normal) est appelé effet de proximité [82]. Le gap de la bicouche aura une valeur comprise entre le gap de l'absorbeur et le gap de la couche de piégeage,

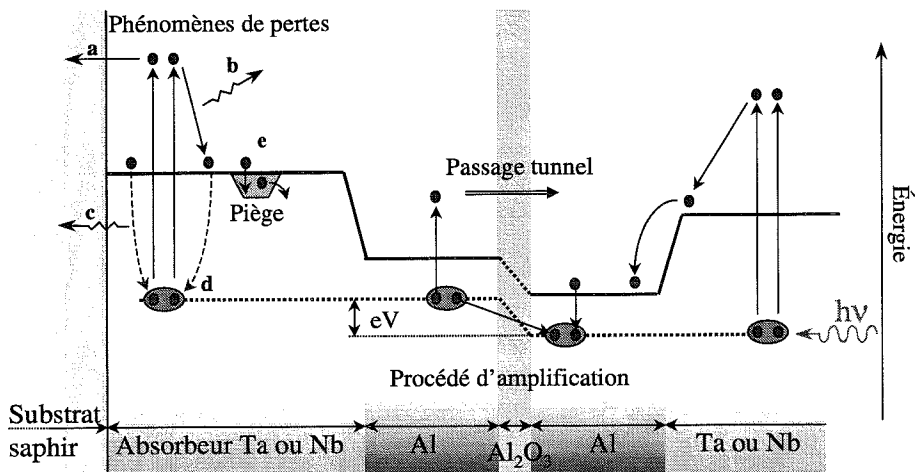


Figure 2.8 – Schéma de principe d'une JSET lorsque le photon est absorbé dans l'électrode supérieure, équivalant au procédé d'amplification de charges. Les processus de perte d'énergie sont reportés sur la partie gauche de la figure par les numéros : (a) diffusion de la quasiparticule hors du système (vers les amenées de courant); (b) phonon d'énergie  $< 2\Delta$ ; (c) phonon perdu pour le système (propagation vers le substrat); (d) deux quasiparticules se recombinent en paire de Cooper; (e) piège local à quasiparticules (région à gap réduit dû aux impuretés).

dépendante des épaisseurs de chacun et de la transparence des interfaces [29].

La diminution du temps de confinement (qui est associé à la probabilité tunnel) des quasiparticules a un effet direct sur le gain de la JSET. Cet effet peut être accentué par le *procédé d'amplification* expliqué de manière schématique au centre de la figure 2.8 : (destruction d'une quasiparticule + création d'une paire) à droite = (destruction d'une paire + création d'une quasiparticule) à gauche. Ce phénomène est rendu possible par l'intermédiaire des phonons. Si le temps de vie des quasiparticules est supérieur au temps de confinement, l'excès de quasiparticules est "recyclé" et augmente ainsi le nombre de charges qui tunnelent (donc comptabilisées).

Ce procédé a été mis en évidence par le fait que, quelle que soit l'électrode où le photon est absorbé (face avant ou arrière comme sur le schéma 2.6), le signe de l'impulsion de courant enregistrée est le même [43] : les charges traversent la barrière dans le sens déterminé par la polarisation (de gauche

à droite sur les schémas 2.7 et 2.8).

Ce procédé d'amplification est très important car il permet l'augmentation du rapport signal/bruit autorisant ainsi la détection de photons de plus basse énergie.

Le régime de fonctionnement de la JSET doit permettre le transfert des quasiparticules en excès, d'une électrode à l'autre. Pour ce faire, la JSET est polarisée à  $V < 2\Delta/e$ , le courant de paires (ou courant Josephson) est supprimé à l'aide d'un champ parallèle au plan de la jonction, et la température de fonctionnement doit être au moins cinq fois inférieure à la température critique de la couche de piégeage (afin de réduire au maximum le courant thermique).

Si la réponse des JSET à l'absorption d'un photon d'énergie  $E$  était réellement linéaire en énergie, la mesure de  $E$  serait simplement limitée par les fluctuations statistiques *poissonniennes* du nombre de quasiparticules créées ( $N_0$ ):  $\Delta N_0 \propto \sqrt{N_0}$ . On s'attendrait donc à une résolution en énergie (qui correspond à la mesure de la largeur à mi-hauteur de la raie du spectre) de [40]:

$$\Delta E = 2,355\sqrt{F\epsilon E} \quad (2.23)$$

où  $F$ , le facteur de Fano, tient compte des corrélations entre quasiparticules dans le mécanisme de production de celles-ci lors de la photoabsorption (il vaut 0,22 pour le niobium et le tantale [1]).

Si l'on tient compte en plus du procédé d'amplification ("multiple tunneling" en anglais), on considère alors que les quasiparticules tunnelent en moyenne  $\langle n \rangle$  fois, et il faut donc rajouter à l'expression 2.23 le terme dû aux fluctuations statistiques sur ce nombre  $\langle n \rangle$  [42]:

$$\Delta E = 2,355 \sqrt{\epsilon E (F + 1 + 1/\langle n \rangle)} \quad (2.24)$$

Cependant, la population de quasiparticules est, en plus du transfert tunnel de quasiparticules d'un côté à l'autre de la barrière, sujette à des processus physiques additionnels qui peuvent dépendre de l'énergie, entraînant une forte non linéarité de la réponse des STJ [21], [38]. Ces processus, décrits sur le schéma 2.8, résultent en une modification de la population de quasiparticules de départ  $N_0$ . Le plus souvent, ce sont des phénomènes de pertes, causés par la diffusion de quasiparticules vers les amenées de courant (a), la recombinaison de quasiparticules en paires (d), ainsi que par le piégeage de quasiparticules dans des puits de potentiels locaux (e). Ces pièges locaux sont dus aux impuretés, et sont souvent situés aux interfaces des différentes couches et sur le périmètre de la jonction. On verra au chapitre 2 que l'on peut limiter le phénomène de diffusion des quasiparticules hors de la jonction.

### 2.3.2 Temps de vie caractéristiques

La forme des impulsions de courant, suite à l'absorption d'un photon, est corrélée aux divers temps de vie caractéristiques impliqués dans le processus de détection. Les deux principaux temps caractéristiques que nous comparerons dans le chapitre 5 sont le temps de confinement  $\tau_c$  des quasiparticules dans le piège et le temps de recombinaison des quasiparticules en excès en paires de Cooper  $\tau_{rec}$ . Ces temps dépendent de l'énergie de gap effective de la bicouche  $\Delta(x)$ . L'obtention de  $\Delta(x)$  (le paramètre d'ordre) requiert l'utilisation d'un modèle tenant compte de l'effet de proximité entre les deux couches. Le modèle de Golubov [29],[35], basé sur les travaux de McMillan [25], utilise les équations d'Usadel [26] pour décrire  $\Delta(x)$  dans le cas limite sale.

Deux autres temps de vie caractéristiques importants sont d'abord brièvement décrits.

#### Temps de diffusion des quasiparticules dans les électrodes

Le temps de diffusion des quasiparticules est très important car, comme l'a montré Kurakado [1], le nombre de charges détectées dépend fortement du libre parcours moyen électronique dans l'absorbeur. Les défauts du film sont, en effet, autant de centres de recombinaison et de pièges à quasiparticules. Le libre parcours moyen électronique  $l$  est relié au coefficient de diffusion  $D$  par l'équation 2.11. Ce temps intervient effectivement dans le cas où l'épaisseur des électrodes est grande devant le libre parcours moyen des quasiparticules.

#### Temps de relaxation

Après avoir diffusé dans l'électrode jusqu'à l'interface absorbeur-couche de piégeage, les quasiparticules relaxent dans la couche d'aluminium de gap réduit en émettant un phonon. Ce temps de diffusion inélastique  $\tau_e$  détermine en grande partie la distribution d'énergie des quasiparticules avant qu'elles ne tunnelent. Une formule approchée dans le cas où le piège est supraconducteur est donnée par [27] :

$$\tau_e \sim \tau_0 \left( \frac{\Delta_a}{\Delta_p} \right)^{-3} \quad (2.25)$$

où  $\tau_0$  est une constante dépendant du matériau et calculée par Kaplan [32] pour différents matériaux (0,15 ns pour le niobium, 1,8 ns pour le tantale et 100 ns pour l'aluminium).  $\Delta_a$  et  $\Delta_p$  correspondent, respectivement, aux gaps de l'absorbeur et de la couche de piégeage.

## Temps de confinement des quasiparticules

Lorsqu'une quasiparticule tunnèle, elle est comptabilisée comme une charge par le détecteur (dispositif JSET + électronique). Il s'avère donc très intéressant de calculer le temps tunnel  $\tau_c$  (ou temps de confinement des quasiparticules) afin d'évaluer le courant tunnel total. La probabilité que toutes les charges tunnèlent de l'électrode de gauche à celle de droite en un temps  $\tau_c$  est donnée par :

$$\frac{1}{\tau_c} = \frac{I_{g \rightarrow d}}{2eN_g} \quad (2.26)$$

Avec  $N_g$ , le nombre total de quasiparticules dans l'électrode de gauche et  $I_{g \rightarrow d}$  le courant tunnel de gauche à droite. Le facteur 2 vient du fait que la moitié des quasiparticules sont des trous<sup>1</sup> et ne tunnèlent pas (à condition que  $eV < k_B T$ ).

En considérant le courant de fuite négligeable ( $N_g = N_0$ ), en ne tenant pas compte des effets de proximité et en supposant que l'énergie des quasiparticules avant le passage tunnel est  $\Delta$ , et que l'énergie après est  $\Delta + eV_b$  où  $V_b$  est la tension de polarisation, le temps de confinement est donné à l'aide de l'expression 2.15 par [27] :

$$\tau_c = 4e^2 N(0) R_N V_{ol} \frac{\sqrt{(\Delta + V_b)^2 - \Delta^2}}{\Delta + V_b} \quad (2.27)$$

où  $R_N$  est la résistance normale de la jonction,  $V_{ol}$  est le volume de l'électrode de la couche de piégeage et  $N(0)$  est la densité d'états au niveau de Fermi par direction de spin, par  $eV$  et par unité de volume de la couche de piégeage où sont confinés les électrons.

## Temps de recombinaison

L'équilibre entre quasiparticules et phonons d'énergie supérieure à  $2\Delta$  est gouverné par deux processus : la recombinaison de deux quasiparticules avec émission d'un phonon d'énergie  $> 2\Delta$ , et le cassage d'une paire de Cooper par absorption d'un phonon d'énergie  $> 2\Delta$ . Le temps associé à ce dernier processus  $\tau_{pb}$  étant le plus court de tous les temps caractéristiques (il varie de 4 ps à 0,2 ns suivant le matériau [32]), la perte d'un phonon peut être considérée comme la perte de deux quasiparticules [33]. Le taux de recombinaison  $\tau_{rec}^{-1}$  des quasiparticules en excès en paires de Cooper, à basse

1. Dans un supraconducteur, les quasiparticules sont soit des *électrons* si  $k > k_f$ , soit des *trous* si  $k < k_f$ .



température, s'écrit [37] :

$$\frac{1}{\tau_{rec}} = \frac{R^*}{V_{ol}}(N_0 + 2N_{th}) \quad (2.28)$$

avec

$$N_{th} = N(0)\sqrt{8\pi\Delta k_B T} e^{-\frac{\Delta}{k_B T}} \quad (2.29)$$

le nombre de quasiparticules thermiquement excitées, et  $R^* = R \left(1 + \frac{\tau_{pl}}{\tau_{pb}}\right)^{-1}$  le coefficient effectif de recombinaison.  $R = \left(\frac{2\Delta}{k_B T_C}\right)^3 (4N(0)\Delta\tau_0)^{-1}$  représente le taux de recombinaison par unité de densité de quasiparticules,  $\tau_{es} = \frac{4d}{T_{ph} v_{ph}}$  est le temps que met le phonon pour s'échapper du film d'épaisseur  $d$  ( $T_{ph}$  est le facteur de transmission du phonon à l'interface et  $v_{ph}$ , la vitesse du son dans le film).  $\tau_{pl}$  est de l'ordre de la nanoseconde dans les matériaux considérés ici [39].

### Évaluation du courant total

Tous les mécanismes et les temps caractéristiques associés décrits aux paragraphes précédents rentrent en jeu dans l'évaluation du nombre de quasiparticules effectivement détectées. L'évolution dans le temps de la population de quasiparticules dans l'électrode de gauche ( $N_g$ ) et l'électrode de droite ( $N_d$ ) de la JSET est donnée par les équations de Rothwarf-Taylor [34], [38] :

$$\begin{cases} \frac{dN_g}{dt} = -(\tau_{c,g}^{-1} + \tau_{qp,g}^{-1})N_g + \tau_{c,d}^{-1}N_d \\ \frac{dN_d}{dt} = -(\tau_{c,d}^{-1} + \tau_{qp,d}^{-1})N_d + \tau_{c,g}^{-1}N_g \end{cases} \quad (2.30)$$

avec  $\tau_{c,g(d)}$ , le temps de confinement dans l'électrode de gauche (droite) et  $\tau_{qp,g(d)}$ , le temps de vie des quasiparticules dans l'électrode de gauche (droite).  $\tau_{qp,g(d)}$  prend en compte tous les temps caractéristiques liés à la perte de quasiparticules. Il y a les pertes *directes*, comme la diffusion des quasiparticules hors de l'électrode, le piégeage dans des régions à gap réduit et la recombinaison  $\tau_{rec}$ . Il y a aussi les pertes de quasiparticules de manière *indirectes*, comme la perte de phonons directement hors du système  $\tau_{pl}$  et la perte de phonons due au procédé d'amplification pour l'électrode de droite.

En tenant compte du fait que les équations de Rothwarf-Taylor sont couplées à cause du procédé d'amplification, le courant tunnel correspondant  $I_t(t)$  est donné par :

$$\frac{I_t(t)}{e} = \frac{N_g(t)}{\tau_{c,g}} + \frac{N_d(t)}{\tau_{c,d}} \quad (2.31)$$

Et le nombre de charges expérimentalement observé en sortie de la JSET en fonction du temps d'intégration ( $Q(t)$ ) vaut :

$$Q(t) = \int_0^t I(t') dt' \quad (2.32)$$

Compte tenu des conditions initiales juste après l'absorption d'un photon  $N_g(0) = N_0$  et  $N_d(0) = 0$ , les équations 2.30 peuvent être résolues analytiquement. Le résultat du nombre de charges qui ont tunnelées est, ici, considéré pour deux cas limites [31] :

**Cas**  $\tau_{qp,d} \ll \tau_{qp,g}, \tau_{c,g}, \tau_{c,d}$  : Le temps de vie des quasiparticules dans l'électrode supérieure est considéré ici très petit :

$$\frac{Q(t)}{Q_0} = \frac{\tau_r}{\tau_{c,g}} \left( 1 + \frac{\tau_{qp,d}}{\tau_{c,d}} \right) \left( 1 - e^{-\frac{t}{\tau_r}} \right) \quad (2.33)$$

avec  $Q_0 = eN_0$ , et  $\tau_r^{-1} = \tau_{c,g}^{-1} \left( 1 - \frac{\tau_{qp,d}}{\tau_{c,d}} \right) + \tau_{qp,g}^{-1}$  qui est l'inverse du *temps de montée* (temps de réponse du détecteur). Si seul le temps de vie de quasiparticules dans l'absorbeur est pris en compte, soit  $\tau_{qp,d} = 0$ , l'expression de la charge totale collectée ( $t = \infty$ ) et le temps de montée se réduisent à :

$$\begin{cases} Q(t) = Q_0 \frac{\tau_{qp,g}}{\tau_{c,g} + \tau_{qp,g}} \\ \tau_r^{-1} = \tau_{c,g}^{-1} + \tau_{qp,g}^{-1} \end{cases} \quad (2.34)$$

**Cas**  $\tau_{c,g} = \tau_{c,d} = \tau_c$  et  $\tau_{qp,g} = \tau_{qp,d} = \tau_{qp}$  : C'est le cas d'une jonction complètement symétrique :

$$\begin{cases} \frac{Q(t)}{Q_0} = \frac{\tau_{qp}}{\tau_c} \left( 1 - e^{-\frac{t}{\tau_r}} \right) \\ \tau_r = \tau_{qp} \end{cases} \quad (2.35)$$

En conclusion, pour augmenter la réponse du détecteur ( $\int Q(t) dt$ ), il faut soit augmenter le temps de vie des quasiparticules  $\tau_{qp}$ , soit diminuer le temps de confinement  $\tau_c$  de celles-ci.

En pratique, comme nous le verrons au chapitre 5, nous assimilerons le temps de montée de la réponse du détecteur  $\tau_r$  (mesuré expérimentalement) au temps de vie des quasiparticules, que nous comparerons au temps de recombinaison des quasiparticules  $\tau_{rec}$ . En effet, bien que tous les temps de vie caractéristiques associés aux divers processus physiques de piégeage

et dépiégeage de quasiparticules, émission et absorption de phonons, etc..., interviennent dans l'évolution du courant depuis la création des  $N_0$  quasiparticules initiales jusqu'à la réponse finale du détecteur,  $\tau_{qp}$  est principalement limité par le temps de recombinaison des quasiparticules [21], [77].

D'autre part, dans l'hypothèse d'une jonction symétrique, le rapport du temps de vie des quasiparticules sur le temps de confinement permet d'évaluer  $\langle n \rangle$  et rend compte de l'efficacité du détecteur.

PROCÉDÉ DE FABRICATION DES  
JSET

# Chapitre 3

## Procédé de fabrication des JSET

Après une discussion sur le choix des matériaux, ce chapitre est entièrement consacré au procédé de fabrication des JSET.

### 3.1 Choix des matériaux

#### 3.1.1 Choix de l'absorbeur

Comme indiqué dans le chapitre précédent, à température suffisamment basse ( $< 0,2 T_c$ ), le nombre initial de quasiparticules créées ( $N_0$ ) dans le matériau absorbeur est directement proportionnel à l'énergie du photon incident ( $E$ ) et inversement proportionnel à l'énergie moyenne nécessaire pour créer une quasiparticule ( $\epsilon$ ) dans ce matériau supraconducteur de gap  $\Delta$  (équation 2.22). Si l'on retranscrit les équations 2.22 et 2.24 en terme de longueur d'onde, on obtient les expressions approchées de  $N_0$  et  $\delta\lambda$ :

$$N_0(\lambda) \simeq \frac{710}{\lambda\Delta} \quad (3.1)$$

$$\delta\lambda \simeq 2.8 \times 10^{-3} \sqrt{\lambda^3 \Delta (F + 1 + 1/\langle n \rangle)} \quad (3.2)$$

où  $\lambda$  est exprimé en nm,  $\epsilon \simeq 1,75 \Delta$  avec  $\Delta$  exprimé en eV,  $F = 0,22$  pour le niobium et le tantale et  $\langle n \rangle$ , le nombre effectif de procédés tunnels par quasiparticule.

Comme le nombre de quasiparticules créées est inversement proportionnel au gap  $\Delta$  de l'absorbeur, afin d'avoir un signal suffisant pour détecter des longueurs d'onde jusqu'au proche infrarouge, on aura intérêt à utiliser des

Table 3.1 – Comparaison du nombre de quasiparticules créées ( $N_0$ ) pour différents matériaux supraconducteurs et à deux longueurs d'ondes différentes (UV et IR proche).

Matériau	$T_C$ (K)	$\Delta(0)$ (meV)	Nombre de qp $N_0$	
			$\lambda = 121nm$	$\lambda = 2\mu m$
Niobium	9,2	1,55	$4 \times 10^3$	250
Tantale	4,48	0,664	$8 \times 10^3$	500
Aluminium	1,17	0,172	$3 \times 10^4$	$2 \times 10^3$
Molybdène	0,915	0,14	$4 \times 10^4$	$2,5 \times 10^3$
Hafnium	0,13	0,02	$3 \times 10^5$	$1,8 \times 10^4$

matériaux absorbeurs d'énergie de gap la plus réduite possible. Par exemple, le nombre initial de quasiparticules créées ( $N_0$ ) par l'absorption d'un photon  $\lambda = 2 \mu m$  dans du niobium est de 250, alors qu'il est de 500 dans du tantale et de  $1,8 \times 10^4$  dans du hafnium (voir tableau 3.1).

D'autre part, d'après la formule 3.2, la résolution en longueur d'onde varie comme  $\lambda^{\frac{3}{2}}$  et  $\sqrt{\Delta}$ . La sensibilité théorique du détecteur diminue donc en allant vers les plus grandes longueurs d'onde. De plus, le bruit de l'électronique étant de l'ordre de quelques centaines d'électrons, on se rend bien compte qu'il devient très difficile de détecter dans le visible avec un absorbeur niobium; la résolution spectrale serait trop mauvaise et le signal peut même être noyé dans le bruit. La figure 3.1 résume les prédictions théoriques en terme de résolution spectrale pour quelques métaux de transition. La résolution spectrale est le rapport  $\lambda/\delta\lambda$ .

D'après la figure 3.1, il est évident que, pour le comptage de photons dans le visible jusqu'à l'infrarouge proche, les matériaux comme l'hafnium, le molybdène ou l'aluminium sont de bien meilleurs candidats que le tantale ou le niobium pour constituer l'absorbeur de la puce détectrice. Mais leur température de fonctionnement est aussi beaucoup plus basse et n'est pas compatible avec le cryostat que nous utilisons (nous sommes limités à des températures d'environ 200 mK). C'est pourquoi notre choix s'est porté sur un absorbeur en tantale et une couche de piégeage en aluminium. Cependant, afin de valider la technologie, nous avons choisi de débiter la fabrication et l'étude des jonctions avec un absorbeur en niobium. En effet, beaucoup plus de travaux ont été effectués sur le matériau niobium, particulièrement en ce qui concerne son épitaxie.

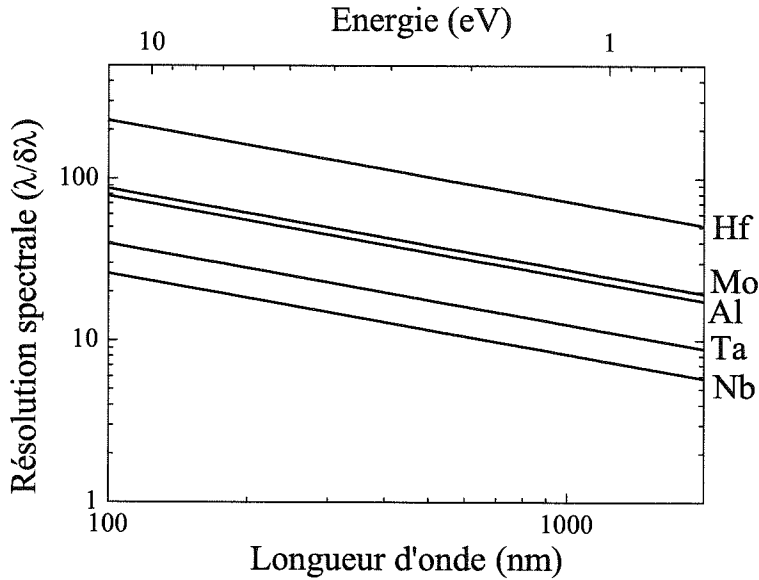


Figure 3.1 – Prédiction de la résolution spectrale limite (dans le cas où  $\langle n \rangle \rightarrow \infty$ ) en fonction de la longueur d'onde pour différents matériaux supraconducteurs pour des longueurs d'onde allant de l'ultraviolet à l'infrarouge proche. Les courbes sont tirées de l'équation 3.2.

### 3.1.2 Choix de la barrière

La barrière tunnel est un élément très important de la jonction et très délicat à réaliser. Une barrière bien homogène est essentielle pour limiter les fuites de courant non désirables produites par le passage des quasiparticules à travers les défauts (ou les trous) de celle-ci.

Le choix d'une barrière en alumine est évident pour quatre raisons :

- L'alumine ou oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) est un isolant avec une permittivité  $\epsilon$  de l'ordre de 10 autorisant une épaisseur d'oxyde suffisamment importante (environ 15 Å) pour atteindre les densités de courant souhaitées ( $>100 \text{ A/cm}^2$ ). Dans la recherche de jonctions à plus forte densité de courant, une barrière parfaitement homogène d'épaisseur inférieure à 10 Å est plus délicate à réaliser.
- L'oxyde d'aluminium est stable dans le temps et ne se détériore pas non plus lorsqu'il subit des cycles en température (de 100 mK à 430 K).
- L'opération d'oxydation thermique du film d'alumine en atmosphère d'oxygène gazeux est plus simple que le dépôt d'un matériau isolant,

qui est difficile à réaliser de façon uniforme à l'échelle de l'angström.

- Les barrières en alumine sont depuis longtemps utilisées, par exemple pour développer la logique Josephson, et une expertise de l'oxyde thermique existait déjà au laboratoire (thèse de M-C. Cyrille [52]).

## 3.2 Réalisation d'une jonction Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb

L'élaboration de la puce détectrice consiste en une succession d'étapes effectuées en salle blanche (classe 10000) utilisant des technologies de type microélectronique : dépôt par pulvérisation cathodique magnétron DC ou RF de couches minces sur un substrat, définition des motifs par photolithographie à partir de masques optiques et gravures.

### 3.2.1 Principe de la pulvérisation cathodique

L'empilement de couches minces (ou multicouche) est réalisé in situ<sup>1</sup> par pulvérisation cathodique dans le groupe de dépôt *Alcatel SCM 600*. Ce groupe permet de pulvériser quatre matériaux-cibles de diamètre 100 ou 150 cm soit en mode DC magnétron soit en mode RF magnétron.

Le principe de la pulvérisation cathodique DC (voir figure 3.2) consiste en un bombardement d'ions  $Ar^+$  sur la cible. Les atomes d'argon sont d'abord ionisés par le champ électrique existant entre le porte-substrat (anode) et la cible (cathode), puis les atomes à la surface de la cible sont arrachés par l'effet physique du bombardement et se condensent ensuite sur le substrat. On utilise des cathodes magnétron pour augmenter la vitesse de dépôt : le champ magnétique créé parallèlement à la cible confine les électrons secondaires issus des chocs ions-cible près de celle-ci.

La pulvérisation radiofréquence (13,56 MHz) permet le dépôt de matériaux isolants qui ne pourraient pas être déposés par pulvérisation DC : l'alternance de polarité de la cible attire à tour de rôle les électrons et les ions positifs, lesquels, comme dans le cas d'une alimentation continue, pulvérisent les matériaux de la cible. Le substrat n'est pas pulvérisé car la différence de mobilité entre électrons et ions à l'intérieur du plasma conduit à la formation d'une autopolarisation négative sur la cible [58]. Dans notre cas, l'alimentation RF nous sert surtout à décaper le substrat pour, par exemple, éliminer une couche d'oxyde sur un film métallique.

---

1. Cela signifie que le dépôt de toutes les couches s'effectue sans briser le vide, gage d'une qualité de barrière élevée.



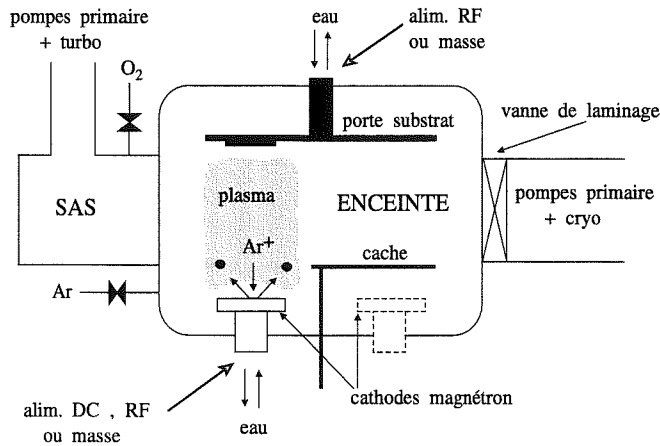


Figure 3.2 – Schéma de principe du groupe de pulvérisation cathodique Alcatel SCM 600.

Ce groupe, équipé d'un sas qui isole la chambre de traitement, permet d'atteindre un vide limite de l'ordre de  $8 \times 10^{-6}$  Pa grâce à une pompe de type cryogénique (qui pompe efficacement les vapeurs d'eau). Le porte-substrat tournant comporte deux postes refroidis par eau et un poste muni d'une résistance chauffante permettant d'élever la température du substrat jusqu'à  $800^{\circ}\text{C}$ .

