HAL open science

De la résistance électrique aux micro-capteurs performants

Bruno Guillet

▶ **To cite this version:**

Bruno Guillet. De la résistance électrique aux micro-capteurs performants. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. Université de Caen Basse Normandie, 2014. tel-01119329

HAL Id: tel-01119329

https://hal.science/tel-01119329v1

Submitted on 22 Feb 2015

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.

Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

Mémoire en vue de l'obtention du
Diplôme d'Habilitation à Diriger des Recherches
de l'Université de Caen Basse Normandie

Bruno GUILLET

Enseignant chercheur – 63ème section
Maître de conférence
GREYC (UMR 6072), ENSICAEN, UCBN

De la résistance électrique aux micro-capteurs performants

soutenue le 12 décembre 2014

Composition du jury :

M. Philippe LECOEUR	Professeur des Universités	IEF	Rapporteur
M. François PAJOT	Directeur de recherches	IAS	Examinateur
M. Fabien PASCAL	Professeur des Universités	IES	Rapporteur
M. Didier ROBBES	Professeur des Universités	GREYC	Rapporteur
Mme Pascale ROY	Directrice de recherches	SOLEIL	Examinatrice

Plan du document

Préambule....5
Introduction....7
Chapitre 1 - Mesures de bruit basse fréquence de résistances électriques....11
I. Bruit 1/f....13
II.Mesure de bruit excédentaire dans la transition de phase normale supraconductrice....15
III.Méthode de mesures de bruit....17
IV.Mesure de bruit excédentaire dans les nitrures....18
V.Mesure de bruit excédentaire dans LSMO 22
Chapitre 2 - Mesures de température....31
I.Électronique de lecture et contrôle faible bruit de température à très haute résolution....33
II.Thermométrie à base de couches minces YBCO....34
III.Moniteurs de température à très haute résolution contrôlés par ordinateur....37
IV.Mesure de température en métrologie....39
Chapitre 3 - Micro-dispositifs à base de supraconducteurs....41
I.Radiomètre à substitution électrique à base YBCO....43
II.Bolomètres à électrons chauds à base d'YBCO et de NbN....46
Chapitre 4 - Micro-dispositifs à base de manganites....57
I.Thermométrie à 300 K à base de LSMO....59
II.Micro-bolomètres LSMO....61
Perspectives et conclusion....77
I.Perspectives....77
II.Conclusion....82
Références....83
Annexes....93
I.Activités d'enseignement....95
I.Liste des publications....97
II. Collaborations et contrats....105
III.Curriculum vitae détaillé....107
IV.Articles significatifs 111

Préambule

Le manuscrit présenté ici n'est pas une thèse mais une synthèse de mes travaux. Il n'a donc pas l'exactitude et la rigueur d'une thèse. Au vue de la situation internationale des sujets de recherche dans lesquels il s'inscrit, il est par trop incomplet pour être une revue générale.

Finalement appuyé pour chaque chapitre sur plusieurs publications significatives, il est peut être seulement l'image de l'esprit dans lequel, au sein de collaborations nombreuses, j'ai travaillé sur les quatre sujets qui sont présentés.

Ce mémoire se veut donc la synthèse de mes activités de recherches qui s'étale sur les quinze dernières années. Au cours de cette période, j'ai travaillé dans plusieurs laboratoires, d'abord au GREYC[1] à Caen, puis au LGEP[2]-Supélec à Gif-sur-Yvette en passant par le LCP[3]-CEA à Grenoble, au LNE-INM[4]/Cnam à Paris, au LERMA[5]/Observatoire de Paris puis de retour à Caen au GREYC en 2006.

Il ne s'agit pas du résultat d'un travail individuel mais le fruit du travail d'équipes. Il m'est impossible matériellement de citer toutes les personnes qui ont participé à mes travaux. Je pense aux particuliers aux étudiants en thèse qui ont contribué significativement à ce document : Sheng Wu, Geeta Mutta, Ammar Aryan, Shuang Liu et à leurs encadrants, Jean-Marc Routoure et Laurence Méchin. Je remercie ceux qui m'ont fait confiance tout au long de ces années et qui n'ont pas ménagé leurs efforts pour m'expliquer, m'écouter, m'apprendre, me convaincre, etc. Je souhaite qu'ils se reconnaissent au long de ce manuscrit et je leur exprime ma gratitude et ma sympathie.

[1] GREYC : Groupe de Recherche en Informatique, Image, Automatique et Instrumentation de Caen (UMR6072)
[2] LGEP : Laboratoire de Génie Electrique de Paris (UMR8507)
[3] LCP : Laboratoire de CryoPhysique (CEA Grenoble)
[4] LNE-INE :Laboratoire National de Métrologie et d'Essais - Institut National de Métrologie
[5] LERMA :Laboratoire d'Etudes du Rayonnement et de la Matière en Astrophysique (UMR8112)

Introduction

Le résumé temporel de mon parcours scientifique est représenté schématiquement dans le diagramme de la page 9. Mes activités d'enseignements, la liste exhaustive de mes publications, ma participation à des collaborations et à des contrats, mon curriculum vitae détaillé, ainsi que cinq articles significatifs sont donnés en annexe. A chaque paragraphe, les références à mes publications à comité de lecture et aux thèses encadrées sont notées entre crochets.

De formation initiale en physique, instrumentation électronique, j'ai acquis lors de mon DEA[6] et ma thèse des compétences en instrumentation et en électronique. J'ai ensuite élargi mes compétences dans le dépôt de couches minces et dans les techniques de microtechnologies en salle blanche dans le cadre de contrats post-doctoraux. Tout au long de ce parcours, j'ai consolidé mes connaissances sur la caractérisation de détecteurs et en métrologie.

J'ai débuté mes études universitaires par un DEUG A (Maths/Physique) puis par un second cycle (licence et maîtrise de physique) de la faculté des sciences et des techniques de Nantes. Désirant travailler dans le domaine de l'astronomie, j'ai poursuivi mes études par le DEA Astrophysique-Géophysique-Planétologie de Toulouse. J'ai ensuite décidé d'ouvrir le champ de mes compétences par une formation expérimentale généraliste et donc de préparer le DEA Méthodes Physiques Expérimentales de Grenoble. J'ai effectué ensuite ma thèse au GREYC, université de Caen Basse Normandie, sous la direction du Pr. D. Robbes. Le sujet de ma thèse était consacré à la bolométrie, l'électronique faible bruit, la thermométrie, et la radiométrie à substitution électrique. Pour élargir mon expérience et consolider mon dossier scientifique, j'ai ensuite effectué plusieurs contrats post-doctoraux. En particulier, j'ai travaillé sur la conception et l'élaboration d'un détecteur hétérodyne à base de supraconducteurs à haute température critique YBCO pour des applications spatiales. J'ai aussi participé activement à la réalisation d'une matrice de 16 pixels hétérodynes basés sur des supraconducteurs à basse température critique NbN sur membrane. Dans le cadre d'un contrat CDD d'ingénieur de recherches en métrologie des basses températures, j'ai participé au maintien et à la réalisation de l'Echelle Internationale de Température (EIT-90) à l'aide de thermomètres résistifs platine ce qui m'a permis de conforter mon goût pour la métrologie.

L'ensemble de mes activités de recherche a principalement concerné le développement d'instrumentation, les mesures à faible niveau de bruit et les détecteurs. Mes travaux ont portés particulièrement sur la mesure de la température à haute résolution et aux micro-dispositifs en couches minces de supraconducteurs (à haute température critique de type $YBa_2Cu_3O_{7-d}$, noté YBCO, ou à basse température critique NbN) et de manganites de type $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$, noté LSMO. On peut remarquer que les deux oxydes que j'ai étudié présentent une structure pérowskite à base d'éléments de transition et des exigences similaires pour le dépôt en couches minces. Ils présentent des nombreux points communs : croissance épitaxiale des couches minces (mêmes techniques de dépôts, mêmes substrats céramiques de paramètre de maille adaptée, dont $SrTiO_3$), techniques de caractérisation structurale, procédés technologiques. Leurs propriétés sont complexes et de nombreux phénomènes demeurent encore mal expliqués. Cependant, de nombreuses applications sont envisagées à partir de leurs propriétés remarquables.

[6] DEA Méthodes Physiques Expérimentales de Grenoble

J'ai également travaillé sur d'autres matériaux (InN, GaN, Nb, NbN, métaux sur membranes Si_3N_4) à travers diverses collaborations. J'attache beaucoup d'importance à ces travaux, menés en parallèle de mes sujets principaux, car même si ils peuvent parfois être considérés comme source de dispersion, ils permettent de renouveler mes idées et mes compétences techniques et scientifiques.

Mes activités de recherches se basent donc sur une approche multi-disciplinaire qui me permet d'envisager le développement de micro-dispositifs performants dans son ensemble. Cela explique qu'une partie de mes activités a concerné la caractérisation des propriétés électriques et thermiques des couches minces (résistance électrique en fonction de la température, bruit en 1/f, etc.) et la conception, la fabrication et la caractérisation de dispositifs (principalement de thermomètres et de micro-bolomètres).

Un micro-bolomètre est un détecteur thermique de rayonnement. L'absorption du rayonnement incident dans la partie sensible du détecteur provoque une élévation de température, que l'on mesure par un thermomètre résistif. Pour réaliser des dispositifs performants (à la fois sensible et rapide), il faut donc choisir un matériau résistif présentant une forte variation de résistance électrique en fonction de la température, et réaliser des structures qui permettent d'optimiser la sensibilité du détecteur. Il faut en effet minimiser la conductance thermique G et la capacité calorifique C. Ces critères peuvent être satisfaits par l'utilisation de membranes qui permettent d'isoler thermiquement l'élément sensible (pour accentuer l'échauffement) et de réduire la capacité calorifique (par minimisation du volume mis en jeu). Il faut de plus que l'élément sensible (thermomètre) présente la variation de résistance en fonction de la température la plus élevée possible et un faible bruit électronique.

Pour un fonctionnement à température modérément refroidie, les supraconducteurs sont alors très attractifs lorsqu'ils sont utilisé dans la gamme de température comprenant la transition supraconducteur-normal car la résistance électrique est alors très sensible à la température. Les manganites présentent quant à eux une grande variation de résistance électrique lors de la transition métal-isolant au voisinage de la température ambiante. Les dérivées relatives de la résistance électrique (TCR) typiques pour YBCO au voisinage de 90 K et pour LSMO au voisinage de 300 K sont respectivement d'environ de 2 K^{-1} et de 0,02 K^{-1}.[7]

L'utilisation de la structuration de composants sous forme de films minces permet d'obtenir des géométries optimisées. Les procédés de micro-fabrication en salle blanche autorisent la miniaturisation des détecteurs ainsi que la réalisation de capteurs performants. Les technologies de micro-usinage du silicium autorisent l'élaboration de structures membranaires. L'isolation thermique ainsi obtenue accentue l'élévation de température due à l'absorption du rayonnement incident.

Mon activité de recherche principale actuelle est dédiée à l'étude de micro-bolomètres non refroidis performants à base de LSMO, et du bruit en 1/f dans les couches minces de LSMO et d'InN. Pour ces travaux, j'ai participé à l'encadrement de 4 thèses [Wu12], [Mutta12], [Liu13], [Aryan13]. Afin de présenter une synthèse de mes activités de recherches, je vais décrire dans le premier chapitre mes travaux sur la mesure de bruit basse fréquence de résistances électriques. Dans le chapitre suivant, je présenterai mes résultats sur la mesure de température à haute résolution. Les chapitres III et IV décrivent successivement mes travaux sur les micro-dispositifs à base de supraconducteurs puis sur les manganites. Une conclusion générale et la présentation de mes perspectives terminent le mémoire.

[7] A titre de comparaison, le platine a un TCR d'environ 0,004 K^{-1} à 300 K.

1998	Thésard	GREYC Caen	• Mesure de température • Micro-dispositifs à base de supraconducteurs • Mesure de bruit basse fréquence
2001	ATER	GREYC Caen	
2004	Post-doc 1	LGEP - Supélec Paris LCP - CEA Grenoble	Micro-dispositifs à base de supraconducteurs (HEB YBCO)
2005	Ingénieur de recherches	LNE-INM/Cnam, Paris	Métrologie des températures
2006	Post-doc 2	LERMA, Observatoire de Paris	Micro-dispositifs à base de supraconducteurs (HEB NbN)
	Maître de conférence	GREYC Caen	• Mesure de température • Micro-dispositifs à base de manganites • Mesure de bruit basse fréquence
2014			

Figure 0-1 : Tableau récapitulatif de mes activités de recherches

Chapitre 1

Mesures de bruit basse fréquence de résistances électriques

Après une introduction générale sur les mesures de bruit basse fréquence, des mesures de bruit excédentaire dans la transition de phase normale supraconductrice de couche mince YBCO réalisées au cours de ma thèse seront présentées. La description du banc de mesures de bruit basse fréquence utilisé actuellement sera exposé. Des mesures de bruit sur des couches de nitrures InN effectuées dans le cadre de collaboration avec le CIMAP seront ensuite décrites. Enfin, je développerai les travaux sur les mesures de bruit excédentaire dans les couches minces de LSMO qui ont été entreprises depuis mon recrutement au GREYC.

I. Bruit 1/f

L'analyse des matériaux et des dispositifs par mesures du bruit basse fréquence constitue un outil de diagnostic pour explorer les propriétés des matériaux, car le niveau et le type de bruit est très sensible aux processus de transport. En effet, le bruit intrinsèque dans un système électrique résulte des fluctuations spontanées dans la conductivité électrique. Ces fluctuations peuvent être analysées dans le domaine spectral à l'aide de la densité spectrale de bruit contenant généralement trois contributions: le bruit blanc, le bruit télégraphique et le bruit en 1/f. Les mesures de bruit présentaient, pour nous, un intérêt considérable car :

I) le niveau de bruit est un indicateur sensible de la qualité du matériau et,
II) il fournit, par la comparaison avec les modèles théoriques, une façon de déterminer les mécanismes dominants de conduction.

Pour le développement de tout type de capteurs, le bruit est un paramètre essentiel puisqu'il faut toujours travailler pour maximiser leur rapport signal-sur-bruit.

Le bruit électronique a diverses origines [Voss76], [Hooge81], [Dutta81], [Scofield85], [VanderZiel88], [Weissman88], [Raquet01], [Vandamme02]. Sa description est souvent facilitée et décrite selon sa dépendance en fréquence après transformée de Fourier du signal temporel (figure I-1). On trouve:

- Le bruit blanc, qui est indépendant de la fréquence et de valeur moyenne nulle. Le bruit thermique ou de Johnson présent dans les composants résistifs est aussi indépendant de la polarisation. Il n'a pas d'origine magnétique et ne peut être supprimé car il provient de fluctuations induites par l'agitation thermique. Son expression est bien connue [Nyquist28] et dépend de la résistance électrique R de l'échantillon (Ω): $4k_BTR$, où k_B est la constante de Boltzmann, T la température (K). Le bruit de grenaille présent dans les composants actifs (diodes, transistors, etc.) dépend du courant moyen et se superpose à celui-ci. Il correspond aux fluctuations statistiques du nombre de porteurs de charge traversant une barrière de potentiel et qui participent à la création du courant [Schottky].
- Le bruit télégraphique ou RTN[8]. Le bruit télégraphique est un type de bruit qui correspond à un signal qui possède deux états d'énergie ou plus, et dont la densité spectrale reste constante pour les fréquences inférieures à une fréquence caractéristique f_0, puis décroît en $1/f^2$ (allure 'lorentzienne' du spectre). En général, le bruit de type lorentzien provient des fluctuations du nombre de porteurs liées aux processus de piégeage - dé-piégeage (bruit de génération-recombinaison) des porteurs libres par des pièges à constante de temps unique situés dans différentes zones des composants.
- Le bruit en 1/f est un bruit excédentaire dominant à basse fréquence. Il dépend des propriétés intrinsèques du matériau utilisé. Son origine est souvent mal connue et est encore débattue.

[8] RTN: *Random Telegraph Noise*

Parmi les différents types de bruit, le bruit en 1/f est particulièrement intéressant et important car c'est un bruit excédentaire dominant à basse fréquence et qui augmente en fonction du courant injecté. Il limite donc potentiellement les performances des capteurs. De plus, il dépend des propriétés intrinsèques du matériau utilisé et peut apporter des informations complémentaires sur la physique du dispositif et des matériaux étudiés. Pour normaliser et comparer les mesures de bruit en 1/f, on utilise couramment la relation empirique de Hooge [Hooge69] :

$$S_{V1/f} = \frac{\alpha_H}{n\Omega} \frac{R^2 I^2}{f^{\gamma}}$$

où $S_{V1/f}$ est la densité spectrale de bruit en tension ($V^2 \times Hz^{-1}$), α_H/n (m^3) est le paramètre de Hooge normalisé (avec α_H le paramètre de Hooge sans dimension, n la densité de porteurs de charge (m^{-3})), R (Ω) et Ω (m^3) sont respectivement la résistance électrique et le volume du dispositif, I (A) est le courant de polarisation continu et f (Hz) la fréquence; γ est un exposant proche de 1. Cette relation, bien qu'utilisée dans la plupart des publications, n'est valable a priori que dans le cas de matériaux homogènes.

Les mesures de bruit en 1/f constituent une méthode très fine d'analyse des mécanismes de conduction électrique. Pour ne pas alourdir la lecture du document, les différents modèles (modèle de fluctuations de la mobilité, de fluctuations du nombre de porteurs, de fluctuations de température et de percolation) de bruit en 1/f ne sont pas explicités dans ce document mais peuvent être trouvés dans ma thèse [Guillet03].

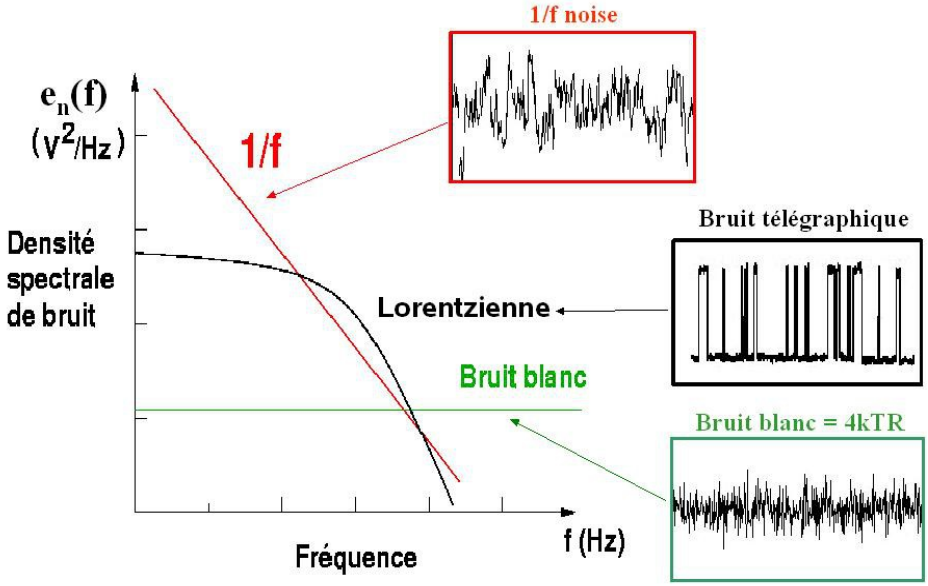


Figure I-1 : Présentation schématique des trois types de bruit dans le domaine fréquentiel avec la forme correspondante dans le domaine temporel [Mercha00]

Le bruit est également un facteur limitant les performances d'un capteur. J'ai donc étudié le bruit en 1/f dans des couches minces de matériau et dans des micro-capteurs. Le bruit de Johnson n'apporte aucune information supplémentaire par rapport à la valeur de la résistance électrique. En pratique, sa mesure peut cependant être utile pour vérifier que la chaîne de mesure est globalement correcte. Dans les échantillons étudiés et présentés dans ce mémoire, nous nous sommes concentrés sur l'étude du bruit en 1/f. Dans certains cas, du bruit télégraphique a été mesuré (nitrures et supraconducteurs).

II. Mesure de bruit excédentaire dans la transition de phase normale supraconductrice

Dans le cadre de ma thèse soutenue en 2003, j'ai étudié les fluctuations de résistances en fonction de la température et du courant de polarisation pour améliorer les performances du moniteur de température à haute résolution [Guillet03], [CI-1], [CI-2]. Le bruit excédentaire basse fréquence des films minces supraconducteurs peut être un facteur limitant pour les applications basse fréquence. C'est en effet la source de bruit dominante lorsque le système de lecture électronique à faible bruit est correctement conçu. En général, le bruit excédentaire à basse fréquence d'une résistance électrique est facilement mesurable et analysable à température ambiante : la variation relative de la valeur électrique en fonction de la température est relativement faible. Par contre des mesures de bruit en 1/f dans une zone de transition résistive telle que les transitions métal-supraconducteur est beaucoup plus contraignant [Kiss94, Hall94]. La résistance électrique est très sensible à la température dans une étendue de mesure réduite. Des variations de l'ordre de 10 à à plusieurs centaines $\Omega \times K^{-1}$ sont fréquemment rapportées dans la littérature pour des films minces supraconducteurs à la transition de phase. Le système mis en œuvre au cours de ma thèse (moniteur de température et système de régulation, *cf.* paragraphe II-1) a permis de s'affranchir des fluctuations de résistance liées aux fluctuations de température provoquées par exemple par des instabilités de puissance de chauffage [Guillet03].

Dans la littérature, il existe de nombreux mécanismes pour expliquer les différents résultats expérimentaux liés aux fortes variations de conduction électrique et thermique. Pour plus de détails, on pourra se référer à l'article de revue de Khrebtov sur le bruit excédentaire dans les bolomètres à base de supraconducteurs à haute température critique qui examine l'influence du bruit de phonons, du champ magnétique et de la qualité cristalline [Khrebtov98], [Khrebtov02].

Le banc de mesure utilisé pour mesurer le bruit en 1/f utilisait une moniteur de température haute résolution à thermomètre YBCO pour réguler finement la température (quelques µK). Une seconde résistance électrique YBCO de 200 nm sur STO peut alors être étudiée en terme de densité spectrale de bruit. A l'aide du contrôle fin de la température, le bruit excédentaire d'une seconde résistance électrique YBCO a été mesuré pour différentes températures et pour différentes valeurs de courant de polarisation.

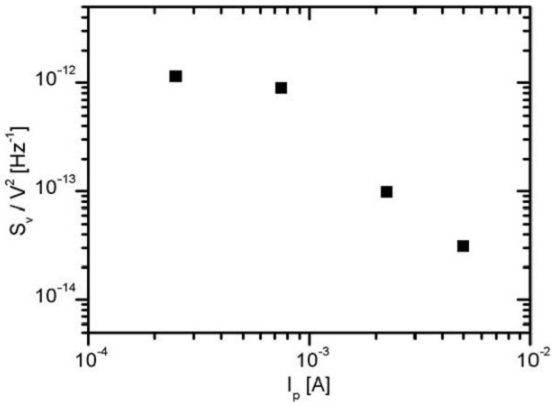


Figure I-2 : Evolution du bruit normalisé en tension à 1 Hz *en fonction du courant de polarisation à* 89,25 K *d'un échantillon YBCO/STO de* 200 nm *d'épaisseur [Guillet03]*

A température fixe, le bruit excédentaire en tension est proportionnel au courant de polarisation selon la relation de Hooge. Le graphique I-2 représente l'évolution du bruit normalisé en tension à 1 Hz pour différents courants à 89,25 K. A faible valeur de courant , le bruit normalisé en tension est plus ou moins constant. Dès que la densité de courant circulant dans le supraconducteur devient importante

(aux environs de 1 mA), le bruit normalisé en tension diminue de deux ordres de grandeur par décade. La relation de Hooge n'est donc pas applicable dans la transition de phase comme cela pouvait être supposé. La répartition en nombre des porteurs de charge (électrons, super électrons, quasi-particules) varie effectivement fortement dans cette zone de température. On peut supposer que l'augmentation du courant provoque la transition dans l'état normal de quelques îlots supraconducteurs. Le nombre d'électrons augmente alors et diminue le bruit excédentaire lié à ces porteurs de charges.

Le bruit excédentaire normalisé en tension à 1 Hz en fonction de la température dépend du courant de polarisation. La figure I-3 donne l'évolution pour un courant de polarisation de 0,75 mA et de 5,00 mA. Pour éviter l'emballement thermique, il n'était pas possible de polariser à plus fort courant.

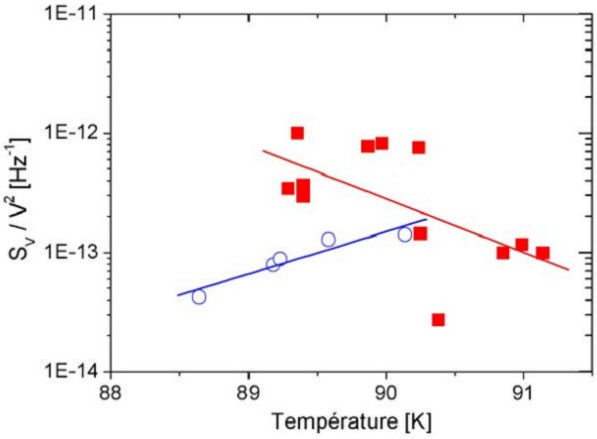
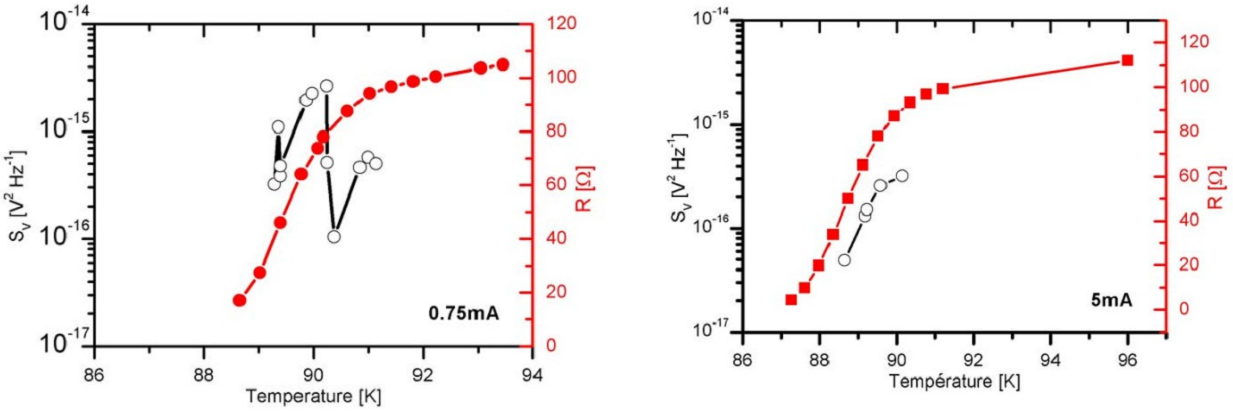


Figure I-3 : Evolution du bruit normalisé en tension à 1 Hz *en fonction de la température pour un courant de polarisation de* 0,75 mA *(carrés) et de* 5,00 mA *(cercles) d'un échantillon YBCO/STO de* 200 nm. *Les droites ne sont qu'à titre indicatif et facilitent l'interprétation des données. [Guillet03]*

A faible courant de polarisation, le film présentait un pic de fluctuations de tension au milieu de la transition résistive indiquant qu'un processus de percolation avait probablement lieu dans le film (*cf.* figure I-4 a)) [Kiss94]. Aux fortes valeurs de courant (>1 mA), le comportement de conduction électrique était différent. Au niveau de la transition de phase, le bruit excédentaire ne présentait pas de pic (*cf.* figure I-4 b). Le bruit excédentaire était donc clairement réduit à fort courant. Le film supraconducteur était alors probablement dans le régime de conduction en volume ("*bulk*"). Le courant de polarisation est tellement important qu'une grande partie des îlots supraconducteurs, présents normalement à ces températures, ont transité réduisant le phénomène de percolation et homogénéisant la densité de courant.



a) b)

Figure I-4 : Evolution du bruit normalisé en tension à 1 Hz *et de la résistance électrique en fonction de la température pour un courant de polarisation a) de* 0,75 mA *et b) de* 5,00 mA *d'un échantillon YBCO/STO de* 200 nm. *[Guillet03]*

La diminution du bruit excédentaire en tension à fort courant a ainsi permis d'améliorer le rapport signal-à-bruit de thermomètres YBCO. Avec une polarisation à 5 mA et pour une bande passante de 1 Hz, la résolution efficace en température était de l'ordre de 38 nK, ce qui représente une amélioration d'un facteur 700 comparée à une polarisation à 0,75 mA [CI-13]. Pour différentes raisons, ces mesures n'ont pas été poursuivies mais il serait intéressant d'étudier le bruit excédentaire dans la transition de phase pour comprendre les mécanismes de condition afin d'utiliser des capteurs à base d'YBCO dans les conditions de polarisation optimales.

III. Méthode de mesures de bruit

J'ai participé activement à la mise en place au GREYC, dans le cadre de la thèse de S. Wu soutenue en 2012, d'un banc de mesures de bruit basse fréquence et de la mise en place de protocoles de mesures [Wu12]. Le banc de mesures comprend une source de courant, un système de mesure de la résistivité électrique et du bruit, un voltmètre et un analyseur de spectre. Le système de mesure permet la mesure de la résistance électrique d'un échantillon résistif et de la tension équivalente de bruit dans diverses configurations. Une source de courant optimisée en terme d'impédance de sortie et de bruit a ainsi été développée. Afin d'améliorer l'extraction des paramètres de bruit des composants, différents protocoles de mesures ont été étudiés [CI-18].

Le dispositif expérimental utilisé pour les mesures de bruit des résistances électriques connecté typiquement en quatre points est représenté à la figure I-5. Le montage expérimental est constitué principalement d'une source de courant continu faible bruit et haute impédance et d'amplificateurs de tension (*cf.* figure I-6). Grâce à l'impédance de sortie élevée de la source de courant, la contribution en bruit des résistances de contact en courant est négligeable [Routoure07]. La résistance électrique de l'échantillon est mesurée via une sortie DC. Le signal de bruit est amplifié après filtrage de la composante continue pour éviter la saturation de la chaîne d'amplification. La densité spectrale de bruit en tension de l'échantillon est alors estimée à l'aide d'un analyseur de spectre (HP3562A ou HP89410A). Une deuxième chaîne de mesure de bruit identique est aussi disponible pour effectuer des mesures de corrélation de bruit (6 points). Le gain total de ces chaînes est d'environ 1000 et la densité spectrale de bruit en tension dans la zone de bruit blanc, et à 1 Hz est d'environ 4,5 $nV.Hz^{-1/2}$ et 40 $nV.Hz^{-1/2}$ respectivement [Wu12].

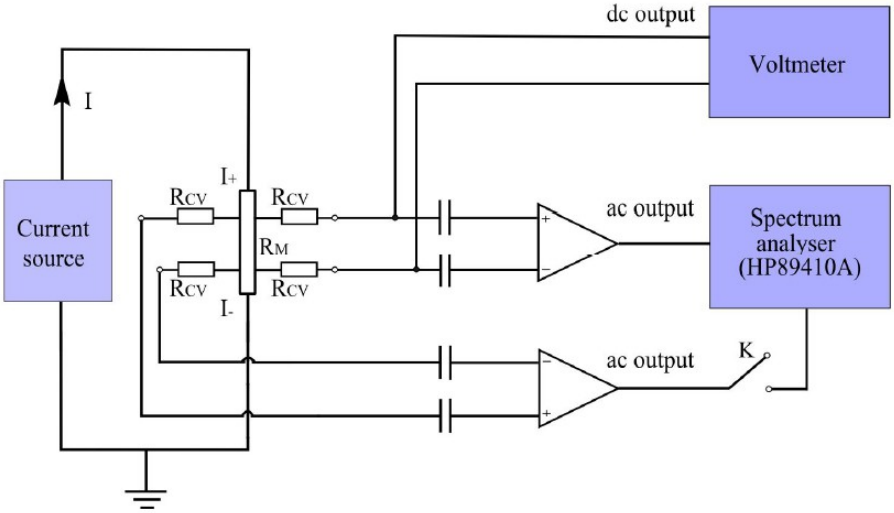


Figure I-5 : Schéma simplifié du dispositif expérimental de mesures de bruit avec la source de courant, l'échantillon à mesurer (de résistance électrique R_M) connecté en 4 points ou 6 points

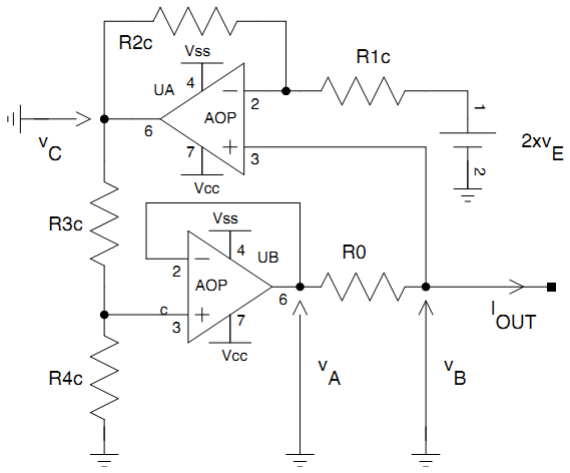


Figure I-6 : Source de courant faible bruit haute impédance [Routoure07]

IV. Mesure de bruit excédentaire dans les nitrures

Dans la cadre de la thèse de G. Mutta soutenue en 2012, j'ai participé à l'étude de la conduction électrique dans les couches d'InN produites par croissance épitaxiale aux jets moléculaires assistée par plasma (PAMBE[9]) [Mutta12]. Il s'agissait d'une collaboration avec le laboratoire CIMAP[10] à Caen dans le le cadre du réseau européen de formation ITN RAINBOW[11]. L'accumulation d'électrons en surface dans les couches d'InN constitue une limitation importante pour la fabrication de composants. L'utilisation des mesures de transport électrique et de bruit de basse fréquence sur les couches d'InN a été réalisée dans le cadre de projets européen[12] ou français[12]. L'objectif était d'analyser la possibilité d'une technologie semipolaire pour les applications opto et micro-électroniques en étudiant la croissance de semi-conducteurs nitrures (GaN, AlN, InN) et leurs héterostructures particulièrement selon certaines surfaces cristallographiques.

En ce qui concerne la fabrication des structures par les techniques classiques de la microélectronique (photolithographie, dépôt, gravure, etc.), nous avons d'abord montré que le recuit thermique devait intervenir après les étapes de la gravure et de dépôt des métaux utilisés pour assurer les contacts électriques [RI-12]. Pour étudier l'effet du recuit thermique sous N_2 avant et après la réalisation du mesa, nous avons examiné deux process de fabrication réalisés à Madrid (Espagne) (*cf.* figure I-7) sur une même structure InN (400nm)/ GaN dopé (90 nm) / Al_2O_3. La fabrication des échantillons A1, A2, A3 et A4 commençait par le structuration du mesa suivi du dépôt des contacts électriques Ti/Al/Ni/Au (20nm/40nm/20nm/80nm) et du recuit thermique (Process A). Pour l'échantillon B, le dépôt du même empilement métallique était d'abord réalisé, puis un recuit thermique était effectué suivi de la définition du mesa (Process B). Pour les échantillons A1, A2, A3 et A4 la durée de recuit était respectivement de 0, 5, 10 et 20' alors que celui de l'échantillon B était de 10'.

Sur chaque échantillon, 4 géométries différentes étaient disponibles (*cf.* figure I-8) : 3 structures TLM (*Transmission Line Method*) pour estimer la résistance électrique de contact et la résistance carrée R_{sheet}, et une géométrie 4 points pour mesurer le bruit basse fréquence.