### 3.2.2 Choix et préparation des substrats

Nous avons utilisé deux types de substrat : des substrats de silicium thermiquement oxydés en surface, de diamètre 3 pouces et d'épaisseur  $380 \mu\text{m}$ , pour la fabrication des jonctions avec absorbeur niobium polycristallin; et des substrats saphir ( $R - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) 3 pouces, d'orientation  $[1\bar{1}02]$  et d'épaisseur  $430 \mu\text{m}$ , dont une face est polie pour l'épitaxie du niobium et du tantale. Quelque soit le substrat utilisé, la procédure de nettoyage est la même :

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

Le substrat est alors introduit tel quel dans le sas du groupe de pulvérisation cathodique puis transféré dans la chambre de traitement.

### 3.2.3 Dépôt de la multicouche

La multicouche Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb ou Ta/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Ta est en fait la partie jonction de la puce détectrice; elle est composée de l'absorbeur, des deux couches de piégeage en aluminium avec au milieu la barrière d'oxyde, et la couche supérieure qui sera en contact avec la contre-électrode.

Les paramètres importants influant sur la qualité du dépôt sont la vitesse de dépôt (ou taux de déposition) et le vide limite. Il faut cependant tenir compte de la pureté du gaz inerte et du matériau de la cible.

Les cibles niobium et tantale utilisées sont spécifiées pures à 99,997 %, celle d'aluminium à 99,95 %. La pureté du gaz argon est de 99,995 %.

Le vide limite ou pression résiduelle est un paramètre de dépôt sur lequel on peut agir de manière restreinte, en ce sens où il sature aux alentours des  $8 \times 10^{-6}$  Pa. Cependant, le vide résiduel durant le dépôt est plus élevé car la vanne de pompage est étranglée (laminage). Comme les impuretés présentes dans l'enceinte de traitement lors du dépôt polluent inmanquablement le film, nous effectuerons toujours les dépôts avec la pression résiduelle la plus basse possible.

La vitesse de dépôt dépend de paramètres ajustables tels que le débit de gaz inerte introduit, la puissance envoyée sur la cible, la température du substrat et la distance cible-substrat. Cependant, tous ces paramètres sont interdépendants et influent mutuellement sur la qualité du film.

- La figure 3.3, d'après *Imamura et al.* [45], illustre la relation qui existe entre les contraintes présentes dans un film de niobium et la pression de dépôt (qui est liée au débit d'argon introduit). Les contraintes qui dépendent aussi de la température de surface du substrat ont intérêt à être minimisées : en cas de forte contrainte en compression, le film se décolle du substrat, et en cas de forte contrainte en tension, le film rompt et "pèle". Les pressions partielles ont été étudiées lors d'études précédentes : après le dépôt du film sur un très mince substrat de silicium, la courbure (convexe ou concave) de celui-ci permet d'en déduire la contrainte (tension ou compression) du film. Les pressions d'argon optimales déduites se situent autour de 1,8 Pa pour les films de niobium et tantale, et 1,7 Pa pour les films d'aluminium.
- La puissance envoyée sur la cible par l'intermédiaire d'un courant de cathode régit en grande partie la vitesse du dépôt mais influe aussi sur la température du substrat. La puissance est réglée différemment pour chaque couche mince de l'hétérostructure. En effet, certaines

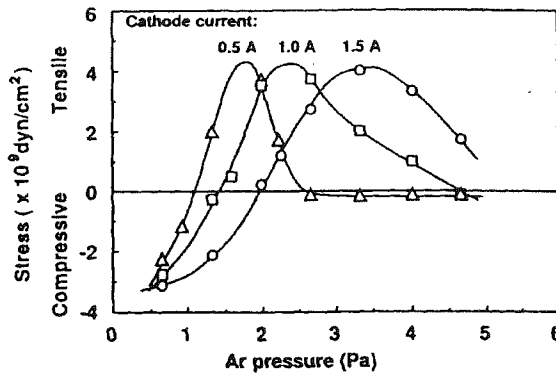


Figure 3.3 – Comportement des contraintes dans un film de niobium en fonction de la pression d'argon pour trois courants de polarisation de cathode différents [45].

couches comme l'absorbeur doivent être déposées assez<sup>2</sup> rapidement pour contenir le moins d'impuretés possible. Les films très minces doivent pouvoir être déposés de manière reproductible, c'est-à-dire avec une vitesse de dépôt moindre, par conséquent avec une puissance plus faible. D'autres films encore, comme la contre-électrode, sont déposés à puissance réduite pour éviter l'échauffement du substrat au-dessus de 200 °C, qui nuirait à la barrière.

La température du substrat joue un rôle important sur la croissance du film et la taille des grains. Certains films, comme les films de niobium ou tantale, croissent mieux lorsqu'ils sont déposés avec une température du substrat élevée [47]; alors que d'autres, comme les films d'aluminium, présentent une plus faible rugosité de surface lorsque la température du substrat est basse [46].

La distance cible-échantillon peut varier dans notre groupe de 6 à 9 cm.

En se servant des résultats publiés dans la littérature [45],[48],[49],[51],[52],[53], nous avons effectué une campagne de tests pour optimiser les conditions de dépôt de chaque couche mince. L'étude de l'absorbeur (dont les conditions de dépôt suivant le type d'absorbeur) est détaillée dans le chapitre suivant. Les couches de niobium (ou tantale) et aluminium que composent la multicouche sont déposées in situ rapidement les unes à la suite des autres pour avoir les meilleures interfaces possibles entre chaque couche. Dans le cas où la première couche (absorbeur) est déposée à chaud (la température du substrat peut atteindre 650° C), il faut attendre que la température du substrat se stabilise à la température ambiante (environ 6 heures) avant de déposer la

2. Un film de bonne qualité cristalline nécessite un lent dépôt des espèces sur le substrat.

couche de piégeage d'aluminium. Celle-ci est déposée à froid (le substrat est refroidi par une circulation d'eau à 10 °C) avec une vitesse de dépôt élevée. Le temps d'attente entre les deux dépôts est suffisamment long pour permettre la formation d'un oxyde sur l'absorbeur ; il faut l'enlever par un décapage RF avant de déposer l'aluminium. En effet, les jonctions, dont l'absorbeur n'a fait l'objet d'aucun décapage, présentent une structure de gap supplémentaire à partir d'une certaine valeur de courant injecté dans la jonction. Les paramètres de dépôt sont résumés dans le tableau 3.2. Tous les dépôts sont précédés d'un dépôt sur le cache (appelé *prédépôt*), d'une durée de cinq minutes, pendant lesquelles se fait la montée en puissance.

Table 3.2 – Conditions et paramètres de dépôt typiques pour la fabrication des multicouches.

Structure	Niobium		Tantale		Aluminium
	poly-cristallin	épitaxié	poly-cristallin	épitaxié	polycristallin
Substrat	SiO <sub>2</sub> ou Al	R-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al	R-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nb ou Ta
Température substrat	25°C	650°C	25°C	625°C	25°C
Vide limite (Pa)	$8 \times 10^{-6}$	$1 \times 10^{-4}$	$8 \times 10^{-6}$	$1 \times 10^{-4}$	$1 \times 10^{-4}$
Pression partielle d'Ar (Pa)	1,8	1,8	1,8	1,8	1,7
Puissance (W/cm <sup>2</sup> )	9,2	10,6	10,4	10,4	11,4
Distance cible-substrat (mm)	80	80	80	80	80
Vitesse de dépôt (nm/s)	4	4,5	5,5	5,5	6

### 3.2.4 L'oxydation de la barrière

La barrière tunnel est élaborée en oxydant légèrement la partie supérieure de la couche de piégeage en aluminium. Afin d'obtenir une barrière homogène et d'épaisseur contrôlable, il convient d'introduire de l'oxygène pur en quantité suffisante ( $> 0,5$  mbar), soit en statique dans une enceinte isolée, soit en dynamique, où le débit est contrôlé par l'intermédiaire d'une pompe adaptée au refoulement de l'oxygène. Dans notre cas, l'oxydation superficielle de la couche d'aluminium se fait en statique dans le sas, car la pompe primaire de l'enceinte ne supporte pas des pressions trop élevées d'oxygène.

La mesure de la densité de courant en fonction du produit de la pression

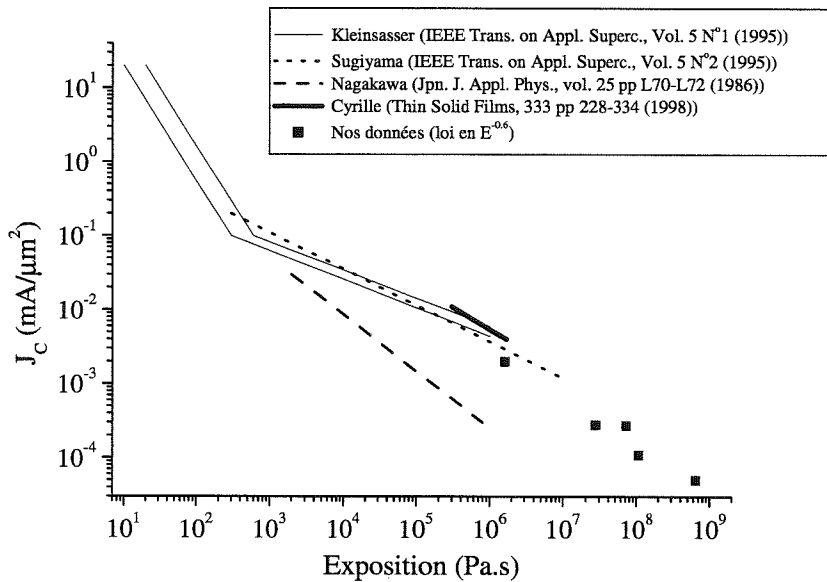


Figure 3.4 – Graphe comparatif, représentant l'exposition (produit du temps et de la pression d'oxydation) en fonction de la densité de courant critique.

d'oxydation et du temps d'oxydation donne une idée de la qualité de la barrière. Nous avons effectué plusieurs types d'oxydation, soit en variant le temps, soit en variant la pression d'oxygène. Les résultats sont montrés sur la figure 3.4 et sont comparés aux résultats obtenus par d'autres groupes pour le même type de jonctions. Notons en particulier les résultats obtenus par M-C. Cyrille dans un autre équipement de dépôt de la salle blanche du CEA. La méthode de mesure des densités de courant critique est expliquée au chapitre suivant.

### 3.2.5 Procédé d'élaboration

Lorsque la multicouche est déposée, les divers procédés de gravure et dépôt successifs, pour définir les puces détectrices et autres motifs, peuvent commencer. Pour ce faire, nous utilisons les techniques microélectroniques classiques, comme la lithographie à partir de masques optiques.

### Masques utilisés

Le jeu de 5 masques dessinés par Frédéric Battin [65] permet la réalisation de 64 puces par plaquettes. Les masques ont été modifiés au cours de ce travail pour des problèmes de dimension et de mesures à basse température. Les masques lithographiques sont composés de motifs en chrome déposés sur des substrats carrés 4 pouces en quartz et optimisés pour la réalisation de plaquettes 3 pouces.

**Puces Jonction :** la taille des jonctions varie de  $10 \times 10$  à  $50 \times 50 \mu m^2$ , la surface de l'absorbeur peut varier du simple au double de la surface de la jonction, la largeur des pistes de niobium (amenées de courant) ainsi que la surface des contacts varient également de 2 à  $10 \mu m$  pour chaque type de jonction. Ces puces Jonction permettent l'étude de l'influence des paramètres géométriques de la jonction sur la physique (détection) de la jonction.

**Puces Détecteur :** comportant chacune 16 jonctions de différentes tailles et de formes soit carrées soit losanges.

**Puces Techno :** comportent des motifs de test de lithographie (croix d'alignement et tests visuels), des motifs de mesures d'épaisseur, des ponts en matériau absorbeur pour mesurer leur résistivité, des capacités de  $200 \times 200$  et  $400 \times 400 \mu m^2$ , ainsi que deux puces "laser" pour les arrêts de gravure.

**Puces Matrice :** qui consistent en  $2 \times 2$  ou  $3 \times 3$  jonctions carrées de  $20 \times 20 \mu m^2$  indépendantes les unes des autres ou ayant le même absorbeur, plus des jonctions (4 ou 10) en série.

Tout n'a, bien entendu, pas pu être étudié au cours de ce travail, en particulier en ce qui concerne les matrices.

### Procédé SNEP modifié

Les jonctions sont réalisées à partir d'une variante du procédé SNEP (Selective Niobium Etching Process) [59], [60]. Pour l'utilisation du procédé SNEP traditionnel, il suffit de trois niveaux de masque. Pour le procédé SNEP modifié, le deuxième masque est remplacé par deux masques : quatre étapes de lithographie sont donc nécessaires à la réalisation des jonctions. Le cinquième niveau, qui est celui de la métallisation Ti/Au, est facultatif. Le procédé de fabrication comportant les quatre niveaux de masque est représenté sur la figure 3.5.

Après le dépôt de la multicouche Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb ou Ta/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Ta, le premier masque (a) définit l'absorbeur, l'électrode de base et la

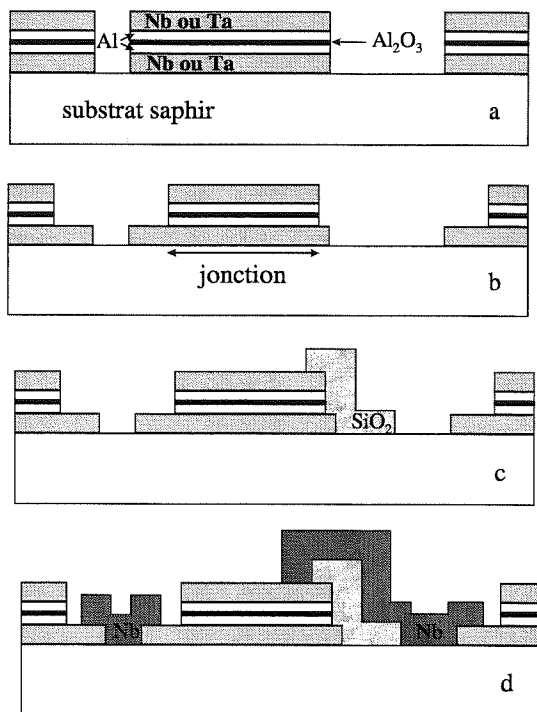


Figure 3.5 - Les quatre niveaux de masque pour la réalisation des jonctions Josephson sont: (a) la gravure de la multicouche pour définir les motifs (jonctions et électrodes), (b) gravure de la partie supérieure de la multicouche jusqu'à l'absorbeur pour définir la jonction, (c) dépôt du SiO<sub>2</sub> par lift-off, (d) dépôt de la contre-électrode en niobium par lift-off.

géométrie des plots de contact. La multicouche est alors gravée entièrement jusqu'au substrat. Le deuxième masque (b) définit les jonctions: seuls le niobium/tantale supérieur et la tricouche Al-AlO<sub>x</sub>-Al au-dessus de la partie absorbeur sont gravés. Une partie des électrodes de base est également gravée pour un meilleur passage de marche. Le troisième masque (c) permet le dépôt de l'isolant SiO<sub>2</sub> par lift-off (voir chapitre lithographie). Finalement, le quatrième et dernier masque (d) autorise le dépôt de la contre-électrode en niobium par lift-off. Un plot de niobium fait également le lien entre l'électrode de base et l'absorbeur pour éviter la fuite de quasiparticules vers les amenées de courant. Un cinquième masque, permettant le lift-off de titane-or sur les plots de contact, a souvent été utile pour la connexion des jonctions.

Un masque supplémentaire, se substituant aux masques (b) et (c), a été essayé (c'est le procédé SNEP traditionnel). Ce masque définit à la fois les

jonctions et les zones d'isolation car, après la gravure du tantale supérieur et de la tricouche, le  $SiO_2$  est déposé sur la résine restante. Après le retrait de résine ou lift-off, le  $SiO_2$  se retrouve autoaligné. Ce procédé évite une étape de lithographie, mais engendre fréquemment des problèmes de courts-circuits au niveau des flancs des jonctions à tel point qu'il a été abandonné [55].

L'îlot de niobium qui fait le lien entre l'absorbeur de la jonction et l'électrode de base (figure 3.5) a pour fonction de limiter la diffusion des quasiparticules hors de la jonction. En effet, dans le cas d'un absorbeur en tantale, l'énergie de gap plus élevée de l'îlot de niobium que celle du film de tantale empêche autant que possible la fuite des quasiparticules vers les amenées de courant (processus (d) de la figure 2.8). C'est un point important dans la conception des dispositifs de détection qui a été mis en évidence par l'ESTEC (voir par exemple [56], [23]) et qui est basé sur le même principe que le confinement des quasiparticules dans la couche d'aluminium proposé par Booth [28].

### La lithographie optique

La définition des motifs de taille micronique se fait par lithographie optique comme pour les techniques microélectroniques du silicium. La lithographie consiste à recouvrir les parties désirées de la plaquette par de la résine afin de graver les parties non protégées (lithographie + gravure) et/ou de déposer une couche mince (lift-off). Les deux techniques lithographie + gravure et lift-off sont complémentaires, elles sont expliquées sur le schéma 3.6.

La résine "Hoesht AZ 1512 HS", utilisée principalement lors de ce travail,

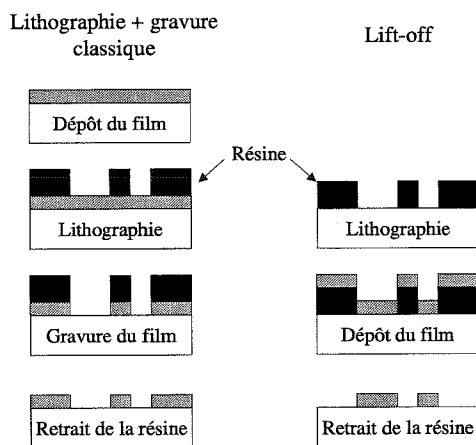


Figure 3.6 – Comparaison entre les techniques de lithographie + gravure et lift-off. La technique de lift-off requiert une étape de moins.



est une résine photosensible positive [62]. La résine est déposée sur le substrat en rotation à plusieurs milliers de tours par minute pour uniformiser la couche. L'épaisseur est contrôlée par le temps et la vitesse de rotation de la tournette. Typiquement, 50 secondes à 3500 trs/mn donnent 1,2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de résine. La résine est ensuite séchée sur une plaque chauffante pendant 1'30 à 100 °C pour la durcir et éliminer les solvants qui la composent. La couche de 1,2  $\mu\text{m}$  de résine durcie qui recouvre le substrat est insolée par un faisceau ultraviolet ( $\lambda=400\text{ nm}$ ) à travers un masque de quartz pendant 3,5 secondes. Les motifs chromés du masque protègent la résine photosensible des UV. Le positionneur à contact "Karl Suss MJB3" est également pourvu d'une chambre à vide pour coller le masque au substrat et ainsi éviter des problèmes de résolution dus à la diffraction. Les zones insolées de la résine sont dissoutes pendant 30 secondes dans une solution basique, appelée développeur ("Hoesht AZ 351B") [63], puis le substrat est immédiatement rincé à l'eau désionisée. La résine restante subit un recuit final sur plaque chauffante (1'30 à 85 °C).

Une fois la gravure et/ou le dépôt achevés, le retrait de résine s'effectue dans un bain d'acétone. Des problèmes difficiles à résoudre sont apparus lors des retraits de résine : suite aux différentes gravures physico-chimiques (voir paragraphes suivants), la résine subit des dommages. Elle se polymérise et s'accumule avec les matériaux pulvérisés sur les bords de gravure. Ces résidus de résine, pouvant atteindre des dimensions microniques, se révèlent source de courts-circuits et de mauvais passages de marche. Pour désagréger les résidus de résine, le substrat baignant dans l'acétone est plongé dans un bac à ultrasons. Si cela ne suffit pas, il faut procéder à un plasma d'oxygène et recommencer l'opération de nettoyage aux ultrasons. Il est possible de ne pas réussir à les retirer; dans ce cas, la plaque est vouée à l'échec.

#### La gravure du niobium et du tantale

La gravure du niobium et du tantale se fait par gravure ionique réactive (GIR) dans un groupe "Alcatel GIR 100", laquelle est très bien adaptée à une gravure anisotrope, précise et rapide de ces métaux de transition. La gravure GIR a l'avantage d'allier à la fois la sélectivité d'une gravure humide et la reproductibilité d'une gravure purement physique, comme le bombardement ionique. La gravure s'effectue sous atmosphère contrôlée où un plasma de gaz fluoré et d'oxygène est maintenu entre une anode (à la masse) et une cathode (porte-substrat) par un générateur RF à 13,56 MHz (voir figure 3.7). La pression des gaz SF<sub>6</sub> et O<sub>2</sub> est réglée par des débitmètres, et la pression totale par une vanne de laminage à la sortie d'une pompe à diffusion. Les

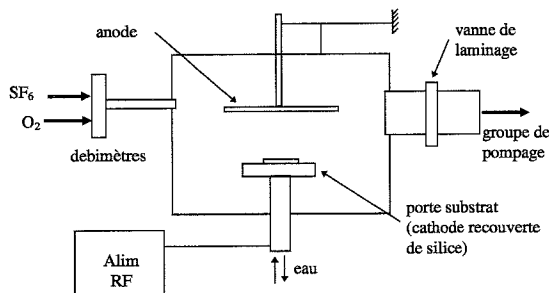


Figure 3.7 – Schéma de principe de fonctionnement du GIR (Gravure Ionique Réactive).

collisions dans le plasma produisent des électrons, des ions, des radicaux, des polymères, des atomes libres et des atomes excités  $F^*$ . Ces derniers réagissent avec les atomes du métal à graver pour former des composés volatiles (comme  $NbF_5^-$  par exemple) [61]. A cela s'ajoute l'effet physique du bombardement ionique qui aide à l'élimination des produits des réactions diverses. Ce groupe de gravure est, de plus, équipé d'une visée laser. Nous l'utilisons pour déterminer l'arrêt de la gravure : la réflectivité du laser change considérablement d'un film de Nb ou de Ta à un film d'aluminium ou au substrat. Nous travaillons à basse pression et faible puissance pour avoir une gravure efficace : nous privilégions la propriété sélective des mécanismes chimiques entre le gaz réactant  $SF_6$  et la couche à graver, plutôt que le processus physique du bombardement (où le substrat subit des dommages). En procédant ainsi, on peut réduire la vitesse d'attaque de la résine. Il est, en effet, obligatoire de conserver le maximum d'épaisseur de résine lors du deuxième niveau de masque où les 500 nm de multicouche doivent être gravés entièrement (cf tableau 3.3).

Table 3.3 – Paramètres de gravure GIR

	Débit d' $O_2$ (sccm <sup>a</sup> )	Débit de $SF_6$ (sccm)	Pression (Pa)	Puissance (W)	Vitesse de gravure ( $\text{\AA}/s$ )
Nettoyage de la chambre (10')	25	-	2,5	100	-
Gravure du Nb	4	36	1,5	30	8,3
Gravure du Ta	4	36	1,5	30	9
Gravure de la résine	4	36	1,5	30	25
Oxydation post traitement (1')	2,5	-	4	30	20

<sup>a</sup> standard  $cm^3$  minute

Les désavantages majeurs de cette technique sont l'attaque de la résine et surtout le difficile retrait des résidus de résine dégradée produits lors de la gravure. L'oxygène associé au SF<sub>6</sub> est d'ailleurs introduit dans le but de détruire ces polymères résiduels [52],[64]. En fin de gravure, un plasma d'oxygène est souvent utile pour aider le retrait de la résine dans l'acétone. Tous les paramètres de gravure sont reportés dans le tableau 3.3.

### La gravure de l'aluminium

Pour l'aluminium, nous utilisons le groupe de gravure par bombardement ionique appelé *usineur* ou *canon ionique*. Contrairement au tantale ou au niobium, l'aluminium ne se grave au GIR qu'avec des gaz chlorés. Comme le GIR n'est pas équipé pour l'utilisation de gaz chlorés (la chambre de traitement est en alumine), nous avons opté pour une gravure par bombardement ionique plutôt qu'une gravure humide. La gravure humide ( $H_3PO_4 + H_2O$ ), bien que simple et sélective, est trop isotrope. Étant données les grandes épaisseurs d'aluminium à graver, les temps de gravure sont longs et les motifs de petites tailles ont tendance à se décoller.

L'usineur, représenté sur la figure 3.8, est basé sur le principe de bombardement du matériau par des atomes lourds (Ar ou Xe). Le gaz Ar, introduit dans la chambre de décharge, est d'abord ionisé par collision avec les électrons émis par la cathode de tungstène. Les ions sont alors accélérés par une

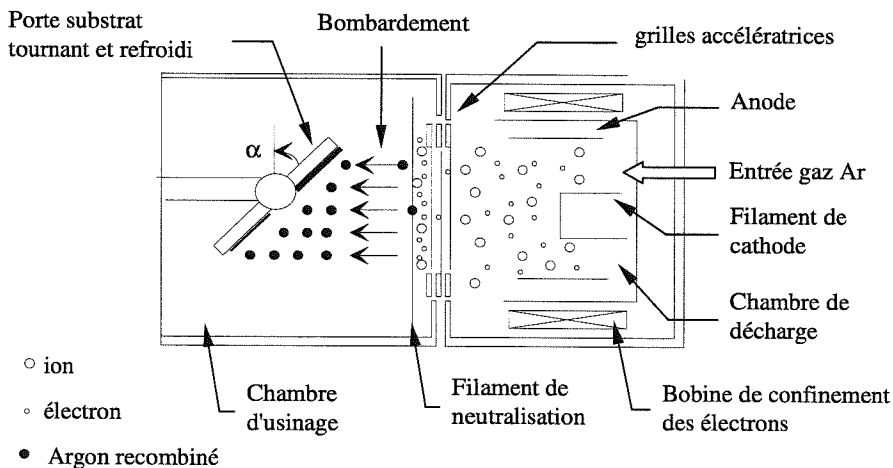


Figure 3.8 – Schéma de principe de fonctionnement de la gravure par bombardement ionique.

série de trois grilles aux potentiels modulables, puis neutralisés avant leur entrée dans la chambre d'usinage, où les atomes d'argon recombinaés percutent le substrat.

La gravure est *propre* (elle se déroule à basse pression) mais n'est pas du tout sélective. Toutes les surfaces sont gravées, aussi bien résine, substrat en saphir que film d'aluminium. La vitesse de gravure dépend de l'angle d'attaque (le porte-substrat est inclinable de 0 à 90° et tournant), de la vitesse des atomes d'argon et, bien sûr, du matériau. Les paramètres optimaux pour graver l'aluminium sans trop graver la résine et le substrat saphir, ont été déterminés après une étude systématique et sont reportés dans le tableau 3.4.

Table 3.4 – Paramètres de gravure à l'usineur

	Courant de cathode	Tension de polarisation	Pression d'argon	Angle d'attaque	Vitesse de gravure (Å/s)
Aluminium	0,4 mA/cm <sup>2</sup>	400 V	0,033 Pa	45°	4,7
Résine					3
Substrat <sup>a</sup>					1

<sup>a</sup> il s'agit du saphir, le SiO<sub>2</sub> du substrat Si/SiO<sub>2</sub> se grave à 4 Å/s

### 3.2.6 Autres dépôts

Le dépôt de la couche d'isolation et le dépôt des contacts en or se font dans le groupe de pulvérisation cathodique magnétron "ALCATEL-PUMA". Chambre de dépôt et sas (où se fait le nettoyage ionique) sont maintenus sous vide par des pompes cryogéniques. Le porte-substrat tournant permet le dépôt en rotation sans trop chauffer le substrat.