[9] PAMBE : *Plasma-Assisted Molecular Beam Epitaxy*
[10] CIMAP Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (UMR6252)
[11] RAINBOW *International Training Network « High quality material and intrinsic properties of InN and indium rich nitride alloys* », N°: PITN-GA-2008-213238, *European Commission's Seventh Framework Programme* (FP7)
[12] ANR Blanc 2008 Projet COSNI (2009-2012) « Couches Semipolaires de semiconducteurs NItrures de qualité optimale pour applications opto-électroniques »

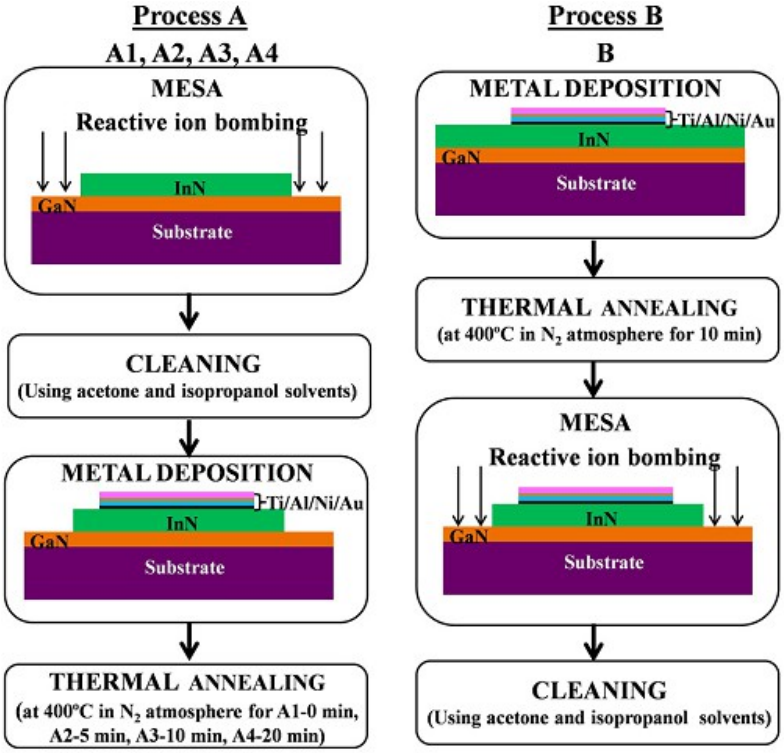


Figure I-7: Procédés de fabrication d'échantillons InN pour étudier l'effet du recuit thermique [RI-12]

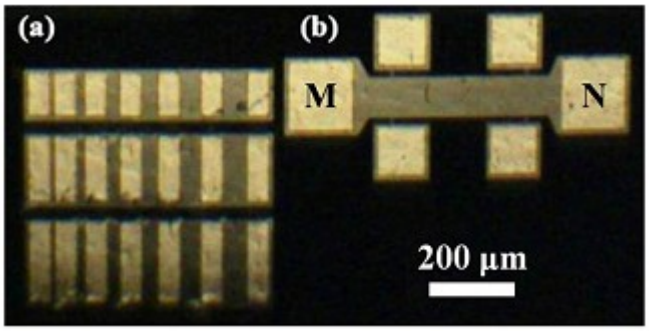


Figure I-8 : Photographie au microscope optique d'un échantillon InN indiquant a) les structures TLM de largeur 98, 150 *et* 190 µm *et ayant un espacement entre contact DCP*[13] *de* 10, 19, 30, 38, 48 *et* 56 µm *et, b) une géométrie* 4 *points (avec* 6 *plots de contacts) pour étudier une largeur de* 100 µm *et une longueur de* 305 µm *[RI-12]*

Les caractéristiques I-V des structures TLM ont permis d'extraire la résistance électrique des échantillons (*cf.* figure I-9). Une régression linéaire des données permet d'extraire la résistance spécifique et la résistance de contact donnée respectivement par la pente (R_{sheet}/W) et par l'ordonnée à l'origine ($2R_c$). Les résistances de contact mesurées étant très faibles (<0,5 Ω) et très inférieures aux résistances électrique (facteur 100 à 1000) ne semblent pas dépendent du process de fabrication. Elle doit cependant dépendre du contact métal/semi-conducteur. Pour chaque échantillon, la résistance spécifique mesurée est quasi constante quelque soit la géométrie utilisée indiquant la bonne homogénéité des échantillons. Elle augmente avec le temps de recuit thermique jusqu'à 10' puis diminue (*cf.* figure I-10).

[13]DCP *Distance between Contact Pad*

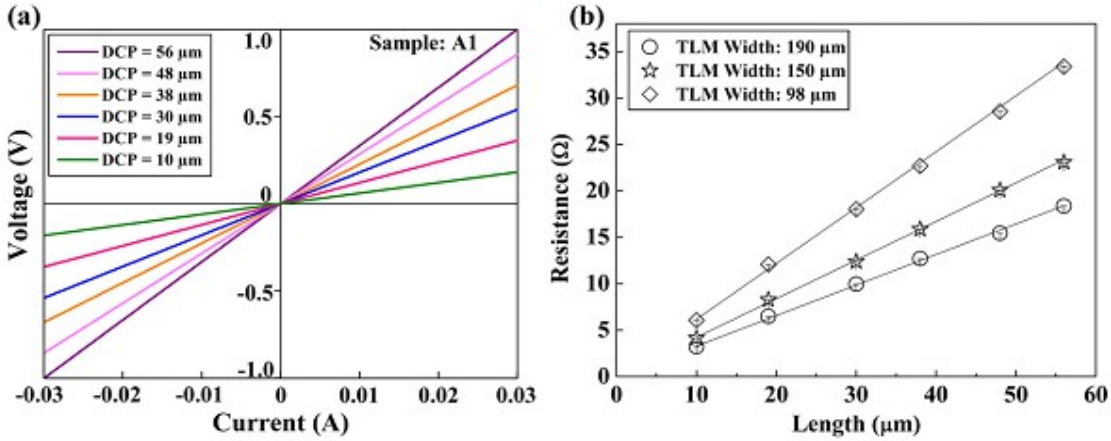


Figure I-9 : Exemple de mesures I-V réalisées sur l'échantillon A1 à 300 K *a) pour la structure TLM de* 190 µm *de large et, b) la mesure de la résistance électrique à l'aide des* 3 *structures TLM [RI-12]*

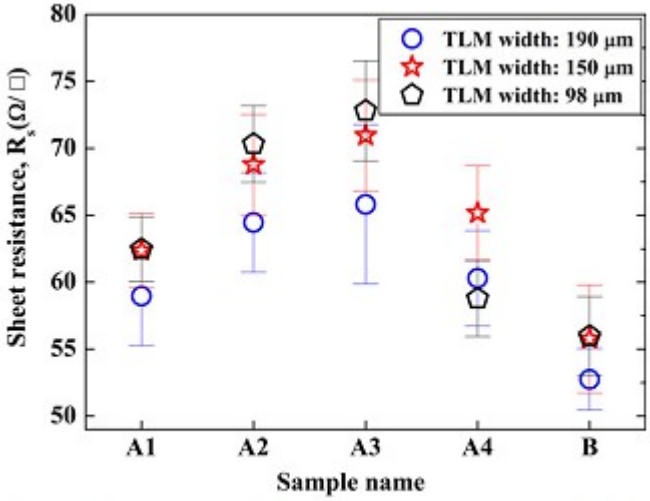


Figure I-10 : Résistances spécifiques des échantillons InN à 300 K *[RI-12]*

Des mesures de bruit ont montrés qu'un recuit thermique permet de réduire le bruit basse fréquence (*cf.* figure I-11). Il semble en effet que le bruit excédentaire est plus important pour l'échantillon B mais tous les niveaux de bruit mesurés étaient parmi les plus faibles reportés dans la littérature [RI-12].

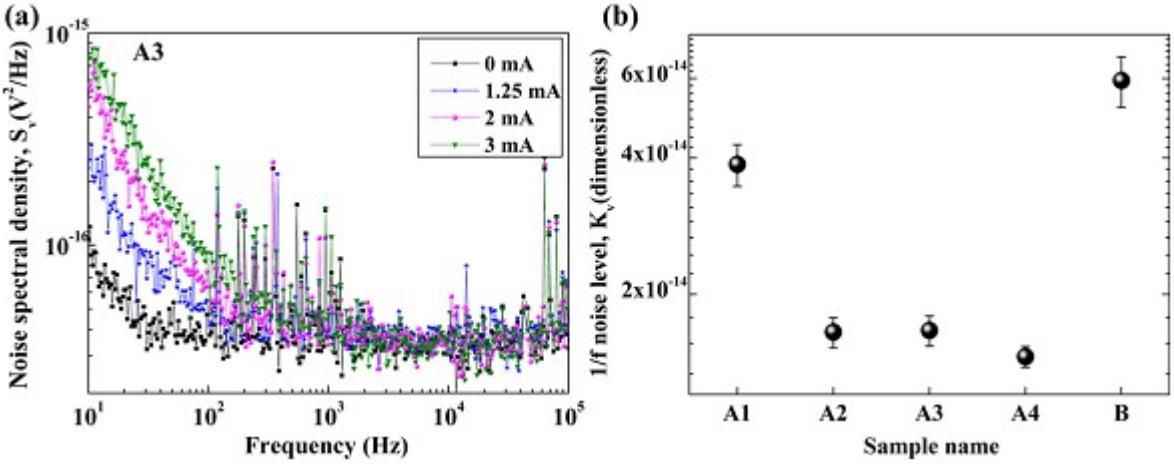


Figure I-11 : a) Densités spectrales de bruit en tension pour différentes polarisations pour l'échantillon A3 à 300 K *et b) bruit normalisé en tension à* 1 Hz *pour tous les échantillons InN [RI-12]*

Des mesures électriques en fonction de la température entre 77 K et 300 K ont également été entreprises sur des échantillons d'épaisseur InN de 385 nm et ayant subi un process A avec 15' de recuit thermique sous N_2.

Une transition du comportement semi-conducteur/métal des couches InN autour de 130 K a été montré (*cf.* figure I-12) [RI-6]. Nous avons également confirmé l'existence d'une conduction de surface qui prédomine à haute température. Aux températures inférieures à 100 K, un bruit lorentzien apparaît en plus des bruits 1/f et blanc (*cf.* figure I-13). Une étude spectroscopique en bruit à l'aide d'un diagramme d'Arrhenius a révélé l'existence d'un état discret (processus de génération et recombinaison) dans la bande interdite situé à 53 meV du minimum de la bande de conduction (*cf.* figure I-14). L'existence d'une conduction électrique volumique a été aussi mise en évidence [Mutta12],[RI-6], [CI-17].

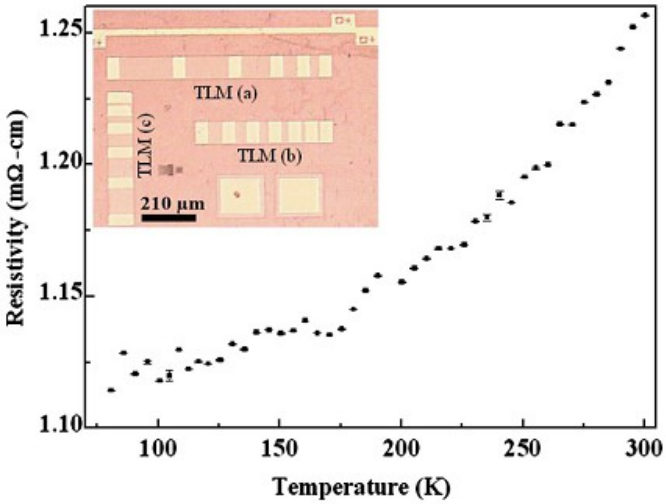
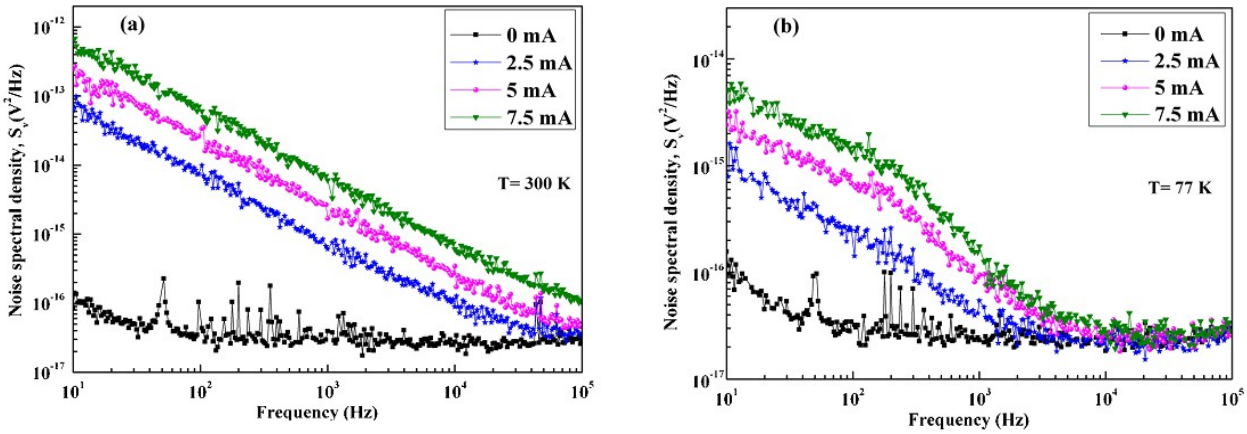


Figure I-12 : Résistivité électrique de l'échantillon InN (process A) en fonction de la température [RI-6]



a) b)

Figure I-13 : Densités spectrales de bruit en tension mesurées à différentes valeurs de courant de polarisation : a) à 300 K *(*R~79 Ω*) et b) à* 77 K *(*R~71 Ω*) [RI-6]*

Finalement, on peut noter que le niveau de bruit basse fréquence dans les couches est comparable à ceux publiés pour les semi-conducteurs III/V tels que GaAs ou InAs pour lesquels des filières technologiques commerciales existent. Ce résultat montre que la qualité en volume des couches est suffisamment bonne pour la fabrication de dispositifs.

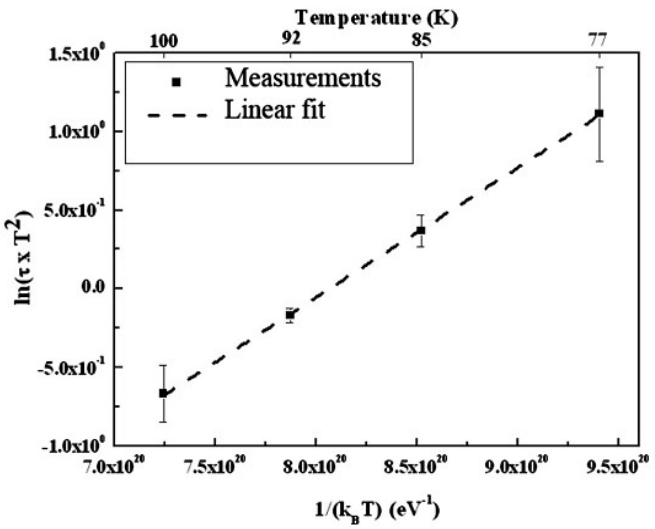


Figure I-14 : Diagramme d'Arrhenius indiquant un niveau d'énergie de piégeage de 52 meV *sous la bande de conduction d'un échantillon InN [RI-6]*

Dans le cadre de l'ANR LHOM[14] qui a débuté en automne 2014, des couches et des hétérostructures InAlN seront caractérisées (transport et mesure de bruit) pour permettre la fabrication de composants très haute fréquence HEMT[15] (au delà de 18 GHz).

V. Mesure de bruit excédentaire dans LSMO

En 2002, la littérature montrait un très fort bruit excédentaire dans les manganites avec une très grande dispersion des résultats [Raquet99], [Lisauskas99], [Mathieu01], [Han02], [Palanisami02]. Par exemple, dans le cas de films minces LSMO déposées sur $SrTiO_3$ (STO), les valeurs de $\tilde{\gamma}_H/n$ sont comprises entre 10^{-32} - 10^{-22} m^3 [Lisauskas99], [Lisauskas01], [Palanisami02], [Han02], [Barone07], [Barone08], [RI-10]. Il était donc important de savoir si ce phénomène était intrinsèque aux matériaux, c'est à dire lié à la qualité cristalline du LSMO, ce qui rendrait impossible toute utilisation pour réaliser de capteurs. Cette étude au long cours a été initié au GREYC dans le cadre de la thèse de F. Yang [Yang05] et s'est poursuivi depuis [RI-8], [RI-9], [RI-10].

a) Bruit en 1/f dans des couches minces LSMO gravées

L'étude du bruit en 1/f dans LSMO ont débutés en 2002 par des mesures dans de simples couches gravées sous forme de lignes de différentes longueurs et largeurs. Nous avons ensuite développé une électronique d'amplification et de polarisation adaptée aux valeurs de résistance électrique à mesurer en tenant particulièrement compte des résistances de contact sur ces matériaux (*cf.* paragraphe c)). La majorité des couches ont été déposées à Caen par PLD[16], les autres couches provenait de l'université de Birmingham (R.A. Chakalov) ou de l'université de Cornell (groupe de D.G. Schlom). Par ailleurs, pour l'ensemble de nos travaux sur le bruit dans LSMO, nous avons une collaboration avec l'université de Salerne en Italie (soutenue par un PICS du CNRS, 2008-2010).

[14] ANR Blanc 2014 - Projet LHOM (2014-2017) « Couches d'InAlN et hétérostructures optimisées pour la future génération de transistors hyperfréquences de puissance »
[15] HEMT *High Electron Mobility Transistor*
[16] PLD *Pulsed Laser Deposition*

Dans le cadre de la thèse de S. Wu, soutenue en juillet 2012, et pour laquelle j'ai participé à l'encadrement, de nombreux échantillons (couches minces LSMO sur SrTiO3 (001), sur SrTiO3 (110), sur vicinal SrTiO3 (100), sur Si (100) avec couches tampons et sur LSAT (100)) ont été mesurés [Wu12]. Avant structuration des résistances électriques, des mesures de diffraction des rayons X (¬ Ĥm¬ et ♥-scan) et de rugosité par AFM[17] sont effectuées en routine [RI-10]. La fabrication des résistances électriques est décrite sur la figure I-15.

La géométrie typique des échantillons étudiés est représentée sur la figure I-16. La résistance électrique est structurée en ligne rectangulaire de largeur W (20, 50, 100, 150, ou 200 µm) avec deux contacts de courant (I+ et I-). Deux séries de quatre contacts de tension (V1, V2, V3, V4, et V1', V2', V3', V4') sont disponibles pour mesurer des longueurs de 50, 100, ou 150 µm. Afin de limiter l'influence des contacts, la couche d'or n'est pas déposée près de la ligne à mesurer. Lors de mesures sur des échantillons réalisés avec divers masques, nous nous sommes aperçu que les contacts avaient une forte influence sur la mesure (résistances de contact, bruit supplémentaire, etc.).

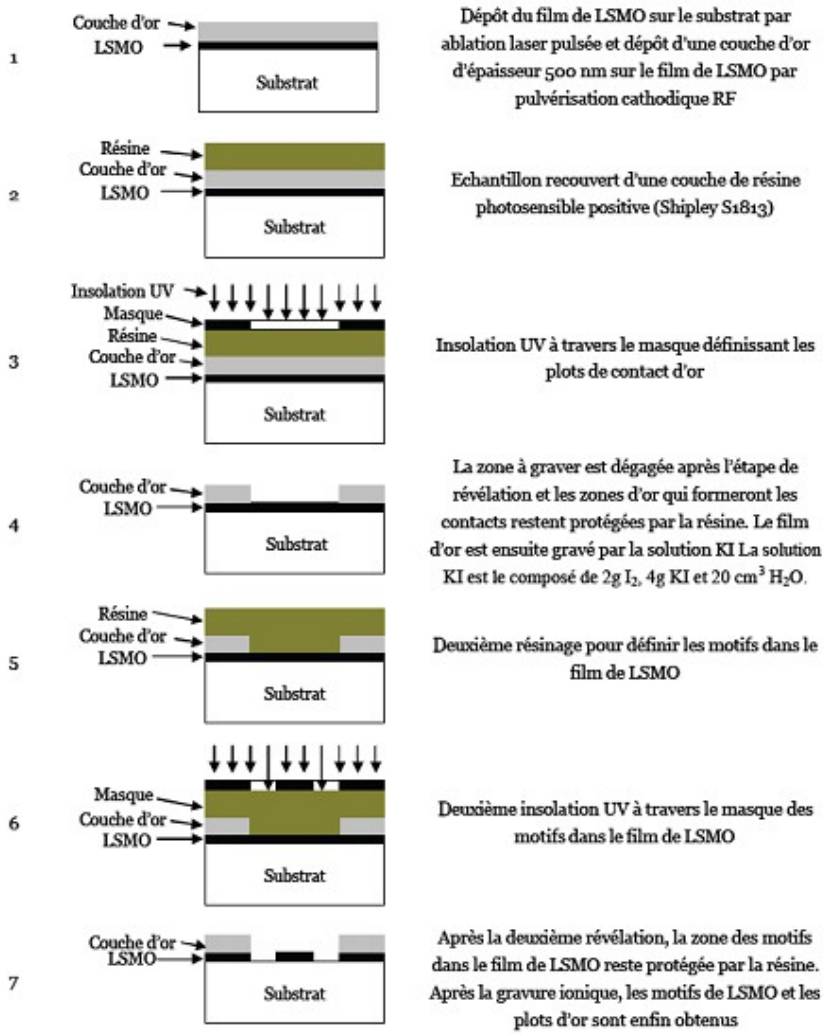
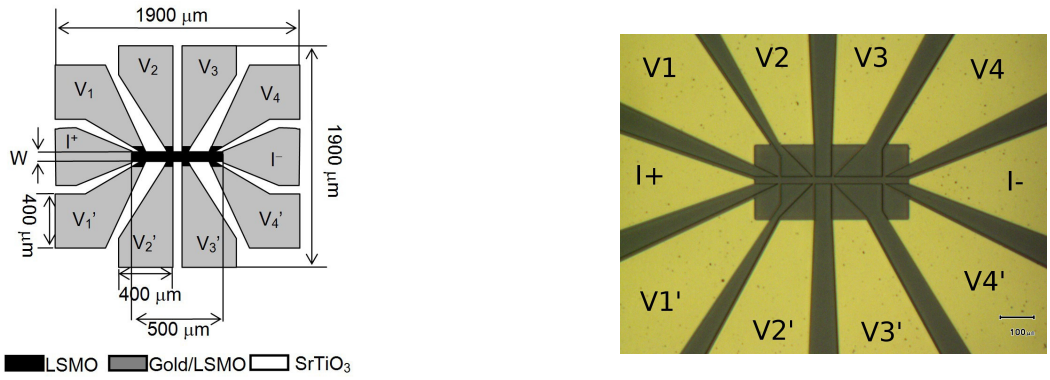


Figure I-15 : Principales étapes de structuration des échantillons LSMO [Yang05]

[17] AFM *Atomic Force Microscope*



a) b)

Figure I-16 : Géométrie typique des échantillons étudiés structurée en ligne rectangulaire de largeur W avec deux contacts de courant (I+ et I-) et deux séries de quatre contacts de tension (V1, V2, V3, V4, et V1', V2', V3', V4') a) et photographie au microscope optique d'un échantillon b)

La figure I-17 montre un exemple typique de mesure de densité spectrale de bruit en tension ramenée en entrée S_V, mesurée à 300 K. On observe un bruit blanc lié au bruit de Johnson, indépendant de la fréquence et du courant de polarisation, et un bruit en 1/f à basse fréquence qui augmente avec le courant de polarisation. La densité spectrale de bruit de la tension à 1 Hz a ainsi pu être mesurée pour chaque géométrie. Les figures I-18 et I-19 donnent la densité spectrale de bruit de tension mesurée à 1 Hz en fonction de la tension aux bornes de la résistance électrique pour différents échantillons et de différentes géométries. On remarque que l'on obtient bien une pente 2 (comme attendu selon la loi de Hooge). On peut alors extraire une estimation d'un paramètre de Hooge normalisé. Il faut cependant vérifier que la mesure ne présente pas une source de bruit supplémentaire. Pour cela, les deux séries de contact de tension permettent des mesures de corrélation et des mesures de bruit transversalement au passage de courant (par exemple en mesurant le bruit entre V2 et V2') [Wu12]. La figure I-18 illustre la mise en évidence de la surestimation du bruit si on ne tient pas compte le bruit lié aux contacts en tension. Le bruit de contact en tension est bien éliminé mais l'incertitude de mesure est plus grande (liée à la propagation des erreurs). Une technique analytique permet de s'affranchir également du bruit en tension comme cela a été décrit avec nos collègues italiens de Salerne [Barone07].

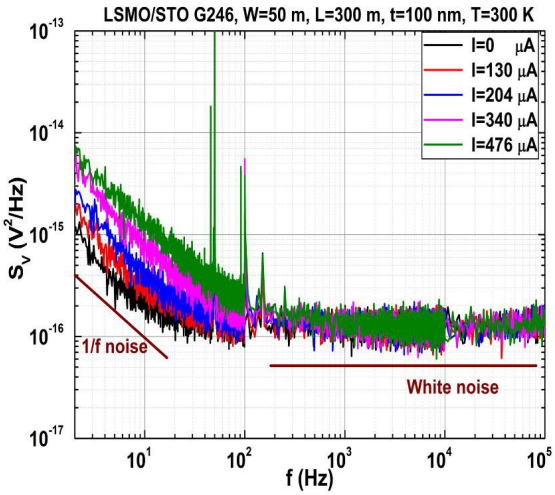


Figure I-17 : Exemple typique de mesure de densité spectrale de bruit en tension ramenée en entrée en fonction de la fréquence à 300 K [Wu12]

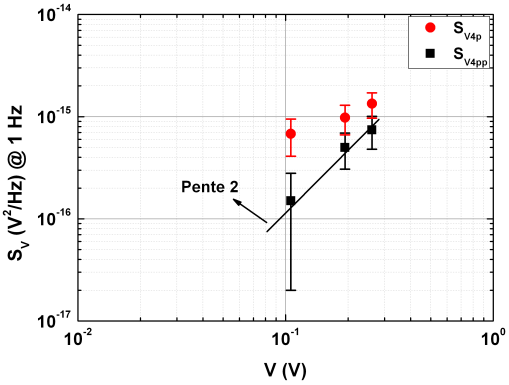


Figure I-18 : Densité spectrale de bruit en tension à 1 Hz en fonction de la tension avec ou sans prise en compte du bruit de contact en tension [Wu12]

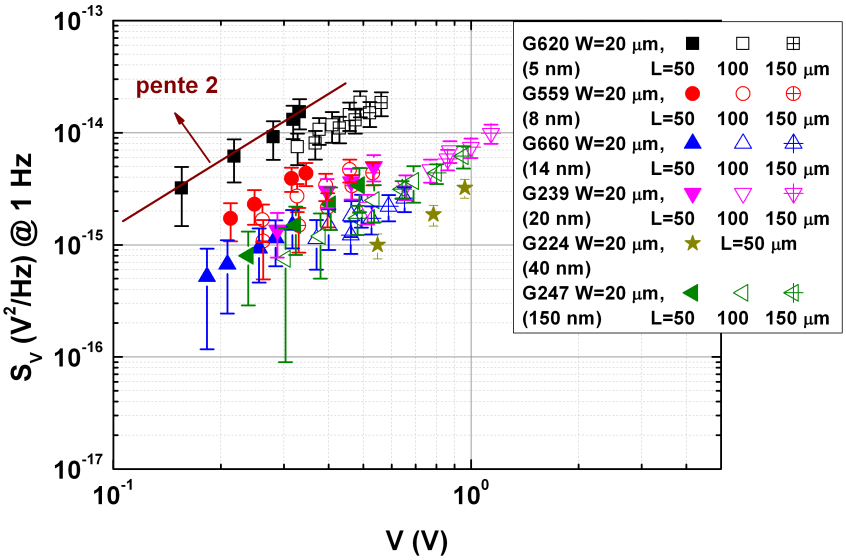


Figure I-19 : Densités spectrales de bruit tension à 1 Hz *en fonction de la tension pour différents échantillons et de différentes géométries (largeur identique* W *de* 20 µm *et de longueur L de* 50, 100 *ou* 150 µm*) mesurées à* 300 K *[Wu12]*

La figure I-20 montre comment la densité de courant est perturbée au niveau des amenées en tension entraînant une mauvaise estimation du bruit de la résistance électrique. Dans le paragraphe c), l'influence du design des micro-structures sur les mesures de bruit sera présentée.

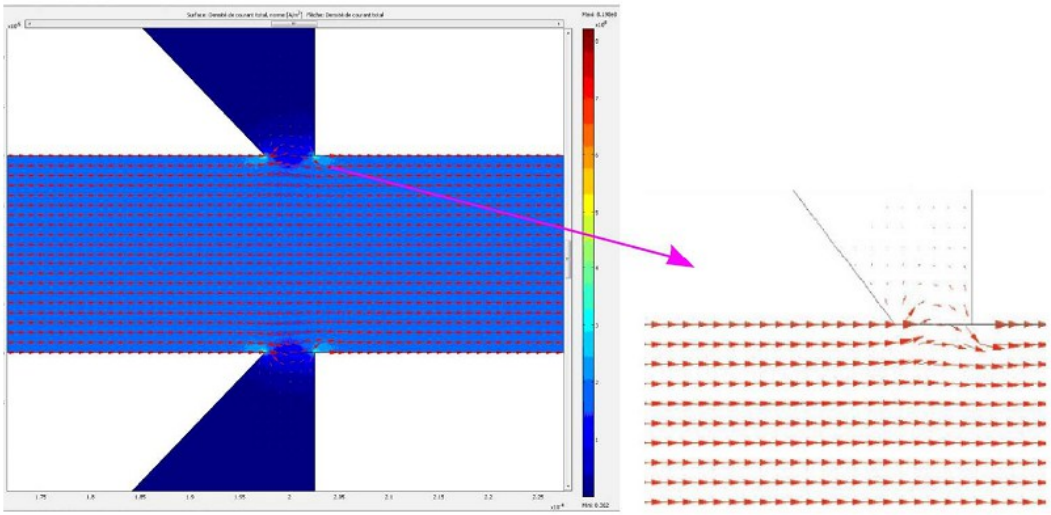


Figure I-20 : Simulation de la circulation du courant avec le logiciel COMSOL au voisinage des prises de contact en tension (de largeur 5 µm*) : la densité de courant à l'angle de l'amenée du contact en tension est plus élevée car une partie du courant pénètre dans la zone de contact [Wu12]*

Après avoir vérifié que les sources de bruit extrinsèques sont négligeables, l'analyse du bruit 1/f intrinsèque aux échantillons peut être réaliser. La figure I-21 montre le paramètre de Hooge normalisé de différents échantillons en fonction de la résistivité électrique. On remarque tout d'abord que les valeurs de la littérature sont très dispersées et majoritairement sur-évaluées : cette dispersion est

probablement liée à l'influence des contacts lors des mesures. Les très nombreuses mesures réalisées au laboratoire ont permis de mesurer a priori le bruit intrinsèque des échantillons. De plus, le niveau de bruit en 1/f mesuré dans des couches LSMO épitaxiées de bonne qualité cristallographique est le plus faible. La plus petite valeur du paramètre de Hooge normalisé que nous avons mesurée est de 10^{-31} m^3, ce qui est parmi les plus faibles valeurs publiées dans la littérature et proche du niveau mesuré dans les métaux.

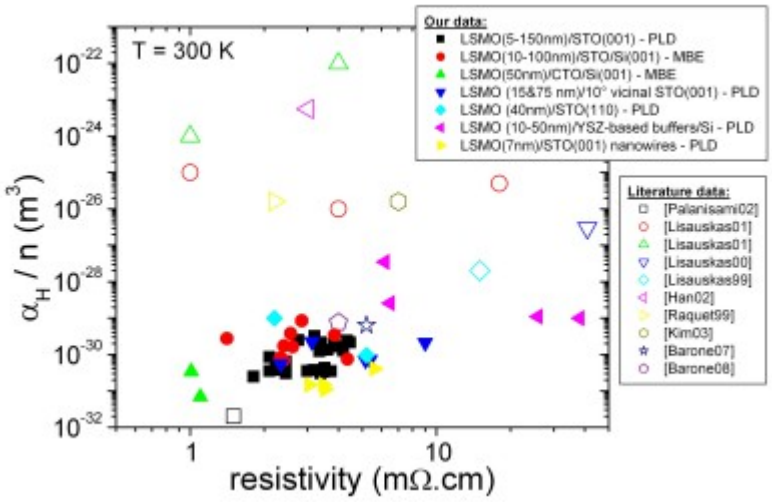


Figure I-21 : Paramètre de Hooge normalisé en fonction de la résistivité électrique pour différents échantillons

Nous avons également réalisé des mesures sur des nanofils LSMO en collaboration avec F. Gaucher, A.-M . Haghiri et P. Lecoeur de l'IEF[18]. Dans le contexte de la miniaturisation par nano-structuration, il est en effet fondamental de savoir si les propriétés du LSMO sont maintenues à l'échelle du nanomètre. Des nanofils de LSMO (d'épaisseurs inférieures à 10 nm) avec un grand rapport d'aspect (longueur >> largeur, épaisseur) ont été réalisés et étudiés (*cf.* figure I-22). Pour produire ces nanofils LSMO avec un grand rapport d'aspect, l'approche conventionnelle de haut en bas sur la base de motifs mince film n'a jamais été étudiée à l'échelle nanométrique. Nous montrons qu'un processus simple en une seule étape basé sur la lithographie par faisceau d'électrons combiné avec gravure optimisé produit de très longs nanofils qui ne présentent pas de dommages sur le transport électrique. Notre étude de la dépendance en température de la résistivité électrique montre clairement que la nature cohérente métallique est maintenue sur une longueur de plusieurs micromètres dans le nanofil. La rigidité de rotation D et le point de Curie ne sont pas dégradés par le procédé de nano-fabrication pour un nanofil de 50 nm de large (D = 144 meV et T_c = 287 K). En outre, notre étude du bruit électrique 1/f à 300 K révèle un paramètre de Hooge α_H/n jusqu'à $1{,}3\times10^{-31}$ m^3, valeur parmi les plus faibles valeurs observées pour les films ou les dispositifs minces LSMO. Ces deux comportements montre que le processus de nanostructuration n'a pas endommagé les propriétés du matériau.

Une étude du bruit de ces nanofils en fonction de la température a également été réalisée et montre qu'il n'y a pas d'augmentation du bruit excédentaire dans la zone de transition (*cf.* figure I-23). Des résultats similaires avaient été trouvés sur des échantillons LSMO de plus grand volume lors de la thèse de F. Yang [Yang05]. Cela confirme que ce matériau est très intéressant pour réaliser des capteurs à très faible niveau de bruit. On peut remarquer que ce comportement est opposé à celui précédemment observé dans YBCO où un bruit excédentaire a été observé lors de la transition (*cf.* section II).

[18] IEF Institut d'Electronique Fondamentale, Orsay (UMR8622)

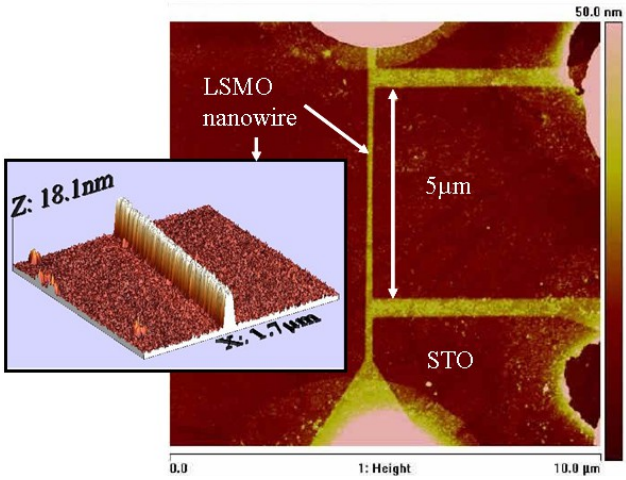


Figure I-22 : Image AFM d'une piste LSMO de largeur 50 nm *et de longueur* 5 µm *gravée par lithographie électronique.*

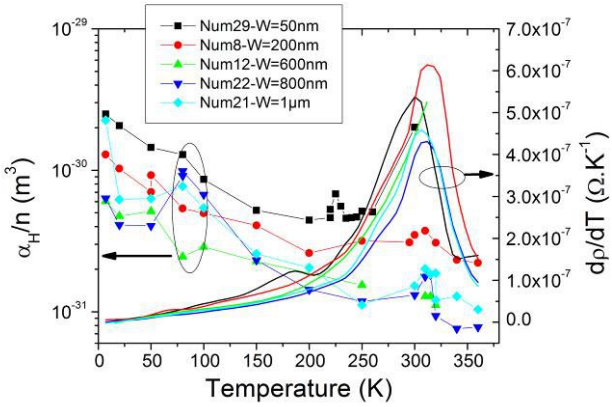


Figure I-23 : Étude en fonction de la température du bruit en 1/f comparé à la courbe dρ/dT *des nanofils LSMO*

b) Corrélation entre les propriétés électriques DC et le bruit excédentaire

Le niveau de bruit a été systématiquement mesuré dans de nombreuses couches minces LSMO déposées sur $SrTiO_3$ et sur $SrTiO_3$/Si en fonction de la déformation de la maille LSMO, de la résistivité électrique à 300 K et de la température de transition en l'état métallique et l'état isolant [CI-14]. Alors qu'aucune corrélation n'apparaît entre le niveau de bruit et la déformation de la maille, ou entre le niveau de bruit et la résistivité électrique à 300 K, on a mis en évidence une corrélation claire entre le niveau de bruit et la température de transition métal-isolant (*cf.* figure I-24). Si on examine le niveau de bruit en fonction de l'épaisseur, on a également remarqué que si l'épaisseur du film est trop petite ou trop grande (>100 nm), le niveau de bruit était supérieur à celui ou l'épaisseur du film permet une croissance épitaxiale optimale (*cf.* figure I-25) [RI-10]. Ces résultats sont intéressants car c'est la première fois qu'une telle corrélation entre le bruit et une propriété de transport électrique en continu d'une part et l'épaisseur du film d'autre part est observée dans les manganites. Nous avons réussi à le faire grâce à l'expérience acquise depuis de nombreuses années sur la méthode de mesures et grâce au grand nombre d'échantillons étudié (environ 25-30 couches minces avec 1 à 4 motifs étudiés de géométrie différente par couche). Ce résultat devrait permettre une optimisation plus facile du rapport signal sur bruit des dispositifs basés sur des couches minces LSMO.