### Dépôt de l'isolant

Pour notre procédé, l'isolant est essentiel : il protège le flanc de la jonction de la contre-électrode supraconductrice (voir photographies 3.9 et 3.10). Nous avons choisi d'utiliser le SiO<sub>2</sub> comme isolant. Nous avons le choix entre le SiO<sub>2</sub> et le MgO. Ce dernier n'a pas été retenu car il se dégrade beaucoup plus vite que le SiO<sub>2</sub> lors des cycles en température. Le recouvrement de SiO<sub>2</sub> sur un des flancs de la jonction se fait par lift-off. Le SiO<sub>2</sub> est déposé par rotation, dans les conditions exposées dans le tableau 3.5. Nous déposons 350 nm d'isolant car il faut avoir une épaisseur de SiO<sub>2</sub> au moins égale à

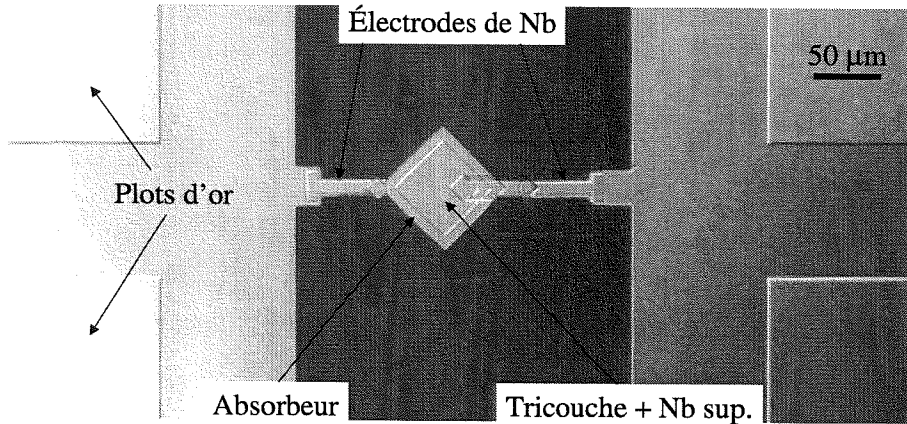


Figure 3.9 – Photographie faite au microscope optique d'une jonction carrée de surface  $2500 \mu\text{m}^2$ .

l'épaisseur de l'absorbeur (300 nm) pour éviter les problèmes de court-circuit lors des passages de marches.

### Dépôt de la contre-électrode en niobium

Le film de niobium déposé par lift-off, qui vient faire le lien entre la jonction et l'électrode supérieure, s'appelle la contre-électrode. Afin de passer la marche de SiO<sub>2</sub>, nous déposons environ 450 nm de niobium à l'aide du groupe de dépôt décrit au paragraphe 2.2.1. Pour éviter que le substrat ne s'échauffe trop pendant le dépôt, nous le fractionnons. En effet, si la température est trop élevée au niveau de l'échantillon, la résine peut être endommagée au point de ne plus être complètement soluble dans l'acétone lors du lift-off, et la barrière peut également se dégrader suite à la diffusion thermique des atomes d'oxygène. La procédure est la suivante : 11 dépôts de 10 secondes chacun étant séparés d'une période de repos (environ 1 minute) par l'intermédiaire du cache. Les paramètres sont les mêmes que ceux reportés dans le tableau 3.2 pour le niobium polycristallin. Le dépôt est précédé d'un décapage (ou nettoyage) ionique pour retirer l'oxyde formé sur le niobium supérieur de la multicouche. La photographie MEB (Microscope Electronique à Balayage) 3.10 illustre le passage de marche défectueux du niobium au dessus du SiO<sub>2</sub>.

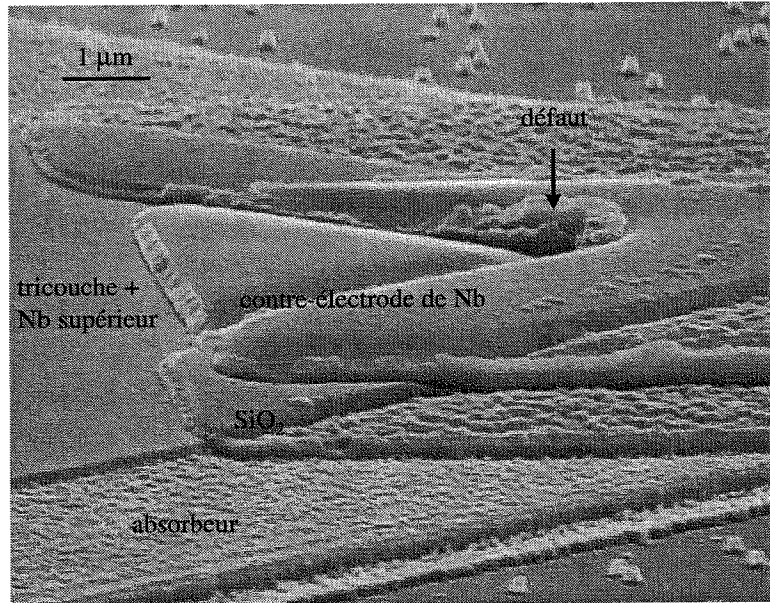


Figure 3.10 – Photographie MEB de la partie critique de la jonction : la contre-électrode de niobium passe au dessus du SiO<sub>2</sub> pour faire le contact entre le niobium supérieur de la multicouche et l'électrode supérieure. Sur cette photo, le défaut est la cassure de la contre-électrode au niveau du passage de marche.

### Dépôt des contacts en titane-or

Le lift-off du Ti-Au constitue la dernière étape du procédé de fabrication. Elle est d'ailleurs optionnelle en ce sens où les contacts électriques sur les plots de la jonction peuvent être fait avec de la laque d'argent. Cependant, les contacts fil d'or-film d'or sont tout de même plus fiables et de meilleure qualité.

Une fine couche de titane ( $\sim 10$  nm) est déposée avant les 120 nm d'or, car l'or n'adhère pas sur la surface oxydée du niobium. Le dépôt se fait en rotation, dans le même groupe de pulvérisation cathodique que celui du SiO<sub>2</sub>. Il est à noter, que pour des raisons d'économie, la cathode, où repose la cible d'or, n'est pas magnétron. Le dépôt Ti-Au est précédé d'un nettoyage ionique pour retirer la couche d'oxyde du niobium. Les paramètres sont reportés sur le tableau 3.5. Une jonction carrée ( $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ), fabriquée d'après le mode opératoire décrit dans ce chapitre, est montrée sur la photographie 3.9. La dernière étape avant la découpe de la plaque 3" est le recouvrement de la

surface de la plaque par une couche de résine photosensible dont le seul but est de protéger les jonctions.

Table 3.5 – Paramètres de dépôt par pulvérisation cathodique magnétron

	Nettoyage ionique	SiO <sub>2</sub>	Ti	Au
Gaz	Ar	Ar	Ar	Ar
Pression (Pa)	0.1	0,3	1	2
Puissance (W/cm <sup>2</sup> )	300 W	4,6	2	2
Vitesse de dépôt (Å/s)	temps = 300 s	2	2,2	1

### 3.3 Synthèse

Une grande partie de ce travail de thèse a eu lieu dans la salle blanche du LCP/CEA-Grenoble. Il a d'abord consisté en la sélection des meilleurs matériaux absorbants pouvant être épitaxiés sur saphir et compatibles avec la fabrication des puces détectrices. À partir des équipements techniques de fabrication en salle blanche disponibles et en s'aidant des informations de la littérature, nous avons ensuite développé le procédé d'élaboration des jonctions Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb. Nous avons validé chaque étape du procédé en commençant par l'optimisation des conditions de dépôt sur substrats en silicium et en saphir plan R, la lithographie et la gravure des couches de l'empilement. Nous avons pu résoudre les principaux problèmes technologiques rencontrés comme la gravure de l'aluminium (où la gravure humide initialement envisagée était un mauvais choix), les longues séquences de gravure aux 1<sup>er</sup> et 2<sup>me</sup> niveaux de masques (où la résine est fortement attaquée), et l'isolation de la barrière (où la conception de nouveaux masques n'a finalement pas servi). Nous avons obtenu des barrières en alumine homogènes et reproductibles pour des densités de courant de l'ordre de 100 A/cm<sup>2</sup>. Le procédé de fabrication a été rendu fiable et reproductible, bien que la qualité des jonctions sur toute la plaque trois pouces ne soit cependant pas identique : en plus de la non-homogénéité des épaisseurs de film, il subsiste des passages de marches défectueux sur quelques jonctions, les rendant inopérantes pour la détection. Nous avons finalement réussi à adapter le procédé de fabrication des structures Nb/Al aux structures Ta/Al avec des films de niobium et tantale épitaxiés de très bonne qualité comme en témoigne le chapitre suivant.





ÉTUDE DE L'ABSORBEUR ET DE  
LA JONCTION

## Chapitre 4

# Étude de l'absorbeur et de la jonction

### 4.1 Étude de l'absorbeur

L'absorbeur est la partie sensible du détecteur ; en effet, c'est la couche mince où les photons incidents vont être absorbés et transformés en charges (voir chapitre 2). Il faut donc qu'il ait une certaine épaisseur pour ne pas être transparent aux rayonnements (de l'ordre de la longueur d'absorption optique dans le matériau pour la longueur d'onde considérée). Pratiquement, une couche d'au moins 100 nm est nécessaire dans la gamme ultraviolet-visible. D'autre part, afin que les charges créées aient un temps de vie suffisamment long pour traverser la barrière, il faut qu'elles aient un libre parcours moyen dans l'absorbeur le plus long possible (au moins égal à la moitié de l'épaisseur de l'absorbeur). En d'autres termes, la sensibilité du détecteur dépendra grandement de la structure et des défauts cristallins du matériau absorbeur de la jonction. Pour évaluer la qualité cristalline de celui-ci, nous avons systématiquement caractérisé l'absorbeur par la méthode de diffraction de rayons X et par des mesures de transport à basse température.

La première partie de ce chapitre traite de l'étude des films, déposés en couches minces, de niobium et de tantale polycristallins. En effet, l'optimisation des paramètres de dépôt à température ambiante (films polycristallins) est une étape obligatoire avant le dépôt des films sur substrats chauffés (films épitaxiés) car ils sont réalisés dans des conditions de dépôt voisines. La deuxième partie est, quant à elle, consacrée à l'étude des films de Nb et Ta épitaxiés sur saphir plan R.

### 4.1.1 Analyse structurale des absorbeurs en niobium et tantale

Le niobium et le tantale sont des métaux de transition de caractéristiques très voisines : ce sont deux matériaux supraconducteurs réfractaires de la même colonne du tableau périodique des éléments. Les couches minces, d'épaisseurs allant de 100 nm à 1000 nm, sont déposées dans les conditions décrites au chapitre 2.

#### Substrats

Nous avons utilisé en premier lieu des substrats de silicium, d'orientation (100), sur lesquels on a fait croître un oxyde thermique d'environ 600 nm d'épaisseur afin d'isoler électriquement les couches déposées dessus. Ces substrats, étant amorphes en surface, n'ont servi qu'au début de l'étude de la croissance du niobium polycristallin. Ils ont vite été remplacés par des substrats cristallins en saphir (alumine plan R), dont le paramètre de maille s'accorde à peu près avec celui du niobium et du tantale. De plus, il convient parfaitement pour la détection de lumière visible et infrarouge proche car le saphir est transparent à ces longueurs d'onde.

#### Quelques rappels sur la caractérisation par diffraction de rayons X

L'utilisation de diffractomètres à rayons X est très utile pour caractériser la nature cristalline de couches minces : on peut déterminer les directions de croissance préférentielles ainsi que les paramètres de maille du film polycristallin, ce qui donne en principe accès aux contraintes dans le film et à la taille des cristallites.

**Spectres  $\theta - 2\theta$  :** à l'aide des spectres  $\theta - 2\theta$ , on va pouvoir déterminer s'il s'agit d'un film à croissance aléatoire ou d'un film texturé (voir figure 4.2). Par contre, on ne saura pas caractériser l'orientation ou la désorientation des cristallites dans le plan. Pour avoir une idée de l'état de surface du film, il faut utiliser d'autres méthodes.

Le principe de la mesure  $\theta - 2\theta$  à l'aide du diffractomètre de poudre est montré sur la figure 4.1. Une source de rayons X irradie l'échantillon sous un angle  $\theta$  pendant que le détecteur collecte le rayonnement diffracté à  $2\theta$ . Ainsi, toutes les familles de plans orientés parallèlement au plan du substrat sont en position de Bragg conduisant à un pic de diffraction suivant la loi :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (4.1)$$

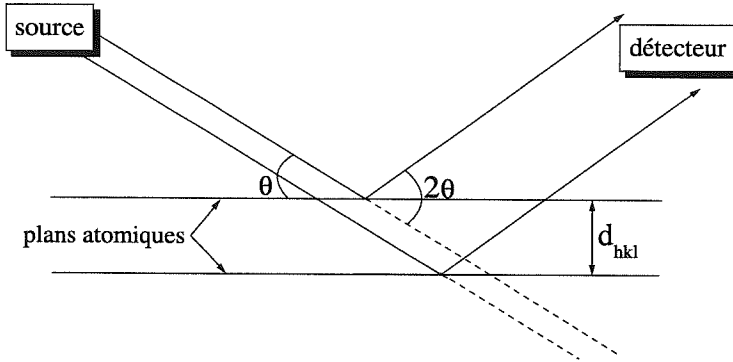


Figure 4.1 – Schéma de principe de la diffraction par rayons X de type  $\theta - 2\theta$ .

où  $d_{hkl}$  est la distance entre plans réticulaires,  $\theta$  est l'angle d'incidence du faisceau,  $n$  l'ordre de la réflexion et  $\lambda$  la longueur d'onde des rayons X. Ce diffractomètre utilise le rayonnement X de la raie  $K_\alpha$  du cobalt :  $\lambda_{Co} = 0,178897$  nm.

Dans un système cubique ou tétragonal, on peut écrire la relation liant la distance entre plans d'indice (hkl) aux paramètres de maille  $a$ ,  $b$ ,  $c$  du réseau de la manière suivante :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.2)$$

Ainsi, une fois que l'on a sélectionné les phases cristallines possibles, à partir de la position du pic et de 4.1, on déduit  $d_{hkl}$ . Puis, par identification de la position des pics avec les valeurs publiées dans la banque de données, on remonte aux paramètres de maille. Le réseau du niobium cristallin est cubique centré, dans ce cas,  $a = b = c = 0,33066$  nm. Le tantale, par contre, peut avoir deux phases. La première est cubique centrée ( $a = b = c = 0,33058$  nm); la seconde, tétragonale, est appelée *phase  $\beta$*  ( $a = b = 1,0194$  nm,  $c = 0,5313$  nm).

Le diffractomètre permet de faire varier l'angle  $\theta$  de 0 à 157 degrés continuellement ou par pas successifs ainsi que les temps de pause et la longueur des pas.

D'autre part, en se servant de la loi de Scherrer, on peut évaluer la taille moyenne des cristallites ( $L$ ) à partir de la largeur à mi-hauteur

des pics de diffraction  $\Delta(2\theta)$  :

$$L = \frac{K\lambda_{Co}}{\Delta(2\theta) \cos(\theta)} \quad (4.3)$$

avec  $K$ , le facteur de forme dépendant du diffractomètre qui peut varier entre 0,9 et 1 ( $K$  est évalué à 1 dans notre cas). Pour une approche plus fine, nous faisons une régression linéaire sur tous les pics de diffraction du matériau en question. Il faut cependant noter que la formule de Scherrer nous donne uniquement accès à la taille moyenne des cristallites suivant l'axe de croissance du film. Le transport se faisant plutôt dans le plan parallèle à l'axe de croissance, il faudra recourir à d'autres moyens de caractérisation, comme l'AFM (microscope à force atomique) ou le TEM (microscopie électronique à transmission) pour évaluer le volume des grains.

**Spectres  $\omega - scan$  :** la source et le détecteur ne bougent pas, seul l'échantillon tourne légèrement autour de la position  $\theta$  d'un pic sélectionné. La largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction renseigne sur l'orientation moyenne des cristallites autour de la direction de texture.

**Spectres  $\Phi - scan$  :** à partir d'une raie de diffraction sélectionnée en  $\theta$ , l'échantillon tourne de 360 degrés autour de l'axe  $\Phi$  (axe perpendiculaire au plan du film). Les spectres  $\Phi - scan$  ou figures de pôles donnent des informations sur la texturation dans le plan (agencement des cristallites entre elles) et permettent de définir le caractère épitaxial de la couche déposée [66].

### Graphes $\theta - 2\theta$ d'absorbeurs déposés à température ambiante.

Lorsque le dépôt par pulvérisation est effectué à température ambiante sur un substrat silicium ou saphir, le film ne croît pas de manière épitaxiale ; il peut éventuellement être polycristallin, voire texturé. La figure 4.2 montre les différentes sortes de croissance d'un film mince. Cette étude structurale sur les films pulvérisés à température ambiante a permis de déterminer les paramètres optimaux de dépôt pour obtenir des films orientés.

### Cas du niobium

La figure 4.3 compare les raies de diffraction de deux échantillons de films de niobium d'épaisseurs différentes (650 nm pour TestNb4 et 100 nm pour TestNb5), pulvérisés sur substrats Si/SiO<sub>2</sub>. Les deux films ont été déposés à température ambiante, dans une atmosphère de 1,7 Pa d'argon, et avec

un courant de cathode de 5 A. La vitesse de dépôt identique pour les deux films de niobium est de 4 nm/s. La figure de diffraction nous donne plusieurs indications sur la qualité du film.

D'abord, bien que polycristallins, les films sont fortement texturés dans la direction (110) (l'orientation (220) fait partie de la même famille de plans diffractants). En effet, le diagramme de poudre provenant de la banque de données, et représenté par les traits verticaux sur le graphe, montre la position des pics de diffraction du niobium et leur intensité relative (la différence d'intensité des pics entre les deux films est due à la contribution de l'épaisseur) : l'absence des pics (200) et (211), ainsi que la faible intensité du pic (310) relativement à celui du diagramme de poudre, indiquent la direction privilégiée de croissance (110) qui est en général observée dans la littérature [68]. Le plan (110) est le plan dense dans la phase cubique centrée.

Après affinement, les paramètres de maille calculés de TestNb4 et TestNb5 sont respectivement 0,3296 nm et 0,3294 nm  $\pm$  0,0005 nm, ce qui est proche des valeurs trouvées pour un cristal de niobium dans la littérature (0,3306 nm). La différence d'épaisseur entre les deux films se traduit uniquement par une différence d'intensité des pics sur la figure 4.3. D'autre part, les hauteurs des cristallites calculées sont de 5,3 nm pour TestNb4 et 3,6 nm pour TestNb5. Ces épaisseurs ne constituent qu'une indication : on peut penser que l'effet de contraintes interfère avec la mesure de la taille des grains.

### Épitaxie de l'absorbeur

Nous voulons obtenir une couche mince (absorbeur d'environ 200 nm) de Nb ou de Ta, la plus cristalline possible, qui aurait ainsi des propriétés

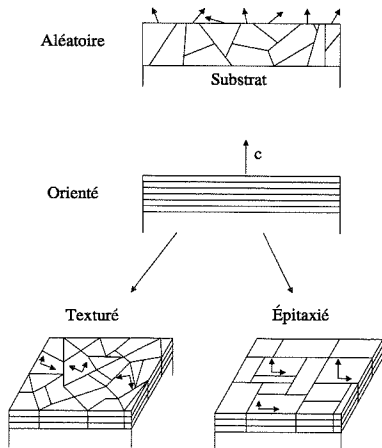


Figure 4.2 - Différences entre films non orientés (polycristallins) et orientés (monocristaux texturés ou épitaxiés).

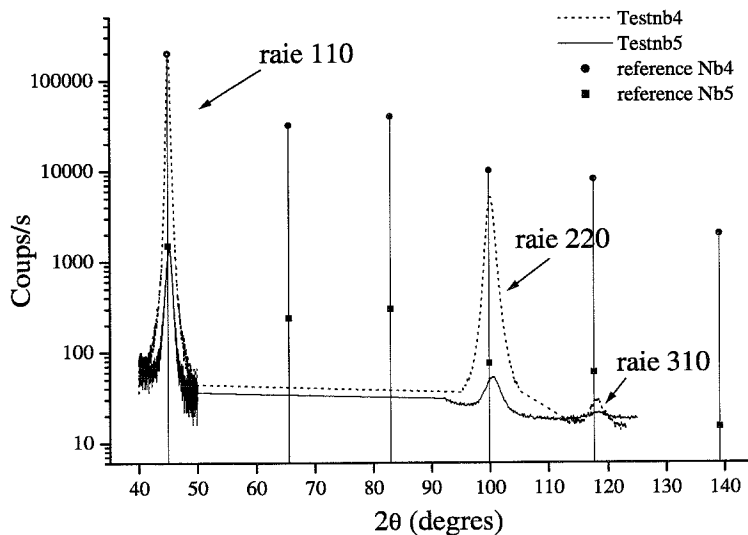


Figure 4.3 – Comparaison des films de niobium *TestNb4* d'épaisseur 650 nm et *TestNb5* d'épaisseur 100 nm par diffraction rayons X. Les films ont été pulvérisés sur des substrats  $\text{Si}/\text{SiO}_2$  à température ambiante.

de transport électronique optimales (libre parcours moyen le plus grand possible). Pour se rapprocher d'une couche monocristalline, il faut épitaxier le matériau. Nous ne pouvons pas homoépitaxier cet absorbeur (faire croître le Nb par exemple à partir d'un cristal de Nb), parce que nous avons besoin d'un substrat transparent aux rayonnements infrarouges pour notre dispositif. Il faut donc hétéroépitaxier l'absorbeur, c'est à dire utiliser un substrat cristallin dont la maille dans le plan se rapproche de la maille du matériau à pulvériser. L'étude a été menée en collaboration avec J-C. Villégier du CEA-Grenoble [50]. Dans le cas du Nb ou du Ta nous utilisons un cristal d'alumine de réseau hexagonal (substrat saphir), coupé dans le plan R (direction  $(1\bar{1}02)$ ), qui donne une maille, dans ce plan, presque carrée. Si le désaccord de maille subsistant entre le saphir et le niobium (ou le tantale) est suffisamment petit, en chauffant le substrat pendant le dépôt, on peut forcer les premières couches Nb à s'adapter à la maille du saphir. A partir d'une épaisseur limite, les contraintes se relaxent (donnant lieu à des dislocations) et le film croît alors de manière homoépitaxiale.

Sur l'image AFM de la surface des substrats d'alumine que nous utilisons (voir figure 4.4), nous pouvons distinguer des marches, d'égales longueurs (18

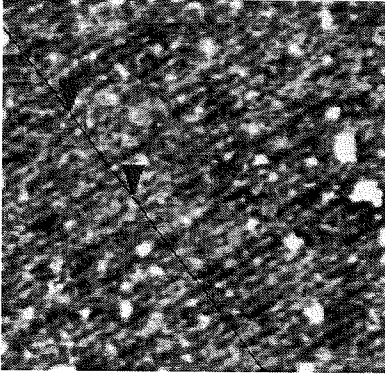


Figure 4.4 – Vue de la surface vicinale du saphir à l'AFM. La distance entre deux marches est de 18 nm et la hauteur des marches est de 0,2 nm.

nm) et hauteurs (0,2 nm). Le cristal de saphir a été découpé en substrats par Kyocera, selon une direction déviant légèrement de l'axe c du cristal. Ces marches aident à la croissance du film ; cela permet d'augmenter la taille des grains [50].

Pour que le matériau pulvérisé croisse de manière épitaxiale, nous utilisons une résistance de chauffage (de type spirale de thermocoaxe soudée) placée derrière le substrat. Nous plaçons en face arrière de notre substrat un autre substrat saphir, dont la face polie est recouverte de silicium, afin de maintenir les rayonnements de chaleur près du substrat [54]. Cependant, il faut respecter quelques règles lors du dépôt. Le dépôt s'effectue, en fait, en 3 étapes :

- La première étape consiste à définir puis à atteindre la température de dépôt permettant l'épithaxie tout en ayant le meilleur vide limite possible. La chaleur rayonne tout autour dans la chambre de dépôt qui, de ce fait, dégaze et dégrade momentanément le vide. Cette opération dure généralement 24 heures, avant d'atteindre une température aux alentours des 600°C avec un vide de l'ordre de  $10^{-4}$  Pa.
- La deuxième étape est le dépôt proprement dit, qui s'effectue avec les paramètres énoncés au chapitre 2. Toutefois, pendant les 15 premières secondes du dépôt, nous augmentons continuellement la puissance en partant du minimum jusqu'à la puissance désirée. A faible puissance, donc vitesse de dépôt moindre, les atomes pulvérisés ont plus de temps pour s'auto-arranger le long des marches et s'accorder à la maille du substrat et la température de surface du saphir de s'équilibrer. Nous pouvons alors déposer à forte puissance (plus grande vitesse de dépôt) pour minimiser le taux d'impuretés.
- Finalement, il faut attendre que la température du substrat redescende



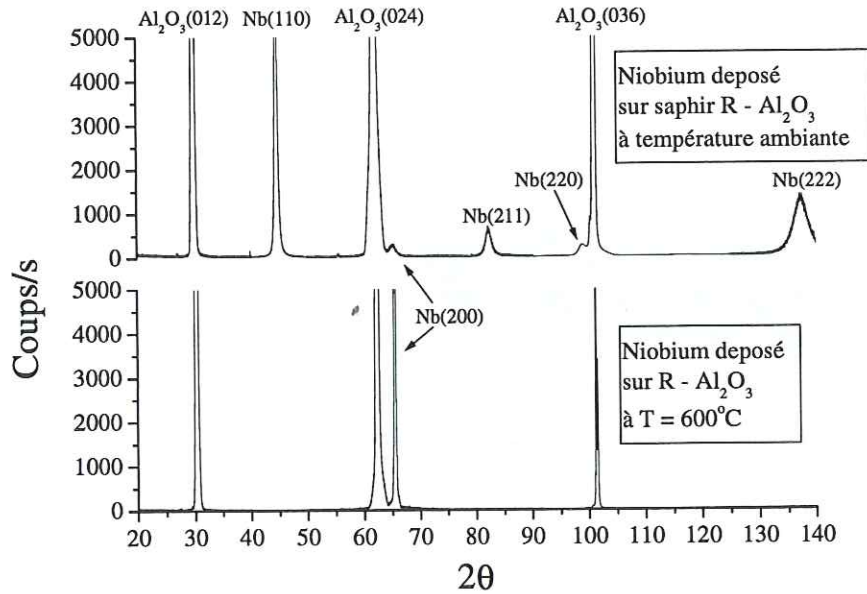


Figure 4.5 – Comparaison des graphes  $\theta-2\theta$  de deux films de Nb dont la croissance sur substrat saphir a été obtenue avec les mêmes paramètres de dépôt, excepté la température de dépôt : le film du haut a été déposé à température ambiante, celui du bas à  $600^\circ\text{C}$ .

à la température ambiante. Cette étape est obligatoire pour l'élaboration de la multicouche car l'aluminium doit être déposé à la température la plus basse possible.

Lorsqu'on chauffe le substrat à une température suffisante, les grains s'orientent alors de manière complètement différente : la figure 4.5 rend compte de l'évolution de la texturation du film A1040 de niobium sur saphir plan R lorsque le substrat est chauffé à  $600^\circ\text{C}$ . L'orientation préférentielle suivant les plans (110) a complètement disparue, laissant place à une unique raie (200), signe de la phase cubique centré. On peut parler de texturation suivant l'axe  $c$ , mais on ne peut pas connaître l'orientation des grains dans le plan. La disposition des cristallites dans le plan peut être obtenue par une figure de pôles ou un  $\phi$ -scan.