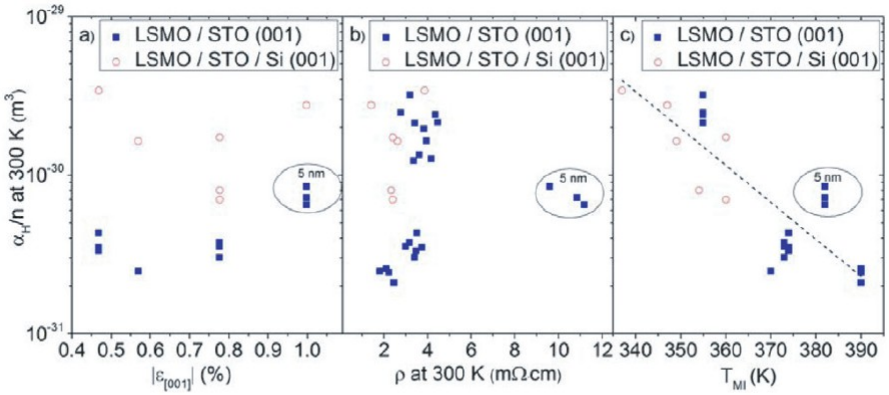


Figure I-24 : Niveau de bruit mesuré dans les couches minces LSMO déposées sur $SrTiO_3$ *et sur* $SrTiO_3$/Si *en fonction de la déformation de la maille LSMO, noté* ε_{001}, *de la résistivité électrique à* 300 K, *noté* ρ_{300K}, *et de la température de transition métal-isolant, noté* T_{MI} [RI-10]

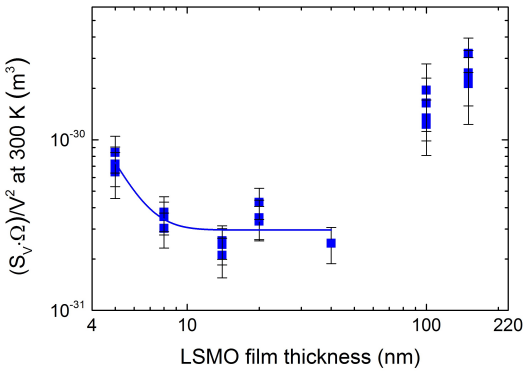


Figure I-25 : Paramètre de Hooge normalisé en fonction de l'épaisseur de film LSMO déposé sur STO

c) Importance du design des microstructures

Outre le très faible niveau de bruit obtenu, nous avons également mis en évidence l'importance du design des microstructures réalisées par photolithographie sur le niveau de bruit [Wu12]. Il est notamment apparu très important de ne pas déformer les lignes de courant électrique, d'éviter les concentrations de courant électrique et l'entrée de courant dans les prises de tension. Il faut aussi avoir des géométries présentant des rapports longueur sur largeur L/W>2 (*cf.* figure I-26). Les très nombreuses mesures de bruit réalisées ces dernières années à l'aide de plusieurs masques ont permis de mettre en évidence l'influence du design (*cf.* figure I-27). En examinant les estimations des paramètres de Hooge normalisés pour différentes géométries, et dans différentes configurations de mesures, d'un même type d'échantillon, on remarque la dispersion des valeurs. Les valeurs les plus élevées sont liées à l'importance des bruits extrinsèques (bruits liés aux contacts de courant et/ou de tension) dans les mesures. Les mesures 4 points peuvent également entraîner des sur-estimation du bruit si les prises de contact ne sont pas optimales. Il faut donc être très attentif au design des micro-structures à mesurer afin de mesurer une valeur proche du bruit intrinsèque de la résistance électrique [Wu12], [CI-21]. Le design que l'on préconise actuellement est donné en figure I-28. Le courant est injecté de manière uniforme en évitant les angles aigus et la déformation des lignes de courant au niveau des prises de tension est faible [Liu13].

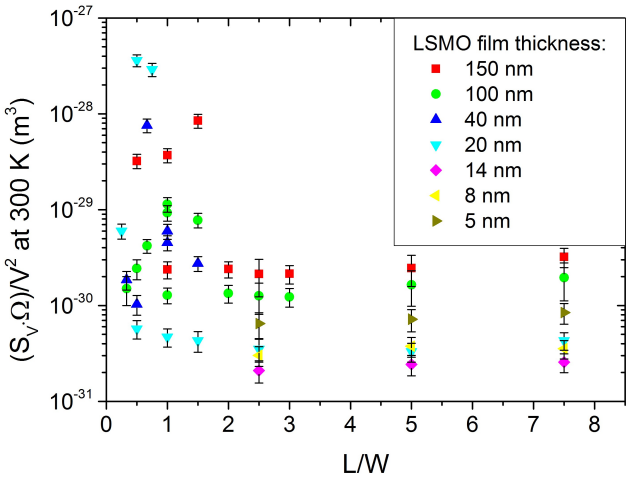


Figure I-26 : Paramètre de bruit normalisé en fonction du rapport L/W *pour différentes épaisseur de couches minces LSMO déposées sur* $SrTiO_3$

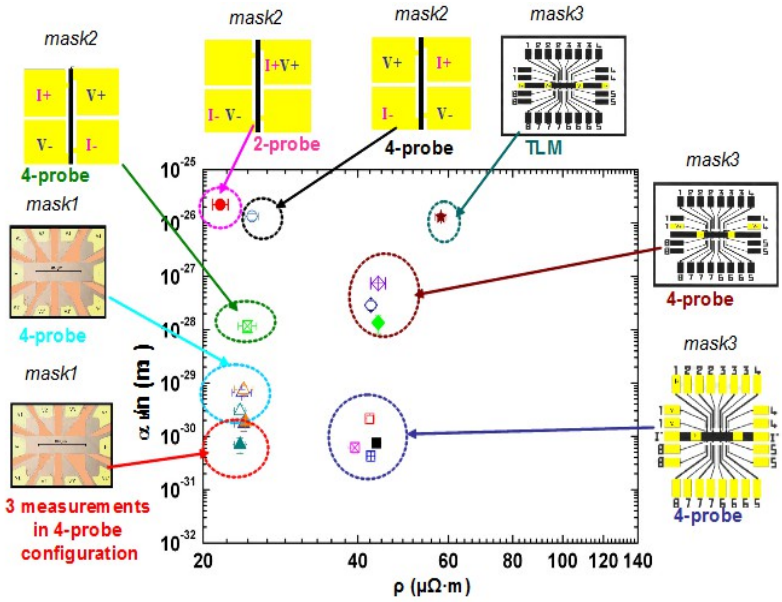


Figure I-27 : Estimation du paramètre de Hooge normalisé en fonction de la résistance électrique dans des couches minces LSMO déposées sur $SrTiO_3$ *pour 3 différents masques dans différentes configurations de mesure (2 points, 4 points, TLM)*

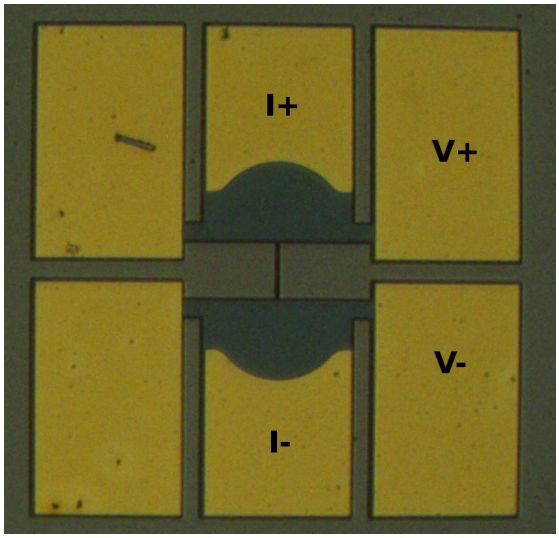


Figure I-28 : Photographie au microscope optique d'un design permettant une injection uniforme du courant et la non-déformation des lignes de courant au niveau des prises de contacts en tension (avec deux contacts de courant (I+ *et* I-) *et deux séries de contacts de tension* (V+, V-) [Liu13]

Chapitre 2

Mesures de température

Un des axes de mes recherches est lié à la mesure de la température. A l'aide d'une électronique faible bruit dédiée à la mesure haute résolution de résistance électrique, il est possible de mesurer la température avec une très grande résolution. Mes travaux en thermométrie sont issus de ma thèse et ont été poursuivis par la suite au GREYC.

Dans une première partie, je vais décrire l'électronique de lecture et contrôle faible bruit de température à très haute résolution qui a été développée au cours de ma thèse. Avec cette électronique analogique, des mesures de température à 300 K et à 90 K ont été réalisées (*cf.* section 1 et section 2). Au voisinage de la température de l'azote liquide, des thermomètres réalisés à base de films minces de supraconducteurs à haute température critique ont été utilisés. La troisième partie présentera l'amélioration de la chaîne de mesure composée d'une partie analogique et d'une partie numérique permettant un pilotage et un contrôle par ordinateur. Une présentation de mes travaux en métrologie termine ce chapitre.

I. Électronique de lecture et contrôle faible bruit de température à très haute résolution

La diversité et l'étendue des gammes de mesures proposées par les thermomètres résistifs ont incité à élaborer des systèmes de lecture adaptés à ce type de thermométrie. Le système électronique faible bruit, développé au cours de ma thèse, est basé sur la mesure de faibles variations de résistance électrique: il s'agit d'un système de lecture faible bruit universel pour tout thermomètre résistif de faible impédance (< 1 kΩ). Ce système de lecture électronique est basé sur une polarisation en courant à l'aide d'une modulation électrique carrée[19] qui permet une mesure de variation de température avec une grande résolution (*cf.* figure II-1) [Guillet03].

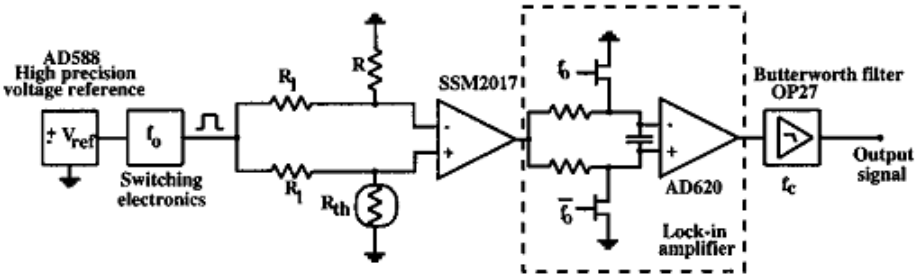


Figure II-1 : Système de lecture électronique mettant en œuvre une modulation électrique carrée associée à une détection synchrone [RI-1]

Des mesures préliminaires à température ambiante, au voisinage du point triple de l'eau (273,16 K), ont été ensuite réalisées avec un banc de mesure rudimentaire (*cf.* figure II-2). Les potentialités du moniteur de température ont clairement été démontrées avec thermomètre à résistance de platine standard IPRT[20] (plus particulièrement avec une sonde thermométrique Pt100): des résolutions en valeur efficace de quelques dizaines de µK (pour une bande passante de 1 Hz) ont en

[19] Une modulation électrique carrée, contrairement à une modulation électrique sinusoïdale, ne provoque pas d'oscillations de température car la puissance électrique dissipée reste constante.
[20] IPRT : *Industrial Platinum Resistance Thermometer*

effet été obtenues dans une configuration en boucle ouverte (estimation réalisée, après ajustement numérique pour supprimer les effets de dérive thermique, pour un temps de mesure de 2000 s environ, *cf.* figure II-3) [CI-4].

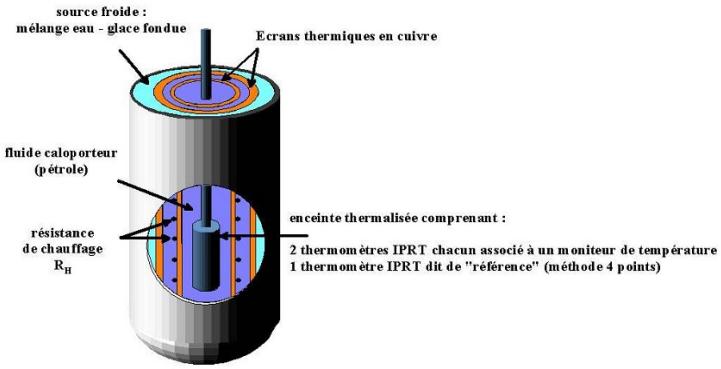
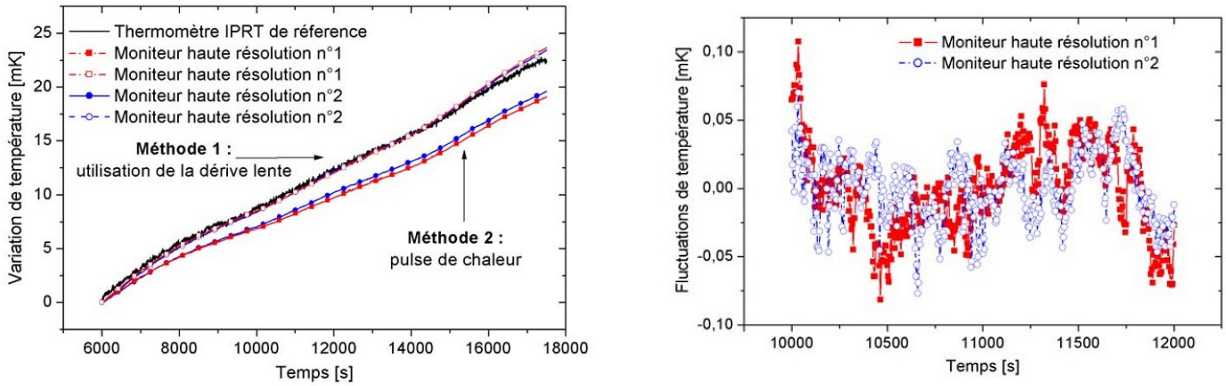


Figure II-2 : Cryostat rudimentaire utilisé pour les mesures au voisinage du point triple de l'eau



(a) (b)

Figure II-3 : Mesure de température en boucle ouverte au voisinage du point triple de l'eau a) à l'aide de deux méthodes de caractérisation, et b) fluctuations de température après soustraction a posteriori de la dérive thermique [Guillet03].

II. Thermométrie à base de couches minces YBCO

Le moniteur de température précédent associé à un thermomètre à bord de transition[21] supraconducteur en couche mince d'$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) a présenté une très grande résolution en température. Dans la transition de phase normale supraconductrice, ce type de thermomètre présente une grande sensibilité relative[22] de l'ordre de quelques K^{-1}.

Afin de minimiser les fluctuations de température du puits thermique, la solution était donc de concevoir un porte-échantillon optimisé. La qualité de la réjection des fluctuations étant liée au retard quasi-inhérent entre la production de chaleur dans la résistance de chauffage et la mesure de la température par le système, il a fallu optimiser la distribution de la production de la chaleur juste sous la partie utile du porte-échantillon en cuivre. Pour améliorer les performances, deux résistances de chauffage en constantan ont été insérées et entrelacées dans des gorges en forme de spirale usinées

[21] connu également sous l'acronyme TES *Transition Edge Sensor*

[22] Ces thermomètres fonctionnent sur une étendue de mesures de température réduite (de l'ordre de 1 K) associée à la raideur de la transition normal-supraconducteur.

dans le cuivre. Le retard entre la production de chaleur dans ces résistances et l'élévation de température à la surface du porte-échantillon a ainsi été minimisé (*cf.* figure II-4). La première résistance permet alors de chauffer le porte-échantillon jusqu'à la température de consigne alors que la seconde est utilisée pour caractériser le porte-échantillon (en boucle fermée) avec des perturbations calibrées de chaleur (*cf.* figure II-5). Cette technique (généralisable à d'autres systèmes automatiques) permet de déterminer les paramètres importants du système thermique. Le retard associé à l'asservissement en température était égal à 0,4 s. A l'aide de ces valeurs thermiques et les caractéristiques du système de lecture électronique de la température, un modèle SPICE[23] a permis, grâce à l'analogie entre les principales grandeurs et les lois des systèmes électriques et thermiques, d'établir les paramètres d'un contrôleur analogique PID (Proportionnelle, Intégrale, Dérivée) [RI-1], [CI-1].

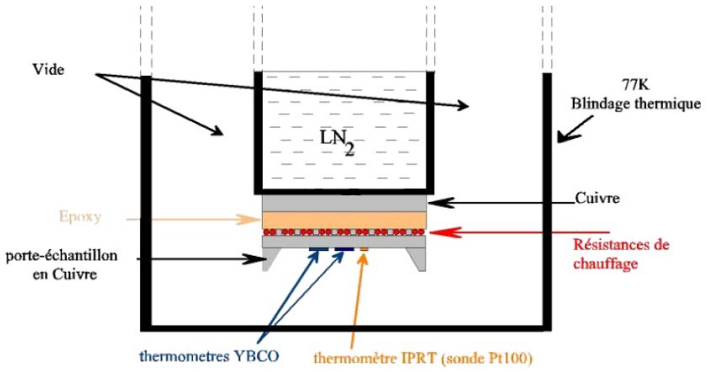


Figure II-4 : Cryostat et porte-échantillons utilisés pour les mesures au voisinage de 90 K [Guillet03]

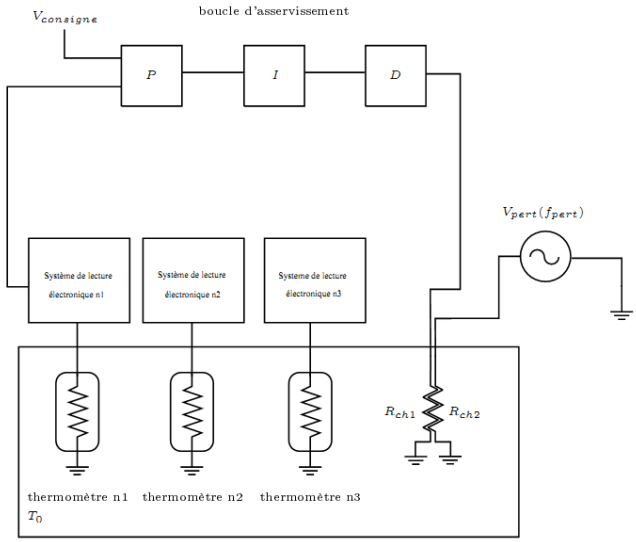
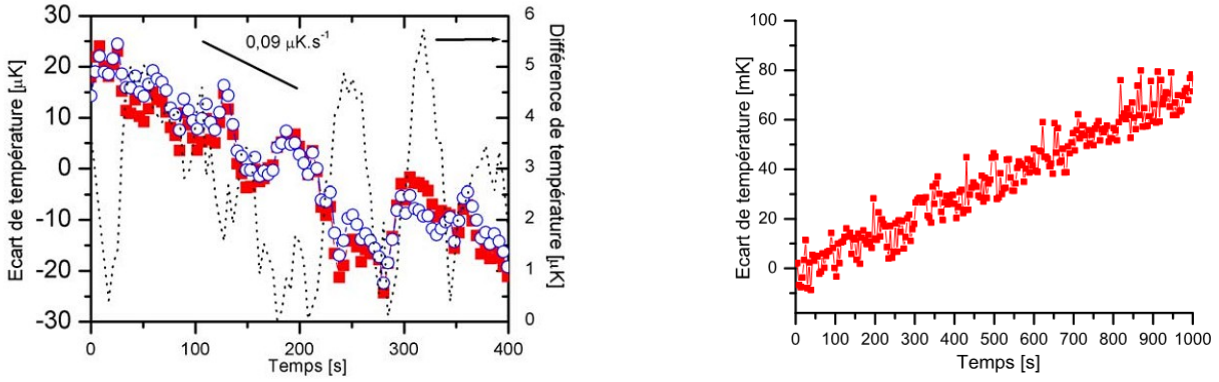


Figure II-5 : Banc de mesure aux températures cryogéniques : le boucle d'asservissement constitué par trois schémas blocs P (proportionnel), I (intégration) et D (dérivée), associé au moniteur de température n°1 permet de réguler la température alors que les deux autres moniteurs sont des thermomètres observateurs [Guillet03]

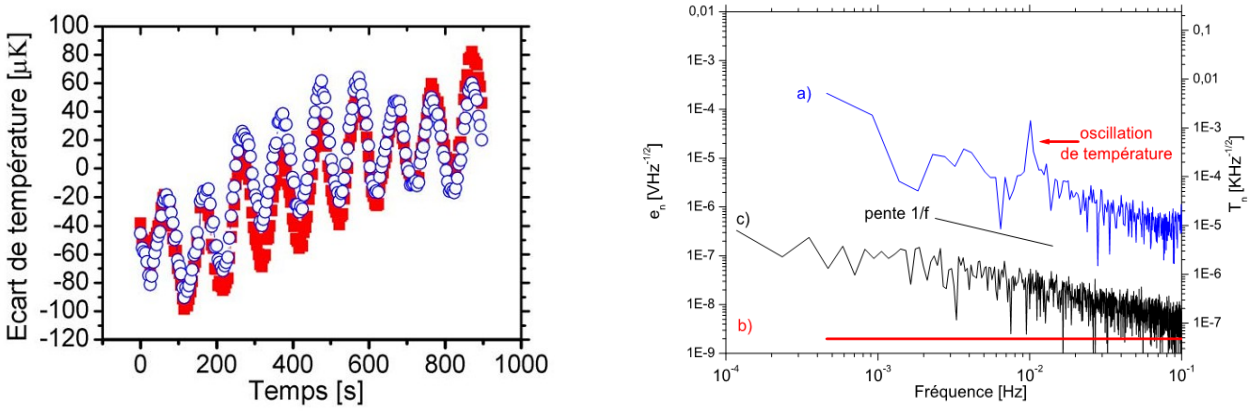
En boucle fermée, la dérive thermique était d'environ 0,1 $\mu K \cdot s^{-1}$ (*cf.* figure II-6). La mesure simultanée de deux moniteurs haute résolution observateurs a clairement montré une corrélation. La différence entre ces deux observateurs considérés indépendants a permis d'estimer la résolution efficace en température. Pour une mesure de 400 s, une déviation standard de 2,8 µK a été obtenue avec un courant de polarisation dans le thermomètre de 0,83 mA. La méthode de perturbation calibrée de chaleur associée à la mesure simultanée de deux moniteurs haute résolution observateurs indépendants a aussi permis de mesurer de très faibles oscillations forcées de température, de l'ordre de 30 µK (*cf.* figure II-7). L'analyse de la corrélation des fluctuations entre les deux moniteurs de température à haute résolution observateurs a permis d'extraire des fluctuations corrélées et des fluctuations non corrélées. Ces dernières sont liées aux fluctuations de résistance des films minces supraconducteurs (*cf.* section II chap 1).

[23] SPICE : logiciel de simulation électronique



(a) (b)

Figure II-6 : Exemple d'une mesure de la température au voisinage de 90 K *avec un moniteur de température haute résolution en boucle fermée (a) : la dérive thermique est d'environ* 0,09 $\mu K \cdot s^{-1}$, *(en boucle ouverte (b), elle était d'environ* 70 $\mu K \cdot s^{-1}$) *la différence de température est indiquée en pointillées et présente un écart-type inférieur à* 3 µK.*[Guillet03]*



(a) (b)

Figure II-7 : Exemple d'oscillation de température à 10 mHz *provoquée par une tension de perturbation d'amplitude de* 95 mV *mesurée avec deux moniteurs de température haute résolution observateurs au voisinage de* 90 K *: l'oscillation de température de l'ordre de* 30 µK *et est associée à une dérive thermique d'environ* 0,1 $\mu K \cdot s^{-1}$ *en fonction du temps (a) et les densités spectrales de bruit en tension et en température correspondantes (b).[Guillet03]*

L'effet simultané de la diminution du bruit excédentaire en tension et l'augmentation de la sensibilité de mesure du thermomètre améliore la résolution en température notée NET(f)[24]. La présence de bruit excédentaire nuit à la valeur de la résolution en température quelque soit le courant de polarisation. A 5,00 mA, une résolution en température à 1 Hz de 3×10^{-8} $K \cdot Hz^{-1/2}$ a été obtenue. Pour une bande passante de 1 Hz, la résolution efficace en température est alors égale à 38 nK. Comparé à la mesure initiale de 2,8 µK réalisé avec un courant de 0,83 mA, la régulation de température se trouverait alors améliorée d'un gain 700 pour seulement une augmentation d'un facteur 5 en courant [CI-3]. Il faut toutefois tempérer cet enthousiasme car la puissance électrique dissipée est multipliée par un facteur 25. Cette puissance parasite peut alors fortement perturber la mesure voire

[24] NET *Noise Equivalent Temperature*

provoquer un emballement thermique du système. D'un point de vue fondamental, il serait intéressant de poursuivre cette étude de bruit excédentaire dans la transition car elle renseigne sur les mécanismes de conduction. D'un point de vue pratique, elle est également nécessaire afin d'utiliser les capteurs dans les conditions optimales.

III. Moniteurs de température à très haute résolution contrôlés par ordinateur

Ce travail a été poursuivi lors de la réalisation de moniteurs de température à très haute sensibilité et haute résolution lors de l'appel à proposition 2009 du LNE. L'objectif final de ce projet était de concevoir et de réaliser des moniteurs de température, contrôlés par ordinateur et à utiliser dans une boucle de régulation de température, pour atteindre une stabilité de 0,1 mK avec un thermomètre résistif et ce avec des bandes passantes limitées. Les moniteurs de température devaient avoir un niveau de performances entre les moniteurs courants et les modèle dédiés à la métrologie des températures. Ils devaient avoir d'une part une résolution meilleure que 20 μΩ et d'autre part une cadence d'acquisition élevée, de l'ordre de 0,1 s, pouvant permettre de mettre en place des régulations de température stable à mieux que 0,1 mK (avec une sonde Pt100) autour d'un point de consigne.

Il existe en effet dans le commerce des régulations de température contrôlées par ordinateur mais dont les performances sont insuffisantes pour certaines expériences en métrologie primaire qui exigent une résolution élevée et une très bonne stabilité du point de fonctionnement dans le temps. Citons par exemple les expériences liées à la définition de la constante de Boltzmann par spectroscopie laser ou par thermométrie acoustique. De nombreuses autres applications peuvent être également envisagées dans les activités en température et grandeurs thermiques, temps-fréquence ou rayonnement ionisant.

Afin de réaliser la régulation en température, les moniteurs de température à très haute résolution et très haute sensibilité doivent avoir certaines spécifications et contraintes. Trois livrables étaient prévus dans le cadre de ce contrat pour fonctionner avec des thermomètres résistifs de résistances différentes (et donc à des températures différentes). Lors de leur utilisation finale, les moniteurs seront dans une salle climatisée à 20 °C à 1 °C près.

Suite aux spécifications et contraintes des instruments souhaités par le pôle température de l'INM, nous avons conçu et réalisé ces trois moniteurs de température. Le livrable basé autour d'un thermomètre résistif ayant une impédance nominale de 100 œ sera utilisé pour présenter le fonctionnement de la chaîne de mesure de température.

La structure de la chaîne de mesure composée d'une partie analogique, d'une partie numérique et d'une partie affichage et numérisation. La partie conditionneur analogique comporte le thermomètre (de valeur nominale R_0), les convertisseurs (CNA[25] et CAN[26]) et les amplificateurs. On note également la présence d'opto-coupleurs (pour isoler galvaniquement la partie numérique de la partie analogique) et de la résistance de référence (de même valeur que la valeur nominale du thermomètre, *i.e.* 100 Ω). La partie numérique comporte quant à elle un microcontrôleur (dsPIC) optimisé pour les calculs. Une interface utilisateur (affichage et numérisation) complète le dispositif.

A l'issue de plusieurs campagnes de mesures, d'intéressants résultats expérimentaux ont été mesurés. Par exemple pour caractériser les livrables dans les conditions normales d'utilisation, les deux résistances (référence et thermomètre) sont placées dans une enceinte thermique régulée à 20 °C. L'électronique de mesure est posée sur une table dans une salle non climatisée. Le temps de mise sous tension ainsi que la stabilité du système sont alors déterminées. La figure II-8 montre un exemple de mesure sur une longue période d'observation. On peut remarquer les variations quotidiennes de la température sur les cinq jours de mesure.

[25] CNA : Convertisseur Numérique Analogique
[26] CAN : Convertisseur Analogique Numérique

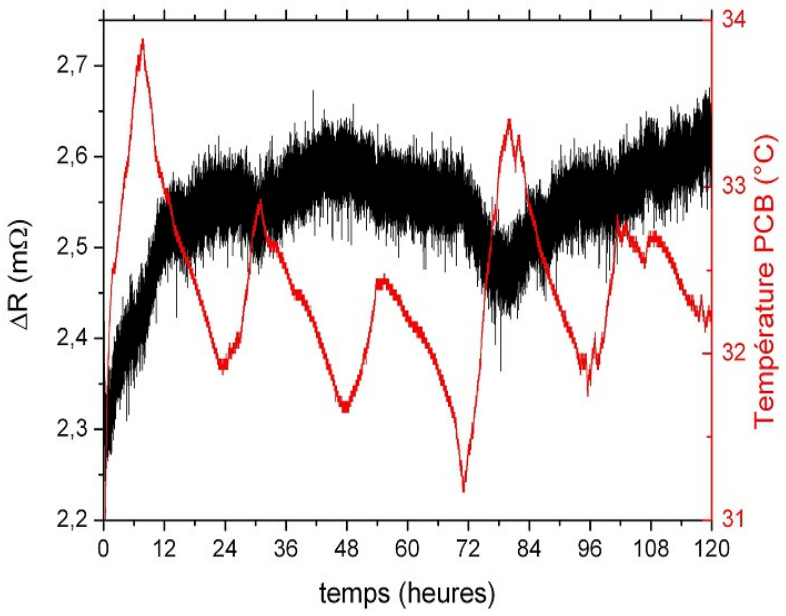
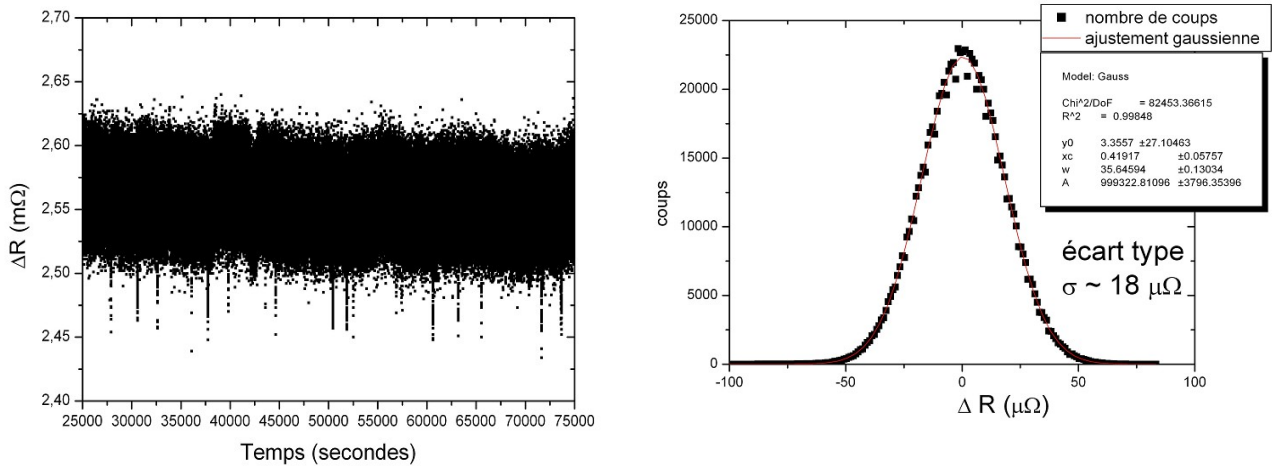


*Figure II-8 : Exemple de mesure avec l'un des livrables sur une longue période d'observation (*120 heures) *– La mesure de la variation de résistance du thermomètre (en noir) et la température de la carte PCB (en rouge) sont indiquées en fonction du temps.*

On peut remarquer que le temps de mise sous tension est d'environ 12 heures. La stabilité de la chaîne de mesure sur 24 heures est inférieure à 50 µΩ. La résolution en valeur efficace est d'environ 20 µΩ (*cf.* figure II-9). En considérant un bruit gaussien, on retrouve cette estimation en examinant cette distribution. La dérive thermique maximale obtenue (en valeur absolue) est d'environ 50 µΩ/°C pour les 3 livrables, et dépend de la température de fonctionnement. Elle est quasi-nulle au voisinage de 25 °C.



(a) (b)

Figure II-9 : Mesure temporelle (a) pour une durée d'observation de 50000 s *(soit environ* 13,8 *heures de mesure) et la distribution gaussienne (b) associée d'un des livrables quand la dérive thermique est quasi-nulle.*

IV. Mesure de température en métrologie

Dans le cadre d'un projet européen MULTICELLS, j'ai participé à la "Réalisation et matérialisation de l'échelle internationale de température (EIT-90) de 13,8033 K à 273,16 K". J'ai été recruté pour participer à deux des études et recherches en cours du laboratoire de thermométrie sur les références de température.

La comparaison des références de température de cette gamme se font principalement par le biais de thermomètres étalonnés. Or une partie importante de l'incertitude est due au défaut de reproductibilité de ces thermomètres. Alors comparer non pas les thermomètres mais les cellules qui ont servi à étalonner ces mêmes thermomètres devient un sujet d'étude intéressant. Encore faut-il que les laboratoires possèdent des cellules transportables et adaptables à tous les calorimètres existants. Le projet MULTICELLS cofinancé par la communauté européenne avait pour but de réaliser : un système thermométrique assez compact pour être associé à tout type de calorimètre - permettant de contenir le plus grand nombre de points fixes dans un même dispositif modulable - doté de caractéristiques thermiques nécessaires à une utilisation dans un calorimètre réel – et suffisamment robuste pour être aisément transportable. Dans ce projet international le LNE-INM/Cnam a été chargé de la conception et de la réalisation de cette nouvelle génération de cellules à multi-compartiments (*cf.* figure II-10). Elles comportent plusieurs points triples et des résistances électriques de chauffage en surface. Le thermomètre de résistance platine est placé au centre de la cellule.

Une méthode quasi-adiabatique est utilisé à l'aide d'une enceinte en cuivre jouant le rôle d'écran thermique. La température de cet écran est alors asservie à celle de la cellule à multi-compartiments qui y est contenue, et est régulée à partir de résistances de chauffage placées sur les parois externes de l'écran. La cellule comportant en surface d'autres résistances de chauffage, il est alors possible d'étudier l'évolution de la température au voisinage du point triple considéré.

Au cours de mon contrat, j'ai participé à une comparaison internationale[27]. Lors de cette comparaison en aveugle, des thermomètres à résistance de platine étalon TRPE (25 Ω) sont étalonnés tour à tour dans les bancs de mesures des pays impliqués. Les mesures sont donc indépendantes car réalisées avec des références nationales propres (cellules points fixes, thermomètres primaires, instrumentation, etc.).

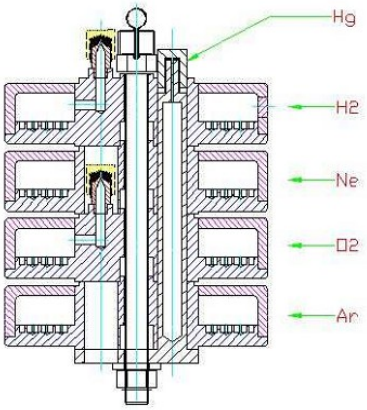


Figure II-10 : Cellule multi-compartiments comprenant plusieurs points triples (Hg, H_2, Ne, O_2, Ar), des résistances de chauffage et un thermomètre placé au centre de la cellule [Manuszkiewicz03]

[27] CCT-K2.4 : *Key Comparison involving INTiBS (Institute of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Science), LNE-INM/Cnam and NRC (Institute for National Measurement Standards, National Research Council of Canada)*

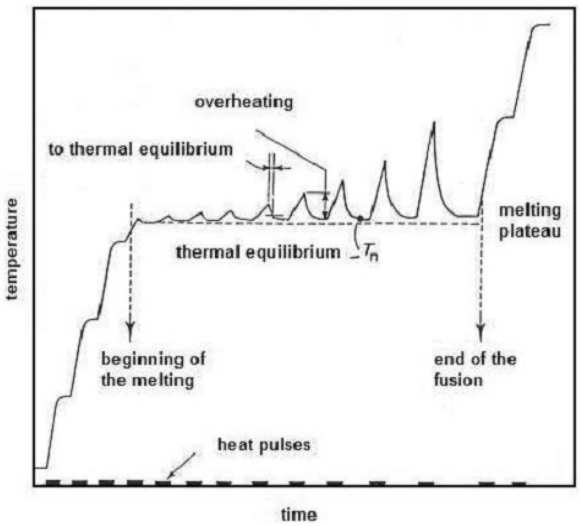


Figure II-11 : Méthode "quasi-adiabatique» de mesure de points triples [Ahmed07]

La figure II-11 représente l'évolution typique de la température dans une cellule. Initialement, la température est inférieure au point triple considéré (ici point triple de l'eau). Puis, des quantités d'énergie connues et discrètes sont fournies par chauffage Joule à la cellule. Avant d'atteindre le plateau de transition, ces quantités d'énergies provoquent une élévation de la température. Puis dans la zone de transition de phase, une très grande partie de cette énergie est absorbée tandis qu'une fraction de cette énergie provoque une légère surchauffe. Le système est hors équilibre thermique lors des périodes de chauffage. Le retour à l'équilibre thermique (après arrêt du chauffage) permet d'observer le plateau de fusion du point triple. La fin du plateau est observée quand le solide a complètement fondu après le dépôt d'une certaine énergie.

Chapitre 3

Micro-dispositifs à base de supraconducteurs

Au cours de mes recherches, j'ai travaillé sur l'utilisation de matériaux supraconducteurs pour concevoir des détecteurs de rayonnement : radiomètre à substitution électrique et bolomètre à électrons chauds. Mes principaux résultats sur ces détecteurs supraconducteurs datent d'avant mon recrutement en tant de qu'enseignant chercheur à l'université de Caen Basse Normandie. J'ai choisi de présenter ci-dessous ces résultats sous forme de 2 sujets :

1- Radiomètre à substitution électrique à base d'YBCO
2- Bolomètres à électrons chauds à base d'YBCO et de NbN

I. Radiomètre à substitution électrique à base YBCO

Le contexte général de ce travail de thèse était celui de la mise en œuvre de capteurs à base de films minces supraconducteurs à haute température critique (SHTC) dans une application intéressante pour la métrologie : la radiométrie à substitution électrique [Guillet03], [RI-1], [RI-5]. Ce choix était fonction de l'histoire de l'équipe instrumentation du GREYC associée avec le NIST[28] à travers une collaboration initiée à la fin des années 90 [Rice98].

La caractérisation énergétique du rayonnement est notamment nécessaire pour l'utilisation des lasers, des sources ou des détecteurs fonctionnant dans l'ultraviolet, le visible ou l'infrarouge. Les mesures radiométriques se font par comparaison de l'énergie du rayonnement avec l'énergie produite par effet Joule ou par un corps noir, ou à l'aide d'une cellule photoélectrique dont le rendement est parfaitement connu.

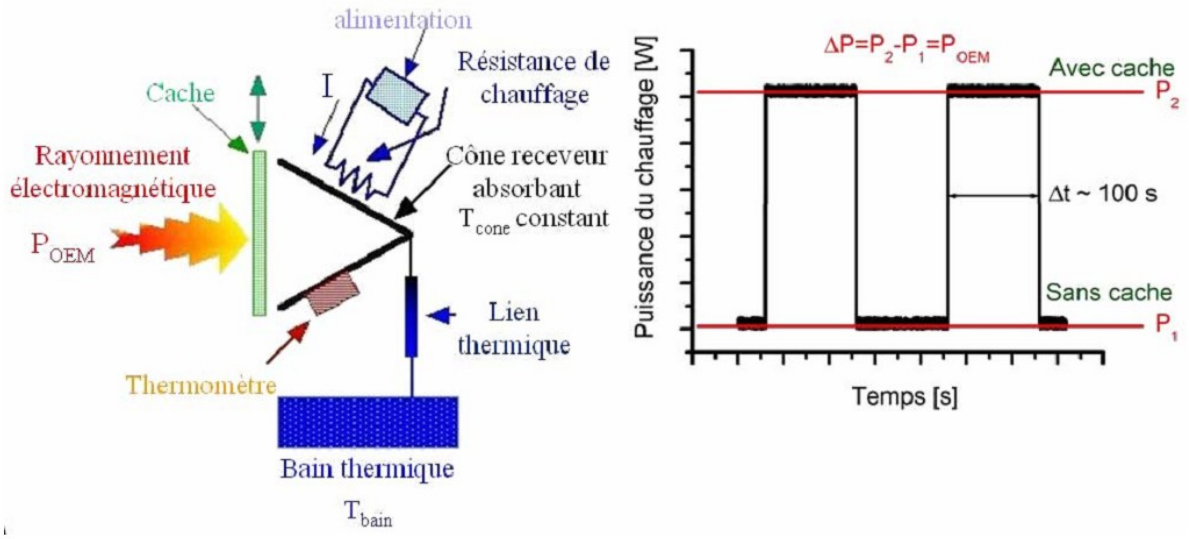


Figure III-1: Principe de fonctionnement d'un radiomètre à substitution électrique [Guillet03]

Le principe de fonctionnement d'un radiomètre à substitution électrique permet de réaliser des mesures absolues de rayonnement (*cf.* figure III-1). Le rayonnement incident à mesurer est absorbé par un récepteur et transformé en chaleur. L'échauffement résultant est comparé à celui apporté par un chauffage électrique dissipé dans une résistance électrique avec un courant continu prédéfini. Les grandeurs de rayonnement sont ainsi ramenées aux grandeurs électriques que sont la tension et le courant. Un asservissement en température permet alors de réduire les temps de mesure : on parle alors de radiomètre à substitution électrique à cavité active. Ce dispositif est donc constitué de deux parties correspondant respectivement à la détection du rayonnement (système optique et absorption) et à la mesure de l'élévation de la température et à son contrôle (le thermomètre et l'environnement associé).

[28] NIST : *National Institute of Standards and Technology*, Gaithersburg (USA)

Mon travail de thèse a été consacré non pas à la réalisation d'un radiomètre absolu, instrument primaire dédié principalement à la maintenance de l'unité candela (domaine d'expertise des laboratoires nationaux de métrologie), mais à la conception d'un radiomètre à substitution électrique secondaire et éventuellement portatif. Cet instrument est, par exemple, destiné à l'inter-comparaison des différents radiomètres primaires nationaux et est principalement limité par les fluctuations de température de la zone de détection de rayonnement[29]. L'erreur de mesure est en effet liée à l'erreur dans le contrôle de la température. La solution adoptée a été de concevoir deux asservissements en température : l'un pour limiter les fluctuations de température du puits thermique, et l'autre pour asservir en température le radiomètre à substitution électrique.

L'estimation des performances, à partir du cahier des charges du radiomètre cryogénique du NIST conduit à une résolution en valeur efficace en puissance inférieure 10 pW pour une puissance incidente maximale de 1 mW, un courant de polarisation de 0,83 mA et un temps d'intégration de 250 s. Ces performances, comparables à la littérature, correspondent à une exactitude de 1 nW, soit 1 %, et une dynamique de 120 dB [Guillet03], [RI-1].

Après modélisation électrothermique, des radiomètres à substitution électrique sur membrane (conception à quatre niveaux de masquage) ont été conçu et réalisé, et comportent deux résistances de chauffage de NiCr et des thermomètres (de différentes géométries) en couches minces de platine (fonctionnement à 300 K ou 90 K) ou d'YBCO (fonctionnement à 90 K). Les membranes à base de films minces de SiO_2 ou Si_3N_4 ont été obtenues à l'aide d'une gravure anisotropique par voie humide (gravure KOH) du substrat de silicium (*cf.* figure III-2). Des dispositifs quasi similaires fournis par l'université de Bologne (Italie) de la figure III-3 ont été également étudiés [RI-5].

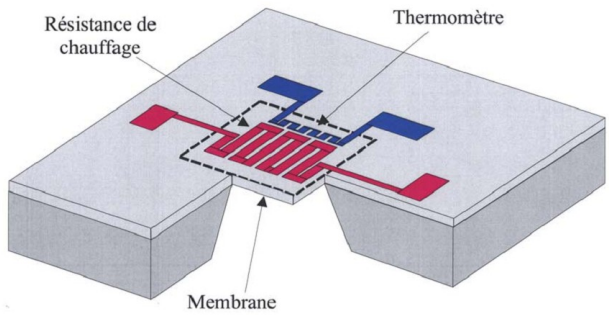


Figure III-2 : Vue schématique d'un radiomètre à substitution électrique sur membrane [Guillet03]

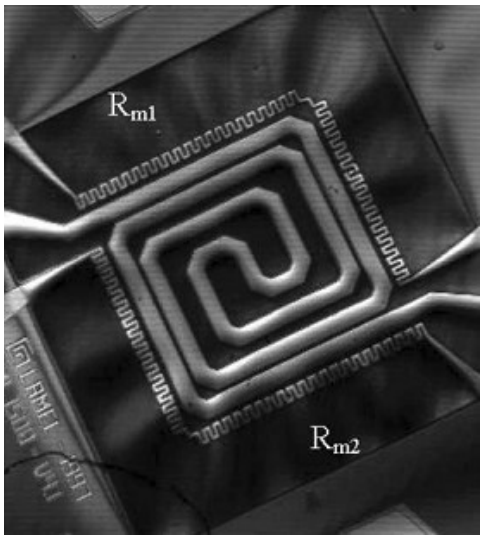


Figure III-3 : Photographie au microscope optique d'un radiomètre à substitution électrique sur membrane carrée 1560 ´ 1560 µm² *[RI-5]*

Ces travaux ont été poursuivis dans le cadre d'un appel d'offres annuel du feu BNM[30] sur le projet "Détecteur large bande faible bruit pour référence en caractérisation de sensibilité spectrale". Ce contrat est l'une des retombées directes des travaux de ma thèse. Il s'agissait de concevoir un

[29] Les principales sources d'erreur d'un radiomètre primaire sont : l'absorption incomplète du rayonnement incident, la non-équivalence entre les deux modes de chauffage (électrique et radiatif), la non-uniformité spatiale (liée aux deux modes de chauffage), les pertes optiques (hublot, diaphragme, etc.), les puissances électriques parasites (fils électriques...) et les fluctuations et erreur de stabilisation en température.

[30] BNM : Bureau National de Métrologie

radiomètre large-bande secondaire portatif en vue d'élargir les moyens de mesures et d'étalonnage en métrologie des grandeurs photométriques et radiométriques du LNE-INM/Cnam. [RI-5], [CI-7].

L'objectif était de remplacer le détecteur cavité utilisé comme référence pour mesurer la sensibilité spectrale relative des détecteurs à étalonner sur tout le spectre d'utilisation. La sensibilité du détecteur cavité est en effet le facteur qui limite l'incertitude relative d'étalonnage en sensibilité spectrale des détecteurs à 10^{-3} entre 200 nm et 2 500 nm, alors que la comparaison à quelques longueurs d'onde avec le radiomètre cryogénique se fait avec une incertitude relative de l'ordre de 10^{-4} pour des puissances du faisceau incident (source) variant entre 1 µW et 100 µW.

Des démonstrateurs utilisant du mylar aluminisé pour réaliser les bolomètres sur membranes de surface active suffisamment grande (diamètre de l'ordre de 1 cm) et de constante de temps réduite (entre 1 s et 10 s) ont été fabriqués et testés [CI-17], [CI-18]. La résistance électrique des thermomètres aluminium en fonction de la température montre que le TCR de ces couches très minces (40 nm) est proche de la valeur commune pour les métaux (environ 3,3 10^{-3} K^{-1} entre -20 °C et +50 °C), et d'autre part, la valeur de la résistance spécifique de surface $R_{\frac{1}{2\pi}}$=1,5 Ω montre que des valeurs de résistances électriques de quelques dizaines à quelques centaines d'Ohm sont faciles à obtenir par photolithographie et gravure à faible résolution. La figure III-4 donne une idée des détecteurs réalisés, avant le dépôt de la couche absorbante. Un point délicat est à noter sur ces travaux, celui de la procédure de prise de contacts sur ces membranes souples (épaisseur 6 µm), sur les deux faces. La procédure utilise un dépôt préalable d'Or et de l'Indium pressé et canalisé dans les circuits imprimés supports de la membrane. Une tête de détection a été également conçue et fabriquée (*cf.* figure III-5). Elle s'insère dans une chambre à vide, munie d'une fenêtre d'accès optique et d'un dôme hautement réflecteur diminuant les pertes thermiques radiatives. L'électronique de lecture inspirée de mes travaux de thèse associée à un asservissement en température de la membrane a montré a permis d'obtenir des temps de réponses faibles (<4 s en vide primaire). Pour des bandes passantes de l'ordre de 1 Hz et des durées d'acquisition de quelques dizaines de secondes, le seuil de détection se situe aux alentours de 20 nW. Bien que ces valeurs de seuil de détection ne soient pas exceptionnelles (comparées aux performances estimées dans le cadre de ma thèse), ce type de système à grande étendue de mesure et à large bande spectrale a permis la conception de nouveaux capteurs innovants à base de mylar aluminisé ou de substrat de silicium micro-usiné. Cette étude[31] est poursuivie aujourd'hui par D. Robbes qui propose de réaliser des systèmes multi-détection sur membranes de Mylar ou Si_3N_4/Si (*cf.* perspectives).

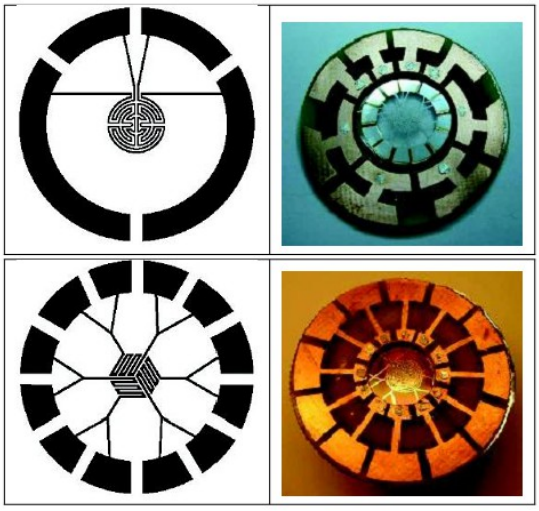


Figure III-4 : Détecteurs sur membrane de mylar aluminisé double face : la surface active s'inscrit dans un cercle de 7 mm *de diamètre et les pistes gravées sont de largeur* 100 µm

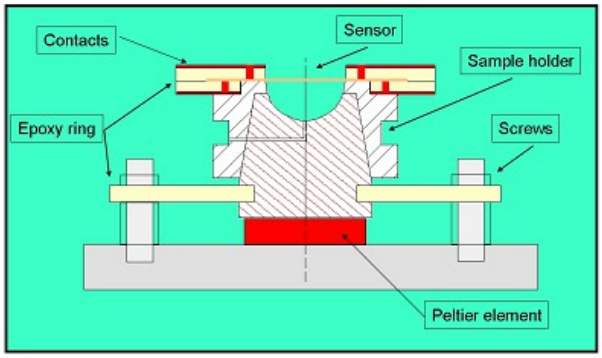


Figure III-5 : Schéma de la tête de détection réalisée pour le détecteur large bande [CI-7]

[31] Projet C^2 -STM (Défi Instrumentation aux limites 2014)

II. Bolomètres à électrons chauds à base d'YBCO et de NbN

Contrairement à la détection directe du rayonnement[32], la détection hétérodyne est une technique de détection cohérente qui transpose le signal haute fréquence (typiquement THz) à plus basse fréquence, de l'ordre du GHz. En pratique, elle consiste à mélanger le signal à observer avec un signal monochromatique connu, appelé signal d'oscillateur local, et contrôlé pour obtenir un battement en sortie à une fréquence intermédiaire (égale à la différence entre les 2 signaux initiaux). Cette technique présente l'avantage d'avoir une très bonne résolution en fréquence et conserve toute l'information sur la phase du rayonnement. En pratique, les deux signaux sont mis sur le même chemin optique par l'intermédiaire d'une lame semi-transparente, et envoyé à l'intérieur d'un cryostat dans lequel se trouve le bloc mélangeur (le détecteur hétérodyne).

L'élément essentiel d'un récepteur submillimétrique est la charge qui assure le mélange; ce peut être une jonction SIS (Supraconducteur/Isolant/Supraconducteur), une diode Schottky (Pt/GaAs, par exemple), ou un bolomètre à électrons chauds HEB (*Hot Electrons Bolometers*) à base de supraconducteurs à basse température critique ou à haute température critique [Siegel02]. Le couplage au rayonnement électromagnétique est assuré avec une antenne planaire de dimensions micrométriques intégrée sur le même substrat.

L'intérêt suscité par les bolomètres à électrons chauds HEB à base de supraconducteurs est lié à un relatif manque de détecteurs hétérodynes pour les fréquences de l'ordre du térahertz [Kreisler00]. Les détecteurs à base de jonction SIS (Supraconducteur/Isolant/Supraconducteur) sont limités par le gap du supraconducteur, typiquement de l'ordre du térahertz. Les diodes Schottky ne montent guère plus haut en fréquence et sont, en comparaison des autres détecteurs, très bruyantes. Les HEB à base de supraconducteur à basse température critique sont plus performant car ils ne sont pas limités en fréquence et sont relativement peu bruyants. Leur inconvénient principal est lié aux techniques de cryogénie à mettre en œuvre. Une revue détaillée du fonctionnement des HEB à base de supraconducteurs est donnée dans [Semenov02].

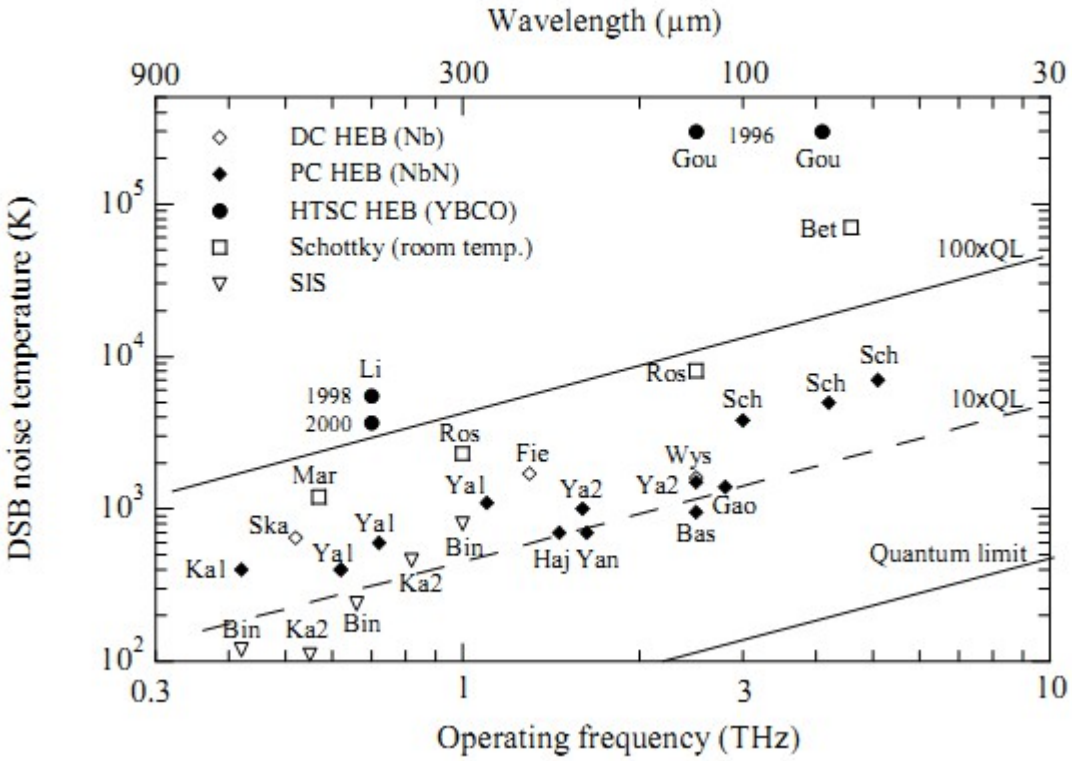


Figure III-6 : Comparaison de détection hétérodyne à base de SIS, Schottky et HEB [Kreisler00]

[32] On parle de détection directe quand un rayonnement incident est directement envoyé sur un détecteur non linéaire. Celui-ci absorbe le signal d'une façon ou d'une autre et sa réponse suit l'amplitude du signal incident.

Pour un usage hétérodyne, le bolomètre doit avoir une bonne capacité à absorber le signal haute fréquence et doit avoir une constante de temps lui permettant d'avoir une bande passante suffisamment large. Les HEB sont un type particulier de bolomètre à supraconducteur, constitués d'un film supraconducteur extrêmement fin (seulement quelques nm d'épaisseur) déposé sur un substrat diélectrique et structuré en nano-charge entre les électrodes d'une antenne planaire. L'absorption du rayonnement augmente la température des électrons du réseau jusqu'à atteindre la température critique du supraconducteur : il y a alors un déséquilibre thermique entre les électrons et les atomes du réseau. Un HEB fonctionne apparemment comme un bolomètre classique mais les phénomènes physiques qui se déroulent au sein du HEB sont complexes liés à la supraconductivité.

L'apport d'une énergie supérieure à l'énergie de gap par un rayonnement incident et/ou par la polarisation DC, brise des paires de Cooper (électrons liés) et produit des quasi-particules qui échangent ensuite leur énergie avec les électrons des métaux en contact (HEB refroidi par diffusion) et/ou avec les phonons du film (HEB refroidi par phonons). Dans ce dernier cas, il y a alors évacuation de la chaleur du réseau de phonons du supraconducteur par les phonons du substrat. La constante de temps thermique est déterminée par le temps d'interaction électron-phonon et le temps d'échappement de la chaleur du film vers le substrat (temps d'interaction phonon-phonon) qui dépend fortement de l'épaisseur du film supraconducteur. Le choix du matériau supraconducteur et la géométrie de la charge déterminent donc le temps de réponse du détecteur et donc sa bande passante pour la fréquence intermédiaire.

a) Réalisation de bolomètres à électrons chauds à supraconducteurs haute température critique

Au cours d'un contrat post-doctoral Supélec Paris au LGEP (Laboratoire de Génie Electrique de Paris) puis au Laboratoire de CryoPhysique (LCP) du CEA Grenoble, j'ai été recruté pour réaliser des dispositifs à base de films minces supraconducteurs à haute température critique $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) dans le cadre d'une action de recherche technologique du CNES.

La mise en œuvre d'une cryogénie par hélium liquide étant un des inconvénients majeurs d'utilisation des supraconducteurs à basse température critique, le développement de HEB à base de supraconducteur à haute température critique est donc un bon compromis entre performance en terme de bruit et techniques cryogéniques à utiliser [Kreisler00], [CI-6], [CI-9].

J'ai été plus particulièrement en charge de la réalisation technologique des nanostructures et de la caractérisation électrique. La technique de pulvérisation par cathode creuse a permis de réaliser la croissance "in situ" de tricouches PBCO/YBCO/PBCO sur substrats MgO (100) polis simple face (20×20 mm^2) (*cf.* figure III-7).

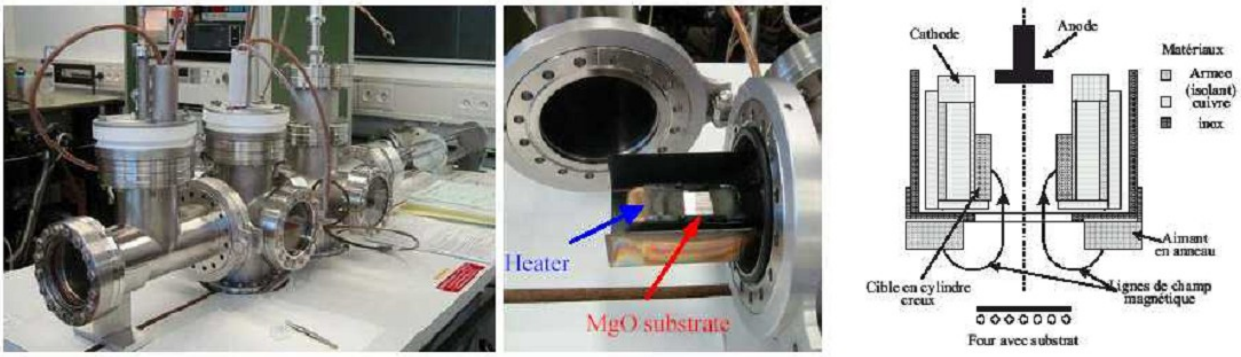


Figure III-7 : Élaboration par cathode creuse de tri-couches PBCO/YBCO/PBCO au CEA-Grenoble

La diminution de l'épaisseur du film YBCO (de 100 nm à 10 nm) a permis de valider le processus de dépôt. Les couches de 3 nm de PBCO déposées à 750 °C dans un mélange de gaz (60 % O_2 - 40% Ar) à 0,5 mbar permettent l'adaptation des mailles et la passivation des dispositifs. La diminution de l'épaisseur du film YBCO (de 100 nm à 10 nm) a permis de valider le processus de dépôt. La tri-couche est alors refroidie in situ à la température ambiante dans une atmosphère d'oxygène pur de 900 mbar. Les contacts d'or (Au), 150 nm, sont ensuite déposés ex situ (à travers un masque mécanique) par pulvérisation cathodique DC dans une atmosphère d'Ar de 0,03 mbar d'Ar à la température ambiante. L'échantillon subit alors un recuit sous atmosphère d'oxygène de 1 atm à 460 °C puis est refroidit lentement à la température ambiante. Ce procédé permet d'assurer à la fois une faible résistance de contact entre les tri-couches et les plots d'or et une bonne stabilité des propriétés supraconductrices de la tri-couche lors des étapes technologiques suivantes.

Une technologie originale de structuration a été mise en place (*cf.* figure III-8): elle consiste en une combinaison d'une étape de lithographie électronique et d'une étape de lithographie optique [CI-5], [CI-6]. Ce processus a permis de réaliser des dispositifs HEB avec des films YBCO de diverses épaisseurs (40 nm à 15 nm), avec des largeurs de pont résistif de 0,5 à 1 µm et des longueurs de 0,5 à 1 µm (*cf.* figures III-9 et III-10). Les couches minces d'YBCO réalisées (jusqu'à 15 nm d'épaisseur) ont présentées des températures critiques de l'ordre de 85-93 K avec des valeurs plutôt uniformes sur toute la surface de substrat (20 × 20 mm^2). On peut noter que les propriétés électriques des détecteurs (nano-constrictions couplés à des structures log-périodiques) étaient très bonnes.

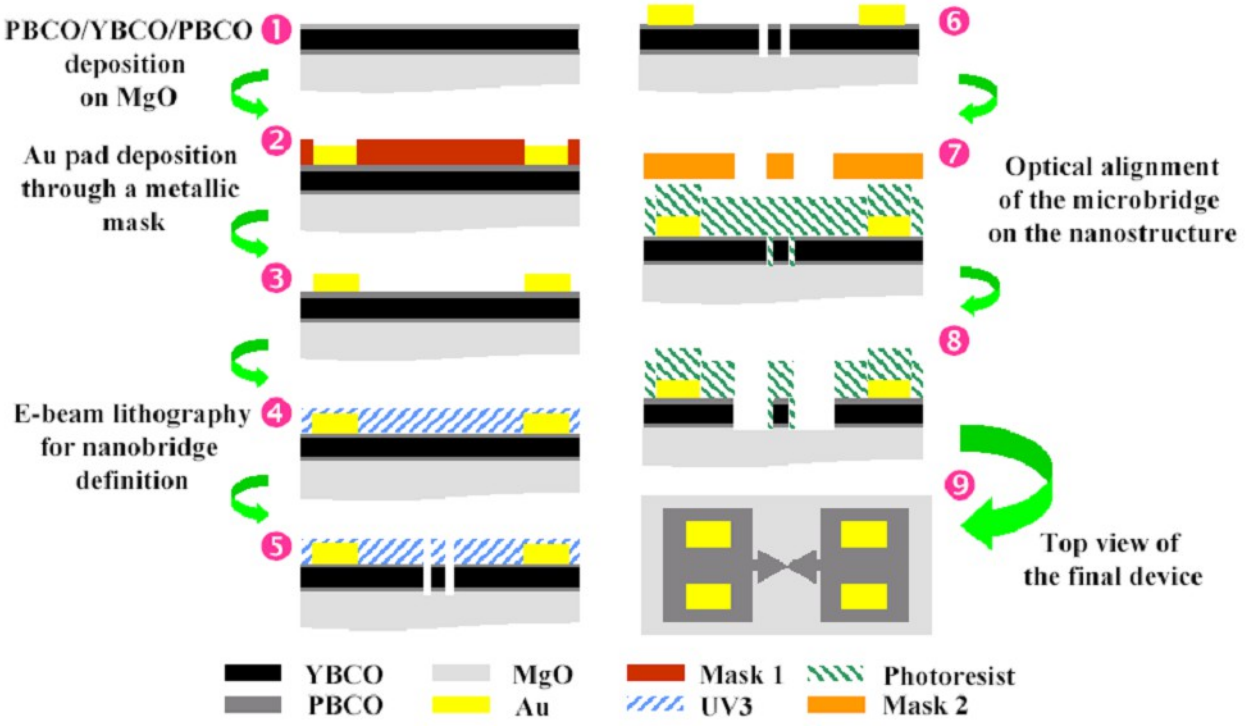


Figure III-8 : Étapes de structuration de détecteurs HEB PBCO/YBCO/PBCO

Des nano-constrictions de tri-couche PBCO/YBCO/PBCO (3nm/17nm/3nm) sur MgO avaient des fortes températures critiques (~89 K) et des densités de courant critique élevées [RI-4]. La figure III-11 présente une loi de puissance I⊔ V^n prédit par le modèle *flux creep* (lié aux effets de dés-ancrage et de mobilité des vortex par activation thermique). Les valeurs les plus élevées de densité de courant critique (3×10^8 A cm^{-2} à 60 K) ont été observées (sous champ magnétique nul) dans les plus petites nano-constrictions (*cf.* encart de figure III-11).

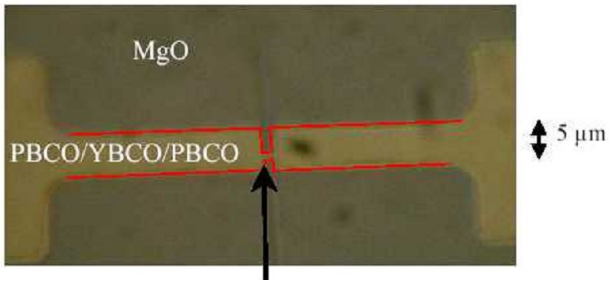


Figure III-9 : Photographie au microscope optique d'une nano-constriction de 800´800 nm² *pour réaliser un détecteur HEB PBCO/YBCO/PBCO* (3 nm/15 nm/3 nm) *sur substrat MgO*

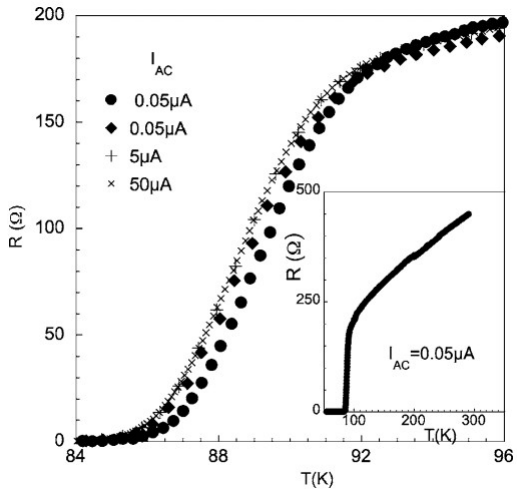


Figure III-10 : R(T) *d'une nano-constriction* 600´600 nm² *PBCO/YBCO/PBCO* (3nm /17,5 nm/3 nm) *couplé à une antenne log-périodique pour différentes valeurs de courant de polarisation* (50 nA à 50 µA) [RI-4]

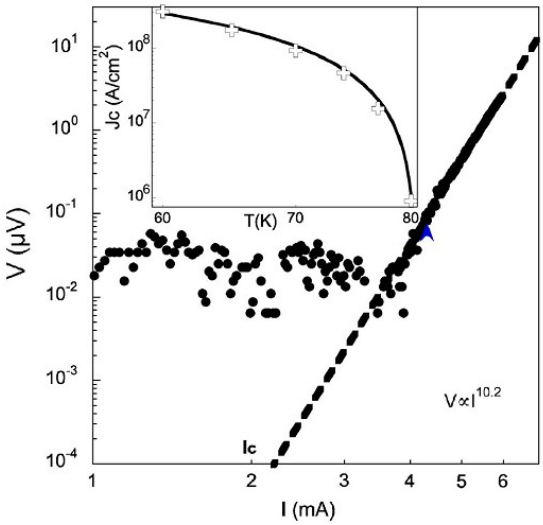


Figure III-11 : Caractéristiques I-V *d'une nano-constriction PBCO/YBCO/PBCO* (3nm/17,5nm/3nm) *de* 800´800 nm² *à* 77 K. *L'encadré donne la densité de courant critique en fonction de la température.[RI-4]*

Les figures III-12 et III-13 montrent des dispositifs HEB couplé à des antennes log-périodiques. Le développement de ces dispositifs a été poursuivi au sein de la collaboration LGEP-CEA [Aurino00], [Ladret13].

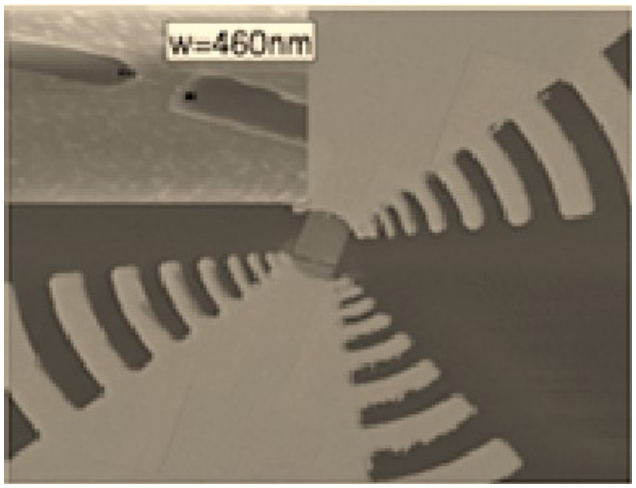


Figure III-12 : Photographie au microscope électronique à balayage d'une nano-constriction PBCO/YBCO/PBCO (3 nm/17,5 nm/3 nm) *de* 460´460 nm^2 *couplé à une antenne log-périodique (l'encadré montre un zoom pour voir la nano-constriction) [RI-4]*

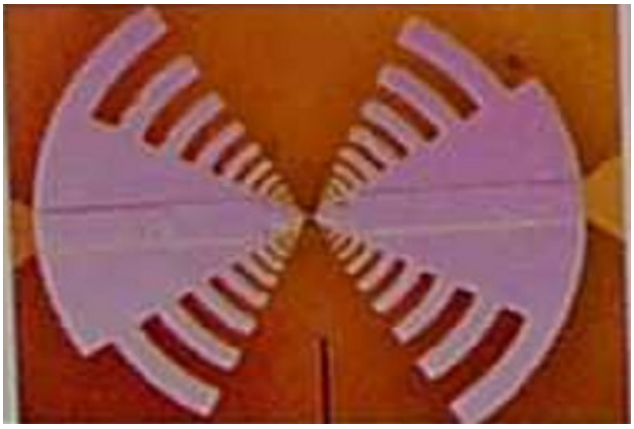


Figure III-13 : Photographie au microscope optique de la structure globale d'un HEB couplé à une antenne log-pérdiodique

b) Bolomètres à électrons chauds à supraconducteurs à basse température critique sur membrane

Dans le cadre d'une action de recherche technologique, j'ai été recruté via un contrat post-doctoral CNRS (sections 8 et 17) pour concevoir une matrice de dispositifs à base de films minces supraconducteurs à basse température au sein de l'équipe GEMO (Groupe Expérimental Micro Ondes) du LERMA, à l'Observatoire de Paris. L'objectif était de réaliser des mélangeurs à bolomètres à électrons chauds sur membranes aux longueurs d'ondes submillimétriques.

Les mélangeurs HEB NbN sont les détecteurs hétérodynes bas bruit pour les futures missions spatiales de la science astronomique et de la Terre au-delà de 1 THz. La température de bruit du mélangeur est environ 10 à 15 fois plus élevées que la limite quantique et la bande passante est comprise dans l'intervalle de 3 à 4,5 GHz [Cherednichenko02], [Kawamura97], [Kroug01], [Semenov00], [Gao07], [Vachtomin02], [Meledin03], [Drakinskiy06], [Baselmans04], [Ekstrom97], [Gerecht99].