Afin de mieux discerner la raie (200) qui est noyée dans le bruit du pied de la raie d'alumine (024), on désoriente légèrement le substrat (on ajoute un offset) par rapport à  $\omega$  ( $\omega = \frac{2\theta}{2}$ ). Pour trouver l'offset optimal, on effectue

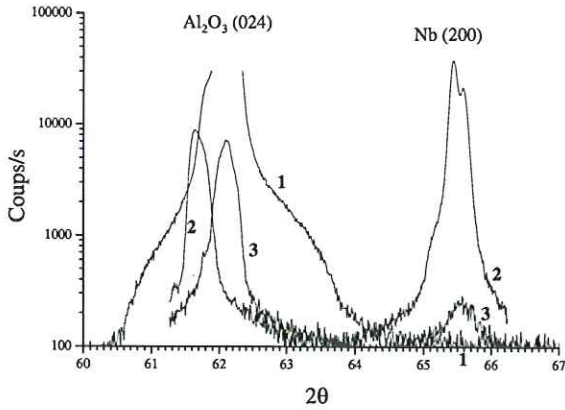


Figure 4.6 – Graphe  $\theta - 2\theta$  de l'échantillon A1040. Courbe 1: sans offset. Courbe 3: sans offset en  $\omega$ , avec une position différente dans le plan de diffraction. Courbe 2: position identique à courbe 3, avec offset de  $-1,31^\circ$ .

une *rocking curve* ou  $\omega - scan$  du pic du niobium et on se place au maximum d'intensité. On peut ainsi bien faire ressortir la raie du niobium et avoir la position précise du pic. La figure suivante 4.6 est un agrandissement de la figure 4.5 sur la raie concernée (200). La courbe 1 est la courbe originale, sans offset : on ne voit pas le pic du niobium. La courbe 3 est également sans offset, mais l'échantillon est tourné d'un angle d'environ  $30^\circ$  dans le plan de diffraction par rapport à sa position initiale en 1 : le pic du saphir est moins intense, et le pic du niobium plus intense. Cela est dû aux désorientations respectives des différents plans (goniomètre, substrat et film). Sur la courbe 2, nous avons désorienté le substrat, dans la position de la courbe 3, d'un angle de  $-1,31^\circ$  : la raie du saphir est décalée et donc beaucoup moins intense ; celle du niobium se détache et on résout même la raie due à l'émission  $K_{\alpha 2}$  du cobalt. Cet offset optimum nous permet de déterminer avec précision la position du pic et d'en déduire une valeur du paramètre de maille  $a = 0.3307 \text{ nm} \pm 0,0005 \text{ nm}$ .

Nous avons effectué des caractérisations supplémentaires sur ce film de niobium A1040 car c'est un des meilleurs échantillons de niobium épitaxié que nous avons obtenu. La mesure de la dispersion des plans diffractants [200] par rapport à leur orientation moyenne (normale au plan du film) renseigne sur la qualité de texturation du film et le niveau de contraintes. La largeur à mi-hauteur du pic, obtenu par un balayage en  $\omega$  ( $\omega = 2\Delta/2 + \text{offset}$ ) autour de la position précise de la raie (200), nous donne cette dispersion. La valeur trouvée sur la figure 4.7 est de  $0,2^\circ$  : c'est une valeur très basse, traduisant une faible dispersion (confirmant une très bonne qualité d'épitaxie suivant l'axe de croissance) et un film très peu contraint. De plus, nous déduisons de la largeur à mi-hauteur du pic, une dimension verticale moyenne des cristallites 10 fois supérieure à celle trouvée pour le niobium polycristallin, c'est-à-dire

53 nm.

Pour connaître la texture dans le plan de croissance du film, nous avons effectué une figure de pôle (voir figure 4.8). Cette figure, provenant de l'étude faite par F. Milletto et al. (INFN), est centrée sur la raie du saphir et n'a pas une allure traditionnelle de cône mais de cratère. Cela peut s'expliquer par le fait que l'angle  $\omega$  n'a pas été optimisé pour la couche de niobium mais pour le substrat saphir. Cependant, la tache de diffraction est très intense sur une bande angulaire très étroite, ce qui indique clairement que le film est fortement texturé. Le décalage du centre du cratère par rapport à l'origine des axes nous donne les désorientations des plans de niobium par rapport aux plans de saphir en  $\omega$  (environ  $3^\circ$ ) et en  $\Phi$  (environ  $45^\circ$ ).

### Cas du tantale

En ce qui concerne le tantale, nous avons rapidement tenté de l'épitaxier en appliquant les techniques de dépôt utilisées pour l'épitaxie du niobium. Il a été déposé sur des substrats saphir chauffés dans les mêmes conditions que pour le niobium. Seule la puissance diffère, à cause du diamètre inférieur de la cible de tantale (4 pouces) par rapport à celle de niobium (6 pouces). La figure 4.9 montre l'évolution de la qualité cristallographique de nos dépôts de tantale. Les trois couches A903, A1062 et A1066, pulvérisées sur substrats saphir plan R sont décrites ci-dessous.

L'échantillon A903 est un film de 350 nm d'épaisseur, déposé à température ambiante sur une très fine sous-couche MgO/Nb (la couche tampon de Nb permet d'éviter la phase  $\beta$  du tantale très résistive) : il n'y a pas d'orientation préférentielle des grains de tantale (tous les principaux pics de Bragg de la phase cubique centré sont présents). L'analyse de la position des raies

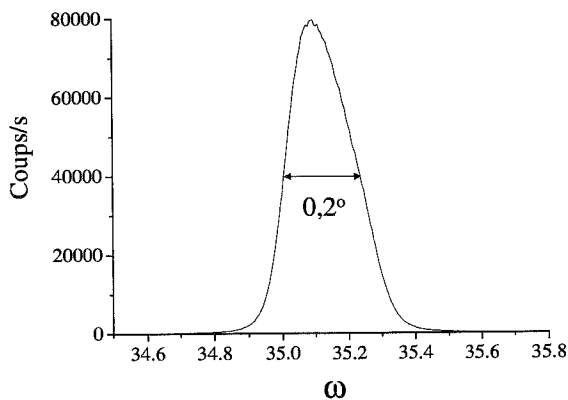


Figure 4.7 -  $\omega$ -scan de la raie (200) du niobium A1040.

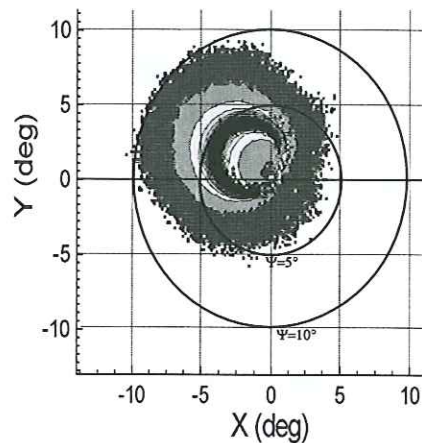


Figure 4.8 – *Figure de pôle de la raie (200) du niobium A1040. Les zones foncées sont les zones les plus intenses.*

de la phase cubique donne un paramètre de maille de  $0,3327 \text{ nm} \pm 0,0005 \text{ nm}$ . La taille moyenne des cristallites est trouvée à  $7,4 \text{ nm}$ .

L'échantillon A1062 est un film de  $800 \text{ nm}$  d'épaisseur déposé à  $600^\circ\text{C}$  dans des conditions de vide limite assez médiocres ( $7 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ) et avec une nouvelle cible : l'effet de la température a joué son rôle, on ne voit plus que deux pics de diffraction (110) et (200) contrairement au film précédent. Cependant, les pics (110) et (200) ne font pas partie de la même famille de plans diffractants : le film est donc toujours polycristallin. Ceci est certainement dû au mauvais vide secondaire (les impuretés, principalement les atomes d'argon en trop grande quantité, perturbent la croissance du film) ou/et à la cible trop neuve pouvant être contaminée en surface. Le paramètre de maille est de  $0,3308 \text{ nm} \pm 0,0005 \text{ nm}$  et la hauteur des grains calculée avec la formule de Scherrer est de  $15 \text{ nm}$ .

L'échantillon A1066 ( $780 \text{ nm}$  d'épaisseur,  $T_{dpt} = 600^\circ\text{C}$ ) est en fait le jumeau du film A1062, à ceci près que le vide limite était bien meilleur ( $1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ) et la cible un peu moins neuve : seul le pic (200) prouve la présence du tantale sur cet échantillon. Nous pensons que la bosse présente sur les spectres A1062 et A1066, vers les  $2\theta = 65^\circ$ , provient de la distorsion des premiers plans atomiques. Celle-ci est due au désaccord de maille entre le saphir de plan R légèrement désorienté (marches de surface) et le film métallique. Une bosse au même endroit, un peu moins évidente, est observée pour le niobium déposé à  $600^\circ\text{C}$ . Comme pour l'échantillon de niobium A1040, il faut désorienter le substrat pour extraire le pic cherché du pied du pic du saphir. La figure 4.10 montre comment on peut faire apparaître la raie (200) du tantale en jouant sur l'offset. Il y a  $1^\circ$  d'écart entre la normale aux plans



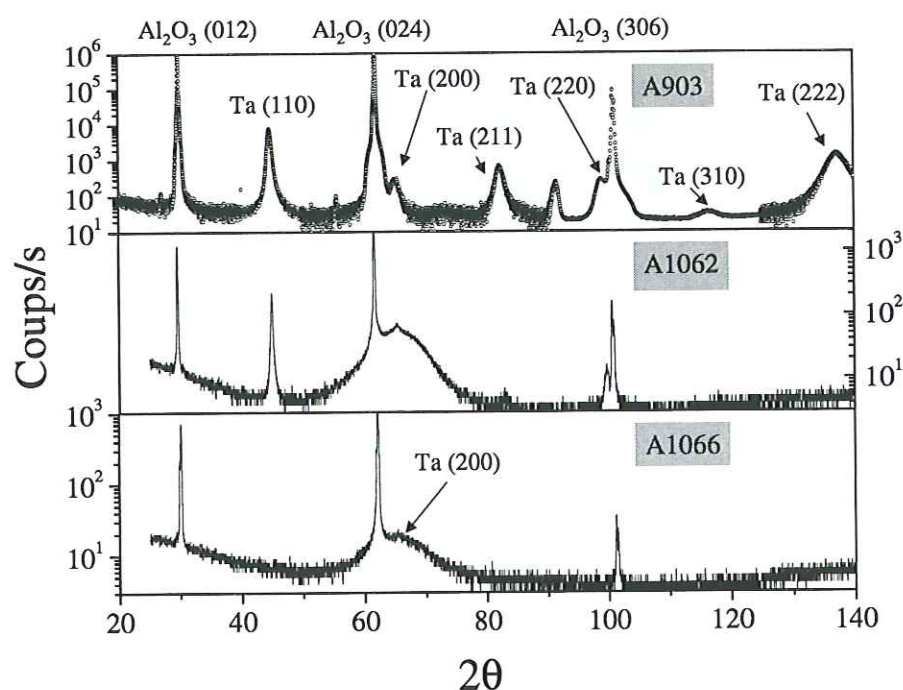


Figure 4.9 – Graphes  $\theta - 2\theta$  de trois échantillons de tantale déposés sur substrats saphir. L'échantillon A903, en haut de la figure, a été déposé dans les conditions standards à température ambiante. L'échantillon A1062, au milieu, a été déposé à  $600^\circ\text{C}$ , avec un vide limite de  $7 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ . L'échantillon A1066, en bas, a été déposé à  $600^\circ\text{C}$ , avec un vide limite de  $1 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ .

[024] du saphir et la normale aux plans [200] du film tantale. Le paramètre de maille de 0,3321 nm dénote un film un peu contraint. La rocking curve (encart de la figure 4.10) donne une largeur de raie de  $0,39^\circ$ , certes faible, mais deux fois plus grande que pour le film de niobium A1040. Le calcul de la hauteur moyenne des cristallites conduit à une valeur de 46 nm. Le film de tantale est donc orienté (famille de plans [100]). Nous n'avons pas fait de figure de pôle pour le tantale ; nous ne pouvons donc pas évaluer la possibilité de relations d'épitaxie. Le tableau 4.1 résume les principales caractéristiques structurales des films de niobium et de tantale, polycristallins et orientés, étudiés.

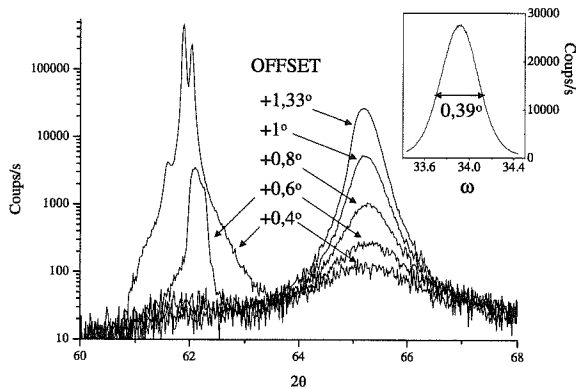


Figure 4.10 – Mise en évidence du pic 200 du tantale A1066 par désorientation du substrat (l'offset du goniomètre est de  $+0,337^\circ$ ).  $\omega$ -scan de la raie 200 du tantale A1066 dans l'encart.

Table 4.1 – Récapitulatif des caractéristiques structurales typiques des échantillons étudiés.

	Films niobium		Films tantale	
	A1026	A1040	A903	A1066
Type de substrat	Si/SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /MgO/Nb	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Température de dépôt (°C)	ambiante	600	ambiante	600
Épaisseur (nm)	650	600	800	780
Phase cristalline	cc <sup>a</sup>	cc	cc	cc
Orientation	poly-cristallin	épitaxié 100	poly-cristallin	texturé (100)
Paramètre de maille <sup>b</sup> (nm)	0,3296	0,3307	0,3327	0,3321
Hauteur calculée des cristallites (nm)	2,5	53	7,4	46

<sup>a</sup> cubique centré

<sup>b</sup>  $\pm 0,0005$  nm compte tenu de l'incertitude du goniomètre

#### 4.1.2 Caractérisation électrique de l'absorbeur par des mesures de résistance en fonction de la température

##### Description de l'appareillage

Le principe de la mesure R(T) est simple: l'échantillon, maintenu au bout d'une canne sous vide, est connecté à un multimètre numérique (lui

même relié à un ordinateur pour l'acquisition des données) par l'intermédiaire de quatre pointes à ressort équidistantes. Le multimètre envoie un courant calibré sur les pointes externes et mesure la tension entre les deux pointes internes. La mesure *quatre fils* est, en effet, la meilleure méthode pour s'affranchir des résistances de contacts parasites (fils et pointes). Nous obtenons ainsi la résistance carrée du film, indépendante de la géométrie de l'échantillon (pour un échantillon grand devant la distance entre pointes) :  $R_{\square} = \frac{\rho}{e} = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{V}{I}$ ; la résistivité est déduite de la distance entre les pointes et de la formule de Van der Paw; elle vaut pour notre système :  $\rho = 1,8 eR_{\square}$ . Sur le support en cuivre où est fixé l'échantillon, se trouve aussi une résistance carbone étalonée, témoin de la température. La canne est plongée dans une bouteille d'hélium et la descente en température se fait par introduction d'un gaz d'échange. Pour avoir une mesure précise de la température, il suffit de pomper lentement le gaz d'échange.

Les deux intérêts de la mesure  $R(T)$  sont, d'une part l'obtention de la température critique ( $T_C$ ), d'autre part l'évaluation du libre parcours moyen (l) de l'absorbeur par calcul du RRR (Relative Resistance Ratio). Pour des films d'épaisseur suffisante ( $>100$  nm), la  $T_C$ , qu'elle soit plus grande ou plus petite que la  $T_C$  théorique, peut nous renseigner sur le niveau de contrainte dans le matériau.

### Évaluation du libre parcours moyen dans l'absorbeur

Le RRR (Relative Resistive Ratio) est un paramètre important qui permet de donner une indication de la qualité cristalline d'un film ou d'un cristal et qui permet d'obtenir le libre parcours moyen électronique; il est défini comme le rapport relatif de la résistivité à température ambiante ( $\rho_{300K}$ ) sur la résistivité résiduelle ( $\rho_{10K}$ ) [78]:

$$RRR = \frac{R_{300K} - R_{10K}}{R_{10K}} = \frac{\rho_{300K} - \rho_{10K}}{\rho_{10K}} \quad (4.4)$$

La résistivité résiduelle est uniquement due aux impuretés et défauts ponctuels du matériau, tandis que  $R_{300K} - R_{10K}$  représente la contribution due aux phonons qui, d'après la loi de Mathiessen, est une constante dépendant du matériau. À température suffisamment basse (10 K pour le niobium et le tantale), la résistivité due aux phonons devient négligeable:  $\rho = \rho_{10K}$  (sur un graphe  $R(T)$ , cela correspond au plateau de résistance constante avant la transition critique). Nous utilisons  $\rho_{300K} - \rho_{10K} = 14,6 \mu\Omega cm$  pour le niobium [59], et  $\rho_{300K} - \rho_{10K} = 12,5 \mu\Omega cm$  pour le tantale [73].

Connaissant la résistivité de l'échantillon à 300 K à partir de la mesure de  $R_{\square}$  et de l'épaisseur, on en déduit facilement la résistivité résiduelle par la mesure du RRR ; ainsi on obtient le libre parcours moyen électronique ( $l$ ) qui est classiquement donné par la formule de Drude [18], [75] :

$$l = \frac{m^* v_f}{ne^2 \rho} \quad (4.5)$$

où  $m^*$  est la masse effective de l'électron (qui équivaut à la masse de l'électron dans notre cas),  $n$  la densité des électrons de conduction ( $n = 5,5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$  pour Nb et Ta [18]) et  $v_f$  la vitesse de Fermi ( $v_f(\text{Nb}) = 0,56 \times 10^6 \text{ m s}^{-1}$  [71] et  $v_f(\text{Ta}) = 0,38 \times 10^6 \text{ m s}^{-1}$  [77]). On utilisera  $\rho l = 3,75 \times 10^{-12} \text{ } \Omega \text{ cm}^2$  pour le niobium [71],  $\rho l = 2,5 \times 10^{-12} \text{ } \Omega \text{ cm}^2$  pour le tantale [77].

### Cas du niobium

Les premiers films de niobium polycristallin de notre étude étaient déposés à faible vitesse de dépôt (2,5 nm/s) dans un autre équipement que la machine Alcatel décrite dans le chapitre précédent. Nous obtenions des RRR de l'ordre de 2 ainsi que des  $T_C$  inférieures ou égales à 9 K. En augmentant la vitesse de dépôt à 4 nm/s (en utilisant la machine Alcatel), nous avons réussi à obtenir des films de bonne qualité. Le RRR de l'échantillon TestNb4 est de 5,2, ce qui donne une résistivité résiduelle de  $2,8 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$  et un libre parcours moyen de 13,4 nm à basse température. Alors que le libre parcours moyen à température ambiante est de 2,2 nm (dans la littérature,  $l$  vaut environ 2,5 nm à 300 K [72], [21]). Lorsque le matériau épitaxial est monocristallin, son RRR augmente de manière remarquable (des RRR de films de niobium de plus de 150 sont reportés dans la littérature [68]). Pour les premiers films de niobium déposés aux environs de  $600^\circ\text{C}$ , les mesures de résistance en fonction de la température ont donné des résultats cohérents avec les mesures aux rayons X. Par exemple, pour l'échantillon A1040 (figure 4.11), la  $T_C$  de 9,32 K mesurée, reflète un niveau de contraintes dans le film peu élevé en accord avec le paramètre de maille précédemment trouvé. De plus, le RRR de 21 est relativement bon pour les pressions secondaires auxquelles nous déposons. Pour une épaisseur de 600 nm, ce film a une résistivité de  $15,3 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$  à 300 K et de  $0,7 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$  à 10 K : cela donne un libre parcours moyen de 54 nm à basse température. Comme le montre l'image faite au microscope à effet tunnel (ou STM) (figure 4.12), les grains de niobium, en surface, semblent avoir une dimension moyenne de 20 nm de côté. Cependant, il se peut que l'image de la surface de l'échantillon soit, en fait, due à la nature de la croissance du film (2D-3D). Ce qu'il faut retenir de



cette image est l'importante rugosité moyenne du film : environ 2 nm. Cela signifie que la croissance est ordonnée, ce qui confirme le caractère épitaxial du film.

Pour mesurer le RRR des absorbeurs des JSET, nous nous sommes servis des motifs spécialement dessinés sur les "puces techno". Ce sont des *ponts* de matériau absorbeur de  $20 \times 400 \mu\text{m}^2$  soit 20 carrés. L'exemple d'un pont de niobium, tiré d'une puce techno de la plaque A1048, est montré sur la courbe 4.13. C'est d'ailleurs avec une jonction provenant de cette plaque que les manipulations de détection de photons X et rouge ont été réalisées. Les caractéristiques résistives de cet absorbeur sont indiquées dans le tableau 4.2.

### Cas du tantale

En ce qui concerne les jonctions à absorbeur en tantale, les rapports résistifs sont, comme dans le cas de l'absorbeur en niobium, bien meilleurs pour les absorbeurs épitaxiés ; la valeur maximale atteinte est un RRR de 26, ce qui donne un libre parcours moyen de 52 nm à basse température. Les valeurs des températures critiques mesurées sur les échantillons tantale sont, quant à elles, légèrement plus faibles (entre 4,3 et 4,4 K  $\pm 0,02$  K) que

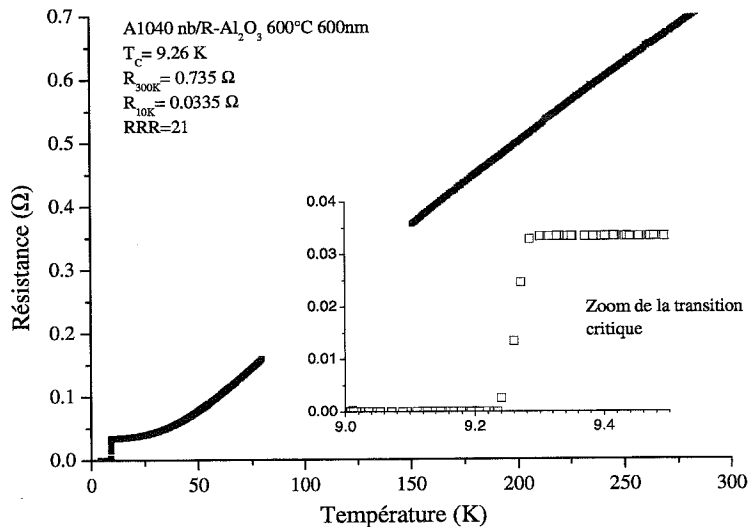


Figure 4.11 – Résistance en fonction de la température de l'échantillon de niobium A1040. La largeur de la transition critique est de 0,015 K.

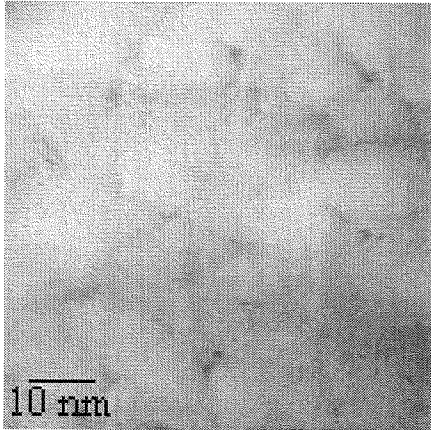


Figure 4.12 – Image STM du film de niobium A1040. La rugosité de surface moyenne de l'échantillon est de 2 nm.

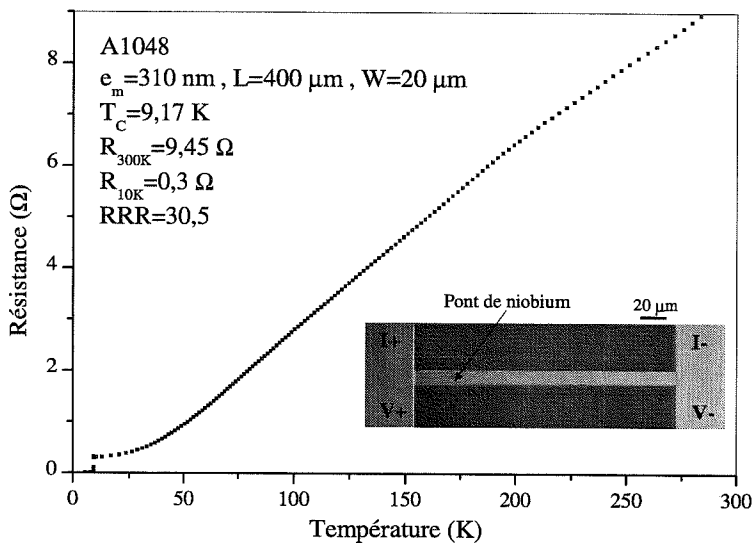


Figure 4.13 – Résistance en fonction de la température d'un pont de niobium épitaxié (absorbeur des jonctions de la plaque A1048).

la valeur théorique de 4,47 K [79], signe de contraintes dans le matériau pulvérisé.

Nous avons reporté dans le tableau 4.2 les propriétés électriques intéressantes de quatre échantillons représentatifs des différentes couches minces étudiées. Dans ce tableau, nous comparons les épaisseurs calculées à partir de la loi de Mathiessen et les épaisseurs mesurées à l' $\alpha$ -step. On trouve au maximum 5% d'écart, ce qui valide les deux méthodes. Il faut savoir que les

mesures d'épaisseur et de  $R_{\square}(293K)$  sont faites au centre de la plaque, car la dispersion sur l'épaisseur d'une plaque trois pouces est d'environ 15% entre le centre et les bords [53].

Table 4.2 – Récapitulatif des caractéristiques électriques typiques des échantillons étudiés.

	Films niobium		Films tantale	
	A1026	A1048	A1062	A1066
Type de substrat	Si/SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Température de dépôt	ambiante	600°C	600°C	600°C
Épaisseur mesurée (nm)	650	310	800	780
Température critique (K)	9,2	9,17	4,38	4,31
RRR	5,2	30,5	15	26
$R_{\square}(293K)$ ( $\Omega$ )	0,25	0,47	0,168	0,174
$\rho_{10K}$ ( $\mu\Omega cm$ )	2,8	0,48	0,83	0,48
$l_{10K}$ (nm)	13,4	78	30	52
$\rho_{300K}$ ( $\mu\Omega cm$ )	17,36	15,12	13,28	12,96
$l_{300K}$ (nm)	2,16	2,48	1,87	1,93
Épaisseur calculée (nm)	695	320	790	745

## 4.2 Caractérisation électrique et magnétique des jonctions

La caractérisation courant-tension  $I(V)$  est indispensable pour déterminer la transparence de la barrière et le courant de fuite de la jonction.

Une caractérisation  $I(V)$  à la température de l'hélium liquide (4,2 K) ne suffit pas pour obtenir ces informations, mais permet de sélectionner les jonctions qui seront testées à plus basse température ( $\sim 0,2$  K). En effet, une mesure dans un réfrigérateur à dilution est beaucoup plus fastidieuse (surtout en temps); c'est pourquoi une présélection est obligatoire.

### 4.2.1 Mesures à 4,2 K

L'appareillage utilisé pour obtenir une courbe courant-tension à 4,2 K est très simple : il est constitué d'une canne de mesure composée d'un porte échantillon au bout d'un tube inox, d'une bouteille d'hélium liquide, d'un

générateur de fonctions et d'un oscilloscope. Nous avons 2 cannes à notre disposition, fonctionnant toutes les deux en 4 points. La première, équipée d'un préamplificateur et d'une bobine étalonnée créant un champ parallèle au plan de la jonction et déjà existante à mon arrivée. La deuxième canne a été spécialement conçue pour tester plusieurs jonctions d'une même puce ; 24 fils descendent en bas de la canne : 2 pour la bobine de champ et 22 autres arrivant sur des pointes à ressort, pour la connection des différentes jonctions d'une même puce. On peut ainsi tester jusqu'à cinq jonctions à la fois.