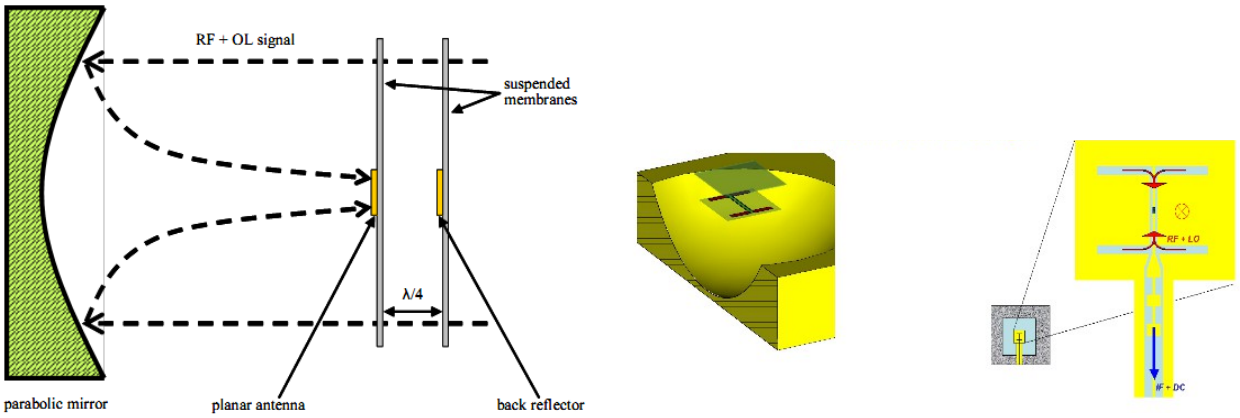
Cette étude financée par deux projets européens[33,34] tendait à démontrer la faisabilité technique d'une intégration de 16 pixels hétérodynes (2,5 THz et 4,7 THz) dans le plan focal d'un radiotélescope [Baubert05a], [Cherednichenko05]. Chaque pixel comporte une antenne (soit de type log-spirale (large

[33] RADIONET (*Integrated Infrastructure Initiative* (I3), *European Commission's Sixth Framework Programme* (FP6)), rassemble un gros consortium européen de défense et de sécurité et vise à construire et tester un récepteur mono-pixel hétérodyne opérant a 2,5 THz.

[34] SHAHIRA *« Submillimeter Heterodyne Array for High-Speed Radio Astronomy »*, projet n°16940 de l'Agence Spatiale Européenne (ESA), regroupe Chalmers University of Technology (Goteborg), Moscow Pedagogical State University MPSU (Moscou), l'Observatoire de Paris - LERMA (Paris), Institut fur Planetenforschung DLR (Berlin), et le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systemes LAAS (Toulouse) et tente de conceptualiser, fabriquer et tester une caméra hétérodyne 16 pixels opérant à 2,5 et 4,7 THz.

bande), soit de type double fentes ou double dipôle (beaucoup plus sélectives en fréquence)) et un HEB sur membrane. Le couplage de puissance est dit quasi-optique et utilise des micro-miroirs comme éléments focalisant. Un court-circuit est placé derrière l'antenne afin de doubler le gain de celle-ci (*cf.* figure III-14).

Dans ce cas, chaque pixel de la caméra comporte : une première membrane contenant le HEB et son antenne positionné dans le plan focal du micro-miroir, une deuxième membrane réflectrice placée derrière le mélangeur à une distance de λ/4 afin d'augmenter l'absorption et un micro-miroir parabolique en cuivre (*cf.* figure III-14). Cette structure innovante présente plusieurs avantages. Les pertes sont réduites grâce à la fine épaisseur de la membrane diélectrique supportant le mélangeur HEB qui ne perturbe le signal qui la traverse et à l'utilisation d'un micro-miroir à la place d'une lentille hémisphérique. Cette diminution des pertes dans la membrane permet une augmentation de la sensibilité de détection et une diminution de la puissance d'oscillateur local nécessaire pour le bon fonctionnement du mélangeur. Cette structure membranaire permet d'agrandir les dimensions de l'antenne et donc facilite la montée en fréquence des récepteurs [Baubert05b].



a) b)

Figure III-14 : Concept d'un pixel comportant un mélangeur à bolomètres à électrons chauds sur membrane aux longueurs d'ondes submillimétrique avec couplage quasi-optique : a) vue en coupe indiquant la membrane HEB et son antenne associée, la membrane réflectrice à une distance λ/4 et le micro-miroir parabolique [CI-12], b) vue 3D et vue transversale du mélangeur [Baubert05a]

Le fonctionnement des HEB est assez bien compris, lorsque ceux-ci sont fabriqués sur des substrats épais, comme le silicium. Le principe de refroidissement tridimensionnel de la région chaude devient bidimensionnel lorsque l'épaisseur du substrat est fortement réduite. Ainsi, il était indispensable d'étudier le fonctionnement des HEB sur membrane. Une étude expérimentale liée aux différentes épaisseurs de support (substrat, membrane) fut envisagée afin d'étudier les comportements électrothermiques des HEB. La qualité cristalline ainsi que l'épaisseur des films ultra minces NbN influence fortement ses propriétés électriques [CI-10], [CI-11], [CI-13]. La figure III-15 montre la dépendance de la température critique en fonction de l'épaisseur nominale attendue pour différents films ultra minces NbN sur différents substrats.

D'après une analyse de l'état de l'art, l'épaisseur des films ainsi que le choix du substrat modifiaient la qualité cristalline des supraconducteurs NbN. Les meilleurs détecteurs HEB NbN présentaient des bandes passantes qui dépendaient également du substrat (*cf.* figure III-16). Une estimation de la bande passante d'un mélangeur NbN de différentes épaisseurs (3,5 nm, 6 nm et 10 nm)

sur silicium ayant une température critique de 10 K a été réalisée avec le modèle présenté dans [Kooi07]. On remarque sur la figure III-17 la forte dépendance de la bande passante en fonction de l'épaisseur [CI-11].

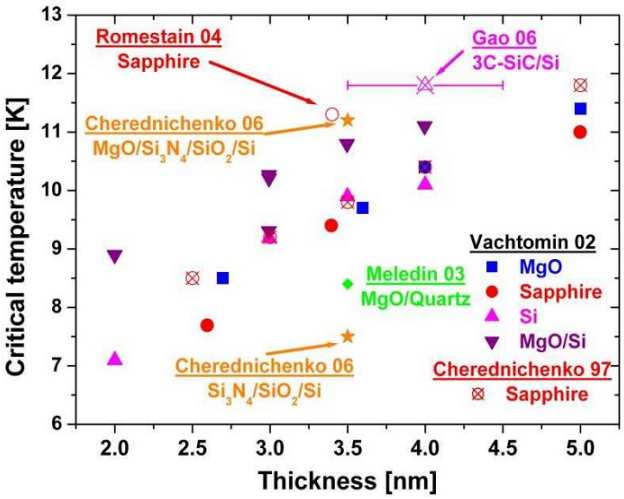


Figure III-15 : Température critique de films ultra minces NbN sur différents substrats en fonction de l'épaisseur nominale du film

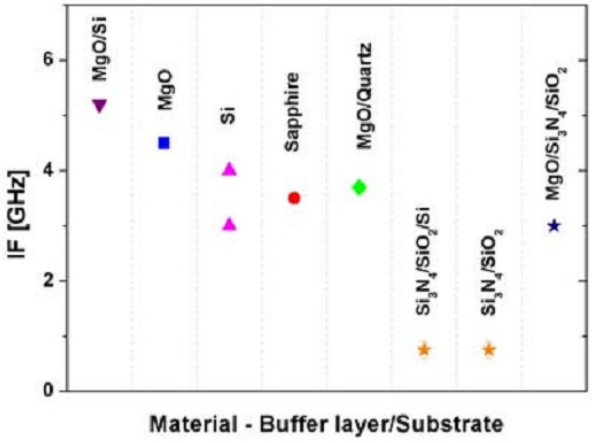


Figure III-16 : Comparaison des bandes passantes d'HEB NbN en fonction du substrat utilisé [CI-10]

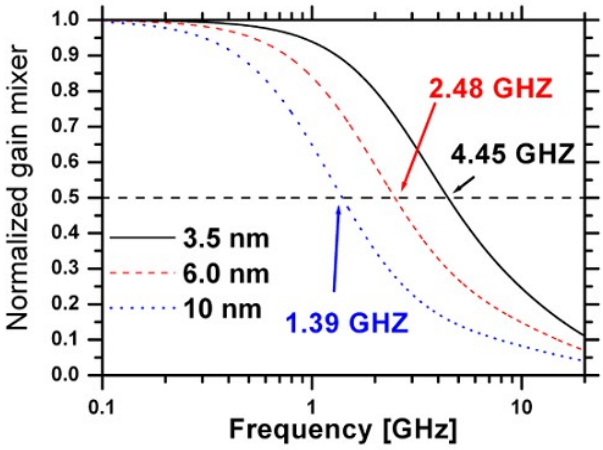


Figure III-17 : Estimation d'un mélangeur NbN de différentes épaisseurs (3,5 nm, 6 nm et 10 nm) *sur silicium ayant une température critique de* 10 K. *Les valeurs indiquent les bandes passantes attendues. [CI-11]*

Dans le cadre d'une réponse à un appel d'offre européen pour l'utilisation de la salle blanche MC2[35] de Chalmers (Université de Göteborg), l'influence des couches tampons sur les performances des HEB NbN a pu être étudiée. J'ai donc pu accéder gratuitement pendant plusieurs semaines aux infrastructures pour étudier les propriétés des films ultra-minces NbN (ellipsométrie, diffraction X, réflectométrie X) et réaliser des dispositifs (lithographie, gravure RIE Bosch, etc.).

[35] MC2 ACCESS, Programme "*Structuring* ERA", "*Research Infrastructures*" *Action - Call identifier* "FP6-2004-*Infrastructures*-5, MC2 ACCESS *contract* 026029 « MEMHEB » (Membrane HEB) 2006

Une étude systématique a alors été entreprise pour mesurer les épaisseurs de films ultra minces et vérifier qu'elles étaient proches de la valeur nominale. Les résultats obtenus par différentes techniques ont démontré qu'en réalité les épaisseurs étaient sous estimées et que la croissance n'était pas toujours épitaxiale. Les images de microscopie électronique à transmission de la figure III-18 indiquent la présence de grains et une structure polycristalline. La morphologie de surface des films par mesure AFM a montré également que la rugosité des films étaient assez élevé et que l'état de surface n'était pas homogène sur 5´5 μm^2 pouvant entraîner des difficultés de fabrication de HEB. Les différences de qualité de films[36] est probablement lié à la désadaptation de maille entre le NbN et les substrats considérés (*cf.* Table III-1).

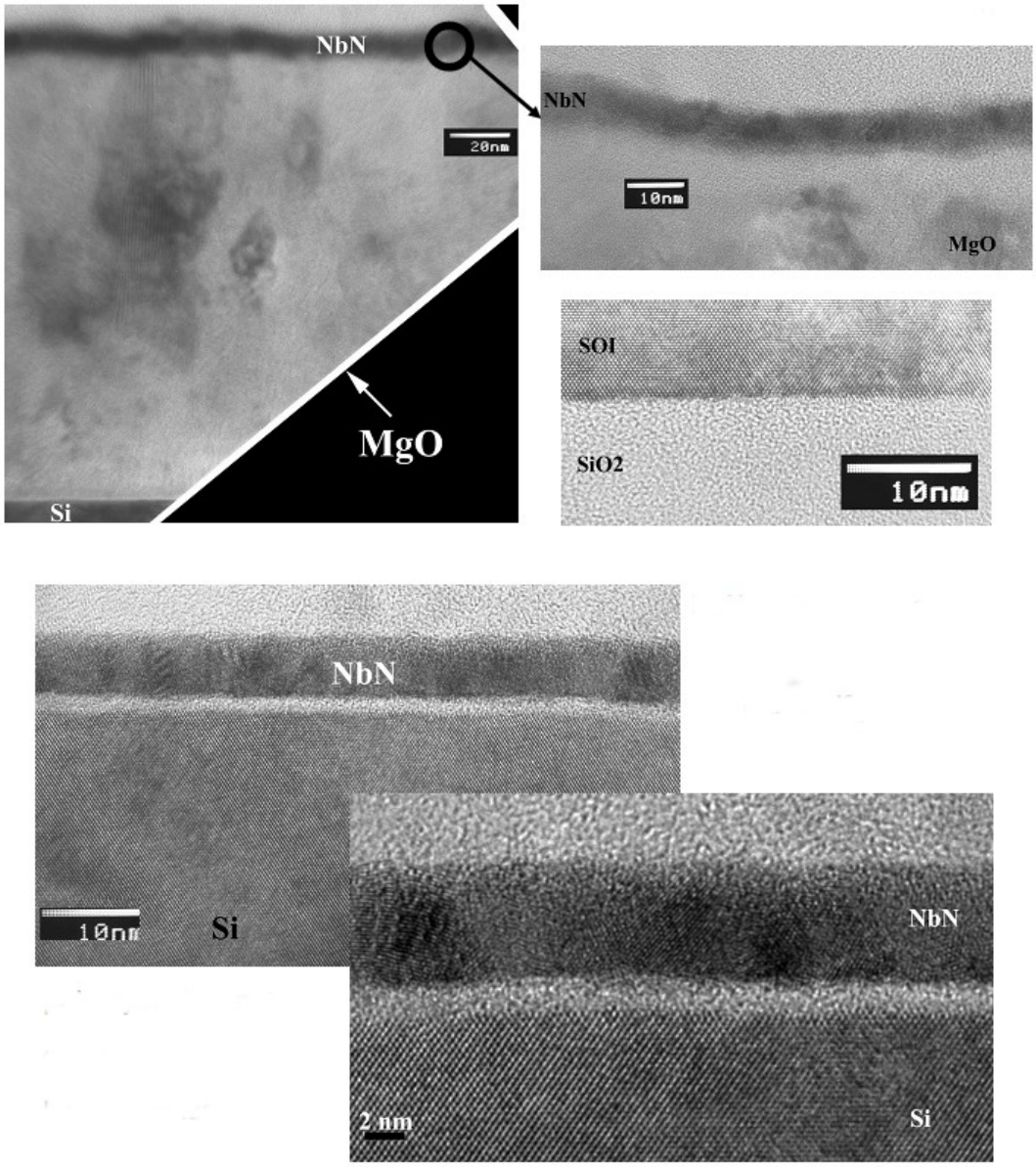


Figure III-18 : Images de microscopie électronique à transmission de couches ultra minces NbN a) sur Mg0/SOI et, b) sur SOI [CI-11]

[36] La croissance d'un film épitaxié est assuré quand le substrat présente les critères suivants :
(i) le meilleur accord de maille possible dans le plan de l'interface,
(ii) une bonne compatibilité chimique à la température de dépôt (faible interdiffusion),
(iii) une bonne qualité de surface,
(iv) une faible différence entre les coefficients de dilatation des deux matériaux

Matériau	Paramètre de maille [Å]	Désaccord de maille δ[37]
NbN	4,39 – 4,42	N.A.
Si_3N_4	7,59	+0,42
Si	5,43	+0,19
Mg0	4,20	-0,05

Table III-1 : Paramètres et désaccord de maille pour la croissance de couches ultra minces NbN

L'environnement électromagnétique des détecteurs diffère suivant le support. Le cas de substrat fin (membrane) nécessita donc de nouvelles simulations concernant la réponse fréquentielle de l'antenne (double-fente ou autre). Des simulations ont été réalisées[38] en prenant en compte les nouvelles géométries et choix technologiques pour permettre d'optimiser les dimensions de l'antenne sur membrane pour qu'elles correspondent à une résonance de l'antenne à la fréquence désirée, d'estimer l'effet *cross-talk* entre antennes, etc. [Dauplay06]. On peut noter qu'outre la désadaptation d'impédance entre la charge et l'antenne, la valeur de la constante diélectrique de la structure, l'épaisseur de la membrane influence la fréquence de résonance (*cf.* figure III-19).

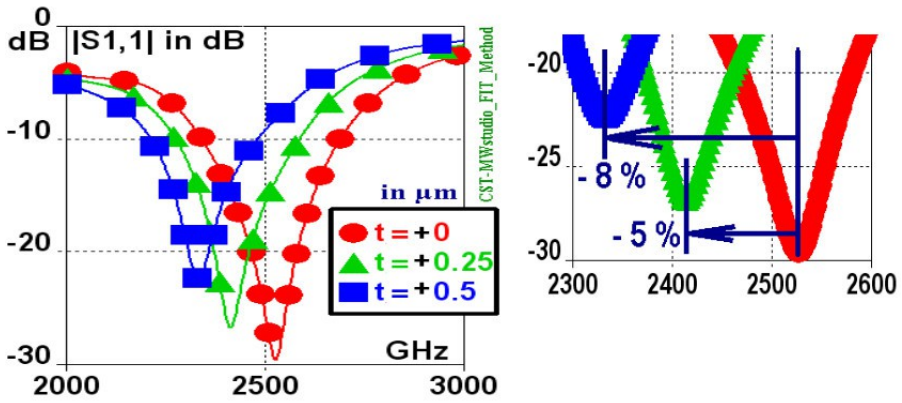


Figure III-19 : Influence de l'épaisseur de la membrane sur la fréquence de résonance d'un dispositif à 2,5 THz [Dauplay06]

Des détecteurs HEB sur membranes ont donc été fabriqués soit avec des substrats SOI (*Silicon On Insulator*) soit avec des doubles couches de SiO_2/Si_3N_4 de 1,4 µm d'épaisseur déposées sur les deux faces d'un substrat de Silicium. Sur la face avant (face du HEB), un film ultra-mince NbN (d'épaisseur nominale de 3,5 nm) est déposé par pulvérisation cathodique en Russie par l'Université MSPU[39]. Une lithographie à canon à électrons est utilisée pour la définition du nano-pont et des antennes planaires. La réalisation de la membrane (Si_3N_4/SiO_2 ou SOI) est alors réalisée à l'aide de gravure chimique (KOH) ou de gravure ionique réactive RIE[40] puis avec le process "Bosch" (*cf.* figure III-20) [CI-12]. Les figures III-21 a) et b) montrent des photographies au microscope optique d'une membrane comportant HEB, antenne et lignes coplanaires et la caméra en cours d'assemblage. Ces détecteurs sont encore en développement au LERMA dans le cadre des projets post-Herschel [Miao09], [Gay13].

---

37 $\delta = \frac{a_{substrat} - a_{NbN}}{a_{substrat}}$

38 à l'aide des logiciels CST *Microwave Studio* et HFSS *High-Frequency Structure Simulator*

39 MPSU *Moscow State Pedagogical University* (équipe de G. Goltsmann)

40 RIE *Reactive Ion Etching*

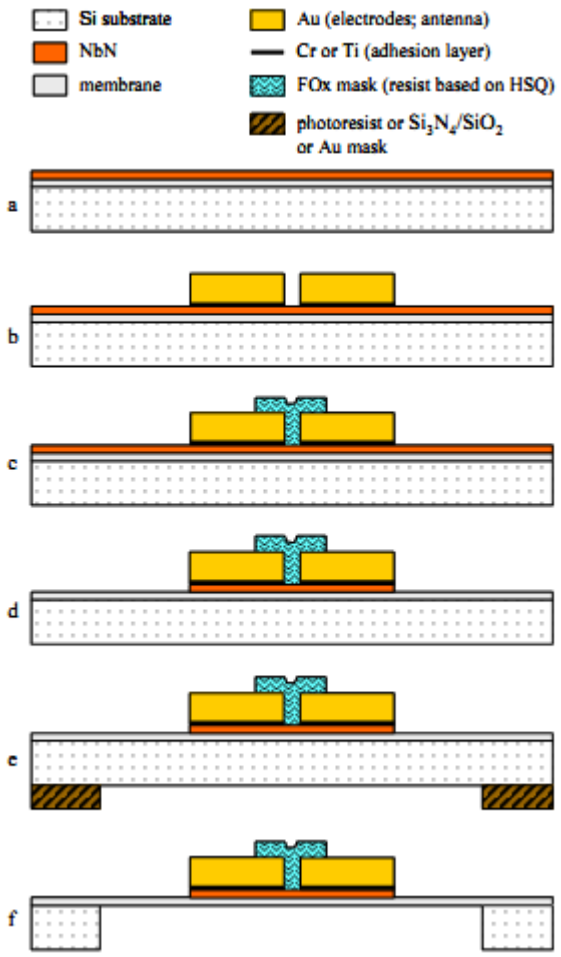
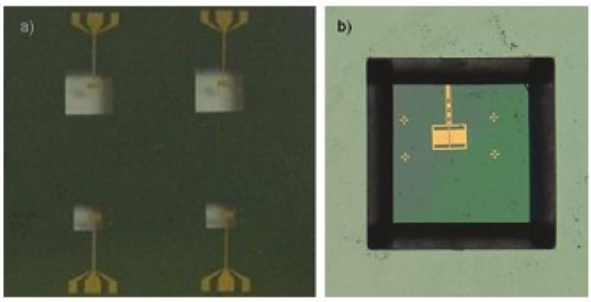
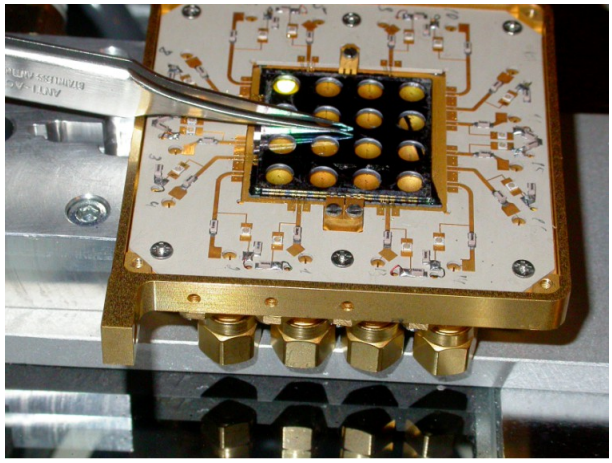


Figure III-20 : Exemple de procédé de fabrication de détecteur HEB sur membrane [CI-12]



a)



b)

Figure III-21 : a) Photographie au microscope optique de 4 structures membranaires et zoom d'un pixel (HEB, antenne, ligne coplanaire, etc.) [CI-12], b) Assemblage de la caméra hétérodyne 16 pixels

Chapitre 4

Micro-dispositifs à base de manganites

Depuis mon recrutement en tant qu'enseignant chercheur, j'ai essentiellement travaillé sur l'utilisation du LSMO pour concevoir des détecteurs de température et de rayonnement. LSMO est en effet potentiellement intéressant pour la réalisation de bolomètres non refroidis (grâce à la forte variation de résistance électrique lors de la transition métal-isolant au voisinage de la température ambiante). Dans ce cadre, des capteurs de température et des micro-bolomètres sur substrat ou auto-suspendus ont été étudiés. J'ai donc choisi de présenter ci-dessous ces résultats sous forme de 2 sujets :

1- Thermométrie à 300K à base de LSMO

2- Micro-bolomètres LSMO sur substrat ou auto-suspendus

I. Thermométrie à 300 K à base de LSMO

Pour évaluer les potentialités d'un matériau en tant que thermomètre, on utilise la dérivée relative de la résistance électrique (TCR) en fonction de la température. Ce paramètre ne dépend pas en effet des paramètres géométriques du thermomètre. On rappelle que le TCR, noté β (K^{-1}), est défini selon:

$$\beta = \frac{1}{R} \times \frac{dR}{dT}$$

Les matériaux utilisés en thermométrie ou bolométrie (métaux, semi-conducteurs amorphes, oxydes de vanadium, ou YBCO semi-conducteurs (de teneur en oxygène plus réduite que dans le cas du supraconducteur)) présentent des valeurs de |β| comprises entre 0,01 et 0,07 K^{-1} [Zerov01]. Les manganites sont des matériaux potentiellement intéressants pour des applications bolométriques à température ambiante car pour certaines compositions ils présentent une large variation de la résistance électrique au passage de la transition métal-isolant au voisinage de 300 K. Malheureusement, l'augmentation de la température de transition, notée aussi T_P (température où la résistance électrique est maximum), s'accompagne d'une diminution du TCR. La figure IV-1 donne par exemple l'évolution du TCR en fonction de T_P pour quatre compositions différentes (avec x~0,3) [Goyal97].

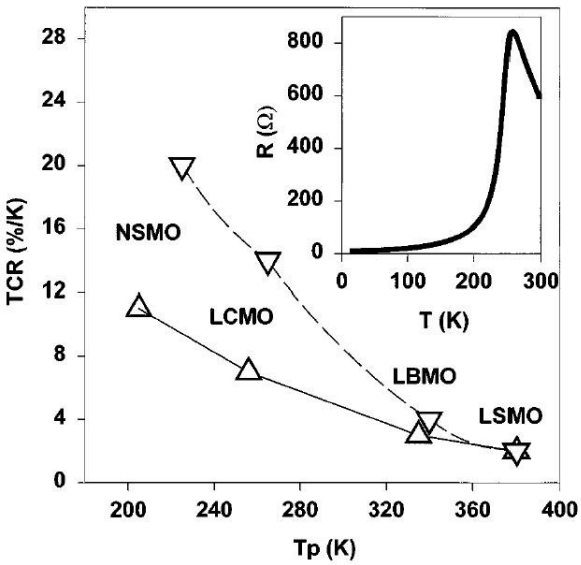


Figure IV-1 : Evolution du TCR *en fonction de la température de transition pour quatre compositions différentes (NSMO pour $Nd_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$, LCMO pour $La_{0.7}Ca_{0.3}MnO_3$, LBMO pour $La_{0.7}Ba_{0.3}MnO_3$, et LSMO pour pour $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$). L'encadré donne l'évolution typique de la résistance électrique en fonction de la température d'une couche de LCMO [Goyal97].*

Pour évaluer les performances d'un thermomètre de résistance électrique R (Ω) polarisé avec un courant I (A), on utilise la température équivalente de bruit (NET[41]) définie comme le rapport de la densité spectrale de bruit sur la sensibilité de mesure :

$$NET = \frac{\sqrt{S_V(f)}}{R \times I \times \beta}$$

où $S_V(f)$ est la densité spectrale de bruit en tension ($V^2 \cdot Hz^{-1}$) [RI-3], [CI-3].

Le tableau IV-1 présente une revue bibliographique non exhaustive des performances de différentes manganites pour la thermométrie à température ambiante. Bien que le LSMO n'est pas le matériau qui présente le plus fort β, il présente le bruit excédentaire le plus faible dans la transition (*cf.* chapitre 1).

Ref	Composition	T (K)	β (K^{-1})	α_H/n (m^3)	NET ($K.Hz^{-1/2}$) at 30 Hz
[Palanisami02]	$La_{0.72}Sr_{0.28}MnO_3$ / STO	300	+0.025	2.2×10^{-32}	N.A.
[Raquet99]	$La_{2/3}Sr_{1/3}MnO_3$ / MgO	300	+0.02	1.6×10^{-26}	7.3×10^{-6}
[Lisauskas99]	$La_{0.7}(Pb_{0.63}Sr_{0.37})_{0.3}MnO_3$ / LAO	300	+0.074	3×10^{-27}	1.25×10^{-7} (I=2 mA)
[Kim05]	$La_{0.67}(Sr,Ca)_{0.33}MnO_3$ / buffered-Si	294	+0.044	1.6×10^{-26}	1.2×10^{-6}
[Shan96]	YBCO semiconducteur	300	-0.031	$\sim10^{-29}$ [Zerov01]	1.95×10^{-4} (I=1µA)
[Zerov01]	VO_x	300	-0.033	$\sim10^{-29}$	5.4×10^{-4} (I =4µA)
[Zerov01]	Silicium amorphe	300	+0.021	N.A.	4.3×10^{-5} (*)

Figure IV-1 : Coefficients β, paramètres de Hooge normalisés α_H/n et NET *à* 30 Hz *et* 300 K *de plusieurs compositions basées sur LSMO comparés aux caractéristiques d'autres matériaux couramment utilisés pour la fabrication de thermomètres opérant au voisinage de* 300 K. *(*) Les valeurs de courant et de fréquence n'étaient pas spécifiées [RI-3], [CI-3]*

Les densités spectrales de bruit en tension mesurées présentaient du bruit 1/f à basse fréquence et du bruit blanc. La température équivalent de bruit NET est alors calculé pour différents courants de polarisation et tracé en fonction de la fréquence (*cf.* Figure IV-2). A basse fréquence, le NET est indépendant du courant de polarisation. Dans la zone de bruit blanc, décrit par la relation de Nyquist $4k_BTR$, le NET est inversement proportionnel au courant de polarisation. Il existe donc, à une fréquence donnée, une moyen d'optimiser la sensibilité de mesure en augmentant le courant jusqu'à une valeur optimale $I_{opt}(f)$ qui correspond à l'égalité entre le bruit blanc et le bruit en 1/f :

$$I_{opt}(f) = \sqrt{\frac{4 \cdot k_B \cdot T \cdot \Omega}{(\alpha_H / n) \cdot R} \times f}$$

On peut alors déduire les valeurs de NET minimales pour les thermomètres considérés (*cf.* figure IV-3). On trouve donc un plateau de fonctionnement dans la gamme (300 – 340 K) où le thermomètre LSMO présente un NET constant et minimal. Les valeurs obtenues ($<10^{-6}$ $K \cdot Hz^{-1/2}$) se situent parmi les meilleurs résultats dans des couches de manganites et qui sont meilleures de 2 à 3 ordres de grandeurs comparée aux NET des matériaux utilisés actuellement dans les bolomètres non refroidis [RI-7], [CI-3], [CI-16].

[41]NET: *Noise Equivalent Temperature*

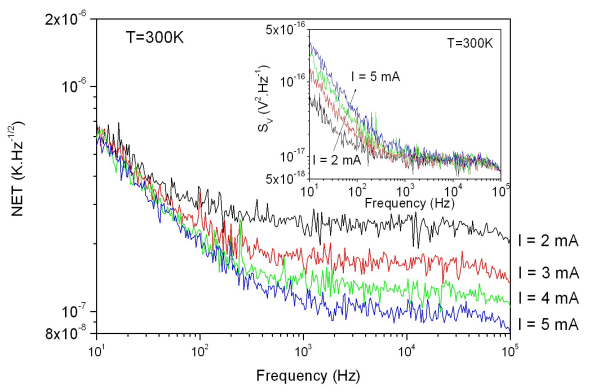


Figure IV-2 : NET *en fonction de la fréquence d'un pont LSMO/STO (largeur* 100 µm*, longueur* 300 µm*, épaisseur* 200 nm*) pour différents courants de polarisation estimé à partir des spectres de bruit en tension présentés dans l'encadré.[RI-3]*

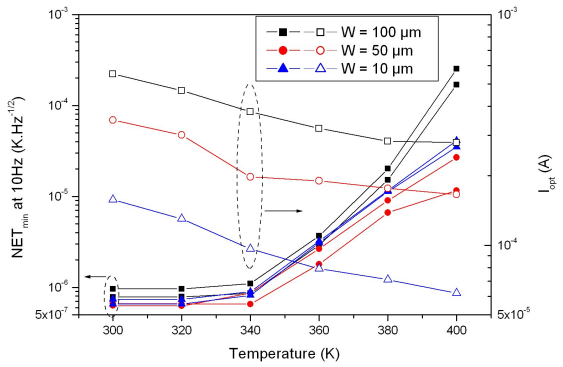


Figure IV-3 : Estimation des valeurs minimales de NET (symboles pleins) et courants optimaux (symboles ouverts) en fonction de la température pour 3 ponts LSMO/STO de largeurs différentes (10, 50 *et* 100 µm) *de longueur* (300 µm) *et épaisseur* (200 nm) *identiques. [RI-3]*

II. Micro-bolomètres LSMO

Après une présentation succincte du fonctionnement d'un micro-bolomètre et de ses applications possibles, les résultats obtenus sur des bolomètres sur substrat puis auto-suspendus sont présentés.

a) Fonctionnement de micro-bolomètres et leurs applications

Les détecteurs de rayonnement peuvent être classés en deux grandes familles : les détecteurs photoniques et les détecteurs thermiques (*cf.* Figure IV-4). Les détecteurs photoniques (ou quantiques) mettent en jeu une création directe de charges électriques. Pour les détecteurs thermiques, la conversion photon-électron est indirecte: l'absorption de la lumière se traduit par une élévation de température d'un matériau absorbant qui est ensuite convertie en signal électrique.

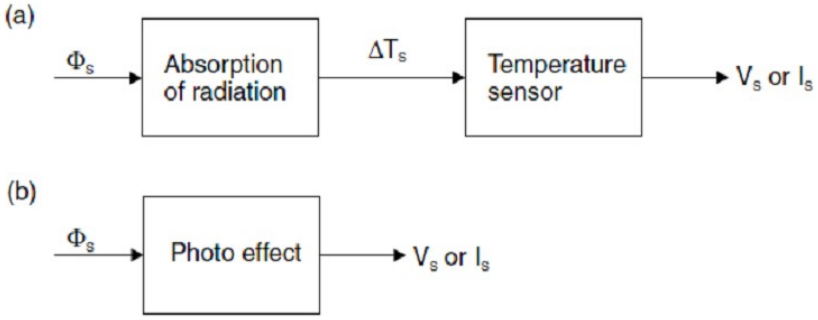


Figure IV-4 : Principe de fonctionnement des détecteurs thermiques (a) et photoniques (b) [Budzier10]

Les détecteurs photoniques, tels que les photoconducteurs intrinsèques et extrinsèques, les photodiodes et les détecteurs photo-émissifs sont utilisés dans les gammes suivantes : rayons X, ultraviolet, lumière visible et infrarouge [Rieke03]. Les détecteurs thermiques, tels que les bolomètres, les thermopiles, les détecteurs pyroélectriques et les détecteurs pneumatiques, sont utilisés dans toutes les longueurs d'onde.

Généralement, pour les détecteurs photoniques, le signal délivré est proportionnel au nombre de photons incidents, donc la réponse énergétique dépend fortement de la longueur d'onde. Sa constante de temps de réponse est rapide, et sa surface de pixel est petite. Ils sont utilisés plus souvent pour les petites longueurs d'onde (< 1,8 µm car limité par la bande interdite du semi-conducteur utilisé). Pour les longueurs d'onde supérieures à 2 µm, les détecteurs thermiques seront plus intéressants. Les avantages et les inconvénients des détecteurs photoniques et des détecteurs thermiques sont cités dans le tableau IV-2. La réponse des détecteurs thermiques dépend du taux d'absorption. Ils sont généralement plus lents que les détecteurs photoniques. Ils peuvent être utilisés dans un large domaine spectral de longueur d'onde [Audaire00].

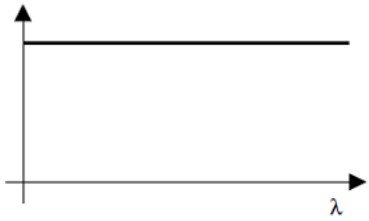
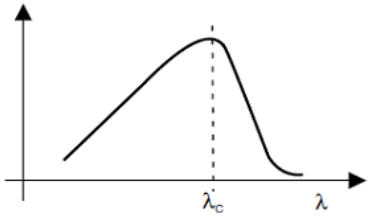
Paramètres	Détecteurs thermiques	Détecteurs photoniques
Sensibilité	 • Dépend de l'absorption du rayonnement à la longueur d'onde considéré	 • Proportionnelle à la longueur d'onde jusqu'à la longueur d'onde de coupure (liée au matériau)
Détectivité spécifique	• Indépendant de la longueur d'onde	• Dépend fortement de la longueur d'onde λ_C. • Grande détectivité D* à l'IR proche • Augmente quand la température diminue
Température de fonctionnement	• Refroidi ou non-refroidi	• Majoritairement refroidi
Gamme de fréquence	• Typiquement quelques centaines de Hz	• Jusqu'au GHz

Table IV-2 : Comparaison des détecteurs thermiques et des détecteurs photoniques [Liu13] d'après [Budzier10]

Une représentation schématique simplifiée du modèle thermique du bolomètre est donnée à la figure IV-5. Un bolomètre est constitué de 4 parties : un absorbeur, un thermomètre, une fuite thermique et un thermostat [Richards94]. L'absorbeur (de coefficient d'absorption η) convertit la puissance du rayonnement incident P_{opt} (W) en élévation de température ΔT (K). L'élévation de température change la température du thermomètre à $T=\Delta T+T_0$, où T_0 est la référence de température qui est fixée par le thermostat. La résistance électrique R du thermomètre change selon le coefficient de température de résistance, noté TCR ou [illegible] La fuite ou conductance thermique $G=P/\Delta T$ ($W\cdot K^{-1}$) est le lien thermique entre l'absorbeur et le thermostat du bolomètre. Elle fixe également la constante de temps de réponse du bolomètre. L'autre paramètre qui influe sur la constante de temps de réponse est la capacité calorifique du thermomètre (ou capacité thermique) C ($J\cdot K^{-1}$). Avec ce principe, la puissance du rayonnement peut être mesurée par la variation de résistance électrique R du thermomètre constituant le bolomètre.