Le courant alternatif traversant la jonction est produit par un générateur de fonctions basse fréquence à travers une résistance (voie Y de l'oscilloscope), pendant que la tension est prise aux bornes de la jonction (voie X de l'oscilloscope). Une courbe  $I(V)$  typique d'une jonction  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$  est présentée sur la figure 4.14 : à partir d'une certaine valeur de courant injecté dans la jonction, le courant Josephson bascule sur la partie verticale de la courbe, appelée tension de gap ( $V_{\text{gap}}$ ), avant de rejoindre la partie de conductance à l'état normal  $I = R_N^{-1}V$  où  $R_N$  est la résistance à l'état normal. La caractéristique étant hystérétique à cause de l'effet capacitif de la

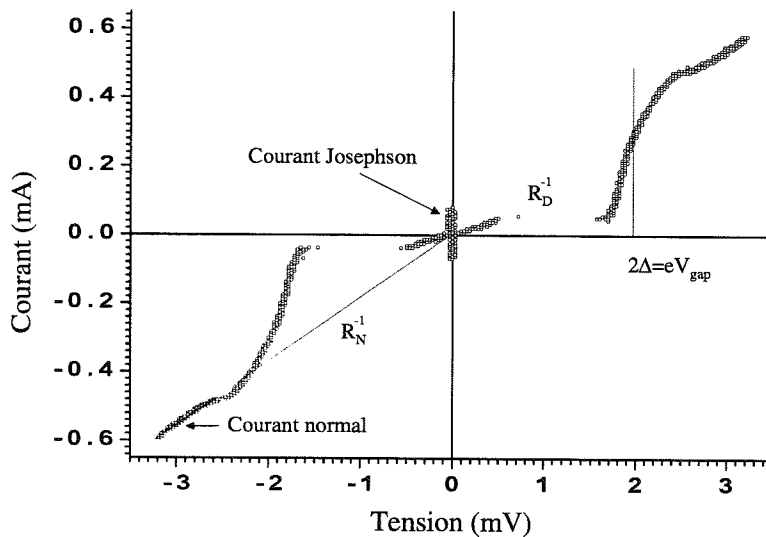


Figure 4.14 – Exemple de caractéristique  $I(V)$  d'une jonction  $\text{Nb}(150 \text{ nm})/\text{Al}(30 \text{ nm})-\text{AlO}_x-\text{Al}(30 \text{ nm})/\text{Nb}(150 \text{ nm})$  polarisée en courant à 4,2 K.

jonction, le retour du courant se fait sur la partie de la caractéristique du courant de quasiparticules. Cependant, le courant ne tombe pas totalement à zéro au niveau du gap pour deux raisons : il subsiste toujours un courant de quasiparticules dû à l'excitation thermique, dit courant thermique, plus un courant de fuite, dû aux trous dans la fine barrière d'oxyde (et/ou aux éventuels courts-circuits suite à une mauvaise isolation de la jonction). Pour évaluer la qualité des jonctions en terme de courant de fuite, on utilise le facteur de qualité  $r$  :

$$r = \frac{R_D}{R_N} \quad (4.6)$$

où  $R_D$ , la résistance dynamique, est la résistance à une tension  $V$  prise dans la partie sous le gap tel que  $I = R_D^{-1}V$ . Plus  $r$  est grand, meilleure est la jonction. Cependant,  $R_D$ , et donc  $r$ , augmentent fortement lorsque la température diminue.

De plus, les jonctions que nous fabriquons ne sont pas de simples jonctions SIS, mais des jonctions SS'IS'S avec S, le film de niobium ( $T_C(\text{Nb})=9,2$  K) et S', la couche de piégeage en aluminium ( $T_C(\text{Al})=1,18$  K). À 4,2 K l'aluminium seul n'est pas supraconducteur, mais le devient par proximité en présence du film de niobium. Cet effet de proximité est visible sur les courbes courant-tension à 4,2 K dès que le film d'aluminium a une épaisseur supérieure à environ 10 nm. C'est pourquoi, sur la partie de conductance dynamique de la courbe  $I(V)$  (sous le gap) de la jonction Nb(150 nm)/Al(30 nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(30 nm)/Nb(150 nm) présentée sur la figure 4.14, on note un courant sous le gap bien plus grand que celui d'une jonction sans piège en aluminium. L'effet de proximité se caractérise également par une remontée au gap étalée et par une *bosse* de courant qui dépasse la caractéristique linéaire de la conductance normale [82]. D'ailleurs, pour déterminer le gap de la jonction, celui-ci étant étalé sur plusieurs dizaines de millivolts, nous prenons la valeur au point d'inflexion comme indiqué sur la figure 4.14.

Seules les jonctions qui nous semblaient les meilleures à 4,2 K ( $r$  grand et bonne<sup>1</sup> valeur de gap) sont caractérisées à 200 mK. En effet, les jonctions dont la caractéristique courant-tension n'était pas "bonne" à 4,2 K, n'ont jamais évolué de manière favorable à plus basse température. Cette première sélection s'avère donc nécessaire, d'autant plus que les expériences à 200 mK sont beaucoup plus lourdes.

Les caractéristiques intrinsèques de la jonction se déduisent des valeurs de  $R_N$ ,  $R_D$  et du gap ( $2\Delta = eV_{gap}$ ). Cependant, les deux dernières grandeurs varient énormément avec la température  $T$  tant que  $T > 0,2 T_C$ . Un

1. La valeur du gap dépend des épaisseurs des couches d'aluminium et de niobium.

exemple de caractéristique  $I(V)$ , d'une jonction avec une couche de 30 nm d'aluminium de part et d'autre de la barrière, variant avec  $T$  est montré sur la photographie 4.15.

Lorsque la jonction est courte (en référence à la longueur Josephson définie au chapitre 1,  $L/\lambda_J < 3$ ), on peut obtenir des informations importantes (comme la capacité et l'épaisseur de barrière de la jonction) en étudiant, d'une part le comportement du courant critique en fonction du champ magnétique appliqué dans le plan de la jonction et, d'autre part, les marches de Fiske (voir chapitre 1). Le cas de la jonction "Nb6, J1-56" (Nb(150nm)/Al(10nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(10nm)/Nb(150nm)), d'une surface de 50  $\mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ , est illustré sur la figure de diffraction 4.16. Le modèle de diffraction de Fraunhofer donne un  $\Delta B = 4500 \text{ mG}$ . Cette valeur de champ correspondant à 2 extréma successifs conduit à  $d = t + \lambda_1(0) + \lambda_2(0) = \frac{\Phi_0}{\Delta B L} = 92 \text{ nm}$ . L'épaisseur de barrière  $t$  est négligée. En considérant les deux électrodes identiques (les deux films de niobium sont polycristallins et déposés dans les mêmes conditions), et l'effet de l'aluminium négligeable (la couche de piégeage est fine (10 nm)), on peut en déduire une longueur de pénétration dans le niobium polycristallin approchante:  $\lambda(1) \approx \lambda(2) \approx \lambda(0) \approx 46 \text{ nm}$ . On en déduit également la valeur de la longueur de pénétration Josephson:  $\lambda_J \approx 80 \mu\text{m}$ .

Comme on l'a vu dans le chapitre 1, en jouant sur le champ magnétique (dans le plan de la jonction), on peut observer des résonances de Fiske, comme sur la figure 4.17. Pour remonter à la capacité de la jonction en utilisant la formule 2.21, il faut déterminer la tension  $V_n$  de la  $n^{\text{ième}}$  marche,

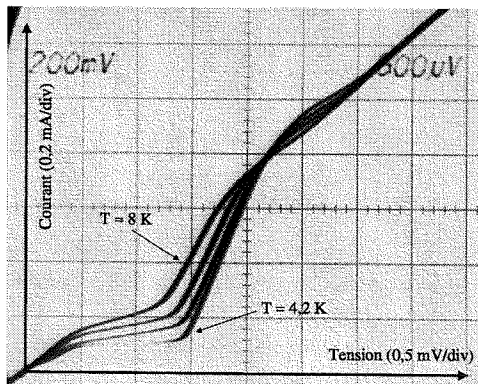


Figure 4.15 – Variation de la caractéristique  $I(V)$  de la jonction  $phNb1$  (Nb(150nm)/Al(30nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(30nm)/Nb(150nm)) pour une température croissante entre 4,2 K et 8 K.

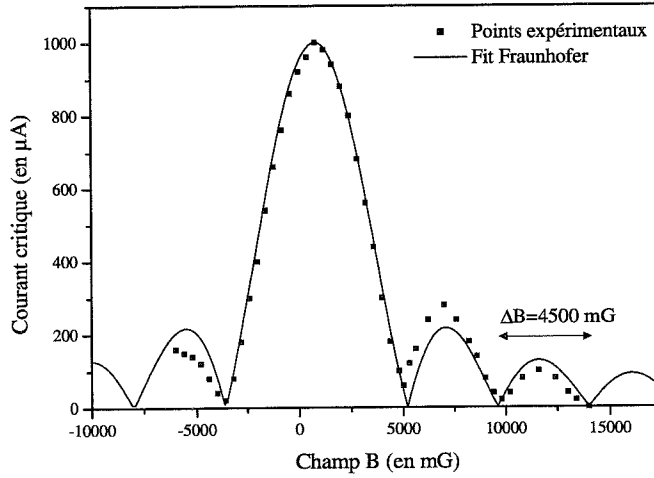


Figure 4.16 – Figure de diffraction du courant critique en champ magnétique de la jonction courte “Nb6, J1-56”, à 4,2 K.

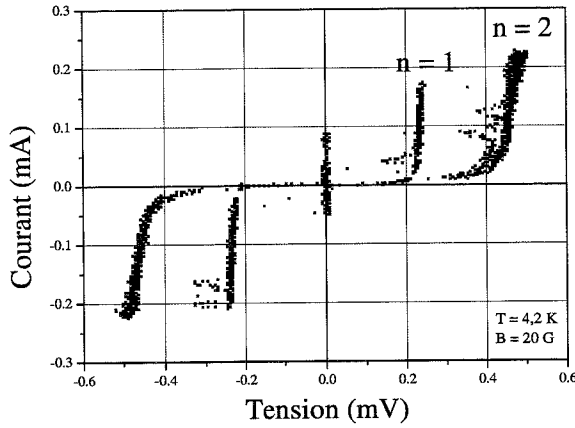


Figure 4.17 – Observation des résonances de Fiske dans la jonction Nb6 ( $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ) à 4,2 K.

et  $n$ . La différence de tension entre deux marches de Fiske est de  $230 \mu\text{V}$ .

$$v = \frac{2V_n L}{n\Phi_0} = c \left( \frac{t}{\epsilon_r d} \right)^{1/2} \quad (4.7)$$

où  $v$  est la vitesse de Swilhart,  $\epsilon_r$  la constante diélectrique de la barrière (estimée à 9,34 pour l'alumine [79]),  $c$  la vitesse de la lumière et  $t$  l'épaisseur de la barrière. On en déduit  $t=1,2 \text{ nm}$  et  $C_S = \epsilon_0 \epsilon_r / t$  vaut  $70 \text{ fF}/\mu\text{m}^2$ . Ce sont des valeurs représentatives de toutes nos jonctions, en bon accord avec ce qui a déjà été obtenu au laboratoire et ce qui est reporté dans la littérature.

La valeur de  $\lambda$  est voisine de la valeur trouvée sur l'échantillon A1040 (film de niobium épitaxié de 600 nm d'épaisseur) étudié par G. Lamura de

l'ESPCI. Le modèle BCS de la variation de  $\lambda$  en fonction de la température de la figure 4.18 donne  $\lambda=39$  nm à 0 K. Notre valeur est également très proche des valeurs de la longueur de pénétration de London à 4,2 K trouvées dans la littérature (45 nm pour Epperlein et al. [80], et 44 nm pour Meservey et al. [81]).

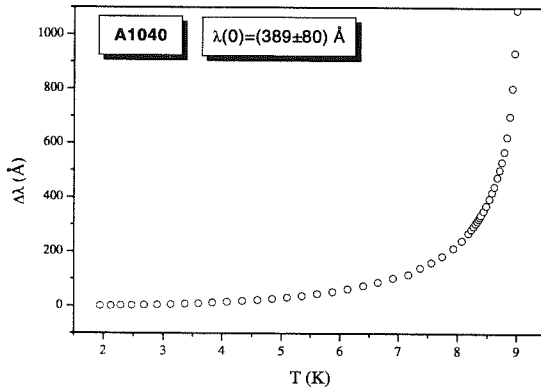


Figure 4.18 –  
 Courbe de la  
 variation de  
 $\Delta\lambda = \lambda(T) - \lambda(0)$   
 en fonction de la  
 température.

### 4.2.2 Mesures à 200 mK

Pour la caractérisation à très basse température, nous utilisons un cryostat à dilution pouvant descendre à 100 mK (la température de travail usuelle se situant plutôt vers les 200 mK). Nous pouvons cabler trois jonctions en quatre points à la fois; la description de l'ensemble cryostat et porte-échantillon est faite au chapitre 5. De la même manière que pour les tests à 4.2 K, la jonction est polarisée en courant par un générateur de fonctions et d'une résistance calibrée en série. La tension de la jonction est mesurée en sortie d'un amplificateur de tension bas bruit.

À la température de 200 mK, le courant sous le gap est très faible car le courant thermique est exponentiellement décroissant avec l'inverse de la température. On peut donc évaluer les propriétés de transport de la jonction, utiles pour la compréhension des mécanismes physiques lors de la détection d'un photon. On tire de la courbe  $I(V)$  4.19, les valeurs du gap, de la résistance normale et de la résistance dynamique de la jonction. Cette figure illustre la différence de comportement des parties positives de la caractéristique  $I(V)$  d'une jonction, avec un piège de 30 nm d'aluminium de chaque côté de la barrière, à 4,2 K et à 200 mK. On déduit ensuite, de la valeur



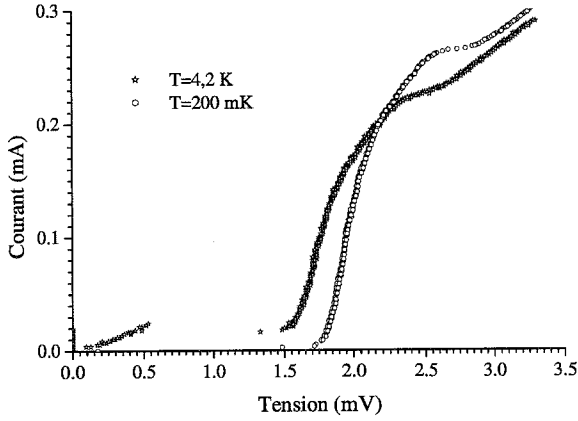


Figure 4.19 – Caractéristiques  $I(V)$  d'une jonction Nb(150nm)-Al(30nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(30nm)-Nb(150nm) à 4,2 K et à 200 mK.

de la tension de gap  $V_{gap}$  et de  $R_N$ , le courant critique  $I_C$  par la formule approchée d'Ambégaokar-Baratoff (1963) uniquement pour les jonctions SIS symétriques [17] :

$$I_C(T) = \frac{\pi\Delta(T) \tanh\left(\frac{\Delta(T)}{2k_B T}\right)}{2eR_N} \quad (4.8)$$

Nous utilisons l'approximation :  $I_C(0) \approx \frac{\pi V_{gap}}{4R_N}$  avec  $V_{gap} \approx \frac{2\Delta}{e}$ .

Pour les jonctions SS'IS'S, on évalue le courant critique directement sur la courbe  $I(V)$ , sans champ magnétique piégé ni champ magnétique extérieur.

Une des caractéristiques les plus importantes de la jonction est le facteur de qualité  $r$  défini un peu plus haut. En effet, plus le courant de fuite est faible, plus la sensibilité du détecteur est grande. Cependant,  $r$  dépend de l'épaisseur de la barrière : plus la barrière est fine ( $R_N$  plus petit), plus elle a de chance d'être inhomogène et trouée, par conséquent  $R_D$  et  $r$  diminuent. Pour l'utilisation des JSET, il faut trouver le compromis pour avoir une barrière suffisamment fine (pour avoir le maximum de probabilité tunnel), tout en ayant très peu de courant de fuite. Nous avons obtenu d'excellents facteurs de qualité ( $r > 10^6$ ) avec des jonctions à barrière épaisse ( $R_N > 5 \Omega$ ). L'exemple d'une telle jonction, de surface  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ , testée à 200 mK et sous champ magnétique (celui-ci n'est d'ailleurs pas suffisant pour supprimer complètement le courant Josephson) est indiqué sur la figure 4.20.

Par contre, les meilleurs  $r$  obtenus pour des jonctions de résistance normale, inférieure ou de l'ordre de l'ohm sont de quelques centaines de milliers.

### 4.2.3 Évaluation de l'énergie de gap du niobium utilisé dans les expériences de détection de photons

Pour le calcul du nombre de quasiparticules initialement créées lors de l'absorption d'un photon ( $N_0$ ) dans la couche absorbante, nous avons besoin de connaître l'énergie de gap de cet absorbeur. Nous avons évalué le gap du niobium qui compose l'absorbeur de nos puces détectrices par spectroscopie tunnel à basse température. Une expérience de microscopie à effet tunnel a pu être faite au Laboratoire de CryoPhysique du CEA-Genoble par C. Chapelier et M. Vinet sur l'échantillon A1040. La courbe de conductance de la figure 4.21, obtenue à 1,9 K, est ajustée à l'aide d'un modèle BTK<sup>2</sup>. L'énergie de gap obtenue est de 1,4 meV. On peut comparer cette valeur à la tension de gap trouvée par M-C. Cyrille sur des jonctions tunnel en niobium (sans effet de proximité) provenant du même groupe de dépôt:  $2\Delta = 2,9$  meV [52].

Pour le calcul de  $N_0$ , nous utiliserons donc par la suite la valeur de 1,4 meV.

## 4.3 Synthèse

Nous avons pu maîtriser l'épitaxie du niobium sur saphir plan R dont la surface vicinale et ses effets sur la croissance du matériau ont également été étudiés. De même, l'étude du tantale depuis son état polycristallin (phases  $\beta$  et cubique centré mélangées), jusqu'à l'état épitaxié ou fortement texturé (100) nous a permis d'obtenir des résultats similaires à ceux de la littérature sur la qualité cristalline et électronique des films ( $RRR > 30$ ). Grâce aux

2. BTK pour Blonder Tinkham Klapwijk [87], ce modèle introduit le paramètre  $\gamma$  qui tient compte du temps de vie fini des quasiparticules.

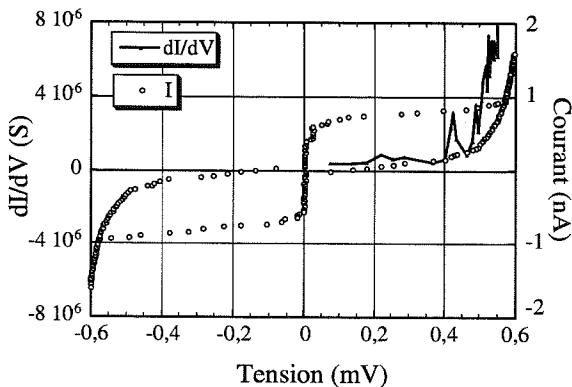


Figure 4.20 –  $I(V)$  sous le gap de la jonction  $phNb1$   $Nb(150nm)-Al(30nm)-AlO_x-Al(30nm)-Nb(150nm)$  à 200 mK.  $V_{gap} = 0,7$  mV,  $R_N = 7,5 \Omega$ .

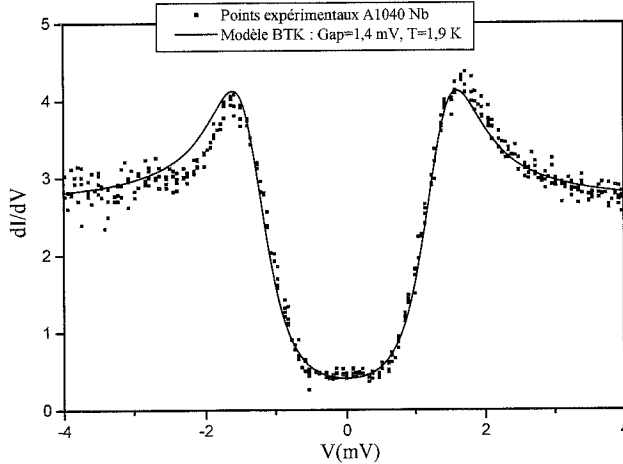


Figure 4.21 –  
 Courbe de conduc-  
 tance d'une couche  
 de 500 nm de nio-  
 bium épitaxiée sur  
 saphir, faite au  
 microscope à effet  
 tunnel à 1,9 K.

techniques de diffraction aux rayons X et mesures  $R(T)$ , nous avons mis en évidence la structure cristalline et les propriétés de transport électronique des films déposés. Cette caractérisation des films de niobium et tantale, comme l'extraction des paramètres de maille, de la taille des grains et du libre parcours moyen électronique est suffisamment fine pour permettre l'optimisation des conditions d'épitaxie.

Malgré les effets de proximité dus à la présence des couches de piégeage d'aluminium, nous avons pu déterminer sans équivoques les grandeurs physiques propres aux jonctions comme les longueurs de pénétration, l'énergie de gap ou le facteur de qualité  $r = \frac{R_D}{R_N}$  par des mesures courant-tension à 4,2 K et 200 mK sous champ magnétique. La qualité des jonctions à base de niobium épitaxié se situe très bien dans le contexte international ( $r > 1 \text{ M}\Omega$ ), mais comme nous le verrons dans le chapitre 2, les barrières d'alumine sont encore trop épaisses pour pouvoir compter les photons dans le proche infrarouge.

RÉSULTATS SUR LA DÉTECTION  
DE PHOTONS À L'AIDE D'UNE  
JSET À BASE DE NIOBIUM

## Chapitre 5

# Résultats sur la détection de photons à l'aide d'une JSET à base de niobium

Ce chapitre, est consacré aux résultats obtenus sur la détection de photons, à l'aide d'une JSET dont l'absorbeur est en niobium épitaxié. La fabrication et la caractérisation des JSET que nous avons utilisées sont reportés dans les deux chapitres précédents. Après la description du banc de mesure, les résultats sur la détection de rayons X de 5,89 keV obtenus avec la puce détectrice D1-68 de la plaque A1048 de structure Nb(300 nm)/Al(50 nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(50 nm)Nb(200 nm) sont présentés. La dernière partie est consacrée aux résultats obtenus avec la jonction D1-37 de la même plaque A1048, sur la détection de photons de longueur d'onde 780 nm (infrarouge proche). Nous avons, en effet, débuté les expériences de détection par des rayons X pour valider la méthode de mesure : manipulation cryogénique et électronique de lecture.

### 5.1 Description de l'expérience

Le principe de la détection de photons à l'aide de JSET est le suivant : on polarise la jonction à tension fixe et on détecte une variation du courant. Celle-ci intervient lorsqu'un photon est absorbé dans la jonction car il y a alors production de quasiparticules hors d'équilibre. Cette impulsion de courant est ensuite intégrée et traduite en tension ( $Q = CV$ ) en fonction du temps par l'amplificateur de charge. La réponse du détecteur que l'on lit sur l'oscilloscope a donc la forme d'une impulsion dont l'amplitude en tension

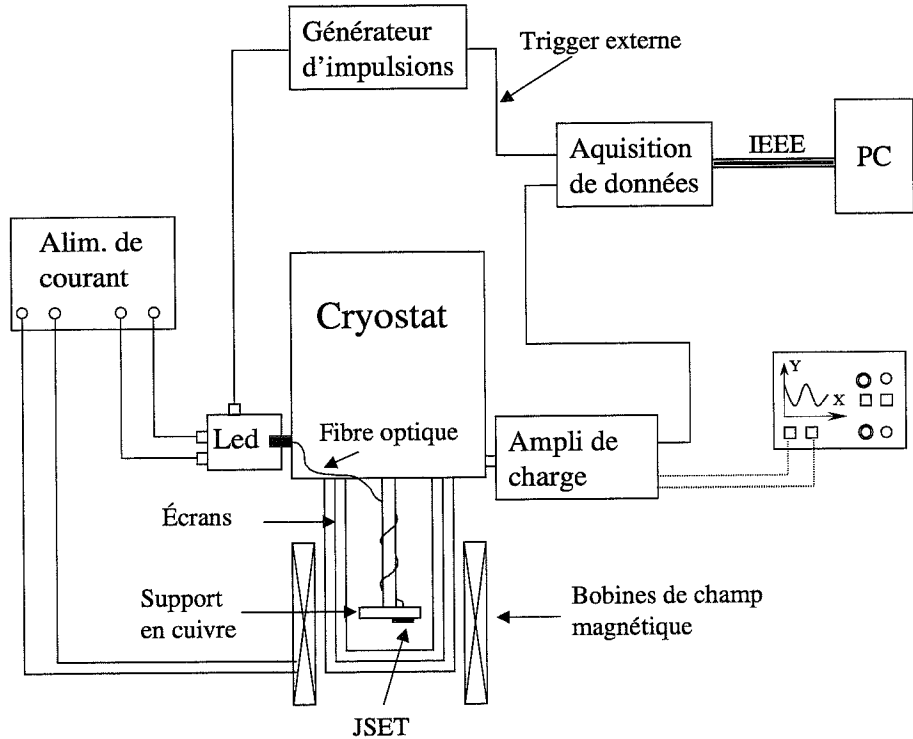


Figure 5.1 – Schéma du banc de mesure avec ses composants optiques (photodiode à intensité variable + fibre optique couplée à l'échantillon) et électroniques (amplificateur de charges, ordinateur...).

est directement proportionnelle au nombre de charges intégrées.

Le banc de mesure est représenté sur le schéma 5.1. Il se compose de trois parties : une partie cryogénique, une partie optique et une partie électronique.

### 5.1.1 Le cryostat

Afin d'avoir la plus grande sensibilité possible sur la variation de courant (lors de l'absorption d'un photon dans la jonction), il faut réduire au maximum le courant de fuite ( $I$ ) ou courant sous le gap. Or, celui-ci décroît exponentiellement avec l'inverse de la température ( $I \propto e^{-\Delta/k_B T}$ ). On a donc intérêt à travailler à très basse température. Nous utilisons pour cela,

un cryostat à dilution qui nous permet d'atteindre des températures de 100 à 200 mK (au niveau de l'échantillon) stables pendant plusieurs heures. Le doigt froid du cryostat (où est placé l'échantillon) est refroidi par la circulation d'un mélange  $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$  condensé, en cycle fermé.

Le support en cuivre, qui est placé au bout de ce doigt froid, a été conçu pour pouvoir tester trois jonctions à la fois par la méthode quatre points (deux points pour le courant  $I$  et deux points pour la tension  $V$ ). En effet, comme indiqué sur la figure 5.2, douze plots de contact sont disposés autour du support. Ces plots sont en fait des fils de cuivre noyés dans de la colle "Stycast" blanche et reliés à un connecteur douze broches de l'autre côté du support. Ce connecteur est lui même relié à un connecteur "Jaeger", à l'extérieur du cryostat, par l'intermédiaire de douze cables micro-coaxiaux (de longueur environ 70 cm). Les plots de contact de l'échantillon sont reliés aux plots du support par des fils d'or de diamètre  $38 \mu\text{m}$  thermocompressés aux ultrasons.

Pour la détection de photons rouges provenant d'une diode électroluminescente (photodiode) placée à l'extérieur du cryostat, nous avons adapté le support pour pouvoir fixer la fibre optique qui fait le lien entre la photodiode et la jonction. Une fois fixée, la fibre optique se situe à 1 cm du trou collimateur d'environ  $1 \text{ mm}^2$  (le trou est directement en contact avec le substrat). Il suffit de placer et de fixer (avec de la graisse à vide) la jonction à tester, en face du trou.

En ce qui concerne la détection de photons X, nous avons prévu un emplacement pour la source de rayons X, situé dans le couvercle à environ 2 cm de la jonction.

### 5.1.2 La partie optique

La partie optique, utilisée pour le comptage de photons, est composée d'une photodiode à intensité variable couplée à la jonction par l'intermédiaire d'une fibre optique. C'est une fibre monomode (diamètre du coeur de la fibre =  $5 \mu\text{m}$ ) de type télécommunication, qui transmet jusqu'à  $1,6 \mu\text{m}$ . La photodiode "ABB HAFO 1A330" émet dans infrarouge proche des photons de longueur d'onde  $0,78 \pm 0,02 \mu\text{m}^1$ . Elle est commandée en impulsions. Le nombre de photons par impulsion est réglé par la durée de l'impulsion et le courant qui passe dans la diode. Ce courant est lui-même modulable par un jeu de dix résistances différentes.

#### 1. Données constructeur.

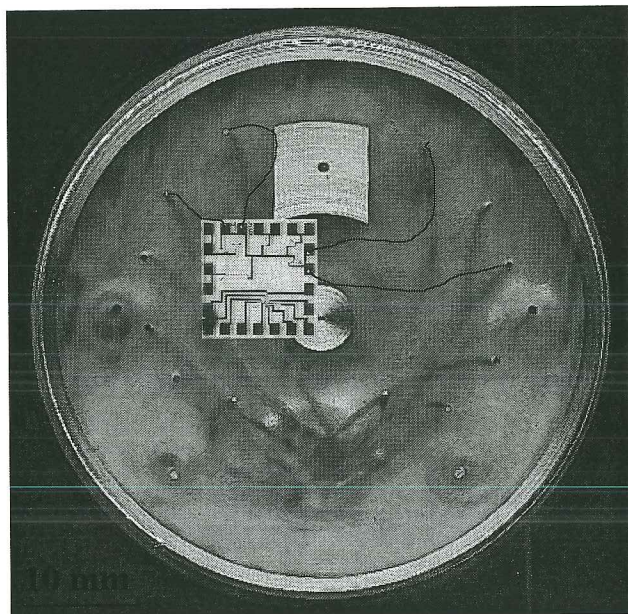


Figure 5.2 – Support en cuivre qui se place au bout de la canne du cryostat. Le petit trou de  $1\text{ mm}^2$  permet l'application de la fibre optique en face de la jonction de la puce (la puce est ici décalée pour apercevoir le trou).

### 5.1.3 L'électronique d'acquisition

En mode comptage de photons dans le visible jusqu'à l'infrarouge proche, la partie électronique est très importante. À ces énergies là, la sensibilité du détecteur est, en théorie, limitée par le bruit de l'électronique [38].

L'électronique d'acquisition (que l'on appelle "ampli de charge" sur la figure 5.1), a été réalisée au CRTBT par Alain Benoit et Jean-Louis Bret ; elle comporte trois étages et fonctionne à température ambiante :

- Le premier étage (voir figure 5.3) permet la polarisation de la JSET à une tension fixe comprise entre  $-2\text{ mV}$  et  $+2\text{ mV}$ . Du fait de la forte impédance dynamique de la jonction, on a intérêt à se polariser en tension plutôt qu'en courant. La polarisation de la jonction est stabilisée en tension par une boucle de contre-réaction qui impose à la jonction une polarisation proportionnelle à la tension de consigne  $V$ . La boucle ayant un gain de 5000, on applique à la jonction une tension  $V/5000$ .
- Le deuxième étage est l'amplificateur de charge proprement dit (voir figure 5.4), où toutes les charges collectées sont intégrées par la capacité  $C_f$ . La capacité d'entrée  $C_e$  permet de supprimer la composante continue du signal d'entrée (qui dépend de la polarisation). Le transistor "JFET Sony2sk152" permet l'adaptation d'impédance entre la jonction et l'amplificateur de charge (noté "Ampli" sur le schéma 5.4).



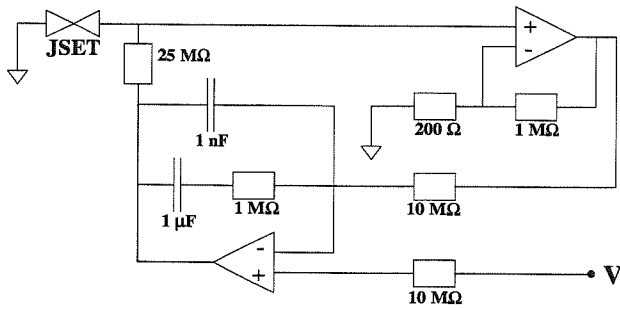


Figure 5.3 – Schéma de polarisation à tension constante de la JSET. L'entrée en tension se fait en +10 V/ -10 V. Le gain en sortie est de 1/5000.

La constante de temps du montage vaut  $\tau = 1/R_f C_f$  avec  $R_f = 100$  M $\Omega$  et  $C_f = 1$  pF, soit  $\tau = 0,1$  ms. Cela limite le taux de comptage à  $(2\pi\tau)^{-1} = 1,6$  kHz.

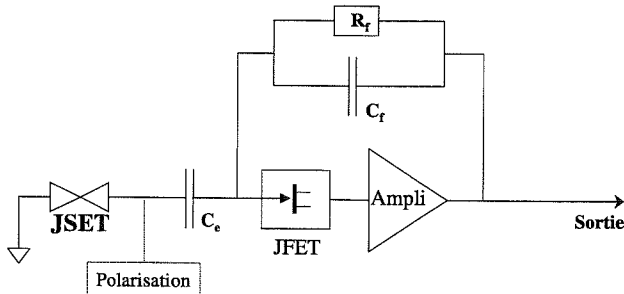


Figure 5.4 – Schéma simplifié de l'amplificateur de charge.  $C_e = 47$  nF,  $C_f = 1$  pF,  $R_f = 100$  M $\Omega$ .

- Le dernier étage est un étage d'amplification bas bruit consistant en trois amplificateurs : le premier (ampli "OP37") est un préamplificateur de gain 2, le deuxième (ampli "INA103") est de gain variable (1, 2, 5, 10) et le dernier (ampli "OP27") est aussi de gain variable (1, 10, 100). Le gain de la chaîne d'amplification peut donc varier de 2 à 2000.

La réponse en fréquence de l'ensemble de la chaîne de mesure (amplificateur de charge + électronique déportée) donne une bande passante de 3 kHz comprise entre 1 kHz et 4 kHz. À 2 kHz, le gain en tension est de 94 dB et le bruit est de  $50 \mu V_{rms}/\sqrt{Hz}$ .

## 5.2 Réponse d'une JSET à absorbeur en niobium à un rayonnement X de 5,89 keV

Nous avons débuté les expériences par la détection de photons X d'énergie 5,89 keV. Nous avons utilisé une source  $^{55}\text{Fe}$  de 5 mm de diamètre, protégée

par une résine cryogénique. Le flux de photons X sur un angle solide de  $2\pi$  étant spécifié à  $86300 \text{ s}^{-1}$ , et la source étant placée à 2 cm au dessus de la jonction, le taux d'émission est d'environ  $0,3 \text{ s}^{-1}$  sur une jonction de surface  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ . La source n'est pas collimatée et irradie donc toute la puce.

Notons que les rayons X d'énergie comprise entre 2,7 keV à 19 keV peuvent être absorbés dans un métal sur une longueur de  $50 \mu\text{m}$ , produisant des électrons primaires (photo-électron et électron Auger). La distance maximale d'absorption (ou distance d'arrêt) de ces électrons primaires est donnée par [86], [77] :

$$R_{1\%} = 90\rho^{-0,8} E_0^{1,3} \quad (5.1)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du métal absorbant (en  $\text{g/cm}^3$ ),  $E_0$  l'énergie de l'électron (en keV) et  $R_{1\%}$  la distance sur laquelle 99% des électrons sont stoppés (en nm). Pour un photon X de 6 keV absorbé dans du niobium ou du tantale, et produisant un photo-électron de 3,3 keV et un électron Auger de 2,7 keV, la formule 5.1 donne une distance maximum de 76 nm pour le niobium, et 45 nm pour le tantale. Ces électrons primaires perdent leur énergie par ionisation des atomes sur toute leur trajectoire produisant des électrons secondaires qui, à leur tour, relaxent en émettant des phonons de haute énergie et en brisant des paires de Cooper.

La puce détectrice utilisée, A1048 (jonction D1-68), est constituée d'un absorbeur de 300 nm de niobium épitaxié sur saphir plan R, puis de la jonction Al(50 nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(50 nm)/Nb(200 nm). Nous avons polarisé la jonction à différentes tensions (inférieures à  $V_g$ ) dans le but de trouver la réponse maximale. En effet, la réponse, qui est le nombre de charges récoltées pour l'absorption d'un photon à une énergie donnée et qui s'exprime en  $e^-/eV$ , dépend de la tension de polarisation [21] :

- D'un côté, il faut que le courant de fuite correspondant à la tension de polarisation soit le plus petit possible pour avoir une plus grande sensibilité sur la variation du courant lors de l'absorption d'un photon. C'est le cas lorsqu'on se rapproche de  $V = 0$ .
- D'un autre côté, il faut que la tension de polarisation soit suffisante pour permettre au plus grand nombre de quasiparticules de traverser la barrière (ce qui revient à diminuer le temps de confinement des quasiparticules).

Nous avons déterminé cette réponse maximale de manière expérimentale; elle n'est valable que pour cette jonction et pour la détection de rayons X de 6 keV :  $V_b = 0,25 \text{ mV}$ . Le courant sous le gap correspondant à cette tension de polarisation est de 8 nA, ce qui donne une résistance dynamique ( $V/I$ ) de

32 k $\Omega$ . Cette valeur est faible par rapport à celle escomptée : les multiples cyclages thermiques ont détérioré la jonction qui avait, à la première descente en froid, une résistance dynamique de 250 k $\Omega$  à cette même valeur de  $V_b$ .

Pour cette expérience, nous avons réglé le seuil de déclenchement de l'enregistrement des réponses du détecteur à 0,1 V, soit 3200 électrons, afin de limiter les évènements parasites générés par les phonons du substrat. La température est de 150 mK, et le courant critique est supprimé à l'aide du champ magnétique créé dans le plan de la jonction par les deux bobines de Helmholtz. Le champ est d'environ 50 Gauss au niveau de la jonction et il est ajusté de telle manière à éviter les marches de Fiske et de vortex (le champ nécessaire est de l'ordre de 50 Gauss). Le gain de l'ampli est réglé à 100, soit un gain total de l'électronique de 200. Ce qui donne une conversion volt-électrons, par l'intermédiaire de la capacité  $C_f = 1$  pF, de 31250 e $^-$ /V.

Les réponses du détecteur, suite à l'absorption d'un photon, sont modélisées par une somme d'exponentielles dans le but d'extraire le maximum d'informations des données numériques (voir figure 5.5) : quand  $t < t_0$ , où  $t_0$  marque le début de l'impulsion, le signal est constant et égal à  $A$  ; sinon il vaut :

$$\text{Signal}(t) = A + B \left( e^{-b(t-t_0)} - 1 \right) + C \left( e^{-c(t-t_0)} - 1 \right) + D(t - t_0)e^{-c(t-t_0)} \quad (5.2)$$

Les paramètres importants du modèle sont :  $B$ , l'amplitude de l'impulsion correspondant au nombre total de charges intégrées ( $A$ , la ligne de base, a été soustrait sur la figure 5.5) et  $b^{-1}$ , le temps de montée qui correspond au temps pendant lequel le détecteur a intégré toutes les charges qui ont traversé la barrière tunnel. Les parties de courbes " $C$ " et " $D$ " ne nous intéressent pas d'un point de vue physique car leur forme est déterminée par l'électronique ( $c^{-1}$  est le temps caractéristique de l'amplificateur de charge  $(R_f C_f)^{-1} = 0.1$  ms). Elles sont cependant nécessaires au bon ajustement du modèle sur la courbe.

Le graphique du bas de la figure 5.6 présente l'histogramme des amplitudes (exprimées en charge, ici : 1 V  $\equiv$  31250 électrons) de toutes les réponses impulsionnelles enregistrées à une même température de 150 mK. Le pic situé à 9000 e $^-$  correspond à l'énergie moyenne que l'on détecte lorsqu'un photon X de 5,89 keV est absorbé (cela donne une réponse du détecteur d'environ 1.5 e $^-$ /eV). C'est très peu, comparé aux  $Q_0 = eN_0 = 2,4 \times 10^6$  e $^-$  théoriquement attendus, en ne tenant pas compte du phénomène d'amplification ( $N_0$  est défini dans l'équation 2.22, on utilise la valeur de 1,4 meV pour l'énergie de gap du film de niobium, déterminée au chapitre 4). Il y a plusieurs

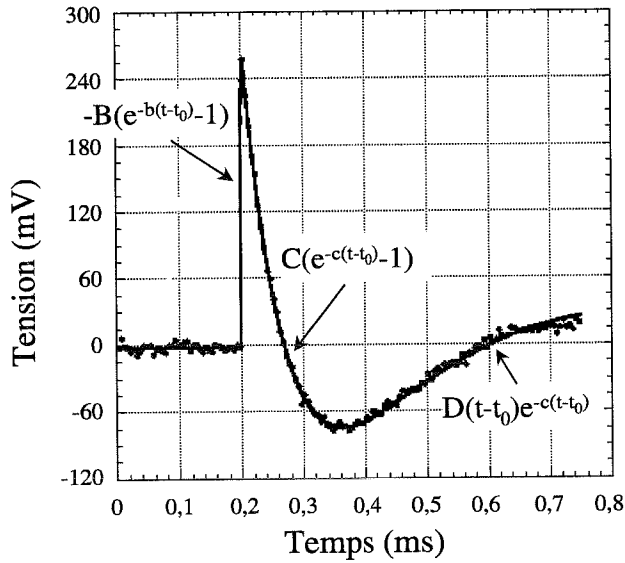


Figure 5.5 – Forme typique de la réponse du détecteur suite à l'absorption d'un photon X de 5,9 keV, bien modélisée par une somme d'exponentielles.

explications à ceci :

- Faute de couches absorbantes d'épaisseurs suffisantes, la libération d'énergie des rayons X dans la jonction est souvent partielle.
- Par conséquent, les phénomènes de pertes de quasiparticules décrits au chapitre 1 réduisent considérablement le nombre initial de quasiparticules créées ( $N_0$ ).
- La barrière n'est pas assez transparente (le temps de confinement est 10 fois trop grand [5]), limitant ainsi le nombre de procédés tunnels directs et indirects.

La résolution en énergie, qui est la largeur à mi-hauteur du pic, est d'environ 800 électrons, soit environ 500 eV, alors que la résolution théorique est inférieure à 10 eV. Cet écart s'explique principalement par le fait que la source n'est pas collimatée sur la jonction et que l'architecture de la jonction n'est pas conçue pour la détection de photons X (les absorbeurs en niobium ne sont pas assez épais et il n'y a pas de couche tampon sur le saphir pour empêcher la transmission des phonons du substrat). Les rayons X peuvent donc libérer une partie de leur énergie dans la jonction comme dans le substrat, ce qui augmente le nombre d'évènements parasites comme ceux provenant de phonons créés près de la jonction. Cela conduit à un *bruit de fond* sur l'histogramme très important et à un élargissement du pic.

A ceci, il faut ajouter que nous nous sommes aperçus d'un problème de câble entre l'amplificateur de charges et les amplificateurs de tension juste

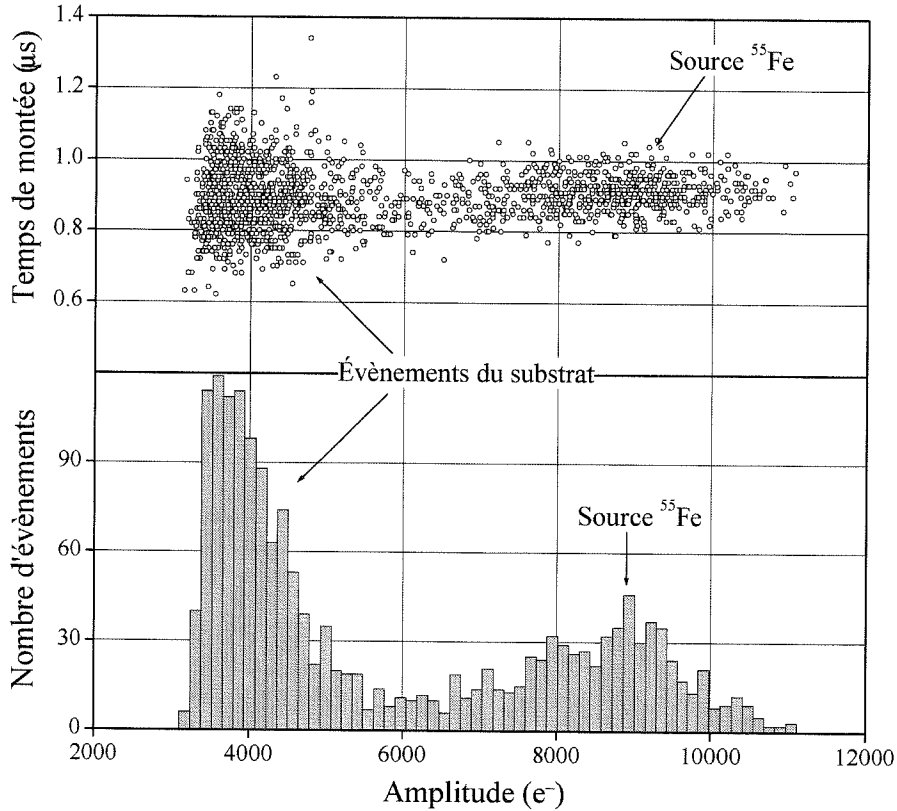


Figure 5.6 – Réponse de la jonction A1048 (D1-68) à un rayonnement X de 5,89 keV, avec  $T=150$  mK et  $V_{bias}=0,25$  mV. En haut: amplitude des impulsions en fonction du temps de montée ( $b$  dans la formule 5.2). En bas: histogramme du nombre de charges collectées à chaque impulsion enregistrée.  $T=150$  mK,  $V_{bias}=0,25$  mV.

après ces expériences. Le signal et le rapport signal/bruit ont été atténués d'un facteur bien supérieur à 10.

La figure 5.7 est l'agrandissement de la réponse du détecteur à l'absorption d'un photon de 6 keV dont l'amplitude ( $B$  dans la formule 5.2) correspond à la charge moyenne détectée lors de cette expérience, soit  $\sim 9000$   $e^-$ . Le temps de montée ( $b^{-1}$  dans la formule 5.2) est de  $0,93$   $\mu s$ .

Le phénomène d'amplification de charges, caractérisé par le paramètre  $\langle n \rangle$  et que l'on peut voir comme le nombre moyen de fois qu'une quasi-particule traverse la barrière, est généralement défini comme le rapport du

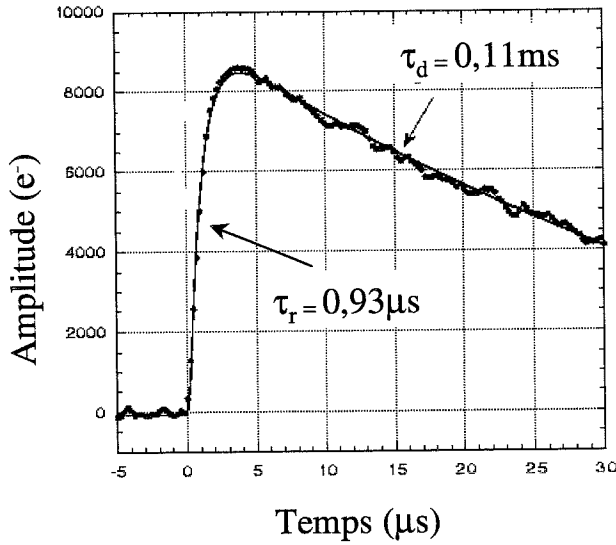


Figure 5.7 – Agrandissement de la réponse du détecteur à l'absorption d'un photon  $X$  de 5,89 keV.

nombre de charges détectées ( $Q(\lambda)$ ) sur le nombre de charges initialement créées ( $N_0$ ). Bien que ce rapport ne tienne pas compte du nombre effectif de quasiparticules qui atteignent la couche de piégeage en aluminium, il peut quand même être considéré comme une preuve d'efficacité de la jonction détectrice. En effet, pour la détection de photons de faible énergie où le nombre de quasiparticules hors d'équilibre n'est pas très grand, cet effet d'amplification est de première importance.

Nous ne pouvons pas calculer  $\langle n \rangle$  de cette manière, dans ce cas précis, car nous ne pouvons pas évaluer  $Q(\lambda)$  à cause du problème de câble. Cependant, si l'on se place dans le cas d'une jonction symétrique,  $\langle n \rangle$  peut être approximé par le rapport du temps de vie des quasiparticules  $\tau_{qp}$  sur le temps de confinement  $\tau_c$ . De plus, si on considère que le temps de montée  $\tau_r$  correspond approximativement au temps de vie des quasiparticules (voir fin du chapitre 2), on peut déduire :

$$\langle n \rangle \approx \frac{\tau_{qp}}{\tau_c} \approx \frac{\tau_r}{\tau_c} \quad (5.3)$$

Le temps de montée est mesuré expérimentalement, alors que  $\tau_c$  se calcule par la formule 2.27, en connaissant les paramètres de la jonction :

$$\tau_c = 4e^2 N(0) R_N V_{ol} \frac{\sqrt{(\Delta + V_b)^2 - \Delta^2}}{\Delta + V_b} = 1,5 \mu s$$

où  $R_N = 2,4 \Omega$  est la résistance normale,  $\Delta = 0,775$  meV l'énergie de gap de la jonction,  $V_{ol} = 1,25 \times 10^{-16} \text{ m}^3$  le volume de la couche de piégeage en

aluminium ( $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m} \times 50 \text{nm}$ ),  $V_b = 0,25 \text{ mV}$  et  $N(0) = 12,2 \times 10^{21} \text{ eV}^{-1} \text{cm}^{-3}$  la densité d'états au niveau de Fermi [32].

On trouve donc  $\langle n \rangle = 0,62$ .

Ce chiffre de 0,62 signifie que les quasiparticules n'ont pas toutes le temps de traverser la barrière avant d'être perdues pour le système (par exemple de se recombiner) : le temps de vie des quasiparticules est trop court et/ou le temps de confinement est trop long. On peut agir sur le temps de confinement en diminuant l'épaisseur de barrière jusqu'à atteindre des temps tunnel de l'ordre de  $0,1 \mu\text{s}$  [5].

### 5.3 Comptage de photons dans l'infrarouge proche ( $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$ ) à l'aide d'une JSET à absorbeur en niobium

Le dispositif expérimental est celui décrit sur les figures 5.1 et 5.2. Le câble a été réparé pour les deux expériences de détection de photons dans l'infrarouge proche ( $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$ ) présentées ci-dessous, réalisées à partir de la JSET D1-37 de la plaque A1048 : A1048 (Nb(300 nm)/Al(50 nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(50 nm)Nb(200 nm)). La caractéristique courant-tension de cette jonction est montrée sur la figure 5.8.

Pour la première expérience, nous voulions simplement vérifier que la jonction détectait bien les radiations d'énergie 1,59 eV provenant de la photodiode. Nous avons donc envoyé des "paquets" de photons sur la face arrière de la jonction par l'intermédiaire de la fibre optique, commandés par des

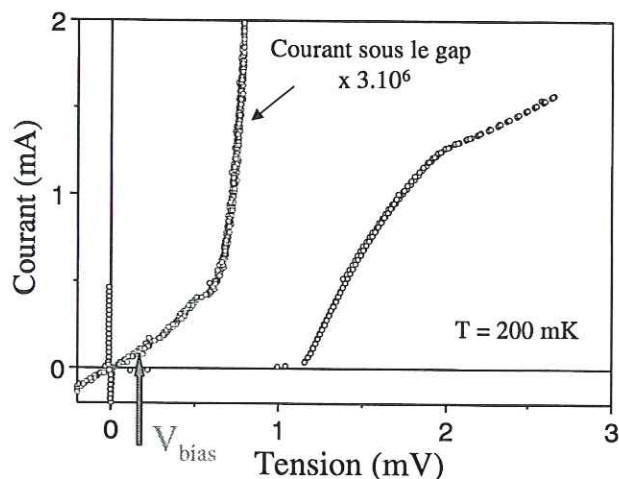


Figure 5.8 - Caractéristique  $I(V)$  de la jonction D1-37 à 200 mK, la courbe sous le gap agrandie a été obtenue sous champ magnétique pour supprimer la composante Josephson.

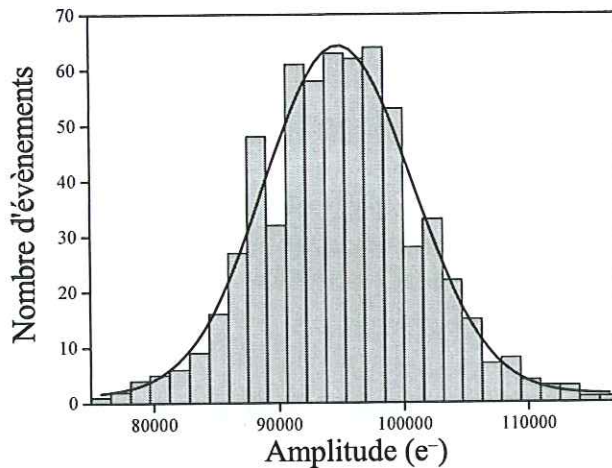


Figure 5.9 - *Histogramme des impulsions enregistrées sur la jonction D1-37 en réponse à un flux de photons de longueur d'onde  $\lambda=0,78 \mu\text{m}$ . Les paramètres sont:  $T=200 \text{ mK}$ ,  $B=51 \text{ G}$ ,  $V_b=0,16 \text{ mV}$ ,  $I_b=0,4 \text{ nA}$ ,  $R_{\text{diode}}=44 \Omega$ ,  $\text{Gain}=200$ .*

crénaux (créés par le générateur d'impulsions) de largeur finie ( $1 \mu\text{s}$ ) à une fréquence de  $3 \text{ Hz}$ . La jonction refroidie à  $200 \text{ mK}$  et placée sous champ magnétique est polarisée à  $0,16 \text{ mV}$ . Le courant correspondant à cette tension de polarisation est de  $0,4 \text{ nA}$ , ce qui donne une résistance dynamique en ce point de  $400 \text{ k}\Omega$  (voir figure 5.8). Le gain de l'électronique étant de  $200$ , le facteur de conversion volts-charges est toujours de  $31250$ . Comme pour l'expérience précédente, nous n'enregistrons que les réponses impulsionnelles dont l'amplitude dépasse la tension de seuil de  $1,25 \text{ V}$  (soit  $39000$  électrons).

L'histogramme de toutes les réponses du détecteur enregistrées est présenté sur la figure 5.9. Le pic centré sur  $95000$  électrons prouve que l'on détecte bien le paquet de photons envoyés sur la jonction. On peut essayer d'évaluer le nombre moyen de photons qui composent ce paquet: si l'on considère que le nombre de charges théoriquement créées  $N_0$  est de l'ordre de  $650$  électrons (d'après l'équation 2.22 et en utilisant la valeur de  $1,4 \text{ meV}$  pour l'énergie de gap du film de niobium) et que ces  $650$  électrons sont effectivement comptés par le détecteur, le nombre moyen de photons envoyés sur la jonction serait d'environ  $146 \pm 20$  photons par créneau. C'est un ordre de grandeur qui ne tient pas compte des pertes de charges à la détection.

Pour la deuxième expérience, nous voulions savoir si le détecteur était capable de compter un photon unique en lumière visible dans le rouge. Nous avons donc diminué le nombre moyen de photons envoyés sur la jonction jusqu'à ce que la réponse du détecteur soit "noyée" dans le bruit (crénaux de  $6 \mu\text{s}$  de large à une fréquence de  $39 \text{ Hz}$ ). Contrairement aux deux expériences précédentes, à chaque envoi de photons sur la jonction, nous avons enregistré



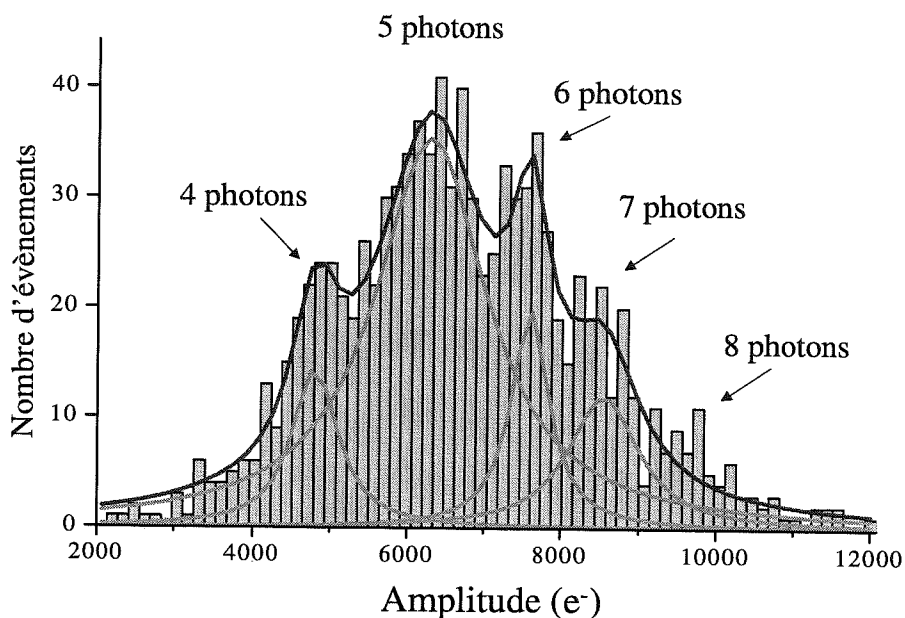


Figure 5.10 – Histogramme des impulsions enregistrées sur la jonction D1-37 en réponse à un paquet de quelques photons de longueur d'onde  $\lambda=0,78 \mu\text{m}$ . Les paramètres sont:  $T=200 \text{ mK}$ ,  $B=51 \text{ G}$ ,  $V_b=0,16 \text{ mV}$ ,  $I_b=0,4 \text{ nA}$ ,  $R_{\text{diode}}=333,9 \Omega$ ,  $\text{Gain}=200$ .

la réponse du détecteur.