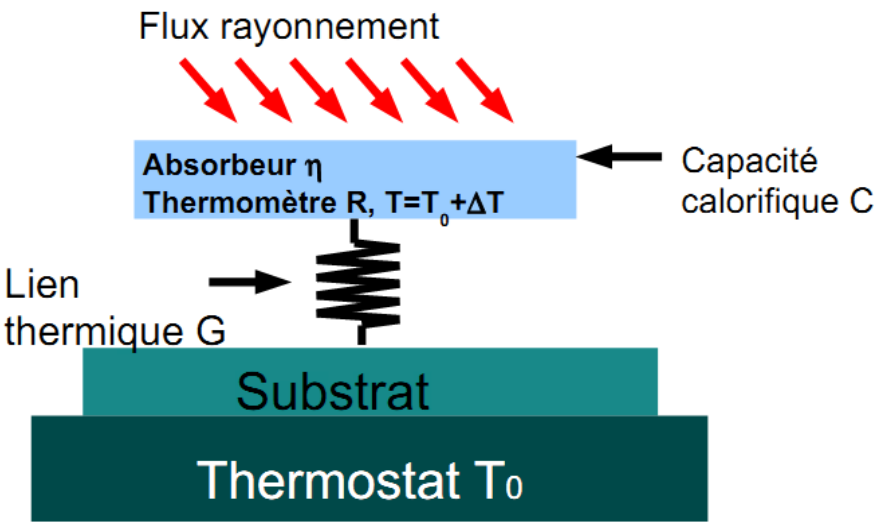


Figure IV-5 :Représentation schématique simplifiée du modèle thermique d'un bolomètre

Le lecteur intéressé par une compréhension détaillée du principe de bolomètre pourra se référer à de nombreux articles ou thèses tels que [Richards94], [Rogalski12], [Budzier10], [Kruse], [Leclercq04], etc. Dans ce document, je décrirai seulement les éléments nécessaires pour la compréhension de mes travaux.

Dans le cas d'une polarisation en courant, la sensibilité en tension $\hat{A}_V$ ($V \cdot W^{-1}$) à la température T s'écrit :

$$\Re_V = \frac{\eta \cdot I}{G_{eff} + j \cdot C \cdot \omega} \cdot \frac{dR}{dT}$$

avec η le coefficient d'absorption (sans dimension), I le courant de polarisation (A), R la résistance électrique (Ω), G_{eff} la conductance thermique effective ($W \cdot K^{-1}$) définie comme $G_{eff}=G-I^2 \cdot dR/dT$ où G est la conductance thermique géométrique, C la capacité calorifique ($J \cdot K^{-1}$), ω la pulsation du rayonnement incident (s^{-1}). La constante de temps τ_{eff} (s) est égale à :

$$\tau_{eff} = \frac{C}{G_{eff}}$$

Les conditions de polarisation du bolomètre modifient la conduction thermique effective du bolomètre [Neff00], [Brandao01]. La puissance équivalente de bruit NEP[42] ($W \cdot Hz^{-1/2}$) détermine la plus petite valeur de puissance détectable par le capteur dans une bande passante de 1 Hz, c'est à dire le seuil de détection de puissance de façon à avoir un rapport signal sur bruit égal à un. Elle est définie par le rapport de la densité spectrale de bruit S_V sur la sensibilité:

$$NEP = \frac{S_V}{\Re_V}$$

Le bruit est l'autre paramètre important du bolomètre. Il donne la résolution du système et limite les performances d'un bolomètre. La densité spectrale de bruit en tension notée S_V indique la puissance de bruit d'un signal en tension, rapportée à une bande passante de 1 Hz. Les différentes sources de bruit présentes dans un bolomètre sont :

[42]NEP *Noise Equivalent Power*

• Bruit de photons $S^2_{Vphotons}$

Le bruit de photons est créé par l'absorption de photons issus de l'environnement et par l'émission de photons par le bolomètre [Leclercq04]. La puissance équivalente de bruit correspondant au bruit de photons est :

$$NEP^2_{photons}(f)=S^2_{Vphotons}\times\Re^2_V(f)$$

Théoriquement, à une température donnée, le bruit de photons représente la limite minimale du bruit du détecteur (on parle alors de BLIP[43]).

• Bruit de phonons S^2_{Vph} ($V^2\cdot Hz^{-1}$)

Le bruit de phonons est d'origine thermodynamique. Il est lié à la fluctuation de chaleur échangée entre le thermomètre et le substrat au travers de la conductance thermique G. La puissance équivalente de bruit du bruit de phonons est indépendante de la fréquence et est donnée par :

$$NEP^2_{ph}=4\cdot k_B\cdot T^2\cdot G$$

avec k_B la constante de Boltzmann ($J\cdot K^{-1}$)

La densité spectrale du bruit en tension s'écrit : $S^2_{Vph}(f)=\Re^2_V(f)\times 4\cdot k_B\cdot T^2\cdot G$

Le bruit de phonons dépend de la température, de la sensibilité et de la conductance thermique du système [Mather82], [Mather84].

• Bruit de Johnson S^2_{VJ} ($V^2\cdot Hz^{-1}$)

Le bruit de Johnson est lié à la fluctuation d'origine thermique des électrons dans un matériau. Il dépend de la température absolue T et de la valeur de la résistance électrique R du matériau thermomètre. Sa densité spectrale de bruit en tension est indépendante de la fréquence et le NEP associé sont :

$$S^2_{VJ}(f)=4\cdot k_B\cdot T\cdot R \quad \text{et} \quad NEP^2_J(f)=4\cdot k_B\cdot T\cdot R\times\Re^2_V(f)$$

• Bruit en 1/f $S^2_{V1/f}$ ($V^2\cdot Hz^{-1}$)

Le bruit en 1/f, ou le bruit excédentaire à basse fréquence, dépend des propriétés intrinsèques du matériau utilisé comme thermomètre. Son origine est souvent mal connue. Il limite les performances du détecteur à basse fréquence. L'amélioration de la qualité du matériau et des contacts électriques permettent de le diminuer. La relation empirique de Hooge permet d'introduire le paramètre de Hooge normalisé α_H/n, qui normalise la densité spectrale de bruit en tension à la fréquence f par la tension appliquée V (V), le nombre des porteurs n (m^{-3}) dans un volume étudié Ω (m^3), selon la relation :

$$S_{V1/f}=\frac{\alpha_H}{n\Omega}\frac{V^2}{f^\gamma}$$

Le NEP du bruit en 1/f peut être exprimé comme : $NEP^2_{1/f}(f)=\frac{\alpha_H}{n\Omega}\frac{V^2}{f^\gamma}\times\Re^2_V(f)$

• Bruit de la chaîne de mesure S^2_{VA} ($V^2\cdot Hz^{-1}$)

Le bruit de la chaîne de mesure est lié au bruit en tension et en courant des composants. Le bruit de la chaîne de mesure et le NEP associé s'expriment selon les formules :

$$S^2_{VA}(f)=e^2_{nA}(f)+R^2\cdot i^2_{nA}(f) \quad \text{et} \quad NEP^2_A(f)=\frac{e^2_{nA}(f)+R^2\cdot i^2_{nA}(f)}{\Re^2_V(f)}$$

[43]BLIP: *Background-Limited Infrared Photodetector*

En pratique, on cherche à utiliser une électronique présentant un bruit plus faible que celui du détecteur, de façon à rendre ce bruit négligeable.

• Bruit total S_V^2 ($V^2 \cdot Hz^{-1}$) et NEP^2 ($W^2 \cdot Hz^{-1}$)

En considérant que toutes sources de bruit sont non corrélées, le bruit total en tension du bolomètre correspond à la somme quadratique des différents bruits en tension. La puissance équivalente de bruit total est :

$$NEP^2(f) = NEP^2_{photons}(f) + NEP^2_{ph}(f) + NEP^2_J(f) + NEP^2_{1/f}(f) + NEP^2_A(f)$$

Le NEP est un paramètre couramment employé, mais il n'est pas très pratique pour comparer des détecteurs de géométries différentes. En effet, selon la géométrie, et donc la surface de détection A, un détecteur aura des performances bien différentes. Pour comparer des détecteurs de géométries différentes, on utilise plus souvent la détectivité spécifique D*. Elle est égale au rapport de la racine carrée de la surface de détection A (avec A en cm²) sur le NEP :

$$D^* = \frac{NEP}{A^{1/2}}$$

Les performances de tout détecteur infrarouge sont limitées de façon fondamentale par le mécanisme utilisé dans la détection. Les détecteurs photoniques et les détecteurs thermiques sont soumis à une limite associée au taux statistique d'arrivée des photons (bruit de photons). La figure IV-6 indique l'état de l'art des détecteurs de rayonnement où la valeur maximum de D* de tous les types de détecteurs infrarouges est présentée en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident [Rogalski12]. On remarque les détecteurs photoniques sont très sensibles dans l'infra-rouge mais sont handicapés par leur principe de fonctionnement à plus basse énergie (i.e. Plus haute longueur d'onde). Les performances des détecteurs thermiques dépendent fortement de leur température de fonctionnement mais sont eux potentiellement sensibles à toutes les longueurs d'onde (en couplant éventuellement, une couche absorbante ou une antenne adaptée pour le couplage du rayonnement avec le détecteur).

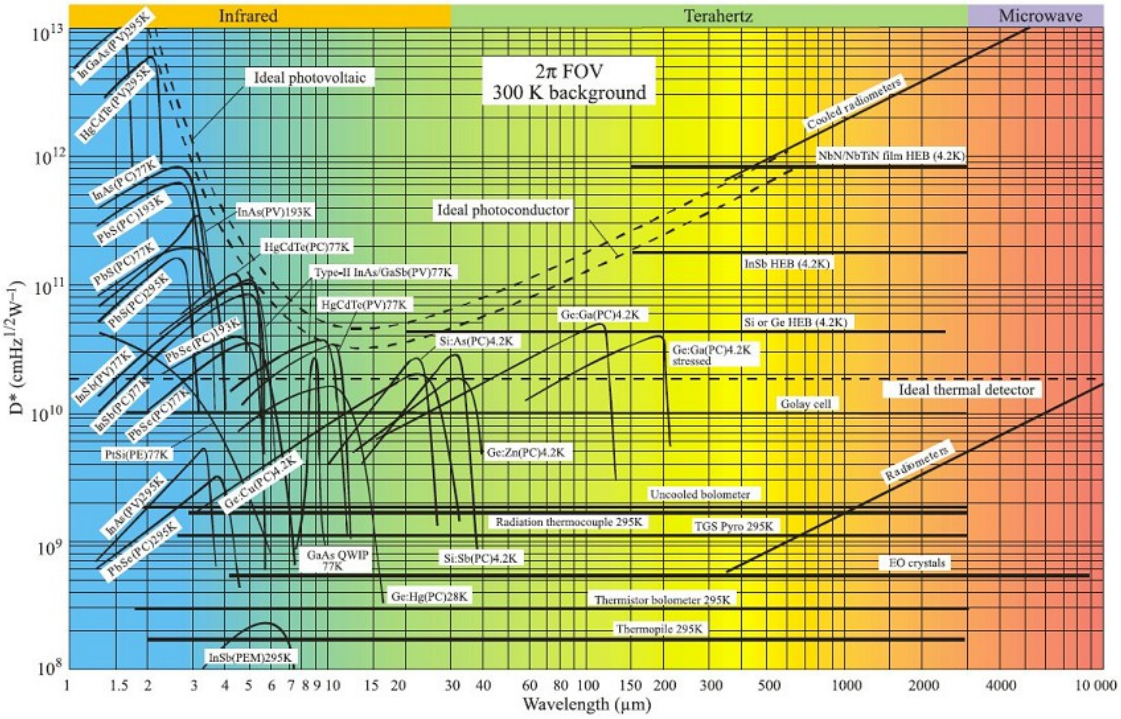


Figure IV-6 : Comparaison des détectivités spécifiques D des détecteurs infrarouges fonctionnant aux températures indiquées en fonction de la longueur d'onde du rayonnement incident [Rogalski12]*

Lorsque les détecteurs sont adaptés à la détection de signaux rapides, il sera intéressant de les comparer suivant leur détectivité percussionnelle Δ qui est la détectivité spécifique divisée par la racine carrée de la constante de temps de réponse [Khrebtov91].

Il existe de nombreuses applications aux détecteurs infrarouge [Budzier10], [Rogaski03]. On peut citer principalement, la vision nocturne et la thermographie infrarouge à l'aide de caméras multi-pixels. Les applications de détecteurs mono-pixels (ou à faible nombre de capteurs) à grande détectivité spécifique sont liées à la spectrométrie infrarouge, ou aux détecteurs de gaz de type non dispersif NDIR[44].

b) Micro-bolomètres LSMO sur substrat

Dans le cadre de la thèse d'A. Aryan soutenue en juillet 2013, des micro-bolomètres LSMO déposés sur différents substrats (STO, STO/Si, MgO) ont été fabriqués et étudiés [Aryan13]. Ces détecteurs de rayonnement ont été caractérisés à l'aide d'un banc de caractérisation optique en utilisant une diode laser à 635 nm. Les bolomètres réalisés par micro-fabrication ont été dessinés sous forme de méandres, de façon à optimiser la valeur de la résistance électrique, et pour maximiser l'aire de capture du rayonnement infrarouge (*cf.* figure IV-7).

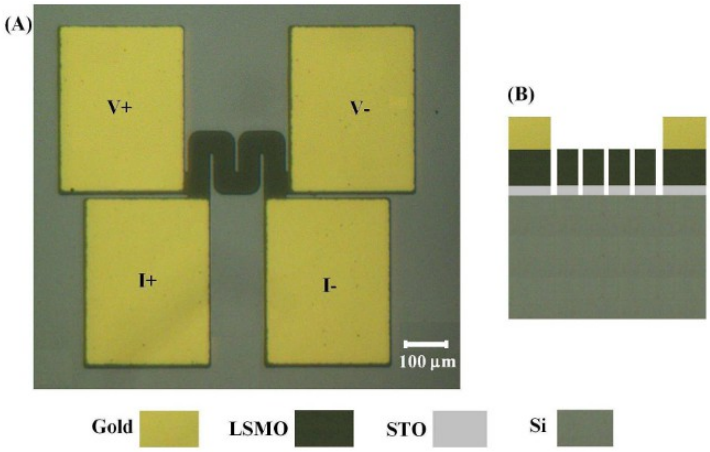


Figure IV-7 : a) Photographie au microscope optique d'un méandre LSMO 250 µm×350 µm *sur substrat STO/Si et, b) la vue schématique de la coupe transverse*

La réponse bolométrique de ponts LSMO sur substrat $SrTiO_3$ a été mesurée. Les courbes à V(T) et dR/dT normalisées se superposent parfaitement, démontrant la nature bolométrique de la réponse (*cf.* figure IV-8). La puissance équivalente de bruit (NEP), définie comme le rapport de la densité spectrale de bruit en tension sur la sensibilité en tension mesurée est de $3{,}3\times10^{-10}$ $W.Hz^{-1/2}$ à 330 K, I = 5 mA et f > 1 kHz [CI-19].

Un modèle thermique analytique de la structure couche-mince-sur-substrat a permis d'interpréter les variations de la sensibilité optique par rapport la fréquence de modulation de la puissance laser rayonnée (*cf.* figure IV-9). Plusieurs échantillons LSMO de 75 nm d'épaisseur déposés sur SrTiO3 (001) et MgO (001) et structurés sous forme de carré (50 ´50 μm^2 à 200 ´200 μm^2) ont ainsi permis l'estimation des valeurs de conductance limites thermiques à l'interface entre le film et le substrat : $(0{,}28 \pm 0{,}08)\times10^6$ $W\cdot K^{-1}\cdot m^{-2}$ pour LSMO/STO (001) et $(5{,}8 \pm 3{,}0)\times10^6$ $W\cdot K^{-1}\cdot m^{-2}$ pour LSMO/MgO (001) [RI-13]. Ces modèles électro-thermiques permettent de comprendre les mesures optiques réalisées afin de poursuivre l'optimisation de nos capteurs suspendus ou non notamment en termes de surface de détection. On peut remarquer également la présence d'une réponse photovoltaïque

[44]NDIR : *Non Dispersive InfraRed*

à partir de 10 kHz sur certains échantillons. Une étude est en cours afin d'examiner la cause de cette réponse (diode schottky Au/LSMO ? Diode p/n LSMO/Si ? Etc.).

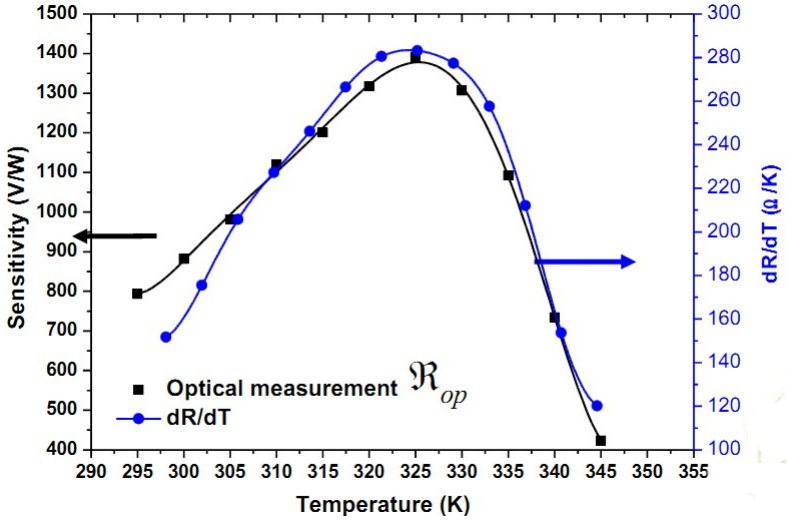


Figure IV-8 : Sensibilité optique et dR/dT *en fonction de la température d'un bolomètre LSMO sur STO*

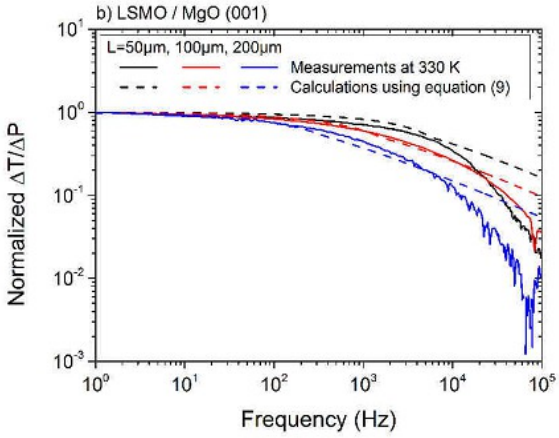


Figure IV-9 : Sensibilité optique normalisé à 1 Hz *par rapport la fréquence de modulation de la puissance laser rayonnée de bolomètres LSMO sur MgO* (001) *de différentes géométries [RI-13]*

c) Microbolomètres LSMO suspendus

Un intérêt majeur du silicium pour les applications bolométriques repose sur les nombreuses techniques de micro-usinage permettant la fabrication de structures membranaires. L'isolation thermique ainsi obtenue accentue l'élévation de température due à l'absorption du rayonnement incident.

En vue d'applications, et en particulier, la fabrication de capteurs MEMS (*MicroElectroMecanical Systems*), l'intégration épitaxiale de LSMO sur silicium est un énorme avantage en raison d'une compatibilité possible avec les procédés de la microélectronique standard et des techniques de micro-usinage [Gardner94], [Madou02], [Sze06]. La croissance épitaxiale d'oxyde mince films sur des substrats de silicium est, cependant, compliquée car le substrat de silicium est oxydée par un oxyde natif rendant difficile une reprise épitaxiale. Différentes solutions utilisant

différentes couches de tampons ont été proposée [Trajanovic96], [Bergenti07], [Pradhan05], [Pradhan08], [Perna09], [Méchin12] mais il y a assez peu d'études de MEMS à base de manganites. Pellegrino *et al.* ont rapporté la fabrication et de la modélisation de MEMS tout oxydes [Pelligrino09]. En utilisant des substrats STO et la gravure chimique d'une couche sacrificielle, ils ont fabriqué des micro-poutres (*micro-cantilevers*) suspendus STO (001) avant le dépôt des couches épitaxiales de LSMO. Kim et Grishin [Kim05] ont démontré la faisabilité de la fabrication de structures auto-suspendues épitaxiales $La_{1-x}(Sr,Ca)_xMnO_3$ (LSCMO) sur Si en utilisant une combinaison de Ar gravure par faisceau d'ions Ar et une gravure plasma SF_6 et C_4F_8. Les propriétés électriques des films LSCMO de 50 nm d'épaisseur déposés sur $Bi_4Ti_3O_{12}$ / CeO_2 / YSZ sur silicium ont cependant été significativement dégradée après le processus de micro-usinage (augmentation d'un ordre de grandeur de la résistivité électrique).

Dans le cadre de la thèse de S. Liu, soutenue en mars 2013, nous avons mis au point un procédé de fabrication de ponts suspendus LSMO par gravure ionique réactive à l'aide de deux étapes de photolithographie (*cf.* figure IV-10) [Méchin97], [Liu13]. Une couche mince LSMO est d'abord déposé sur une couche tampon STO sur Si (001) par MBE [Warusawithana09]. Les plots de contact sont ensuite défini par photolithographie UV standard et gravure chimique. Une couche d'or de 200 nm d'épaisseur est alors déposé avant de procéder à un recuit thermique afin de réduire la résistance de contact. La structuration en pont est définie par photolithographie UV suivie d'une gravure ionique. Une gravure RIE SF_6 isotrope (détourné de l'utilisation classique) en face avant permet une gravure latérale du silicium et d'obtenir des structures auto-suspendues. Différentes géométries ont été réalisées et étudiées : ponts simples suspendus, ponts parallèles suspendus et des méandres suspendus (*cf.* figures IV-11 et IV-12).

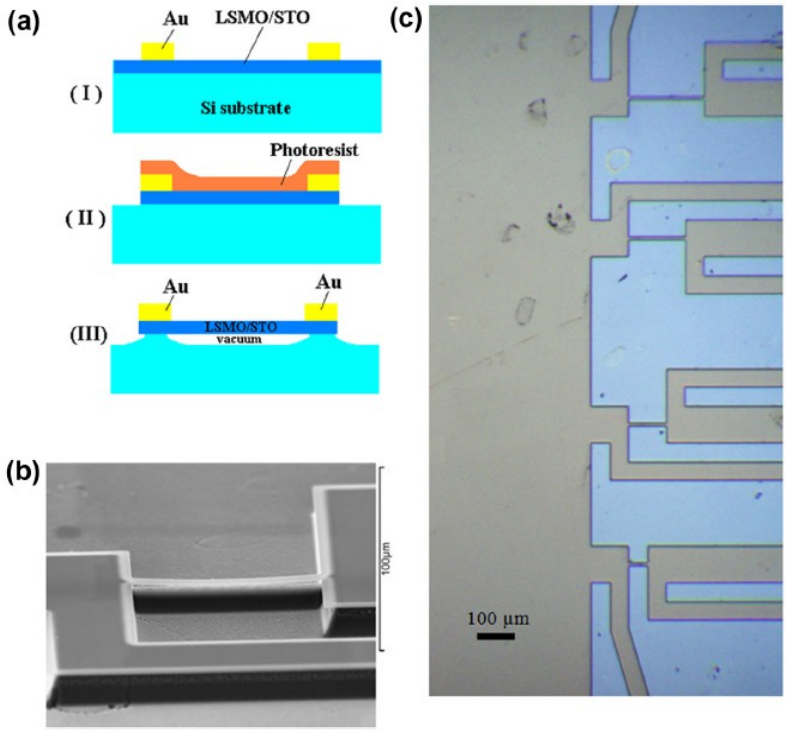
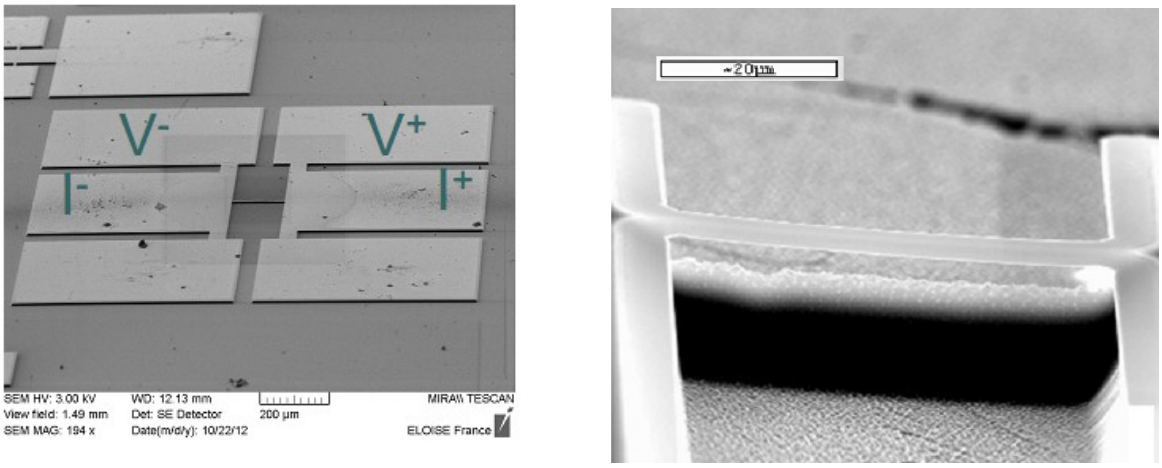
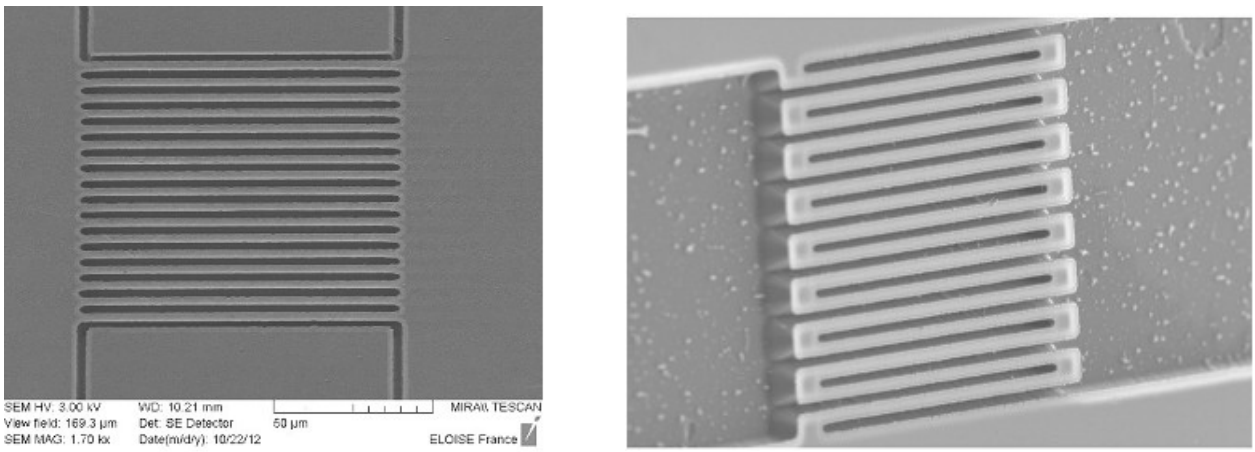


Figure IV-10 : (a) Procédé de fabrication de ponts suspendus par gravure ionique réactive. (I) Dépôt sur Si et définition des contacts ; (II) Photolithographie UV et gravure ionique ; (III) Gravure quasi isotrope du Si par gravure ionique réactive ; (b) Photographie au microscope électronique à balayage de ponts suspendus LSMO/STO/Si de largeur 4 µm*, et de longueur* 50 µm*; (c) Photographie au microscope optique des ponts suspendus. [CI-19]*



a)

Figure IV-11 : Photographies au microscope électronique à balayage de ponts suspendus simples LSMO/STO/Si a) vue globale (avec les contacts de courant et de tension) et, b) zoom d'une structure supendue de largeur 4 µm *et de longueur 50* µm.



a) b)

Figure IV-12 : Photographies au microscope électronique à balayage a) d'un bolomètre 75´75 µm^2 *composé de 17 ponts parallèles et, b) d'un méandre composé de* 40 *ponts suspendus en série*

La fabrication des contacts métalliques a été optimisée afin de ne pas dégrader les propriétés électriques [Liu13], [CI-20]. Pour obtenir des bons contacts en or (en terme d'adhésion et de reproductibilité), ils ont été réalisés à l'aide d'un dépôt de 40 nm par PLD puis d'un dépôt plus épais de 160 nm par canons à ions. Dans ces conditions, les caractéristiques courant-tension étaient parfaitement ohmiques et ne semblent pas vieillir sur 3 ans.

Lors de la réalisation de structures suspendues peu épaisses (LSMO < 50 nm), le taux de réussite était très faible, voire nul. La couche tampon de STO (ou de CTO) de 20 nm d'épaisseur n'était pas suffisante pour consolider la structure suspendue finale qui subit de fortes contraintes quand il n'y a plus de silicium. Pour les couches LSMO fines, des couches de protection YSZ ou STO ont été utilisées afin de consolider l'ensemble. L'ajout par procédé *lift-off* d'une couche YSZ de 100 nm ou STO de 20-40 nm d'épaisseur permet d'augmenter de manière significative le taux de réussite (*cf.* figure IV-13).

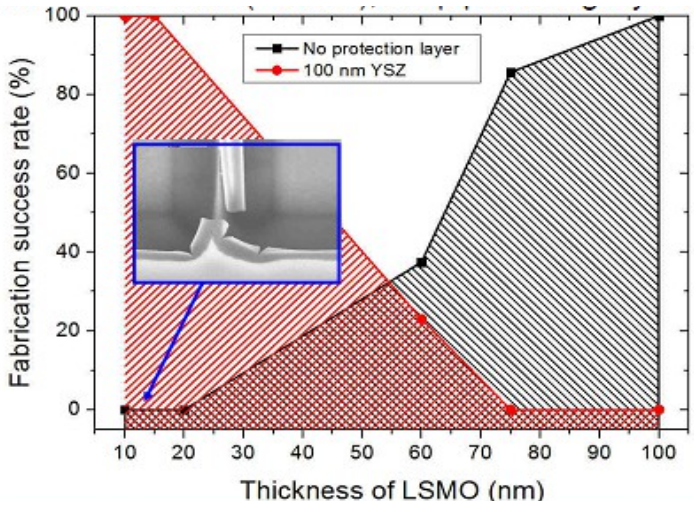


Figure IV-13 : Taux de réussite de fabrication de ponts suspendus simples avec ou sans couche de protection en fonction de l'épaisseur du LSMO

Finalement, le procédé de fabrication n'a pas endommagé les propriétés de transport électrique puisque les valeurs de résistivité électriques des ponts LSMO suspendus sont très proches de celles des couches non gravées (*cf.* figure IV-14). De plus, nous avons vérifié que le niveau de bruit en 1/f restait très faible et comparé aux valeurs mesurées sur des échantillons LSMO sur substrats (*cf.* chapitre 1).

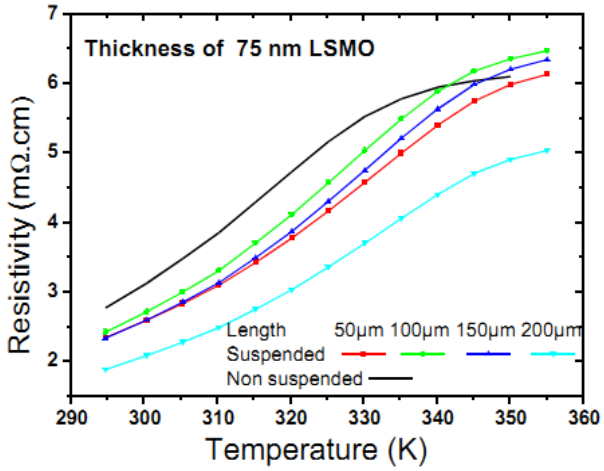


Figure IV-14 : Résistivités électriques en fonction de la température de structures suspendues LSMO/STO (75 nm/20 nm) *de différentes géométries comparées à celle de la structure non suspendue*

Les structures auto-suspendues permettent de réduire la conductance thermique et la capacité calorifique de la partie sensible, et sont donc intéressantes pour la réalisation de détecteurs thermiques sensibles et rapides. La figure IV-15 indique la conductance thermique des ponts simples de géométries différentes à base de couches LSMO d'épaisseur 10 nm, 75 nm et 100 nm. Les résultats expérimentaux sont parfaitement ajustés par une formule thermique analytique :

$$G = \frac{12\,W}{L} \times (k_{LSMO} \cdot t_{LSMO} + k_{STO} \cdot t_{STO})$$

avec k_{LSMO}, k_{STO} et t_{LSMO}, t_{STO} les conductivités thermiques et les épaisseurs de LSMO et STO considérées [Wang07], [Oh11].

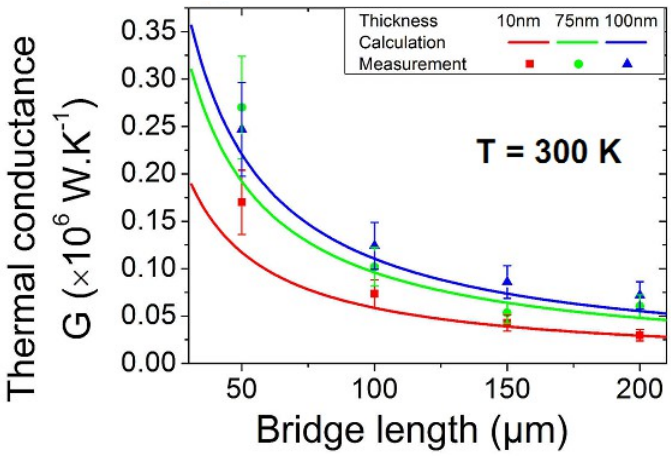


Figure IV-15 : Conductance thermique à 300 K *de structures suspendues LSMO/STO de* 4 µm *de large en fonction de la longueur*

L'optimisation de la réponse bolométrique en fonction des dimensions des structures suspendues (largeur/longueur/épaisseur) est alors envisageable pour les applications considérées.

Des mesures de bruit des dispositifs ont été effectuées afin d'examiner leurs performances. La figure IV-16 montre la densité spectrale de bruit en tension d'un pont simple 2´50 µm^2 LSMO/STO (75 nm/20 nm) à 300 K. On peut à nouveau remarquer que le bruit basse fréquence est très faible. Le niveau de bruit blanc augmente avec le courant de polarisation ce qui indique la dominance du bruit de phonons. Cet effet est seulement visible quand la sensibilité électrique du détecteur est élevée grâce à la très faible valeur de la conductance thermique. Les ponts simples réalisés sont donc limités par le bruit de phonons ! Les puissances équivalentes de bruit NEP de ponts simples suspendues LSMO/CTO (50 nm/20 nm) de 4 µm de largeur et de longueurs différentes de la figure IV-17 confirme ces très bonnes performances. Les valeurs de NEP obtenues sont inférieures à 1 pW.Hz$^{-1/2}$.

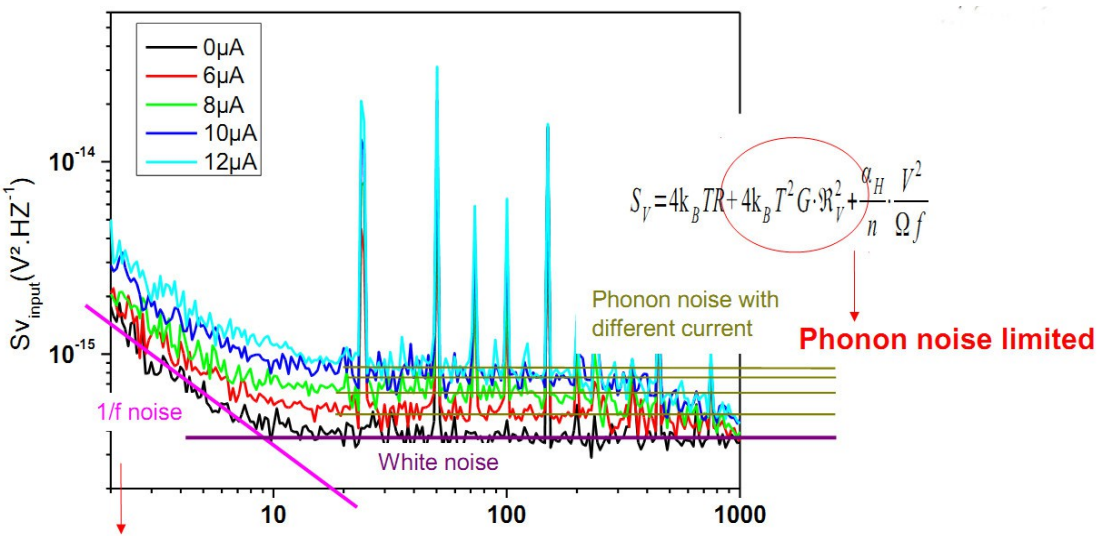


Figure IV-16 : Densité spectrale de bruit en tension en fonction de la fréquence pour un pont suspendu simple 2´50 µm^2 *LSMO/STO* (75 nm/20 nm) *mesuré à faible courant de polarisation et à* 330 K

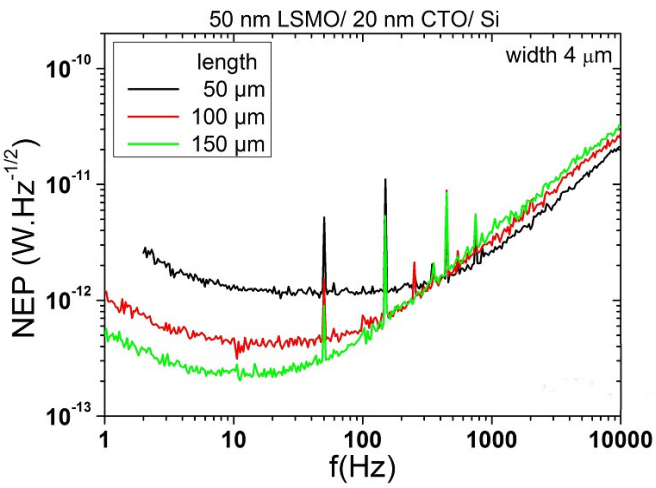


Figure IV-17 : NEP mesuré à faible courant de polarisation en fonction de la fréquence pour des ponts suspendus simples LSMO/CTO (50 nm/20 nm) *de largeur* 4 µm *et de différentes longueurs* (50, 100 et 150 µm) *à* 330 K

La constante de temps de réponse des détecteurs a été également mesurée par différentes méthodes : méthode de 3ω (puissance électrique) ou mesure de la fréquence de coupure (par signal d'excitation sinusoidal ou indiciel) [Cheenne00], [Choi06]. Les détecteurs réalisés ont présentés des constantes de temps de réponse inférieures à 10 ms (*cf.* figure IV-18). Ces performances sont liées à la forte isolation thermique et à la réduction de la capacité calorifique des structures suspendues. Les constantes de temps de réponse les plus courtes sont pour les structures les moins longues.

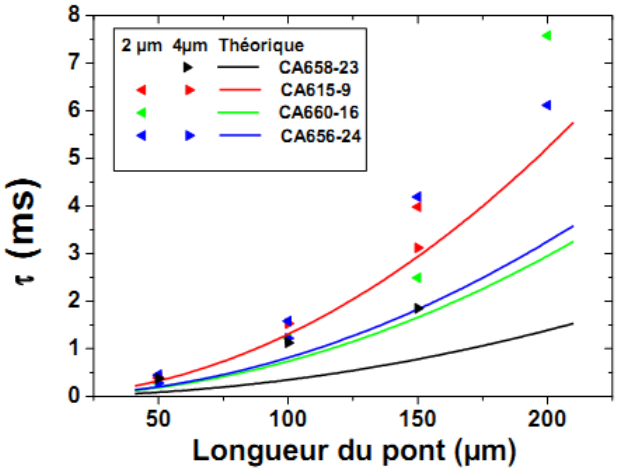


Figure IV-18 : Constante de temps de réponse à 300 K *de ponts suspendus simples LSMO/STO de différentes largeurs et d'épaisseur en fonction de la longueur*

La figure IV-19 permet de comparer les performances des bolomètres LSMO suspendus à 300 K, à 1,5 µm et à 30 Hz avec la littérature des bolomètres non refroidis mesurés à d'autres longueurs d'onde. La détectivité spécifique est donnée en fonction de la constante de temps de réponse. Les bolomètres ont des bonnes détectivités spécifiques, mais des temps de réponse assez longs, à cause de la grande masse calorifique mise en jeu et de leur principe de fonctionnement (détecteur thermique). Nos structures suspendues LSMO sont intéressantes, car elles permettent la fabrication d'un détecteur à la fois sensible et rapide, grâce à sa faible conductance thermique G et sa faible capacité calorifique C.

Les performances des ponts suspendus réalisés (de l'ordre de 10^9 cm·Hz$^{1/2}$·W^{-1} à 1,5 µm) sont compétitives par rapport aux données de la littérature (amélioration de D* d'environ un ordre de grandeur).

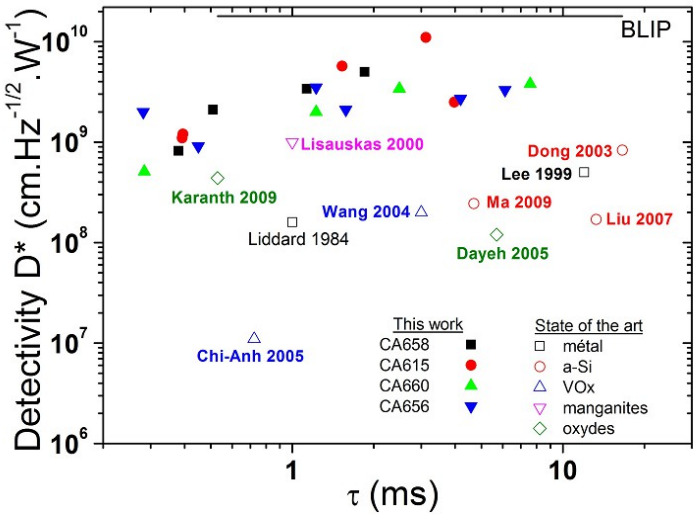
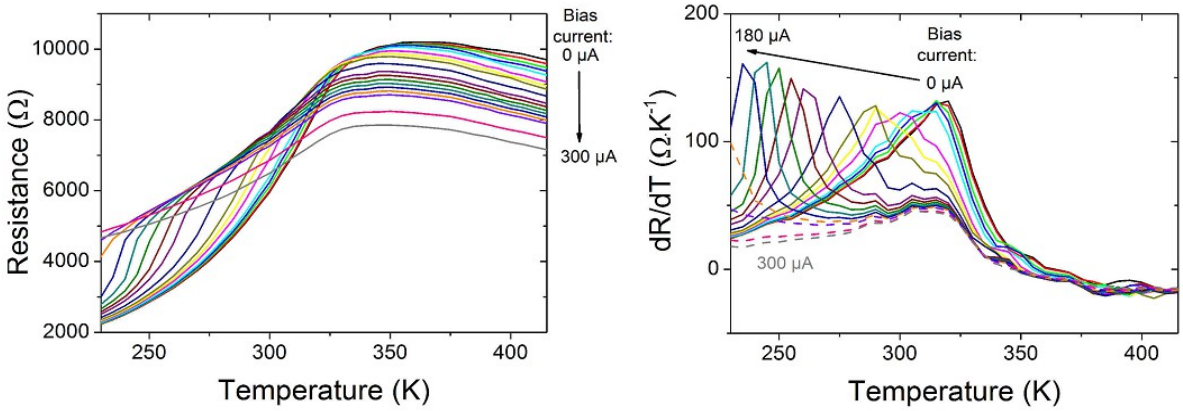


Figure IV-19 : Comparaison des mesures de détectivité spécifique D* *à* 300 K, *à* 1,5 µm *et à* 30 Hz *à partir du* NEP *électrique mesuré* (*symboles pleins*) *pour les ponts suspendus des échantillons CA658-23, CA615-9, CA660-16 et CA656-24 en fonction de leur constante de temps de réponse mesurée avec les valeurs de la littérature pour des bolomètres non-refroidis*

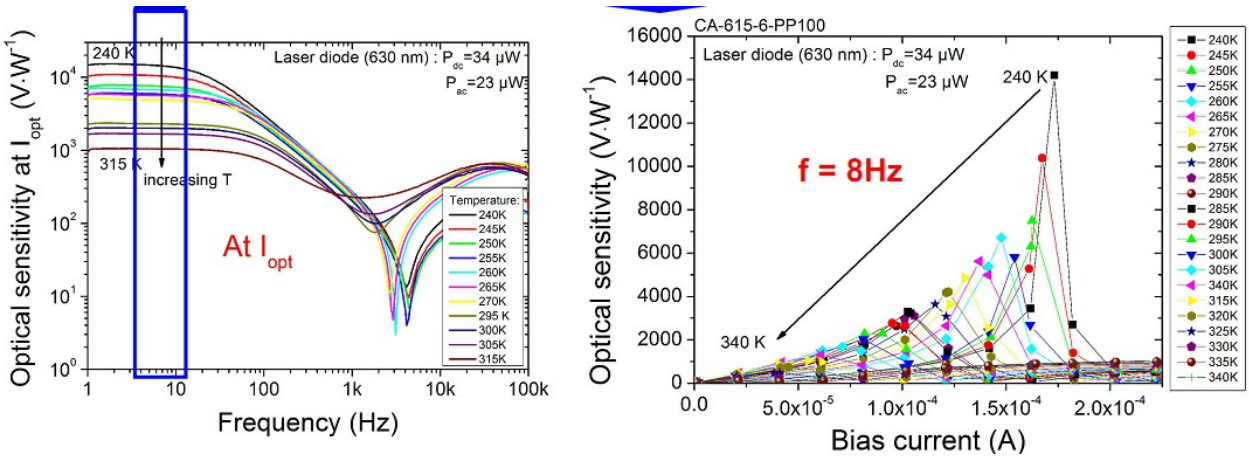
Une analyse détaillée du comportement électro-thermique de structures à base de ponts parallèles suspendus est en cours [CI-22]. Le transport électrique est modifié quand le courant de polarisation augmente (*cf.* figure IV-20). Ceriale et al. ont trouvé le même comportement dans des structures similaires [Ceriale14]. Si on examine la dérivée de la résistance électrique en fonction de la température pour différents courants, on s'aperçoit que le maximum se déplace aux basses températures quand le courant de polarisation augmente. Il existe donc un courant « optimum » qui permet d'obtenir le dR/dT maximum à une température fixée.



a) b)

Figure IV-20 : Résistance électrique a) et dR/dT *correspondant b) en fonction de la température pour différents courants de polarisation* (0 à 300 µA) *pour une structure suspendue LSMO/STO* (75 nm/20 nm) *composée de ponts parallèles formant une surface de* 100 ´100 µm^2

La figure IV-21 présente l'évolution de la sensibilité optique d'une structure suspendue LSMO/STO (75 nm/20 nm) composée de ponts parallèles formant une surface de 100´100 µm^2 en fonction de la température et du courant de polarisation. Les fonctions de transfert au courant « optimum » présentent des bandes passantes comprise entre 20 et 100 Hz environ et un comportement passe-bas du 1er ordre. La réponse photovoltaïque apparaissant à partir de 1 kHz est en cours d'analyse. La sensibilité optique maximale augmente quand la température diminue mais nécessite un courant de polarisation plus important.



a) b)

Figure IV-21 : Sensibilité optique d'une structure suspendue LSMO/STO (75 nm/20 nm) *composée de ponts parallèles formant une surface de* 100´100 µm^2 *polarisée au courant « optimum » : a) fonction de transfert à différentes températures et, b) dépendance de la sensibilité optique à* 8 Hz *(dans la bande passante) en fonction du courant de polarisation à différentes températures*

La densité spectrale de bruit du dispositif a donc été mesurée à différentes températures au courant de polarisation « optimum » (*cf.* figure IV-22). A basse fréquence, le bruit 1/f qui dépend quadratiquement du courant de polarisation augmente significativement aux plus basses températures. Afin de trouver le meilleur point de fonctionnement permettant d'avoir le meilleur rapport signal-sur-bruit, le NEP au courant « optimum » en fonction de la fréquence pour différentes températures est alors représenté à la figure IV-23. On peut remarquer qu'un plateau minimum inférieur à 50 pW.Hz$^{-1/2}$ est obtenue au voisinage de 100 Hz pour tous les courants. On peut donc considérer que quelque soit la température de fonctionnement, il est possible d'obtenir le NEP minimum, lié au bruit blanc Johnson. La plus petite valeur est obtenue à 240 K mais nécessite un courant de polarisation important et donc une consommation électrique plus importante.

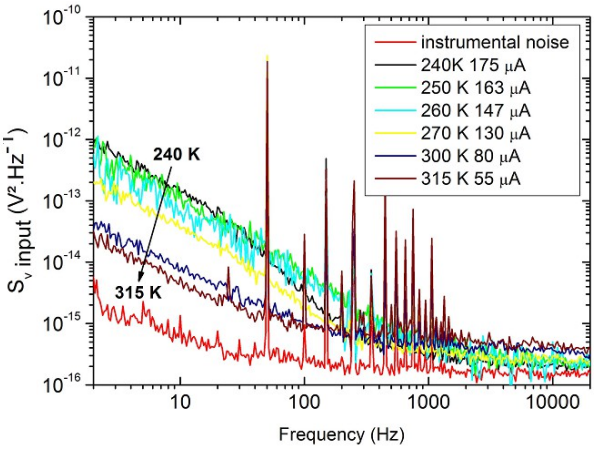


Figure IV-22 : Densité spectrale de bruit d'une structure suspendue LSMO/STO (75 nm/20 nm) *composée de ponts parallèles formant une surface de* 100 ´ 100 µm^2 *polarisée au courant « optimum » à différentes températures*

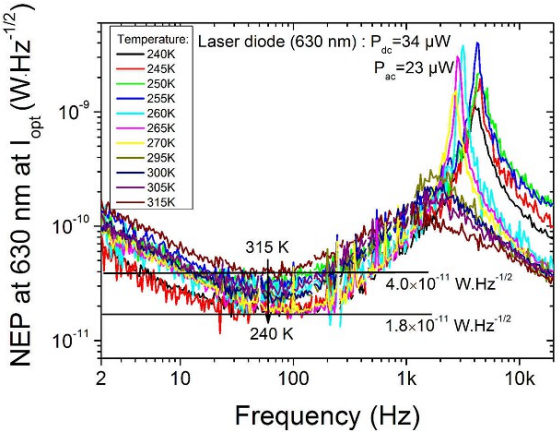


Figure IV-23 : NEP au courant « optimum » en fonction de la fréquence à différentes températures d'une structure suspendue LSMO/STO (75 nm/20 nm) *composée de ponts parallèles formant une surface de* 100 ´ 100 µm^2

Perspectives et conclusion

Le but de ce chapitre est de présenter quelques perspectives intéressantes sur les détecteurs à base d'oxyde. Quoique les possibilités soient multiples, ce chapitre se limite à exposer quelques axes de recherche. Des activités parallèles sont également envisagées sur des mesures de bruit de composants passifs et le développement de chaînes de mesures pour des applications en sciences humaines.

I. Perspectives

a) Détecteurs de rayonnements non refroidis LSMO pour l'infrarouge et le THz

Les détecteurs de rayonnement non refroidis sont principalement étudiés pour la réalisation de caméra infrarouge. On peut citer en France les principaux acteurs : le LETI[45] au CEA-Grenoble et la société ULIS[46], qui développent notamment des bolomètres à base de silicium amorphe [Leti12]. Aux USA, les technologies concurrentes sont basées sur les oxydes de vanadium, et plus récemment sur le silicium amorphe également, après avoir abandonné la technologie à base de $BaSrTiO_3$. De nombreuses sociétés développent et commercialisent ce genre de détecteurs. Nos bolomètres LSMO ne peuvent sans doute pas trouver d'application en imagerie infrarouge où un très grand nombre de capteurs doivent être fabriqués, mais surtout où une électronique de multiplexage intégrée est nécessaire. En effet, les détecteurs infrarouges existants sont suffisamment performants pour un coût de fabrication réduit. Comme nous le verrons ci-dessous, le domaine d'application de nos bolomètres LSMO suspendus aux performances proches de la limite théorique pour des détecteurs thermiques non refroidis n'est pas la caméra infrarouge, mais concerne les applications nécessitant un petit nombre de capteurs très performants, dans la gamme infrarouge jusqu'au THz voire millimétrique.

J'ai montré au chapitre 4 les potentialités des couches minces LSMO suspendues pour la détection bolométrique non refroidie dans le visible/proche infrarouge. A court/moyen terme, nous poursuivrons l'optimisation de bolomètres suspendus à base de couches minces LSMO pour la détection dans le proche/moyen infrarouge. A moyen/long terme, il faudra travailler sur le couplage rayonnement – détecteurs afin d'adapter les détecteurs aux gammes de longueur d'onde où il manque des détecteurs non refroidis performants. En effet, nos bolomètres LSMO couplés à des antennes adaptées devraient notamment pouvoir répondre aux besoins de détection dans la gamme THz et l'infrarouge lointain. Nous avons déjà initié des contacts sur ce sujet avec différents laboratoires disposant de moyens de caractérisation, notamment à l'ESPCI[47] pour des caractérisations à quelques centaines de GHz et au synchrotron Soleil[48]. La figure 1 permet de situer les performances que nous avons mesurées en terme de détectivité spécifique dans nos bolomètres LSMO dans le cadre de la thèse de S. Liu soutenue en 2013. Il montre clairement que nos détecteurs sont potentiellement intéressants dans l'infrarouge lointain et le THz où il n'existe pas de solutions non refroidies performantes.

[45] CEA-Leti : Laboratoire d'électronique des technologies de l'information du Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives
[46] ULIS : http://www.ulis-ir.com/
[47] ESPCI : Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de Paris
[48] http://www.synchrotron-soleil.fr/

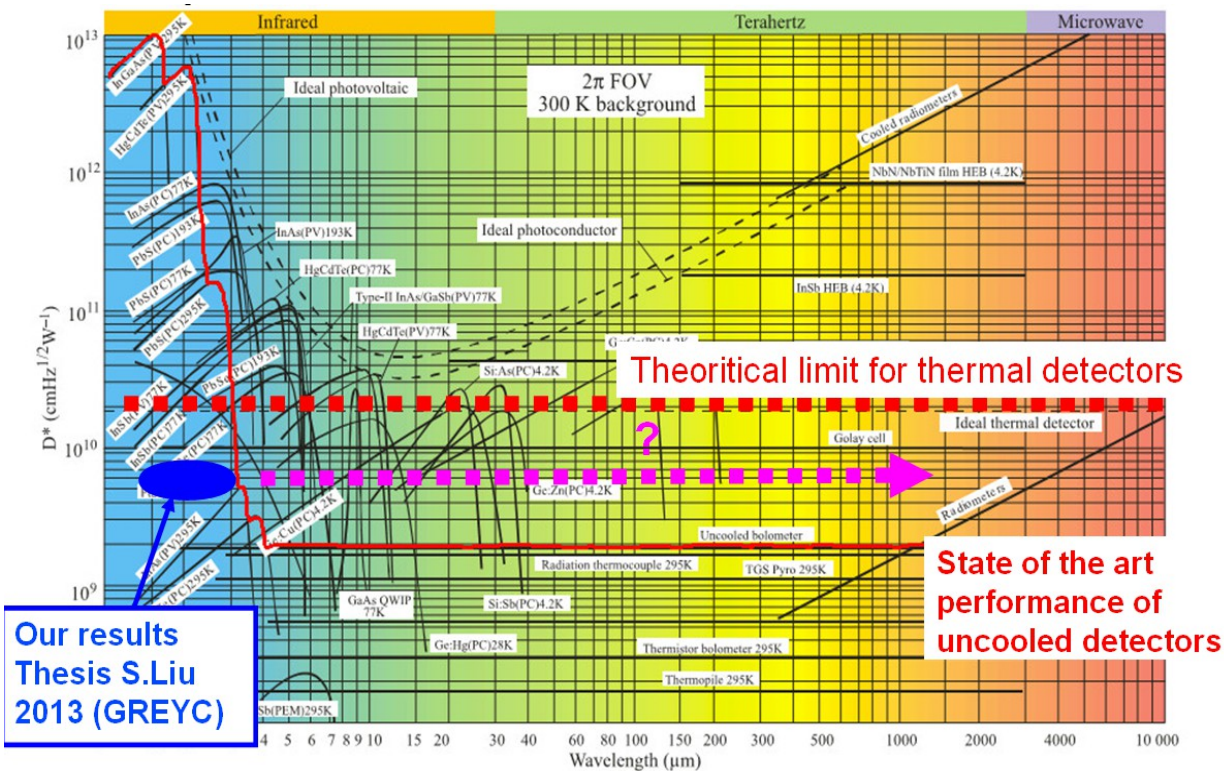
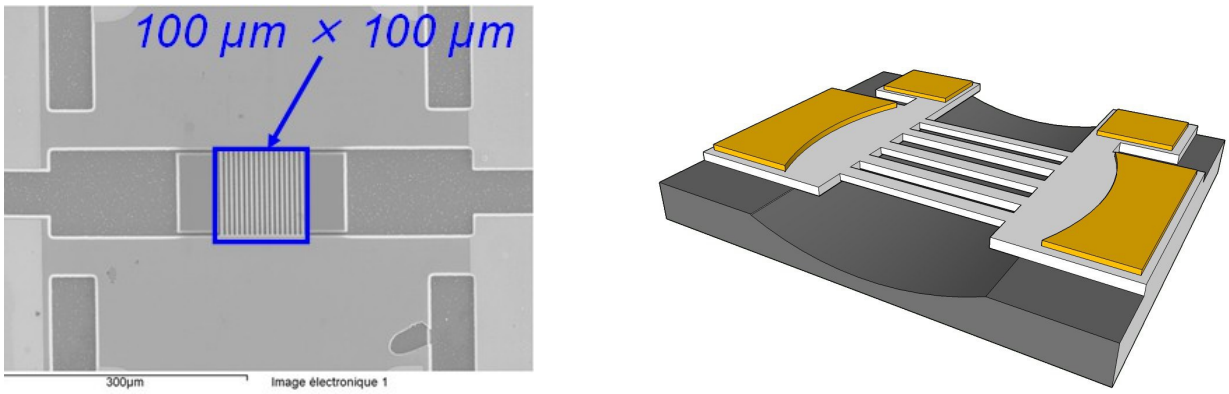


Figure 1 : Comparaison de la détectivité spécifique de différents types de détecteurs de rayonnement en fonction de la longueur d'onde détectée, d'après [Rogalski12]

Dans l'infrarouge proche, nos performances sont déjà intéressantes pour des applications nécessitant un nombre réduit de détecteurs telles que des capteurs de gaz NDIR[49] (comme nous le verrons au paragraphe suivant), ou des spectromètres infrarouges. Pour cela, nous devons optimiser des détecteurs ayant des surfaces de détections carrées d'environ 200 µm × 200 µm. Nous allons mettre en place très prochainement un corps noir sur notre banc de caractérisation afin de réaliser les caractérisations de bolomètres LSMO suspendus de géométrie telle que celle représentée à la figure 2 par exemple (collaborations initiées avec l'université de Campina Grande et l'université de Campinas au Brésil).



(a) (b)

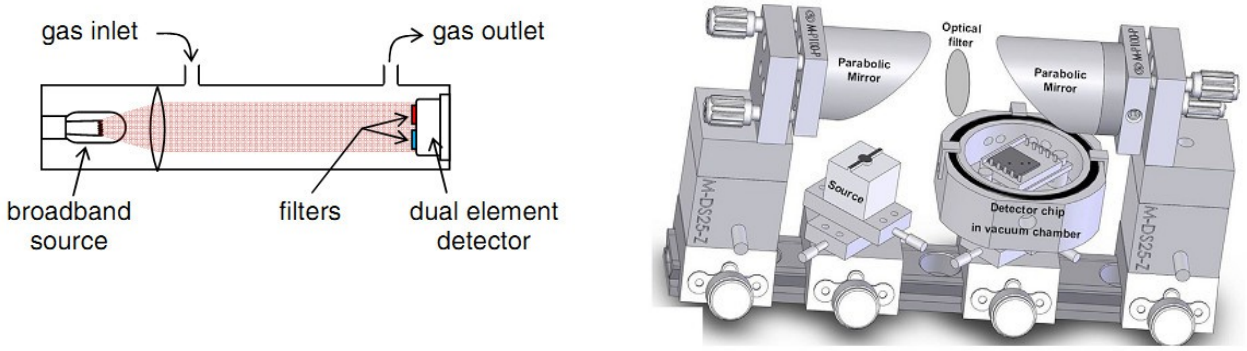
Figure 2 : Photographie au microscope électronique à balayage a) et vue schématique b) d'un bolomètre suspendu constitué de lignes LSMO suspendues en parallèle couvrant 100 µm × 100 µm

[49] NDIR : *Non-Dispersive InfraRed*

b) Capteurs de gaz NDIR à base de LSMO

Une voie prometteuse d'application de nos bolomètres LSMO pourrait être les capteurs de gaz non dispersifs (NDIR) où un nombre réduit de capteurs est nécessaire. Les capteurs NDIR sont constitués d'une source infrarouge, d'une cellule gaz, et d'un capteur infrarouge (*cf.* figure 3). Selon les gaz présents dans la cellule gaz, des raies d'absorption caractéristiques sont détectées. Dans ce contexte, les très grandes performances de nos détecteurs sont attractives afin de réduire la consommation globale des capteurs NDIR, notamment de la source infrarouge, et de rendre plus compacte les cellules gaz grâce à la plus grande sensibilité des bolomètres. Le temps de réponse de nos bolomètres est également très attractif (1 ms). Il est en effet 10 fois plus petit que celui des détecteurs actuellement utilisés dans les capteurs NDIR.

Une pré-proposition ANR 2015 intitulée Gas2Sens[50] en collaboration avec une équipe du CEA-LETI qui développe déjà de tels capteurs NDIR a été soumise. Cette équipe a notamment mis au point des micro-sources infrarouges intégrées dans des capteurs NDIR. Ils seront chargés d'intégrer les bolomètres LSMO que nous aurons fabriqués dans les systèmes complets. Étant donné l'enjeu pour ce type d'applications, deux partenaires industriels sont également impliqués pour développer des procédé de dépôt de couches minces LSMO sur des substrats 4 pouces en silicium avec couches tampons YSZ ou $SrTiO_3$, et de définir les spécifications et de commercialiser les capteurs NDIR.



a) b)

Figure 3 : a) Schéma de principe d'un capteur NDIR [Hodgkinson13] et b) un exemple de mise en œuvre expérimentale [Barritault13]

Un second type de détecteurs de gaz utilisant plusieurs transductions de l'effet d'adsorption chimique sur un seul corps d'épreuve dans le cadre d'une collaboration avec le LCS est en cours de développement (C^2-STM - Défi Instrumentation aux limites 2014).

c) Explorer les potentialités d'autres matériaux pour des capteurs de rayonnement

Maintenant que notre technologie de réalisation de ponts suspendus est maîtrisée, nous pouvons imaginer la transposer à beaucoup d'autres oxydes. On peut notamment penser à exploiter les propriétés pyroélectriques de couches piézoélectriques telles que PZT ou $LiNbO_3$ pour la détection de rayonnement, qui pourraient être amplifiées si les couches sont suspendues selon le même principe que celui utilisé pour les bolomètres. De même, il peut être intéressant d'exploiter les propriétés thermoélectriques des couches minces d'oxydes suspendues.

[50] Pré-proposition ANR 2015 : Gas2Sens - « Capteur de gaz infrarouge à haute sensibilité et à faible consommation utilisant des bolomètres non refroidis LSMO »

Il existe également de nombreux autres oxydes présentant des transitions métal-isolant potentiellement intéressantes, tels que par exemple les nickelates. Il conviendra avant tout d'étudier le bruit à basse fréquence dans ces matériaux avant de les considérer pour des bolomètres.

d) Effet des contraintes sur les propriétés électriques et magnétiques dans LSMO

Comme cela a été évoqué dans le document, les propriétés des couches minces épitaxiées de LSMO sont fortement dépendantes de la contrainte, ce qui est potentiellement intéressants pour la réalisation de micro-capteurs ou de MEMS.

A court terme, nous envisageons une étude systématique des effets de contraintes imposées par le choix de substrats ayant différents paramètres de maille ou différentes orientations sur les propriétés électriques (notamment le bruit basse fréquence) et sur les propriétés magnétiques (anisotropie, arrangement micromagnétique, magnétorésistance) de LSMO. La meilleure compréhension de ces effets pourrait d'ailleurs aussi permettre d'optimiser les capteurs magnétorésistifs à base de LSMO.

L'obtention des propriétés optimales de LSMO sous forme de couches minces impose de conférer une structure texturée et orientée aux couches. Cela complique les conditions de fabrication mais offre un très grand nombre de solutions pour modifier et contrôler leurs propriétés lorsqu'ils sont déposés sous forme de couches minces, par comparaison aux propriétés des matériaux massifs. Pendant le dépôt, le substrat agit comme une matrice qui impose les dimensions du paramètre de maille et les directions de croissance du film. La nature et la qualité du substrat influencent très fortement la croissance épitaxiale des films, et en conséquence leurs propriétés. On définit le désaccord de maille ε en fonction des paramètres de mailles du substrat $a_{substrat}$ et du film a_{film} selon l'expression suivante: $\varepsilon = (a_{substrat} - a_{film})/ a_{substrat}$. Si $\varepsilon > 0$, la maille du film a tendance à être étirée dans le plan, et si $\varepsilon < 0$, à être en compression dans le plan. Par exemple, le substrat de choix afin de réaliser un bon accord de maille avec LSMO (cubique, a=0,3889nm) est le $SrTiO_3$ (STO) (cubique, a=0,3905nm). Le désaccord de maille ε de STO avec LSMO est légèrement positif, induisant un étirement dans le plan des mailles de LSMO.

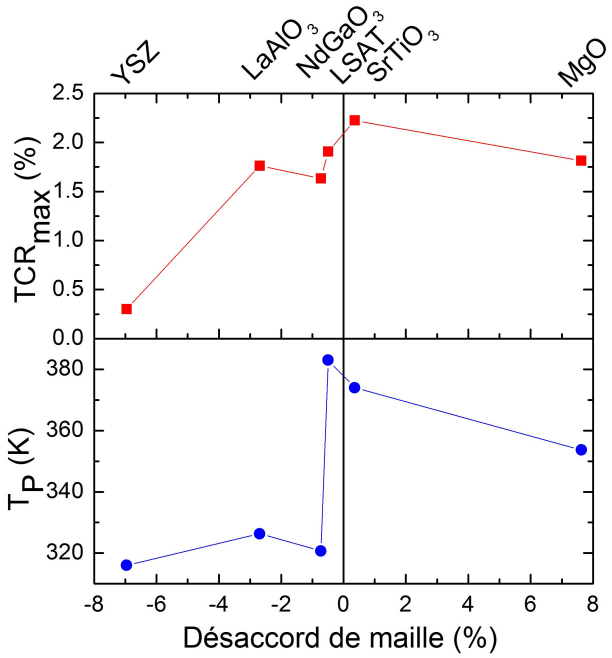


Figure 4 : Evolution de la variation relative de résistance électrique en température (TCR=(1/R)×(dR/dT)) et de la température de maximum de résistance T_P en fonction du désaccord de maille entre LSMO et le substrat utilisé.

Dans l'objectif d'étudier systématiquement l'effet des contraintes sur le bruit, nous avons commencé par déposer des couches d'épaisseur 35 nm sur ces substrats (YSZ, LSAT, $NgGaO_3$, $SrTiO_3$, MgO) et commencé l'étude structurale et des propriétés électriques DC. Ces substrats présentent des contraintes compressives ou extensives dans le plan de différentes valeurs entre -7% et 8%. La figure 3 montre l'évolution de la variation relative de résistance en température (TCR=(1/R)×(dR/dT)) et de la température de maximum de résistance T_P en fonction du désaccord de maille entre LSMO et le substrat utilisé. Nous allons continuer par l'étude du bruit dans ces échantillons afin d'essayer d'en déduire une tendance sur l'évolution du bruit avec la contrainte. Nous devrons certainement multiplier les échantillons en réalisant d'autres séries d'échantillons d'épaisseurs différentes.

e) Étude du bruit à basse fréquence dans les transistors HEMT - ANR LHOM

Avec mes collègues du GREYC J.-M. Routoure et L. Méchin, nous avons participé de 2008 à 2012 au projet européen de formation initial ITN[51] intitulé RAINBOW coordonné par le laboratoire CIMAP[52] à l'ENSICAEN et incluant 14 laboratoires européens. Nous avions étudié le bruit à basse fréquence dans les couches minces d'InN, notamment lors de la thèse de Geeta Rani Mutta soutenue en 2012 [Mutta12]. Malgré notre inexpérience dans les matériaux III-V, notre savoir-faire de façon générale sur l'étude du bruit dans les composants et les couches minces nous a permis de mettre en évidence l'existence de pièges dans les couches d'InN influençant le transport électrique grâce à des mesures de bruit en fonction de la température [RI-6].

Le projet ANR LHOM[53] qui a débuté cet automne 2014 s'inscrit dans la continuité des mesures de bruit à basse fréquence dans les couches d'InN. Il joint les efforts de 2 laboratoires de l'ENSICAEN : le GREYC et le CIMAP pour mener une caractérisation électrique et structurale de transistors à haute mobilité électronique (HEMT[54]) à base d'AlInN (*cf.* figure 5). Le projet implique également un partenaire industriel (III-V lab à Marcoussis) qui va réaliser la croissance des matériaux et l'optimisation des structures transistors, ainsi que l'Institut de Microélectronique et de Nanotechnologie de Lille (IEMN Lille) qui va fabriquer les dispositifs.

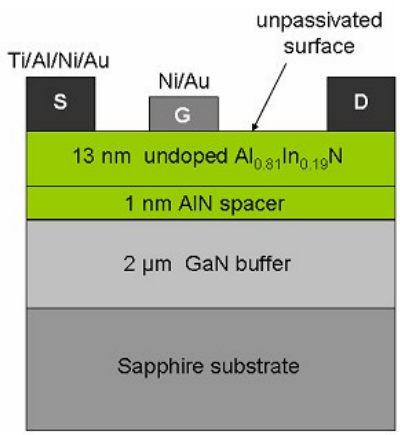


Figure 4 : Vue schématique en coupe des HEMT à base d'AlInN [Medjoub06]

[51] ITN *Initial Training Network*
[52] CIMAP : Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique.
[53] ANR LHOM 2014-2017: Couches d'InAlN et hétérostructures pour transistors de haute mobilité électronique optimisés.
[54]HEMT *High Electron Mobility Transistors*

Ce travail est motivé par le fait que la qualité du matériau AlInN limite considérablement les performances actuelles des HEMTs qui n'atteignent pas les prévisions théoriques. L'originalité du projet se trouve dans la très grande complémentarité des techniques d'investigation qui seront utilisées de façon itérative pour l'optimisation des conditions de croissance des couches et de la technologie de fabrication. En plus des caractérisations structurales par microscopie électronique à haute résolution menées au CIMAP, nous allons réaliser au GREYC des caractérisations systématiques du bruit à basse fréquence dans les composants. Nous espérons ainsi réussir à identifier les défauts piégés ou non piégés qui dégradent les performances des HEMT afin de les éliminer.

f) Développement de chaînes de mesures pour des applications en sciences humaines

Je poursuivrai également ma collaboration avec la MRSH[55] sur le développement de capteurs et de systèmes pour des applications en sciences humaines (capteurs de pression de gaz, de débit de gaz, capteurs de contraintes). Cette collaboration initiée depuis quelques années dans le cadre de projets d'étudiants de Master : mise en œuvre de capteur de pression (mesure de l'exploration d'une tétine, de texture modifiable, pour analyser la façon dont les nouveau-nés explorent les objets placés dans leurs mains) et de débitmètre thermique (pour mesurer des faibles débits inspiratoires/respiratoires chez les bébés). La mesure de la succion de bébés prématurés est également envisagée pour étudier l'émergence d'un conditionnement aversif après associations récurrentes entre sucre-succion et douleur, qui compromettrait l'accès à une alimentation autonome durant la période cruciale de transition d'une alimentation entérale à orale[56].

II. Conclusion

Mes activités de recherches s'intègre pleinement dans le thème de recherche intitulé "micro-capteurs à base d'oxyde fonctionnel et bruit 1/f" de l'équipe électronique du GREYC.

La proportion de mes activités sur les micro-dispositifs à base de supraconducteurs a fortement diminuée au profit des manganites. Mes travaux concernent en particulier l'étude des relations entre les propriétés électriques (transport et bruit 1/f) des couches minces, la physique de nouveaux dispositifs et l'optimisation des performances de capteurs. C'est un passage obligé lorsqu'on utilise des matériaux nouveaux, et donc aux propriétés relativement mal connues, pour réaliser des détecteurs innovants.

En conclusion, avec mon HDR, je souhaite continuer mes travaux de recherches et encadrer des étudiants en thèse pour réaliser de nouveaux capteurs performants et innovants. Je déposerai sans aucun doute des projets dans le cadre des appels à projets nationaux et internationaux.