Comme on le distingue sur l'histogramme 5.10, des pics régulièrement espacés apparaissent autour d'un pic principal. Cet intervalle de  $1300 \text{ e}^-$  est en fait l'énergie qui sépare les pics à  $N$  photons des pics à  $N+1$  ou  $N-1$  photons. Cela est dû à la fluctuation statistique sur le nombre de photons envoyés par la photodiode. Le pic principal étant centré sur environ  $6500 \text{ e}^-$ , il correspond alors à l'absorption d'un paquet de 5 photons.

Le calcul du bruit à partir des données numérisées donne une valeur de  $700 \text{ e}^- \text{ rms}$ ; la figure 5.11, qui est un exemple typique des réponses enregistrées, permet de se rendre compte de l'amplitude de l'impulsion par rapport au niveau de bruit. Le rapport sur bruit est donc voisin de deux, ce qui est tout juste suffisant pour discriminer les pics les uns des autres. On peut conclure, qu'avec cette jonction, on est capable de compter les photons jusqu'à  $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$  et qu'à cette longueur d'onde, la résolution spectrale est limitée:  $\lambda/\delta\lambda \simeq 1$ .

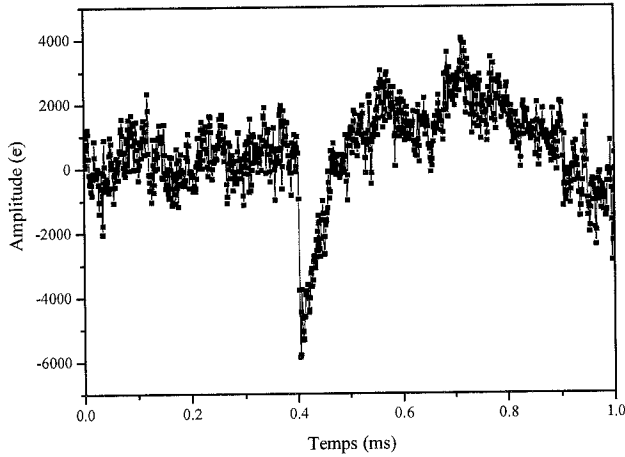


Figure 5.11 – Impulsion typique due à la réponse de la jonction D1-37 à un paquet de quelques photons de longueur d'onde  $\lambda=0,78$   $\mu\text{m}$ .  $T=200$  mK,  $B=51$  G,  $V_b=0,16$  mV,  $I_b=0,4$  nA,  $R_{diode}=333,9$   $\Omega$ ,  $\text{Gain}=200$ .

Les temps de montée de toutes les impulsions répertoriées sont donnés sur la figure 5.12 en fonction de leur amplitude. On remarque que les temps de montée sont très dispersés autour de la valeur moyenne de  $\tau_r = 4$   $\mu\text{s}$ . On peut essayer de comparer cette valeur avec les temps caractéristiques théoriques des jonctions comme le temps de confinement ou le temps de recombinaison des quasiparticules dans les couches d'aluminium.

Le temps de confinement est calculé en se servant de la formule 2.27, avec les paramètres suivants :  $R_N=1,6$   $\Omega$  est la résistance normale,  $\Delta = 0,775$  meV l'énergie de gap de la jonction,  $V_{ol} = 1,25 \times 10^{-16}$  m<sup>3</sup> le volume de la couche de piégeage en aluminium ( $50$   $\mu\text{m} \times 50$   $\mu\text{m} \times 50$  nm),  $V_b=0,16$  mV la tension de polarisation et  $N(0) = 12,2 \times 10^{21}$  eV<sup>-1</sup>cm<sup>-3</sup> [32] la densité d'états au niveau de Fermi. On trouve :  $\tau_c = 1,04$   $\mu\text{s}$ .

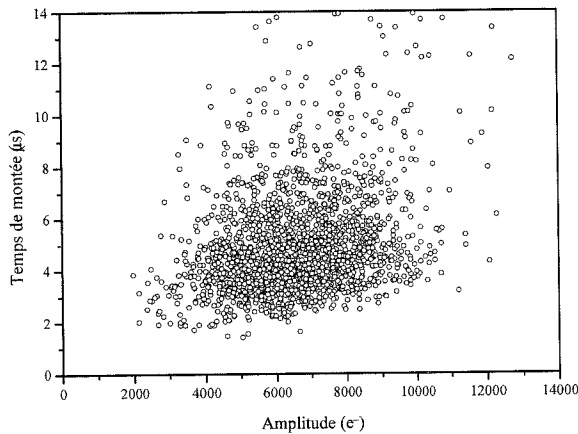


Figure 5.12 – Temps de montée de la réponse du détecteur en fonction de l'amplitude.

Le temps de recombinaison des quasiparticules dans les couches d'aluminium se calcule à l'aide de la formule 2.28. On considère négligeable la contribution des quasiparticules thermiquement excitées à 200 mK ( $N_{th} = 3 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  tiré de l'équation 2.29) par rapport au grand nombre de quasiparticules créées par l'absorption du photon. On trouve  $\tau_{rec} = 3,3 \mu\text{s}$ . Ce temps est relativement long par rapport au temps tunnel. Si on estime que le temps de vie des quasiparticules est uniquement régit par le temps de recombinaison ( $\tau_{qp} \simeq \tau_{rec}$ ), c'est-à-dire que l'on oublie tous les autres phénomènes de pertes décrits au chapitre 2, on peut remplacer  $\tau_{qp}$  par  $\tau_{rec}$  dans les équations 2.30 et 2.35. Ce temps de recombinaison de  $3,3 \mu\text{s}$  est comparable au temps de montée de la réponse du détecteur ( $4 \mu\text{s}$ ).

D'autre part, si on se place dans le cas d'une jonction simple ( $\tau_r \simeq \tau_{qp} \simeq \tau_{rec}$ ), le rapport  $\tau_{rec}/\tau_c \simeq 3,17$  devrait donner une valeur approximative de  $\langle n \rangle$  calculé. Or, si l'on considère que le nombre de quasiparticules initialement créées par l'absorption d'un photon d'énergie 1,59 eV est de  $N_0 \sim 650$  (toujours d'après la définition 2.22 et en utilisant la valeur de 1,4 meV pour l'énergie de gap du film de niobium),  $\langle n \rangle$  mesuré vaut :

$$\langle n \rangle = \frac{Q(\lambda)}{eN_0} = 2 \quad (5.4)$$

Le facteur  $\sim 1,6$  entre les deux valeurs de  $\langle n \rangle$  trouvées signifierait qu'environ 40 % des 650 quasiparticules initialement créées ont été perdues avant de pouvoir traverser la barrière par effet tunnel.

En conclusion, même si les valeurs données ici sont encore assez approximatives, on remarque, d'une manière générale, que le temps de confinement de nos jonctions est trop long (comme nous l'avions déjà remarqué) et qu'une partie des  $N_0$  quasiparticules est perdue avant même qu'elles ne soient piégées. Cette perte de quasiparticules peut être fortement réduite en diminuant la taille de l'absorbeur de 300 nm à 100 ou 150 nm, le libre parcours moyen électronique étant d'environ 80 nm. Et, pour éviter la fuite des quasiparticules vers les amenées de courant et dans les pièges locaux de gap réduit, des solutions peuvent être envisagées : la réduction de la taille de l'absorbeur par rapport à la taille de la jonction réduirait la surface oxydée du niobium où le nombre de pièges à quasiparticules est très important [21],[38] et le dépôt d'une couche de NbN (au gap plus élevé que le niobium ou le tantale) avant le dépôt de l'absorbeur pour mieux confiner les quasiparticules vers la barrière [88].

## 5.4 Synthèse et perspectives

Les expériences visant à démontrer les possibilités de comptage de photons des JSET dans l'infrarouge proche ont été effectuées dans les six derniers mois de ma thèse. Après la phase de fabrication des jonctions à base de niobium épitaxié, il a d'abord fallu mettre en place le banc de mesures et fabriquer un support en cuivre adapté à la fois au doigt froid du cryostat et à l'utilisation d'une fibre optique pour l'éclairage en face arrière de la jonction. Nous avons ensuite validé l'électronique d'amplification du signal.

La première expérience de détection de rayons X de 5,89 keV provenant d'une source  $^{55}\text{Fe}$  nous a permis de nous rendre compte que les jonctions détectaient les photons mais n'étaient pas optimisées pour ces rayonnements énergétiques. De plus, une autre hypothèse concernant la perte de quasiparticules doit être envisagée : le nombre théorique de quasiparticules initialement créées ( $N_0$ ) est peut-être erronée. La valeur de  $\epsilon = 1,75\Delta$ , calculée par Kurakado [1] et dont on se sert dans ce manuscrit pour évaluer  $N_0$ , correspond à un rendement de 58 %. Mais, la simulation numérique ne tient pas compte du fait que, lors de la photo-absorption, la densité locale de quasiparticules, rapidement produites par les interactions électron-électron, étant très grande, l'énergie de gap  $\Delta$  du supraconducteur peut être, localement, fortement réduite. Ce qui entraîne une diminution du nombre de quasiparticules créées, principalement causée par la production de phonons d'énergie inférieure à  $2\Delta$ . Cet effet, équivalent à une élévation locale de la température, dépend de l'énergie du photon absorbée par le film et des temps caractéristiques liés aux propriétés de diffusion des quasiparticules ( $\tau_0$ ) et des phonons ( $\tau_0^{ph}$ ) dans le matériau absorbeur (le niobium dans notre cas) [84]. Zehnder a calculé les distributions de quasiparticules et de phonons hors équilibre dépendants de la température en se basant sur les travaux de Rothwarf et Taylor [34] et Chang et Scalapino [83] et en utilisant les valeurs des différents temps caractéristiques calculés par Kaplan et al. [32]. Ses résultats montrent que, pour un groupe de matériaux (Nb, Sn, Ta et V), 40 à 60 % de l'énergie provenant de l'absorption d'un photon de 6 keV est convertie en quasiparticules en excès, ce qui correspond à une valeur d' $\epsilon$  plus proche de  $2\Delta$  que de  $1,75\Delta$ .

Par contre, la réponse de 818  $e^-/eV$  d'une jonction à un rayonnement dans l'infrarouge proche de longueur d'onde de  $0,78 \mu\text{m}$  et la résolution de pics espacés de l'énergie d'un photon sur l'histogramme sont très encourageants pour le futur. Ce résultat préliminaire démontre la faisabilité d'un comptage de photons basé sur une JSET jusqu'à une longueur d'onde de  $4 \mu\text{m}$ . Cependant, nous avons atteint la limite de détection à  $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$  et la résolution spectrale pourrait être améliorée d'un facteur 10 au moins. Les

moyens d'y parvenir rapidement sont : d'une part, la diminution de l'épaisseur de la barrière pour obtenir un temps de confinement des quasiparticules plus court (de l'ordre de  $0,1 \mu\text{s}$ ), tout en conservant un courant de fuite très faible ; et d'autre part, l'abaissement du niveau de bruit de la chaîne d'amplification ( $700 e^-$  rms actuellement) en rapprochant le transistor JFET de la jonction et, éventuellement, en le faisant fonctionner à froid vers 150-200 K. La fabrication des jonctions à base de tantale épitaxié et leur exploitation qui reste à mettre en place, permettrait également une avancée significative vers l'investigation de l'infrarouge proche.

Concernant l'avenir des JSET, pour ce type de détection, deux voies importantes sont à explorer :

- Outre la qualité intrinsèque des différentes couches et de la barrière de l'empilement, le procédé de fabrication peut être amélioré au niveau de l'architecture des JSET. L'enchaînement des étapes pourrait être modifié. En particulier, il semble souhaitable de déposer la couche isolante de  $\text{SiO}_2$  sur les jonctions, en ayant retiré la résine auparavant, et former alors la prise de contact (trou) par la gravure du  $\text{SiO}_2$  par plasma GIR de type  $\text{SF}_6/\text{O}_2$  plutôt que par lift-off. Ce type de procédé aurait pour avantage de mieux protéger les flancs de la jonction, dont on sait qu'ils sont très sensibles, en particulier à l'attaque des produits révélateurs de résines photosensibles. On pourrait sans doute augmenter le rendement de production et l'homogénéité de la qualité des jonctions. Il se peut aussi que ces améliorations limitent les pertes de quasiparticules dont on pourrait penser qu'une partie non négligeable viendrait de la périphérie de la jonction.
- Bien que nous nous sommes contenté d'étudier un détecteur monopixel, l'avenir des JSET en mode comptage de photons passe par l'imagerie. C'est dans ce sens que le développement des futures jonctions doit être poursuivi. Il existe un certain nombre d'applications où les grands formats ne sont pas forcément requis, mais où il faut allier rapidité et sensibilité. La difficulté réside alors dans la lecture du réseau de pixels. Si chaque pixel est lu et amplifié de manière indépendante, sachant que le détecteur est refroidi à très basse température, la limite en nombre de pixels est très vite atteinte: sur ce concept, on ne pourra guère dépasser  $10 \times 10$  pixels.

Une façon de contourner ce problème est de placer les pixels sur une matrice carrée, de relier tous les pixels d'une même ligne ensemble et tous les pixels d'une même colonne ensemble, car on peut déterminer

quel pixel a reçu le photon (c'est-à-dire quel est le point d'impact) par autocorrélation temporelle entre les lignes (ou colonnes). Cela s'appelle une mesure de "coïncidence". Ainsi, le nombre de fils de sortie (et d'amplificateurs) diminue beaucoup : pour  $N \times N$  pixels, il n'y a que  $2N$  sorties. Les inconvénients de ce concept (dont aucun démonstrateur existe actuellement) sont les suivants :

- Le flux maximum de photons diminue encore puisque deux photons ne doivent pas arriver dans la même fenêtre temporelle sur une ligne ou colonne donnée. Le détecteur ne fonctionne alors qu'à très faible flux.
- Les jonctions d'une même ligne (ou colonne) sont en parallèle, donc leurs capacités s'ajoutent pour l'amplificateur avec un JFET en entrée. L'augmentation de la capacité équivalente en entrée du JFET augmente le bruit de l'amplificateur et dégrade donc soit la résolution en longueur d'onde, soit la longueur d'onde limite pour un fonctionnement en mode comptage.

Pour contourner ce problème, il a été introduit le concept de circuits de lecture et d'amplification à SQUID. Les SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) sont des éléments qui amplifient le flux magnétique et se comportent comme des amplificateurs optimisés pour les faibles impédances. L'impédance des JSETs est intrinsèquement grande (plusieurs centaines de  $k\Omega$ ) si la jonction est de bonne qualité. Il en résulte que leur couplage à un amplificateur à SQUID est mauvais. Mais le bruit se dégraderait moins lorsque l'on couple un même SQUID à plusieurs jonctions (on admet en général que le nombre de jonctions couplées à un même SQUID doit être supérieur à 14 pour que l'amplificateur à SQUID l'emporte). De plus, les SQUID étant supraconducteurs, et fonctionnant à très basse température ( $< 4,2$  K), ils peuvent être intégrés sur la même puce où la jonction se trouve. La réduction de la longueur des fils de connexion, de quelques dizaines de centimètres dans le cas des JFET à quelques millimètres pour les SQUID, diminue fortement le bruit global de l'électronique qui, dans la bande de longueurs d'onde  $0,1 - 4 \mu\text{m}$ , est le principal facteur limitant de la résolution en énergie [89], [90].

## CONCLUSION

# Chapitre 6

## Conclusion

L'intérêt des JSET pour le comptage de photons en astronomie visible et infrarouge proche n'est plus à démontrer. Le comptage de photons assure la détection la plus sensible que l'on puisse imaginer pour ce type de longueur d'onde, uniquement limité par le bruit de photons. En plus de cette sensibilité, les détecteurs JSET ont une qualité sans équivalent par ailleurs : la chromaticité ou résolution spectrale, c'est-à-dire la faculté de renseigner également sur la longueur d'onde du photon incident. La rapidité de ces détecteurs est également très utile : limitée intrinsèquement à environ 10 kHz par détecteur, le fait de faire fonctionner les détecteurs en parallèle est très compétitif par rapport aux détecteurs de type mosaïque.

Mon travail de recherche pendant ces trois ans de thèse a principalement été focalisé sur les points suivants :

- Le développement du procédé de fabrication de jonctions à base de niobium sur substrat en saphir dont la finalisation est très proche des objectifs initialement visés en terme de taille, qualité de jonction et temps de traversée de la barrière tunnel.
- La qualité cristalline des films en niobium et tantale. Des caractérisations très complètes ont été menées et posent maintenant des jalons très utiles pour l'avenir : reproductibilité des performances, améliorations éventuelles de la qualité des films épitaxiés, fabrication des jonctions à absorbeur en tantale qui est le matériau qui permettra rapidement de repousser la sensibilité en longueur d'onde vers l'infrarouge proche.
- La démonstration des performances de ces jonctions pour le comptage de photons en lumière infrarouge proche.  $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$  est, pour l'instant, la limite en longueur d'onde que nous pouvons atteindre.

Dans un futur proche, la continuation de ce travail consiste, d'abord, à



l'amélioration du détecteur JSET mono-pixel : l'utilisation d'une jonction à absorbeur en tantale épitaxié de même taille que la jonction et de barrière d'oxyde plus fine (pour atteindre des temps de confinement de l'ordre de la centaine de nanoseconde), permettra la détection de photons individuels à  $\lambda = 2,5 \mu\text{m}$ . Le travail devrait ensuite se poursuivre par le développement de réseaux ( $3 \times 3$  ou plus) de telles jonctions, lus par des amplificateurs à SQUID directement implantés sur la puce. On peut raisonnablement penser qu'il ne manque que quelques années de recherche et développement sur le détecteur JSET avant son intégration dans un instrument astronomique.

# Liste des publications

- B. Delaët, P. Feautrier, J-C. Villégier, A. Benoit, “X-ray and optical photon counting detector using Superconducting Tunnel Junctions”, Accepté pour publication dans IEEE Transactions on Applied Superconductivity (Mars 2001).
- J-C. Villégier, N. Hadacek, S. Monso, B. Delaët, A. Roussy, P. Febvre, G. Lamura, J-Y. Laval, “NbN multilayer technology on R-plane sapphire”, Accepté pour publication dans IEEE Transactions on Applied Superconductivity (Mars 2001).
- P. Feautrier, B. Delaët, A. Benoit, J-C. Villégier, “X-ray and optical photon counting detector using Superconducting Tunnel Junctions”, WOLTE 4 proceedings (Low Temperature Electronics), ESTEC, Noordwijk, The Netherlands, 169 (21-23 Juin 2000).
- B. Delaët, P. Feautrier, P. Petmezakis, J-C. Villégier, A. Benoit, J-L. Bret, “Optical and near-infrared photon counting detector using Superconducting Tunnel Junctions”, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research **A 444**, 465 (2000).
- J-C. Villégier, B. Delaët, V. Larrey, P. Febvre, J.W. Tao, G. Angeieux, “Extraction of material parameters in NbN multilayer technology for RSFQ circuits”, Physica **C 326-327**, 133 (1999).
- J-C. Villégier, B. Delaët, V. Larrey, M. Salez, Y. Delorme, J-M. Munier, “Fabrication of NbN/AlN/NbN junctions with Al embedding circuits on Si membrane for 1.5 THz SIS mixers”, Applied Superconductivity Vol.6, 541 (1998).

Résultats sur le comptage de photons

à paraître dans

*IEEE Transactions on Applied Superconductivity*

en Mars 2001

# X-Ray and Optical Photon Counting Detector Using Superconducting Tunnel Junctions

Bertrand Delaët, Philippe Feautrier, Jean-Claude Villégier, and Alain Benoit

**Abstract**—The properties of Superconducting Tunnel Junctions (STJ) make them very suitable for low light level astronomical observations. STJ detectors could be used to improve the sensitivity of such a system to be implemented on ground based telescopes.

We have developed a modified version of the "SNEP" fabrication process for making Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb and Ta/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb STJ's. These junctions show a very low sub-gap leakage current at 0.1 K. They use a double thin aluminum trapping layer and a Nb or Ta absorber grown epitaxially on a R-plane sapphire substrate.

A new experimental set-up has been completed to achieve photon counting performances for the X-ray and for optical-near infrared wavelengths. An original, room temperature, charge sensitive preamplifier has been built for this purpose and tested with a <sup>55</sup>Fe X-ray source. The 6 keV peak of this source can be observed in the measured spectrum. Photon counting ability in the near infrared at 0.78 μm is also demonstrated.

**Index Terms**—astronomical instrumentation, film epitaxy, photon counting, STJ, superconductivity.

## I. INTRODUCTION : GROUND BASED ASTRONOMICAL INSTRUMENTATION USING STJ

Superconducting Tunnel Junctions (STJ) detectors are able to count optical photons from the UV (200 nm) to the near infrared (2000 nm), with a good quantum efficiency (about 70%), a good temporal response (about 10 μs) and an energy resolution that does not exist in semiconductor-based devices [1], [2].

As a consequence, such a detector has a number of potential applications for low light level photon detection in astronomy (a few e<sup>-</sup>/s), specially in the field of high-angular resolution imaging in the near IR wavelengths (1 to 2.5 μm).

Because the instruments for ground-based interferometry do not need necessarily a large number of pixels, the STJ's are the ideal detector candidate using the conjugate advantages of high speed readout (compared to a pixel mosaic readout time, the STJ's are read in parallel), photon counting

capabilities and spectral resolution. We would like to replace the pixels of the infrared mosaic device (Infrared Focal Plane Array) by a few STJ detectors. To be fully competitive compared with conventional semiconductor-based devices, the STJ's should be able to retain their photon counting capabilities up to the end of the atmospheric K band (2.6 μm).

## II. Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb PROCESS AND DEPOSITION PARAMETERS

The Nb(300 nm)/Al(50 nm)-AlO<sub>x</sub>-Al(50 nm)/Nb(120 nm) tunnel junctions used for experiments were fabricated from multi-layers deposited on polished sapphire substrates using the Selective Niobium Etching Process (SNEP) [3]. The different steps of the fabrication process are shown in Fig. 1: the successive layers are DC-magnetron sputtered except for the aluminum oxide barrier which results from the oxidation (2x10<sup>4</sup> Pa of pure O<sub>2</sub> atmosphere during 30 minutes) of the first aluminum trapping layer.

The resistivity of the barrier and the critical current density are respectively  $\rho_{NW} = 40 \Omega \times \text{cm}^2$  and  $J_c \approx 20 \text{ A/cm}^2$ . The limit vacuum before sputtering is about 8.10<sup>-5</sup> Pa. For more details, the Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb process is described in previous papers [4], [5]. Sputtering and etching conditions are given in Table I and Table II.

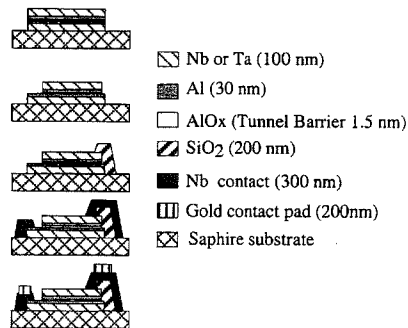


Fig. 1. Process steps of STJ on a 3'' sapphire wafer.

TABLE I  
SPUTTERING DEPOSITION CONDITIONS

	Nb		Ta		Al
	25	600	25	600	
Temperature (°C)	25	600	25	600	25
Ar pressure (Pa)	1.8	1.8	1.8	1.8	1.7
Target power (W/cm <sup>2</sup> )	9.2	10.6	10.4	10.4	11.4
Deposition rate (nm/min)	240	270	330	330	360

Manuscript received September 18, 2000. This work was supported by the French national research center (C.N.R.S.) and the University Joseph Fourier Grenoble I in France (contract: BQR 98).

Bertrand Delaët, Laboratoire d'Astrophysique de l'Observatoire de Grenoble UJF-BP 53X-38041 Grenoble Cedex, France (e-mail: delaet@drfmc.ceng.cea.fr).

Philippe Feautrier, Laboratoire d'Astrophysique de l'Observatoire de Grenoble UJF-BP 53X-38041 Grenoble Cedex, France (e-mail: Philippe.Feautrier@obs.ujf-grenoble.fr).

Jean-Claude Villégier, CEA-Grenoble SPSMS/LCP, F38054 Grenoble Cedex 9, France (e-mail: villegier@cea.fr).

Alain Benoit, CRTBT, CNRS BP 166-38042 Grenoble Cedex 9, France (e-mail: benoit@labs.polycnrs-grc.fr).

TABLE II ETCHING CONDITIONS					
	Gas (sccm)	Pressure (Pa)	Power (W)	Voltage (V)	Etching rate (nm/min)
Nb/Ta (RIE)	SF <sub>6</sub> flow: 36 O <sub>2</sub> flow: 4	1.5	30	200	50
Al (Ion Milling)	Ar	0.033	4	200	8

### III. EPITAXIAL DEPOSITION FOR Nb AND Ta ABSORBERS

Epitaxial niobium and tantalum layers are grown on R-plane sapphire substrates. An AFM study shows a vicinal and regular step. The Nb/Ta deposition process involves the use of an in-situ radiating heater located behind the substrate, which is maintained at 600°C before and during the deposition. The X-ray diffraction pattern shows that the structure of a 400 nm Nb film is (100) single oriented when the substrate temperature is maintained above 500°C during the deposition, instead of (110) oriented in the polycrystalline phase [5], [6]. Tantalum films deposited at room temperature (A903 in Fig. 2) show *bcc* and  $\beta$  phases with no preferential orientation, whereas the tantalum absorber (A1066 in Fig. 2) is (100) single oriented at 600°C as for Nb films.

The low line-width value of 0.2° for Nb and 0.39° for Ta were obtained from the (200) peak Rocking Curve diffraction. This indicates a good crystalline quality of the absorber layers [6].

Low resistivity values at 10 K ( $\rho_{10K} \sim 0.48 \mu\Omega\text{cm}$  for Nb and  $\rho_{10K} \sim 0.51 \mu\Omega\text{cm}$  for Ta), large resistive ratios ( $RRR_{Nb} = \rho_{300K}/\rho_{10K} \sim 30$  and  $RRR_{Ta} \sim 26$ ) and good  $T_C$  values (9.17 K for Nb and 4.38 K for Ta) have also been observed on such films. This is indicating rather large electronic mean free path lengths ( $\sim 60$  nm) in the absorber layer.

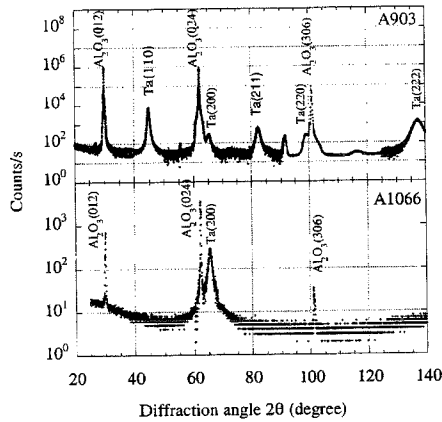


Fig. 2. Comparison of X-ray diffraction patterns of Ta layers deposited at room temperature (top) and at 600°C (bottom).

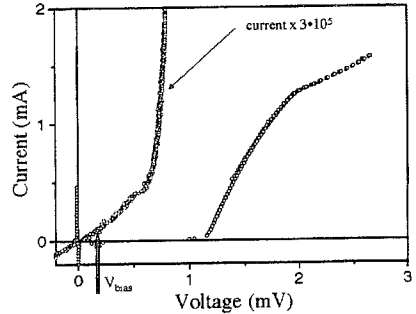


Fig. 3. I-V curve of a Nb/Al(50nm)/AlOx/Al(50 nm)/Nb tunnel junction (area = 50  $\mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ) measured in a dilution cryostat at  $T=0.1\text{K}$ . Also shown is the sub-gap current ( $\times 3 \cdot 10^5$ ). The dynamic resistance  $R_D$  is 500  $\text{k}\Omega$ . The normal resistance is 1.6  $\Omega$ .

### IV. JUNCTIONS I-V CHARACTERISTICS

High quality junction characteristics have been obtained as shown in Fig. 3. The  $I$ - $V$  curve has been measured in a dilution cryostat at  $T = 0.1$  K in the presence of a 10 mT magnetic field applied in the junction plane in order to suppress the DC Josephson current. The dynamic resistance at the bias voltage 0.2 mV is  $R_D = 500$   $\text{k}\Omega$ . At this bias voltage, the leakage current is 0.4 nA, i.e. a leakage current density of 0.16  $\text{pA}/\mu\text{m}^2$  for a Josephson current density of 28  $\text{A}/\text{cm}^2$ .

According to the equation given by P.A.J de Korte [7], the confinement time in a single film can be written:

$$\tau_T = 4e^2 \cdot N(0) \cdot A \cdot d \cdot R_N \cdot \frac{((\Delta + e \cdot V_b)^2 - \Delta^2)^{1/2}}{\Delta + e \cdot V_b},$$

where:

$\Delta$  = energy gap = 0.775 meV,

$V_b$  = bias voltage = 0.2 mV,

$N(0)$  = density of states at the Fermi level

=  $12.2 \times 10^{21} \text{ eV}^{-1} \text{ cm}^{-3}$ ,

$A$  = junction area = 50  $\mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ,

$d$  = thickness of the Al layer = 50 nm,

$R_N$  = normal resistance = 1.6  $\Omega$ .

With this equation, we calculated a tunneling time:

$\tau_T = 0.92 \mu\text{s}$ .

This value should be decreased for a better tunneling time optimization, a typical value of 0.3  $\mu\text{s}$  can be obtained [9], mainly by decreasing the normal resistance of the junction.

### V. X-RAY EXPERIMENTS

The same junction was cooled in a dilution cryostat at 0.1K and illuminated by a  $^{55}\text{Fe}$  X-ray source placed at 2 cm in front of the junction. No X-ray collimator and no buffer layer have been used to avoid the phonon events from the substrate.

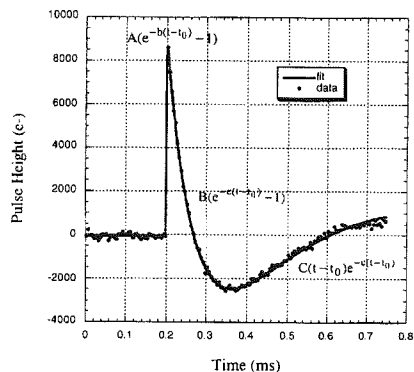


Fig. 4. Typical pulse recorded using the  $^{55}\text{Fe}$  X-ray source fully illuminating the Nb-based junction. The pulse fit is also shown on this figure (plain line)

Even though our junction is not designed for X-ray experiments, we decided to begin with an X-ray source to validate the junction technology and our home-made charge sensitive amplifier using a low-noise FET at the input [8]. A typical X-ray pulse at 0.1 K is shown in Fig. 4. The junction is biased at 0.2 mV.

A 12 bit 4 MHz signal recorder was used at the output of the charge sensitive amplifier to store the pulse data. The signal recorder is triggered on a given level and is interfaced to a PC for the data storage and post-processing.

With our experimental configuration and X-ray source activity, we detected about 1 pulse/min on average.

To calculate the pulse height from the numerical data, we used the following fit function:

$$\text{Pulse Height} = A(e^{-b(t-t_0)} - 1) + B(e^{-c(t-t_0)} - 1) + C(t-t_0)e^{-c(t-t_0)}$$

where  $t$  is the time,  $t_0$  is the time at which the pulse starts. The fit parameters are:  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $b$  and  $c$ .

The dominating terms of the previous equation as a function of the time are also shown on Fig. 4.

The pulse fit using the previous function allowed us to measure the pulse height more precisely than with a pulse height analyser.

The mean rise time value is 0.9  $\mu\text{s}$  which is very similar to what is reported in other publications for the same type of junctions [9]. The pulse decay can be fitted with a single time constant of 0.11 ms and is due to the  $RC$  time of the preamplifier (0.1 ms). After the pulse decay, the signal goes down to 0 with a damped oscillation due to the amplifier design (see Fig. 4).

The Fig. 5 shows the 6 keV X-ray spectrum that we measured at 0.2 mV junction bias. The  $^{55}\text{Fe}$  source peak can be isolated from the substrate events even with an X-ray beam which is not collimated.

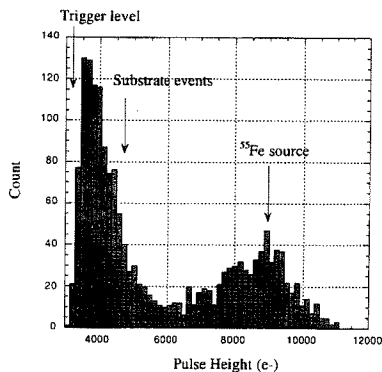


Fig. 5.  $^{55}\text{Fe}$  X-ray spectrum obtained with the full-illuminated Nb-based junction. The 6 keV peak can be isolated from the substrate events. The voltage bias is 0.2 mV.

The FWHM of this spectrum can be evaluated to be about 500 eV, which is poor compared with other publications (27 eV [10]). This was caused by the use of cables of inferior quality during the X-ray experiments.

## VI. NEAR INFRARED PHOTON COUNTING EXPERIMENTS

The same Nb-based junction has been used for optical photon counting at 0.1K. The light source is a pulsed photodiode emitting in the near infrared ( $\lambda=0.78 \mu\text{m}$ ). This is an ABB Hafo 1A330 device with an output power of 100  $\mu\text{W}$  and a rise/fall time of 15 ns. The photodiode is placed inside the cryostat and is pulsed with an electrical signal of a few  $\mu\text{s}$  from the outside. The photodiode is coupled to a single mode optical fiber having a 5  $\mu\text{m}$  diameter core through a commercial SMA connector. This fiber is then fixed to the cold finger (see Fig. 6) where the junction is placed, illuminating the back-side of the junction. Since the optical fiber tip is placed 2 centimeters away from the junction and the optical fiber diameter is very small, the coupling efficiency of the photodiode light to the junction is intentionally low in order to reduce the number of photons flux. This experimental set-up allows us to illuminate the junction with very few photons at each photodiode pulse.

The spectrum recorded shows several peaks having a charge proportional to the number of photons absorbed depending on the statistical fluctuations of the number of photons emitted (see Fig. 7). The interval between two consecutive peaks is uniform and corresponds to the mean charge  $\langle Q(\lambda) \rangle$  produced by the absorption of one single photon. This demonstrates the photon counting ability of our experimental set-up in the near infrared, even if the signal/noise ratio is not optimal and could be improved by decreasing the junction tunneling time. In this figure, the mean number of photons illuminating the junction is 5, but the photon peaks with 4, 6, 7 and 8 photons can also be detected.

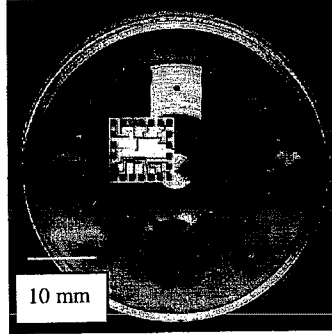


Fig. 6. Cold finger at 0.1 K used for photon counting experiments.

From this figure, the mean charge  $\langle Q(\lambda) \rangle$  created by one single photon absorption is estimated by the difference between two consecutive peaks :

$$\langle Q(\lambda) \rangle \approx 1300 e^-.$$

If we consider that for a Nb absorber, the initial number of quasiparticles  $N_0$  is given by :

$$N_0 \approx 7.1 \times 10^5 / \lambda \Delta(T),$$

where:

$\lambda$  = photodiode wavelength (nm) = 780 nm,

$\Delta(T)$  = energy gap of the Nb absorber (meV) = 1.4 meV,

we can then calculate  $N_0$  for our junctions :

$$N_0 \approx 650 e^-.$$

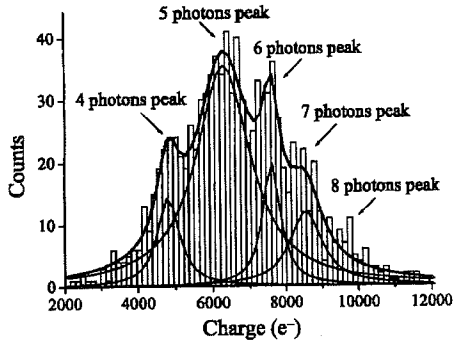


Fig. 7. Photon counting spectrum at  $\lambda=0.78 \mu\text{m}$  with a Nb-based STJ.

This allows us to estimate how many time each quasiparticle originally created in the film is transferred across the barrier, in the absence of loss processes:

$$\langle n \rangle = \langle Q(\lambda) \rangle / N_0 \approx 2.$$

From the numerical pulse data, it is also possible to derive the noise of the amplifier chain coupled to this junction. A RMS noise of  $700 e^-$  has been calculated which is one half of the charge  $\langle Q(\lambda) \rangle$  measured for one single photon detected at  $\lambda=0.78 \mu\text{m}$ .

## VII. CONCLUSION

The photon counting capabilities of our Nb STJ's has been demonstrated in the near infrared at  $\lambda=0.78 \mu\text{m}$ . The experimental set-up used to test the photon counting performances has been completed, including an original charge amplifier built for this purpose. The preamplifier chain was firstly tested using an X-ray  $^{55}\text{Fe}$  source but the near infrared performances of our devices remain our main goal. This is the reason why other epitaxial absorbing layers with lower energy gap, such as Ta films, are now deposited and will be tested soon.

## REFERENCES

- [1] T. Peacock, P. Verhoeve, N. Rando, M.A.C. Perryman, B.G. Taylor and P. Jakobsen, "Superconducting tunnel junctions as detectors for ultraviolet, optical, and near infrared astronomy", *Astronomy and Astrophysics Supplement Series*, vol. 123, pp. 581-587, 1997.
- [2] T. Peacock, P. Verhoeve, N. Rando, C. Erd, M. Bavdaz, B.G. Taylor, and D. Petcz, "Recent developments in superconducting tunnel junctions for ultraviolet, optical and near-infrared astronomy", *Astronomy and Astrophysics Supplement Series*, vol. 127, pp. 497-504, 1998.
- [3] M. Gurvitch, M.A. Washington, H.A. Huggins, "High quality refractory Josephson tunnel junctions utilizing thin aluminum layers", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 42, pp. 472-474, 1983.
- [4] M.-C. Cyrille, R. Chicault, J.-C. Villégier, "Processing of Nb DC SQUIDS for RF amplification", *Thin Solid Films*, vol. 333, pp. 228-234, 1998.
- [5] B. Delaet, P. Feautrier, P. Petmezakis, J.-C. Villégier, A. Benoit and J.-L. Bret, "Optical and near-infrared photon counting detector using superconducting tunnel junctions", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, A 444, pp.465-468, 2000.
- [6] M. Matsuda, M. Matsumoto and N. Taneda, "Fabrication and Characterisation of Epitaxial Nb Films", *ISEC'97 proceedings*, p. 179, J69, Berlin, 1997.
- [7] P.A.J. de Korte, "Superconductive X-ray photon detectors", *proc. SPIE*, 1743, p.24, 1992.
- [8] P. Feautrier, B. Delaet, A. Benoit and J.-C. Villégier, "X-Ray and Optical Photon Counting Detector using Superconducting Tunnel Junctions", *WOLTE 4 proceedings*, pp 169-173, ESTEC, 21-23 June 2000, Noordwijk, The Netherlands.
- [9] P. Verhoeve, N. Rando, A. Peacock, A. van Dordrecht, A. Poelaert, D.J. Goldie and R. Venn, "Single photon detection at visible & X-ray wavelengths with Nb-Al Superconducting Tunnel Junctions", *J. of Appl. Phys.*, vol 83, 1998.
- [10] P. Hetti, "Progress in fabrication and development", *LTD7 proceedings*, p. 20, Munich, 1997.

# BIBLIOGRAPHIE



# Bibliographie

- [1] M. Kurakado, Nucl. Instr. Meth. **196**, 275 (1982).
- [2] N.E. Booth, D.J. Goldie, Supercond. Sci. Technol. **9**, 471 (1996).
- [3] H. Kraus, Supercond. Sci. Technol. **9**, 827 (1996).
- [4] M. Frank, L.J. Hiller, J.B. le Grand et al., Rev. Sci. Instrum. **69**, 25 (1998).
- [5] A. Peacock, Physica **B 263-264**, 595 (1999).
- [6] A. Peacock et al., Nature **381**, 135 (1996).
- [7] M.P. Bruijn, W.B. Bergmann Tiest, F.C. Hoevers et al., "Towards a cryogenic imaging array of transition edge X-ray microcalorimeters", Presented at SPIE's International Symposium on Astronomical Telescopes and Instrumentation, Munich-Allemagne (27-31 Mars 2000). To be published in the Proceedings of SPIE, Vol. 4012.
- [8] A.J. Miller, B. Cabrera, R.W. Romani et al., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research **A 444**, 445 (2000).
- [9] N. Rando, J. Verveer, P. Verhoeve et al., "S-CAM 2, performance and initial astronomical results", Presented at SPIE's International Symposium on Astronomical Telescopes and Instrumentation, Munich-Allemagne (27-31 Mars 2000). To be published in the Proceedings of SPIE, Vol. 4008.

- [10] L. Li, L. Frunzio, C. Wilson et al., soumis à IEEE Trans. on Appl. Supercond. (18 Septembre 2000).
- [11] K.D. Irwin, G.C. Hilton, J.M. Martinis et al., N. I. M. A **444**, 184 (2000).
- [12] W. Meissner, R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften **21**, 787 (1933).
- [13] M. Tinkham, "Introduction to superconductivity" R.E. Krieger Company, (1975).
- [14] J. Bardeen, I.N. Cooper, J. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957).
- [15] V. Ginzburg, L. Landau, Zh. Eksp. Teor. Fiz. **20**, 1064 (1950).
- [16] V. Narayanamurti, R.C. Dynes, P. Hu, H. Smith, W.F. Brinkman, Phys. Rev. **B 18**, 6041 (1978).
- [17] A. Barone, G. Paterno, " Physics and applications of the Josephson effect", John Willey and sons (1982).
- [18] C. Kittel, "Introduction à la physique de l'état solide" ed. Dunod Université (1976).
- [19] J-C. Villégier, "Propriétés des jonctions niobium-oxyde-plomb, application à l'effet Josephson", Thèse de l'Université Joseph Fourier (1977).
- [20] K. Segall, "Noise and quasiparticule dynamics in single photon, superconducting tunnel junctions", Thèse de l'université de Yale (1999).
- [21] A. Poelaert, "Superconducting tunnel junctions used as photon detectors", Thèse de l'Université de Twente (Pays-Bas) (1999).
- [22] N. Rando, A. Peacock, A. van Dordrecht, C. Foden, R. Engelhardt, B.G. Taylor, P. Gare, J. Lumley, C. Pereira, N. I. M. A **313**, 173 (1992).

- [23] A. Peacock, P. Verhoeve, N. Rando, C. Erd, M. Bavdaz, B.G. Taylor, D. Perez, *Astron. and Astrophys. Suppl. Ser.* **127**, 497 (1998).
- [24] P. Verhoeve, N. Rando, T. Peacock, A. van Dordrecht, A. Poelaert, D.J. Goldie, R. Venn, *Journal of Applied Physics* **vol. 83**, 6118 (1998).
- [25] W.L. McMillan, *Physical Review* **175**, 537 (1968).
- [26] K.D. Usadel, *Phys. Rev. Lett.* **25**, 507 (1970).
- [27] P.A.J. de Korte, *Proc. of ESA symposium SP-356*, 41 (1992).
- [28] N.E. Booth, *Appl. Phys. Lett.* **50**, 293 (1987).
- [29] A.A. Golubov, E.P. Houwman, J.G. Gijsbertsen, V.M. Krasnov, M. Yu. Kupriyanov, J. Flokstra, H. Rogalla, *Phys. Rev. B* **51**, 1073 (1995).
- [30] D. Twerenbold, *Physical Review B* **34**, 7748 (1986).
- [31] O.J. Luiten et al., *N. I. M.* **A 370**, 72 (1996).
- [32] S.B. Kaplan, C.C. Chi, D.N. Langenberg, J.J. Chang, S. Jafarey, D.J. Scalapino, *Physical Review B* **14**, 4854 (1976).
- [33] J.B. le Grand, *Thèse de l'Université d'Utrecht (Pays-Bas)* (1994).
- [34] A. Rothwarf, B.N. Taylor, *Phys. Rev. Lett.* **19**, 27 (1967).
- [35] A. Golubov, E. Houwman, J. Gijsbertsen, V. Krasnov, J. Flokstra, H. Rogalla, M. Kupriyanov, *Physical Review B* **49**, 12953 (1994).
- [36] A. Poelaert, A. Golubov, T. Peacock, R. den Hartog, H. Rogalla, *N. I. M.* **A 444**, 55 (2000).
- [37] P.A.J. de Korte et al., *SPIE* **1743**, 24 (1992).

- [38] A. Poelaert, A.G. Kozorezov, A. Peacock, J.K. Wigmore, *Physical Review Letters* **82**, 1257 (1999).
- [39] J-P. Manneval, J. Desailly, B. Pannetier, “Phonon scattering in condensed matter” ed. by W. Eisenmenger, Springer-Verlag, Berlin (1984).
- [40] U. Fano, *Phys. Rev.* **72**, 26 (1947).
- [41] C.A. Mears, S.E. Labov, A.T. Barfknecht, *Appl. Phys. Lett.* **63**, 2961, (1993).
- [42] D.J. Goldie, P.L. Brink, C. Patel, N.E. Booth, G.L. Salmon, *Appl. Phys. Lett.* **64**, 3169, (1994).
- [43] K.E. Gray, *Appl. Phys. Lett.* **32**, 392, (1978).
- [44] A. Peacock, P. Verhoeve, N. Rando, M.A.C. Perryman, B.G. Taylor, P. Jakobsen, *Astron. and Astrophys. Suppl. Ser.* **123**, 581 (1997).
- [45] T. Imamura, *IEEE Trans. on Appl. Superc.* vol. **2**, *N<sup>o</sup> 1* (1992).
- [46] T. Imamura, *IEEE Trans. on Appl. Superc.* vol. **1**, *N<sup>o</sup> 1* (1992).
- [47] M. Kusunoki, H. Yamamori, *Jnp. J. App. Phys.* vol. **32**, L1609 (1993).
- [48] S. Morohashi, S. Hasuo, *J. Appl. Phys.* **61**, 4835 (1987).
- [49] H.A. Huggins, M. Gurvitch, *J. Appl. Phys.* **57**, 2103 (1985).
- [50] J-C. Villégier, N. Hadacek, S. Monso, B. Delaët, A. Roussy, P. Febvre, G. Lamura, J-Y. Laval, soumis à *IEEE Trans. on Appl. Supercond.* (18 Septembre 2000).
- [51] F. Hirayama, M. Koyanagi, *Supercond. Sci. Technol.* **8**, A26 (1995).
- [52] M-C. Cyrille, “Étude et réalisation de squids à polarisation continue pour l’amplification radiofréquence à très faible température de bruit”, Thèse de l’université J. Fourier-Grenoble (1992).

- [53] V. Larrey, “Étude et réalisation de jonctions SIS à base de nitrure de niobium et d’une barrière tunnel adaptée permettant la montée aux fréquences THz des instruments hétérodynes”, Thèse de l’université Paris VI (1998).
- [54] J-C. Villégier, H. Moriceau et al., Rapport de synthèse du contrat DRET 91/366, GR 771.682 (1991).
- [55] P. Feautrier, “Jonctions SIS en Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb pour des récepteurs en radioastronomie millimétrique et submillimétrique”, Thèse de l’université J. Fourier-Grenoble (1992).
- [56] P. Verhoeve, N. Rando, J. Verveer et al., Phys. Rev. **B 53**, 809 (1996).
- [57] A.W. Kleinsasser, R.E. Miller, W.H. Mallison, IEEE Trans. on Appl. Supercond. vol. **5**, 2735 (1995).
- [58] “Handbook of thin film process technology”, ed. David A. Glocker and S. Ismat Shah, IoP (1995).
- [59] M. Gurvitch, M.A. Washington, H.A. Huggins, Appl. Phys. Lett. **42**, 472 (1983).
- [60] B. Delaët, P. Feautrier, P. Petmezakis, J-C. Villégier, A. Benoit, J-L. Bret, N. I. M. **A 444**, 465 (2000).
- [61] B. Delaët, rapport de DEA de l’Université J. Fourier (1997).
- [62] Hoesht, “AZ 1500 series positive photoresists”, Technical notice.
- [63] Hoesht, “AZ developer”, Technical notice.
- [64] D.J. Adelerhof, M.E. Bijlsma, Physica **C 209**, 477 (1993).
- [65] F. Battin, rapport de DEA de l’Université Joseph Fourier (1997).
- [66] C. Brizard, G. Rolland, F. Laugier, “Twinning study of CdTe epitaxial layer by X-ray  $\Phi - scan$  measurement”, J. Appl. Cryst. **26**, 570 (1993).

- [67] A. Perrin, "Couches minces supraconductrices à haute température critique texturées et épitaxiées", Paris (1990).
- [68] M. Matsuda, M. Matsumoto, N. Taneda, F. Hirayama, S. Kuruki, Proceedings of ISEC'97 in Berlin **J 69**, 179 (1997).
- [69] K. Saminadayar, Cours de physique du solide de DEA de Microélectronique de l'Université J. Fourier-Grenoble (1997).
- [70] E.E. Fullerton, I.K. Schuller, H. Vanderstraeten, Y. Bruynseraede, Phys. Rev. **B 45**, 9292 (1992).
- [71] M. Gurvitch, Physical Review **B 34**, 540 (1986).
- [72] M. Gurvitch, M. A. Washington, H. A. Huggins, J. M Rowell, IEEE trans. on Magn. **vol. 19**, 791 (1983).
- [73] Th. Nussbaumer, Ph. Lerch, E. Kirk, A. Zehnder, R. Fuchslin, P.F. Meier, H.R. Ott, Physical Review **B 61**, 9719 (2000).
- [74] E.C. Kirk, Ph. Lerch, J. Olsen, A. Zehnder, H.R. Ott, N. I. M. **A 444**, 201 (2000).
- [75] R.A. French, Cryogenics **8**, 301 (1968).
- [76] N.W. Ashcroft, N.D. Mermin, "Solid State Physics", ed. Holt-Saunders (1976).
- [77] M.L. van den Berg, "Development of a high resolution X-ray spectrometer based on superconductive tunnel junctions", Thèse de l'Université d'Utrecht (1999).
- [78] A. Andreone, A. Cassinese, M. Iavarone, R. Vaglio, I.I. Kulik, V. Palmieri, Physical Review **B 52**, 4473 (1995).
- [79] Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press 80<sup>th</sup> ed. (1999).
- [80] P.W. Epperlein, Physica **B 108**, 931 (1981).

- [81] R. Meservey, B.B. Schwartz, Superconductivity vol. 1, ed. R.D. Parks (M. Dekker, N.Y.), 117 (1969).
- [82] A. Gilabert, Ann. Phys. **t. 2**, 203 (1977).
- [83] J.J. Chang, D.J. Scalapino, Physical Review **B 15**, 2651 (1977).
- [84] A. Zehnder, Physical Review **B 52**, 12858 (1995).
- [85] D.J. Goldie, N.E. Booth, R.J. Gaitskell. G. Salmon, "Particle detection with STJ, modelling the non-equilibrium state generated by particle interactions", *Superconducting devices and their applications* eds. H. Koch and H. Lübbig, Springer-Verlag, Berlin 474 (1991).
- [86] H.J. Fitting, Phys. Stat. Sol. **A 26**, 525 (1974).
- [87] G.E. Blonder, M. Tinkham, T.M. Klapwijk, Physical Review **B 25**, 4515 (1982).
- [88] N. Rando, P. Verhoeve, A. Poelaert, A. Peacock, D.J. Goldie, J. of Appl. Phys. Lett. **83**, 5536 (1998).
- [89] D.D.E. Martin et al., "Advantages and design criteria of a SQUID readout system for superconducting tunnel junction arrays", WOLTE 4 proceedings, ESTEC, Noodwijk, The Netherland, (21-23 June 2000).
- [90] M.G. Castellano, "Astronomical detectors based on STJ array: strategy for readout with SQUIDS", WOLTE 4 proceedings, ESTEC, Noodwijk, The Netherland, (21-23 June 2000).

# Abstract

We report on the fabrication and the study of Superconducting Tunnel Junction (STJ) with aluminium trapping layers, and the results obtained in photon detection. STJ's are constituted by a superconducting absorber layer where the photon energy is converted into quasiparticles and by an Al-AlO<sub>x</sub>-Al structure (SIS junction) to confine and count this quasiparticle excess at very low temperature.

This work first focuses on the structural and electrical analysis of niobium and tantalum absorbers grown epitaxially by magnetron sputter deposition on 600 °C heated R-plane sapphire substrates. We obtained relative resistive ratios (RRR) of about 30 for (100) epitaxial Nb and Ta films yielding to mean free paths larger than 50 nm.

We developed all the STJ fabrication process, including arrays of STJ's, on 3" wafers and we characterized the electrical and magnetic properties of Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al-Nb junctions at 4.2 K and 200 mK. A large part of niobium-based STJ's have excellent quality factors (dynamic resistance under the gap voltage over normal resistance) over 250000 at 200 mK, showing a good reliability and reproducibility of the STJ fabrication process.

Finally, we demonstrate the photon counting capability at near-infrared wavelengths ( $\lambda = 0.78 \mu\text{m}$ ) with a niobium based STJ mono-pixel detector at 200 mK and read-out by a charge sensitive amplifier. Such STJ detectors are very promising for low light level optical and near-infrared applications for ground based astronomy.

**Keywords:** Superconducting Tunnel Junctions (STJ), thin films, epitaxy, photon detection, near infrared.



## Résumé

Ce mémoire présente la réalisation et l'étude des Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel (JSET) de type Nb/Al-AlO<sub>x</sub>-Al/Nb, ainsi que les résultats préliminaires obtenus sur la détection et le comptage de photons à partir de ces jonctions. Les JSET incluent une couche supraconductrice photo-absorbante, en niobium ou en tantale épitaxié, dans laquelle l'énergie du photon incident est convertie en quasiparticules de durée de vie suffisante, à très basse température, pour être comptées par effet tunnel. Les couches en aluminium, de gap réduit, fonctionnent comme un piège à quasiparticules et permettent d'augmenter l'efficacité du comptage.

Une première étude a consisté en l'optimisation de la qualité cristalline des absorbeurs en niobium et en tantale. Les analyses structurale et électrique réalisées démontrent que ces films, déposés par pulvérisation cathodique magnétron sur saphir plan R chauffé à 600 °C, sont épitaxiés suivant la direction (100) et possèdent des rapports résistifs de l'ordre de 30 conduisant à des libres parcours moyens supérieurs à 50 nm.

Dans un second temps, nous avons mis au point le procédé collectif d'élaboration des JSET, isolées ou sous forme matricielle, sur substrat trois pouces, en parallèle avec leur caractérisation électrique et magnétique à 4,2 K et 200 mK. La majorité des jonctions ont un excellent facteur de qualité (rapport de la résistance dynamique dans la partie sous le gap d'une caractéristique courant-tension sur la résistance normale de la jonction) supérieur à 250000 à 200 mK, preuve d'un procédé de fabrication fiable et reproductible.

Finalement, nous démontrons la faisabilité du comptage de photons dans l'infrarouge proche ( $\lambda = 0,78 \mu\text{m}$ ) à l'aide d'un détecteur mono-pixel basé sur une JSET à absorbeur en niobium, refroidie à 200 mK dans un réfrigérateur à dilution et lue par une électronique d'amplification et d'acquisition. L'utilisation de tels détecteurs aux performances inégalées ouvre la voie à d'importantes applications en astronomie dans le domaine du visible au proche infrarouge.

**Mots clés :** Jonctions Supraconductrices à Effet Tunnel (JSET), couches minces cristallines, comptage de photons, infrarouge proche.