[55]MRSH Maison de la Recherche en Sciences Humaines, UCBN
[56]ANR DGOS PRC 2015 - SWEETPREMA « Effets développementaux néfastes de l'analgésie associant sucre et succion chez les nouveau-nés prématurés »

Références

[Guillet03] *« Lecture et contrôle faible bruit de température à très haute résolution : application à la bolométrie résistive, à la mesure de bruit et à la radiométrie à substitution électrique »,* Thèse Université de Caen Basse Normandie, décembre 2003

[RI-1] *Low noise temperature control: application to an active cavity radiometer*
B. Guillet, L. Méchin, D. Robbes
Rev. Sci. Instrum. 74 N °1 243-249 (2003)

[RI-2] *Uncooled bolometer response of a low noise $La_{2/3}Sr_{1/3}MnO_3$ thin film*
L. Méchin, J.M. Routoure, **B. Guillet**, F. Yang, S. Flament, D. Robbes, R.A. Chakalov
Appl. Phys. Lett. 87 204103 (2005)

[RI-3] *Low noise $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thermometers for uncooled bolometric applications*
F. Yang, L. Méchin, J.M. Routoure, **B. Guillet**, R.A. Chakalov
J. Appl. Phys. 99 024903 (2006)

[RI-4] *High critical current densities observed in PBCO/YBCO/PBCO ultra-thin film hot electron bolometer constriction*
Ch. Peroz, J-C. Villégier, A.F. Dégardin, **B. Guillet**, A.J. Kreisler
Appl. Phys. Lett., 89, 142502 (2006)

[RI-5] *Room temperature Si_3N_4/SiO_2 membrane-type electrical substitution radiometer using thin film Platinum thermometers*
G. Allègre, **B. Guillet**, D. Robbes, L. Méchin, S. Lebargy, S. Nicoletti
Meas. Sci. Technol. 18 183–189 (2007)

[RI-6] *Volume charge carrier number fluctuations probed by low frequency noise measurements in InN layers*
G.R. Mutta, J.-M. Routoure, **B. Guillet**, L. Méchin, J. Grandal, S. Martin-Horcajo, T. Brazzini, F. Calle, M. A. Sánchez-García, P. Marie, P. Ruterana
Appl. Phys. Lett. 98 252104 (2011)

[RI-7] *$La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films for magnetic and temperature sensors at room temperature*
S. Wu, D. Fadil, S. Liu, A. Aryan, B. Renault, J.-M. Routoure, **B. Guillet**, S. Flament, P. Langlois, L. Méchin
Sensors & Transducers Journal, special issue, **14-1** pp.253-265 (2012)

[RI-8] *Epitaxial $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films grown on $SrTiO_3$ buffered silicon substrates by reactive molecular-beam-epitaxy*
L. Méchin, C. Adamo, S. Wu, **B. Guillet**, S. Lebargy, C. Fur, J.-M. Routoure, S. Mercone, M. Belmeguenai, and D. G. Schlom
Physica Status Solidi A Vol. 209 Issue 6 1090-1095 (2012)

[RI-9] *Direct observation of magnetization reversal and low field magnetoresistance of epitaxial $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$/ $SrTiO_3$ (001) thin films at room temperature*
D. Fadil, S. Wu, P. Perna, B. Renault, M. Saïb, S. Lebargy, J. Gasnier, **B. Guillet**, J.-M. Routoure, S. Flament, L. Méchin
J. Appl. Phys. 112 013906 (2012)

[RI-10] *Experimental evidence of correlation between 1/f noise level and metal-to-insulator transition temperature in epitaxial $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films*
L. Méchin, S. Wu, **B. Guillet**, P. Perna, C. Fur, S. Lebargy, C. Adamo, D.G. Schlom, J.M. Routoure
J. Phys. D: Appl. Phys. - Fast Track Communication 46 202001 (2013)

[RI-11] *Comment on "A case study on the scaling of 1/f noise: $La_{2/3}Sr_{1/3}MnO_3$ Thin films" [J. Appl. Phys. 113, 094901 (2013)]*
C. Barone, S. Pagano, L. Méchin, **B. Guillet**, J.-M. Routoure
J. Appl. Phys. 115 116101 (2014)

[RI-12] *Influence of fabrication steps on optical and electrical properties of InN thin films*
G.R. Mutta, T. Brazzini, L. Méchin, **B. Guillet**, J.-M. Routoure, J.-L. Doualan, P. Ruterana F. Calle, J. Grandal, M.C. Sabido Sille
Semiconductor Science and Technology 29 (9) 095010 (2014)

[RI-13] *Measurement of thermal conductance of $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films deposited on $SrTiO_3$ and MgO substrates*
A. Aryan, **B. Guillet**, J.-M. Routoure, C. Fur, P. Langlois, L. Méchin
accepté à **Applied Surface Science**

[CI-1]	*YBCO transition edge sensors (TES) used for very low noise thermal control* **B. Guillet**, D. Robbes, L. Méchin **IEEE Trans. On Applied Supercond.**, Vol. 13, N°2, 657-660 (2003)	**ASC'02** (Applied Conference on Applied Superconductivity), Houston, USA, 4-9 août 2002 (oral)
[CI-2]	*High performance temperature controller: application to the excess noise measurements of YBCO thermometers in the transition region* **B. Guillet**, L. Méchin, D. Robbes **Proceedings of the 17th International Conference, Noise and Fluctuations**, Editor J. Sikula, 715-718 (2003)	**ICNF 2003**, Prague, République Tchèque, 18-22 août 2003 (oral)
[CI-3]	*NET of YBCO and LSMO thermometers for bolometric applications* **B. Guillet**, L. Méchin, F. Yang, J.M. Routoure, G. Le Dem, C. Gunther, R.A. Chakalov, D. Robbes **Advanced Experimental Methods for Noise Research in Nanoscale Electronic Devices**, Ed. J. Sikula & M. Levinshtein, Ed. Kluwer, 327-336 (2004)	**NATO Advanced Research Workshop**, 14-16 août 2003, Brno, République Tchèque (poster)
[CI-4]	*Instrumentation dédiée à la thermométrie haute résolution* D. Robbes, **B. Guillet**, L. Méchin **Proc. of the11th international Metrology Congress**, CFM ed., CD-Rom, (2003)	**Congrès International de Métrologie**, Toulon, 20 au 23 octobre 2003 (poster)
[CI-5]	*Fabrication of high-Tc superconducting hot electron bolometers for terahertz mixer applications* J.C Villégier, A.F. Dégardin, **B. Guillet**, F. Houzé, A. J. Kreisler, M. Chaubet **Terahertz and Gigahertz Electronics and Photonics IV**, Edited by R. J. Hwu and K. J. Linden, Proceedings of SPIE Vol. 5727, pp. 88-94 (2005)	**SPIE Photonics West** Optoelectronics 2005, Janvier 2005, San Jose, USA (oral)
[CI-6]	*High-Tc Superconducting Hot Electron Bolometers for Terahertz Mixer Applications* A. Kreisler, A. Dégardin, **B. Guillet**, J-C. Villégier, M. Chaubet **Proceedings of the 9th WMSCI Conference Volume IX**, Edited by A. Tremante, J. Baralt, H. A. Shayanfar, M. Loutfi, N. Yusupova, J. Caruthers, J. Choo, A. Dégardin, pp. 165-170 (2005)	**9th WMSCI Conference,** July 2005, Orlando, USA (oral)
[CI-7]	*Non selective thermal detector for low power measurements* F. Durantel, D. Robbes, **B. Guillet**, J. Bastie **Proceedings of 9th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry (NEWRAD)**, pp. 221-222 (2005)	**NEWRAD 2005** (9th International Conference on New Developments and Applications in Optical Radiometry), Octobre 2005, Davos, Suisse (oral)
[CI-8]	*Bolomètres à substitution électrique et réaction de chaleur : un cas d'école pluridisciplinaire ?* G. Allègre, F. Durantel, **B. Guillet**, F. Le Frious, D. Robbes, **Proceedings CETSIS 2005**, édités par J.-M. Thiriet et M. Robert, ISBN 2-9516740-1-5 (2005)	**CETSIS 2005**, Oct. 2005, Nancy, France (oral)
[CI-9]	*Bolomètres supraconducteurs pour l'infrarouge et les ondes terahertz* A. Dégardin, A. Kreisler, Ch. Péroz, **B. Guillet**, M. Longhin, V. Michal, M. Aurino **Proc. of 8èmes Journées «Cryogénie et supraconductivité»** de l'Association Française du Froid, CD-Rom, 2006	**Journées « Cryogénie et supraconductivité » de l'Association Française du Froid**, mai 2006, Aussois, France (oral)

[CI-10]	*Influence of substrates and buffer layers on the quality of NbN ultra thin film for THz HEB* **B. Guillet**, V. Drakinskiy, R. Gunnarsson, O. Arthursson, L. Méchin, S. Cherednichenko, Y. Delorme, J.M. Krieg **Proceedings of the Eighteenth International Symposium on Space Terahertz Technology** p153-156 (2007)	**ISSTT 2007** (18th International Symposium on Space Terahertz Technology), March 21-23 2007, Pasadena, California, USA, (poster)
[CI-11]	*Properties of ultra-thin NbN films for membrane-type THz HEB* **B. Guillet**, Ö. Arthursson, L. Méchin, M.N. Metzner, M.P. Chauvat, P. Ruterana, V. Drakinskiy, S. Cherednichenko, R. Lefèvre, Y. Delorme, J.M. Krieg **Journal of Low Temperature Physics**, Vol. 151, 570-574 (2008)	**LTD 2007** (12th workshop on Low Temperature Detectors), Paris, Juillet 2007 (oral)
[CI-12]	*Development of membrane based NbN-HEBs for submillimeter astrophysical applications* R. Lefèvre, Y. Delorme, A. Féret, F. Dauplay, W. Miao, L. Pelay, B. Lecomte, **B. Guillet**, G. Beaudin, J.-M. Krieg **Proceedings of the Nineteenth International Symposium on Space Terahertz Technology** p413-415 (2008)	**ISSTT 2008** (19th International Symposium on Space Terahertz Technology), April 28-30 2008, Groningen, Pays-Bas, (poster)
[CI-13]	*Epitaxial Growth of Sputtered Ultra-thin NbN Layers and Junctions on Sapphire* J-C. Villégier, S. Bouat, P. Cavalier, R. Setzu, R. Espiau de Lamaëstre, C. Jorel, Ph. Odier, **B. Guillet**, L. Méchin, M. P. Chauvat, P. Ruterana **IEEE Trans. on Applied Supercond.** Vol. 19 (3) 3375-3378 (2009)	**ASC'08** (Applied Superconductivity Conference), Chicago, Illinois USA, August 17-22, 2008 (oral)
[CI-14]	*A systematic study of the impact of geometry on the low frequency noise in patterned $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films at 300 K* S. Wu, **B. Guillet**, L. Méchin, J.-M. Routoure **AIP Conference Proceedings** Vol. 1129, pp. 125-128 (2009)	**ICNF 2009** (20th International Conference on Noise and Fluctuations), 14-19 juin 2009, Pisa, Italie (poster)
[CI-15]	*Bolometric applications at room temperature* C. Gunther, **B. Guillet**, F. Kouadio, JM. Routoure, L. Méchin **Proceedings conference**	**VIII SEMETRO** (8th International Seminar on Electrical Metrology), June 17-19, 2009, João Pessoa, Paraiba, Brasil (oral)
[CI-16]	*Potentialities of $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films for magnetic and temperature sensors at room temperature* S. Wu, D. Fadil, S. Liu, A. Aryan, B. Renault, J.-M. Routoure, **B. Guillet**, S. Flament, P. Langlois, L. Méchin **Conference proceedings** pp. 63-68, IARIA, ISBN: 978-1-61208-145-8 (2011) http://www.thinkmind.org/index.php?view=article&articleid=sensordevices_2011_4_40_20211	**SENSORDEVICES 2011** (The Second International Conference on Sensor Device Technologies and Applications), August 21-27, 2011 - French Riviera, Nice/Saint Laurent du Var, France (oral)
[CI-17]	*Evidence of charge carrier number fluctuations in InN thin films* G.R. Mutta, **B. Guillet**, L. Méchin, A. Vilalta-Clemente, J. Grandal, M.A. Sánchez-García, S. Martin, F.Calle, P. Ruterana, J.-M. Routoure, **AIP Conf. Proc. Series 1129 - ICNF Proceedings** 487-489 (2011)	**ICNF 2011** (21th International Conference on Noise and Fluctuations), 12-16 juin 2011, Toronto, Canada (oral)
[CI-18]	*Uncertainties in the estimation of low frequency noise level extracted from noise spectral density measurements* **B. Guillet**, S. Wu, B. Cretu, R. Talmat, H. Achour, C. Barone, S. Pagano, E. Sassier, J.-M. Routoure **AIP Conf. Proc. Series 1129 - ICNF Proceedings**, 433-436 (2011)	**ICNF 2011** (21th International Conference on Noise and Fluctuations), 12-16 juin 2011, Toronto, Canada (poster)
[CI-19]	*Optical characterisation of $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin tilm based uncooled bolometers* A. Aryan, J.-M. Routoure, **B. Guillet**, P. Langlois, C. Fur, J. Gasnier, C. Adamo, D.G. Schlom, L. Méchin **Conference proceedings** pp. 61-65, IARIA, ISBN: 978-1-61208-208-0 (2012) http://www.thinkmind.org/index.php?view=article&articleid=sensordevices_2012_5_20_20238	**SENSORDEVICES 2012** (The third International Conference on Sensor Device Technologies and Applications), 19 – 24 août 2012, Rome, Italie (oral)
[CI-20]	*$La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ suspended microbridges for uncooled bolometers made using reactive ion etching of the silicon substrates* S. Liu, **B. Guillet**, A. Aryan, C. Adamo, C. Fur, J.-M. Routoure, F. Lemarié, D.G Schlom, L. Méchin **Microelectronic Engineering** Vol. 111, 101-104 (2013)	**MNE2012** (38th International Micro & Nano Engineering Conference), Toulouse, 16-20 septembre 2012 (poster)

[CI-21]	*How to measure intrinsic low frequency noise in thin film samples* S. Wu, **B. Guillet**, L. Méchin, J.M. Routoure **IEEE Conference Publications**, Page(s): 1 – 3 (2013) ISBN : 978-1-4799-0668-0 (10.1109/ICNF.2013.6579004)	**ICNF 2013** (20th International Conference on Noise and Fluctuations**),** Montpellier, 24-28 juin 2013 (poster)
[CI-22]	*Optical characterization of uncooled bolometers based on $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films* V.M. Nascimento, **B. Guillet**, S. Liu, A. Aryan, C. Adamo, D.G. Schlom, R.C.S. Freire, L. Méchin **Proceedings of IEEE**	**XXI Iberchip Workshop – IWS'2015**, Montevideo, Uruguay, 25 - 27 February 2015.

[Ahmed07] G.M. Ahmed, K. Ali, Y. Hermier, “Realisation and study of a CO_2 triple point thermometric cell”, Revue française de métrologie 10, 31 (2007)

[Aryan13] A. Aryan, “Bolomètres non refroidis à base de $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$: modèle thermique, caractérisations électrique et optique”, thèse, Université de Caen Basse-Normandie (2013)

[Audaire00] L. Audaire, “Détecteurs de Rayonnements Optiques”, Éd.:Techniques de l'ingénieur (2000)

[Aurino00] M. Aurino, A.J. Kreisler, I. Türer, A. Martinez, A. Gensbittel, A.F. Dégardin, “YBCO hot electron bolometers dedicated to THz detection and imaging: embedding issues”, J. Phys.: Conf. Ser. 234, pp. 042002/1-11 (2010)

[Barone07] C. Barone, A. Galdi, S. Pagano, O. Quaranta, L. Méchin, J.-M. Routoure, P. Perna, “Experimental technique for reducing contact and background noise in voltage spectral density measurements”, Rev. Sci. Instrum. 78, 093905 (2007)

[Barritault13] P. Barritault, M. Brun, O. Lartigue, J. Willemin, J.-L. Ouvrier-Buffet, S. Pocas, S. Nicoletti, “Lowpower CO2 NDIR sensing using a micro-bolometer detector and a micro-hotplate IR-source”, Sens. Actuators B Chem 182, 565-570 (2013)

[Baselmans04] J.J.A. Baselmans, M. Hajenius, J.R. Gao, T.M. Klapwijk, P.A.J. de Korte, B. Voronov, G. Gol’tsman, “Doubling of sensitivity and bandwidth in phonon cooled hot electron bolometer mixers”, Appl. Phys. Lett., 84, 1958 (2004).

[Bathe00] R. Bathe, K.P. Adhi, S.I. Patil, G. Marest, B. Hannoyer, S.B. Ogale, “Silver ion implantation in epitaxial $La_{2/3}Ca_{1/3}MnO_3$ thin films: Large temperature coefficient of resistance for bolometric applications”, Appl. Phys. Lett. 76 (15) 2104 (2000)

[Baubert05a] J. Baubert, “Superconducting Hot Electron Bolometers on Thin Membranes for SHAHIRA”, phd thesis, Chalmers (2005)

[Baubert05b] J. Baubert, P. Khosropanah, V. Desmaris, V. Drakinskiy, P. Pons, P. Calmon, H. Merkel, M. Salez, “FTS measurement of a 2.5 THz double slot antenna on SiO2/Si3N4 membrane with a NbN HEB mixer”, in Proc. 16th Int.Symp. Space Terahertz Technology, 2005, pp. 260–264.

[Bergenti07] I. Bergenti, V. Dediu, E. Arisi, M. Cavallini, F. Biscarini, C. Taliani, M.P. de Jong, C.L. Dennis, J.F. Gregg, M. Solzi, M. Natali, “Spin polarized La0.7Sr0.3MnO3 thin films on silicon”, J. Magn. Magn. Mater. 312, 453 (2007)

[Brandao01] G. Brandao, L. De Almeida, G; Deep, A. Lima, H. Neff, “Stability conditions, nonlinear dynamics, and thermal runaway in microbolometers”, J. Appl. Phys. 90 (4), 1999-2008 (2001)

[Budzier10] H. Budzier, G. Gerlach, “Thermal infrared sensors”, Ed. :Wiley 2010

[Ceriale14] V. Ceriale, L. Pellegrino, N. Manca, D. Marré, “Electro-thermal bistability in $(La_{0.7}Sr_{0.3})MnO_3$ suspended microbridges: Thermal characterization and transient analysis”, J. Appl. Phys. 115, 054511 (2014)

[Cheenne00] N. Cheenne, “Synthèse de films minces de type super réseau pour la réalisation et l'étude de micro-bolomètres. Rôle des interfaces sur la transmission des phonons”, thèse, université de caen Basse-normandie (2000)

[Cherednichenko02] S. Cherednichenko, M. Kroug, P. Khosropanah, A. Adam, H. Merkel, E. Kollberg, D.Loudkov, B. Voronov, G. Gol’tsman, H.-W. Huebers, H. Richter, “1.6 THz heterodyne receiver for the far infrared space telescope”, Physica C, vol. 372, p427 (2002)

[Cherednichenko05] Cherednichenko et. al, "Breadboard construction and characterization of a HEB THz camera prototype", contrat ESTEC 16940, 2005

[Choi06] T. Choi, D. Poulikakos, J. Tharian, U. Sennhauser, “Measurement of the Thermal Conductivity of Individual Carbon Nanotubes by the Four-Point Three-ω Method”, Nano Lett. 6 (8), 1589–1593, (2006)

[Choudhary04] R. J. Choudhary, A. S. Ogale, S. R. Shinde, S. Hullavarad, S. B. Ogale, T. Venkatesan, R. N. Bathe, S.I. Patil et R. Kumar, « Evaluation of manganite films on silicon for uncooled bolometricapplications », Appl. Phys. Lett., 84, 3846-3848, 2004

[Choudhary05] R.J. Choudhary, R. Kumar, S.I. Patil, S. Husain, J.P. Srivastava, S.K. Malik, « Enhanced magnetic and bolometric sensitivity of La0.7Ce0.3MnO3 thin films due to 200 MeV Ag ion irradiation », Appl. Phys. Lett. 86 222501 (2005)

[Drakinskiy06] V. Drakinskiy, J. Baubert, S. Cherednichenko, “Gain bandwidth of NbN Heterodyne Hot Electron Bolometer Superconducting Mixers made on thin SiO2/Si3N4 membrane”, Proc. of 17th Int. Symposium on Space Terahertz Technology (2006)

[Dauplay06] F. Dauplay, J. Baubert, Y. Delorme, B. Guillet, S. Cherednichenko, V. Drakinskiy, P. Khosropanah, “Unexpected Frequency Shift on Membrane Based Double-Slot and Double-Dipole HEB Receivers”, Proc. of 17th Int. Symposium on Space Terahertz Technology (2006)

[Dutta81] P. Dutta, P.M. Horn, “Low-frequency fluctuations in solids: 1/f noise”, Rev. Mod. Phys. 53 (3) 497 (1981)

[Ekstrom97] H. Ekström, E. Kollberg, P. Yagoubov, G. Gol'tsman, E. Gershenzon, S. Yngvesson, "Gain and noise bandwidth of NbN hot-electron bolometric mixers", Appl. Phys. Lett., 70, 3296 (1997)

[Gao07] J.R. Gao, M. Hajenius, Z.Q. Yang, J.J.A. Baselmans, P. Khosropanah, R. Barends, T.M. Klapwijk, "Terahertz superconducting hot electron bolometer heterodyne receivers", IEEE Trans. Appl. Supercond., 17, 252 (2007)

[Gardner94] J.W. Gardner, "Microsensors; Principles and Applications", edition John Wiley & Sons (1994)

[Gay13] G. Gay, "Mélangeurs à bolomètres à électrons chauds sur membranes fonctionnant au-delà du THz pour l'instrument post-Herschel", thèse, Université Paris VI, 2013

[Gerecht99] E. Gerecht, C.F. Musante, Y. Zhuang, K.S. Yngvesson, G.N. Gol'tsman, B.M. Voronov, E.M. Gershenzon, "NbN hot electron bolometric mixers-a new technology for low-noise THz receivers", IEEE Trans. Microw. Theory Tech., 47, 2519 (1999).

[Goyal97] A. Goyal, M. Rajeswari, R. Shreekala, S. E. Lofland, S. M. Bhagat, T. Boettcher, C. Kwon, R. Ramesh et T. Venkatesan, "Material characteristics of perovskite manganese oxide thin films for bolometric applications", Appl. Phys. Lett.,71, (1997)

[Hall94] J. Hall, T.M. Chen, "Electrical noise in YbaCuO thin films with differing axes of orientation", IEEE Trans. Electron. Dev. 41 (11) 2128-2132 (1994)

[Han02] K.H. Han, Q. Huang, P.C. Ong, C.K. Ong, "Low-frequency noise in $La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{1-x}Fe_xO_3$ thin films", J. Phys.: Condens. Matter. 14 6619 (2002)

[Hayashi01A] K. Hayashi, E. Otha, H. Wada, "Effect of substrate-lattice mismatch in $La_{0.7}Ba_{0.3}MnO_{3-d}$ thin films for transport measurements", J. Vac. Sci. Technol. A 19 (6) 2905 (2001).

[Hayashi01B] K. Hayashi, E. Ohta, H. Wada, "Bi-substitution effect in La-Sr-Mn-O thin films for bolometric applications", Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 40 L219 (2001).

[Hodgkinson13] J. Hodgkinson, and R.P. Tatam, "Optical gas sensing: a review", Meas. Sci. Tehnol., vol. 24, 012004 (2013)

[Hooge69] F. N. Hooge, "1/f noise is no surface effects", Phys. Lett. 29A, 139 (1969)

[Hooge81] F.N. Hooge, T.G.M. Kleinpenning, L.K.J. Vandamme, "Experimental studies on 1/f noise", Rep. Prog. Phys. 44 31 (1981)

[Kanai04] M. Kanai, H. Tanaka, T. Kawai, «Origin of metal-insulator transition temperature enhancement in La0.8Ba0.2MnO3 thin films as determined by structural analysis», Phys. Rev. B 70 125109 (2004).

[Kawamura97] J. Kawamura, R. Blundell, C.E. Tong, G. Gol'tsman, E. Gershenzon, B. Voronov, S. Cherednichenko, "Low noise NbN lattice-cooled superconducting hot-electron bolometric mixers at submillimeter wavelengths", Appl. Phys. Lett., 70, 1619 (1997)

[Khrebtov91] I.A. Khrebtov, "Superconducting infrared and submillimeter radiation receivers", Sov. J. Opt. Techn., 58, 261-270 (1991)

[Khrebtov98] I.A. Khrebtov, V.N. Leonov, A.D. Tkachenko, P.V. Bratukhin, A.A. Ivanov, A.V. Kuznetsov, H. Neff, E. Steinbeiss, "Noise of high-Tc superconducting bolometers", Proc. SPIE 3287, Photodetectors: Materials and Devices III, 228-299 (1998)

[Khrebtov02] I.A. Khrebtov, "Noise properties of high temperature superconducting bolometers", Fluctuations Noise Lett., 2 (2), 51-71 (2002)

[Kim05] J.H. Kim, A.M. Grishin, "Free-standing epitaxial $La_{1-x}(Sr,Ca)_xMnO_3$ membrane on Si for uncooled infrared microbolometer", Appl. Phys. Lett. 87 033502 (2005)

[Kiss94] L.B. Kiss, P. Svedlindh, "Noise in high Tc superconductors", IEEE Trans. Electron Devices, 41 (11), 2112-2122 (1994)

[Kooi07] J.W. Kooi, J.J.A. Baselmans, M. Hajeniu, J.R. Gao, T.M. Klapwijk, P. Dieleman, A. Baryshev, G. de Lange, "IF impedance and mixer gain of NbN hot electron bolometers", J. Appl. Phys., 101, 044511 (2007)

[Kreisler00] A. Kreisler, A. Gaugue, "Recent progress in HTSC bolometric detectors : from the mid-infrared to the far-infrared (THz) range", Supercond. Sci. Technol. 13 (8), p1235-1245 (2000)

[Kroug01] M. Kroug, S. Cherednichenko, H. Merkel, E. Kollberg, B. Voronov, G. Gol'tsman, H.W. Huebers, H Richter, "NbN hot electron bolometric mixers for terahertz receivers", IEEE Trans. Appl. Supercond.,1, 962 (2001)

[Kruse01] P.W. Kruse, "Uncooled Thermal Imaging", Ed. SPIE, 2001

[Ladret13] R.G. Ladret, A.F. Dégardin, A.J. Kreisler, "Nano-patterning and hot spot modeling of YBCO ultrathin film constrictions for THz mixers", IEEE Trans. Appl. Supercond. 23(3), p23003305 (2013)

[Leclercq04] S. Leclercq, "Conception d'une caméra bolométrique pour la radioastronomie millimétrique à grand champ", thèse, Université Joseph Fourier Grenoble (2004)

[Leti12] Rapport scientifique 2012 du CEA-Leti : Research_Report_Leti_2012_Optics_and_Photonics.pdf (disponible sur http://www-leti.cea.fr/fr/Decouvrez-le-Leti/Documentation3)

[Lisauskas99] A. Lisauskas, S.I. Khartsev, A.M. Grishin, "Studies of 1/f noise in $La_{1-x}M_xMnO_3$ (M=Sr, Pb) epitaxial thin films", J. Low Temp. Phys. 117 (5-6), 1647 (1999)

[Lisauskas01] A. Lisauskas, J. Bäck, S.I. Khartsev, A.M. Grishin, "Colossal magneto-resistance $La_{0.7}(Pb_{1-x}Sr_x)_{0.3}MnO_3$ films for bolometer and magnetic sensor applications", J. Appl. Phys. 89 (11) 6961-6963 (2001)

[Liu13] S. Liu, "Fabrication et caractérisation électrique et thermique de microbolomètres non refroidis suspendus à base de couches minces $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ sur silicium", thèse, Université de Caen Basse-Normandie (2013)

[Madou02] M. Madou, "Fundamentals of Microfabrication", edition CRC Pres (2002)

[Manuszkiewicz03] H. Manuszkiewicz, B. Fellmuth, D. Head, Y. Hermier, L. Lipinski, F. Pavese, A. Peruzzi, A. Szmyrka-Grzebyk, L. Zanin, "Investigation of a new generation multicompartment cells for realisation of triple points and sealed lambda point cell in the framework of UE-Project MULTICELLS", Proc. Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry (7), ed D.C. Ripple (Melville, NY: American Institute of Physics) pp 161–6 (2003)

[Mather82] J. Mather, "Bolometer noise: nonequilibrium theory", Appl.Opt., 21, 1125-1129 (1982)

[Mather84] J. Mather, "Bolometers: ultimate sensitivity, optimization, and amplifier coupling", Appl.Opt., 23, 584-588 (1984)

[Mathieu01] R. Mathieu, P. Svedlindh, R. Gunnarsson, Z.G. Ivanov, "Magnetic contribution to the resistivity noise in a $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ film grain boundary", Phys. Rev. B 63 132407 (2001)

[Méchin97] L. Méchin, J.-C. Villégier, D. Bloyet, "Modelling and measurements of suspended YBaCuO microbolometer performances fabricated by silicon micromachining", J. Appl. Phys. 81, 7039 (1997)

[Medjoub06] F. Medjdoub, J.-F Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M.A. Py, D. Ducatteau, C. Gaquiere, N. Grandjean, E. Kohn, "Can InAlN/GaN be an alternative to high power / high temperature AlGaN/GaN devices?," Electron Devices Meeting, IEDM '06. International, pp.1-4 (2006)

[Meledin03] D. Meledin, C.E. Tong, R. Blundell, N. Kaurova, K. Smirnov, B. Voronov, G. Goltsman, "Study of the IF bandwidth of NbN HEB mixers based on crystalline quartz substrate with an MgO buffer layer", IEEE Trans. Appl. Supercond., 13, 164 (2003).

[Mercha00] A. Mercha, "Analyse des mécanismes de conduction et de bruit en 1/f dans les transistors en couches minces de silicium polycristallin", thèse, Université de Caen Basse-Normandie, (2000)

[Miao09] W. Miao, Y. Delorme, A. Feret, R. Lefevre, L. Benoit, F. Dauplay, J.M. Krieg, G. Beaudin, W. Zhang, Y. Ren, and S.C. Shi. "Performance Investigation of a Quasi-Optical NbN HEB Mixer at Submillimeter Wavelength", Proc. of 20th Int. Symposium on Space Terahertz Technology, 289 (2009)

[Mutta12] G.R. Mutta, "Structural, optical and electronic properties of InN thinfilms and In alloys", phd thesis, Université de Caen Basse-Normandie (2012)

[Neff00] H. Neff, A. Lima, G. Deep, R. Freire, E. Melcher, I. Khrebtov, A. Tkachenko, "Nonlinearity and electrothermal feedback of high Tc transition edge bolometers", Appl. Phys. Lett. 76 (5), 640-642 (2000)

[Nyquist28] H. Nyquist, "Thermal Agitation of Electric Charge in Conductors", Phys. Rev. 32 110 (1928)

[Oh11] D.W. Oh, J. Ravichandran, C.W. Liang, W. Siemons, B. Jalan, "Thermal conductivity as a metric for the crystalline quality of SrTiO3 epitaxial layers", Appl. Phys. Lett., 98, 221904 (2011)

[Palanisami02] A. Palanisami, R.D. Merithew, M.B. Weissman, M.P. Warusawithana, F.M. Hess, J.N. Eckstein, "Small conductance fluctuations in a second-order colossal magnetoresistive transition", Phys. Rev. B 66, 092407 (2002)

[Pelligrino09] L. Pellegrino, M. Biasotti, E. Bellingeri, C. Bernini, A.S. Siri, D. Marré, "All-Oxide Crystalline Microelectromechanical Systems: Bending the Functionalities of Transition-Metal Oxide Thin Films", Adv. Mater. 21, 2377 (2009)

[Perna09] P. Perna, L. Méchin, M.P. Chauvat, P. Ruterana, Ch. Simon, U. Scotti di Uccio, "High Curie temperature in $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ thin films deposited on CeO_2/YSZ-based buffered silicon substrates", J. Phys. : Condens. Mat., 21, 306005 (2009)

[Pradhan05] A.K. Pradhan, S. Mohanty, K. Zhang, J.B. Dadson, E.M. Jackson, D. Hunter, R.R. Rakhimov, G.B. Loutts, J. Zhang, D.J. Sellmyer, "Integration of epitaxial colossal magnetoresistive films onto Si(100) using SrTiO3 as a template layer", Appl. Phys. Lett. 86, 012503 (2005)

[Pradhan08] A.K. Pradhan, D. Hunter, T. Williams, B. Lasley-Hunter, R. Bah, H. Mustafa, R.Rakhimov, J. Zhang, D.J. Sellmyer, E.E. Carpenter, D.R. Sahu, J.-L. Huang, "Magnetic properties of $La_{0.60}Sr_{0.40}MnO_3$ thin films on $SrTiO_3$ and buffered Si substrates with varying thickness", J. Appl. Phys. 103, 023914 (2008)

[Rajeswari03] M. Rajeswari, V. Smolyaninova and M. Overby, « Perovskite manganites : A new familly of materials for uncooled/ moderately cooled IR detector applications », Proc TDW03, 2003

[Raquet99] B. Raquet, J.M.D. Coey, S. Wirth, S. von Molnar, "1/f noise in the half-metallic oxides CrO_2, Fe_3O_4, and $La_{2/3}Sr_{1/3}MnO_3$", Phys. Rev. B 59 12435 (1999)

[Raquet01] B. Raquet, "Electronic Noise in Magnetic Material and Devices", in M.Ziese, M.J. Thornton (Eds.), Spin Electronics, Springer, Berlin, 2001

[Richards94] P.L. Richards, "Bolometers for infrared and millimeter waves", J. Appl. Phys.76,761-24 (1994)

[Rice98] J.P. Rice, S.R. Lorentz, R.U. Datla, L.R. Vale, D.A. Rudman, M. Lam Chok Sing, D. Robbes, "Active cavity absolute radiometer based on high-Tc superconductors", Metrologia 35, 289 (1998)

[Rieke03] G. Rieke, "Detection of light", Ed.: University of Cambridge, 2003

[Rogaski03] A. Rogalski, "Infrared detectors: status and trends", Progr. Quant. Electron., 27, 59–210 (2003)

[Rogaski11] A. Rogalski, "Recent progress in infrared detector technologies", Infrared. Phys. Techn., 54, 136-154 (2011)

[Rogalski12] A. Rogalski, "History of infrared detectors", Opto-Elec.Review, 20, 279–308 (2012)

[Routoure07] J.-M. Routoure, D. Fadil, S. Flament, L. Méchin, "A low-noise high output impedance dc current source", AIP Conference Proceedings 922, 419-424 (2007)

[Scofield85] J.H. Scofield, J.V. Mantese, W.W. Webb, "1/f noise of metals: A case for extrinsic origin", Phys. Rev. B 32 (2) 736 (1985)

[Semenov00] A.D. Semenov, H-W Hübers, J. Schubert, G.N. Goltsman, A.I. Elantiev, B.M. Voronov, E.M. Gershenzon, "Design and performance of the lattice-cooled hot-electron terahertz mixer", J. Appl. Phys., 88, 6758 (2000).

[Semenov02] A.D. Semenov, G.N. Goltsman, R. Sobolewski, "Hot-electron effect in superconductors and its applications for radiation sensors", Supercond. Sci. Technol., 15, R1-R16 (2002)

[Shan96] P.C. Shan, Z. Çelik-Butler, D.P. Butler, A. Janhanzeb, C.M. Travers, W. Kula, R. Sobolewski, "Investigation of semiconducting YBaCuO thin films: A new room temperature bolometer", J. Appl. Phys. 80 (12) 7118 (1996)

[Shreekala99] R. Shreekala, M. Rajeswari, S.P. Pai, S.E. Lofland, V. Smolyaninova, K. Ghosh, S.B. Ogale, S.M.Bhagat, M.J. Downes, R.L. Greene, R. Ramesh, T. Venkatesan, Appl. Phys. Lett. 74 (19) 2857 (1999).

[Siegel02] P. Siegel, "Terahertz technology", IEEE Trans. Microw. Theory Tech., 50 (3) p910-928 (2002)

[Sun02] Y. Sun, M.B. Salomon, S.H. Chun, «Magnetocaloric effect and temperature coefficient of resistance of La2/3(Ca,Pb)1/3MnO3», J. Appl. Phys. 92 (6) 3235 (2002).

[Sze06] S.M. Sze, "Semiconductor Devices: Physics and Technology", ed. John Wiley & Sons (2006)

[Todd04] M.A. Todd, P.P. Donohue, P.J. Wright, M.J. Crosbie, P.A. Lane, M.-H. Jo, B.S.H. Pang, M.G. Blamire, "Colossal magnetoresistive manganite thin-films for infrared detection and imaging", Ann. Phys. 13 No. 1-2 48 (2004)

[Trajanovic96] Z. Trajanovic, C. Kwon, M.C. Robson, K.-C. Kim, M. Rajeswari, R. Ramesh, T. Venkatesan, S.E. Lofland, S.M. Bhagat, D. Fork, "Growth of colossal magnetoresistance thin films on silicon", Appl. Phys. Lett. 69, 1005 (1996)

[Van der Ziel88] A. Van der Ziel, "Unified presentation of 1/f noise in electronic devices: fundamental 1/f noise sources", Proc. of the IEEE 76 No 3 (1988)

[Vachtomin02] Y.B. Vachtomin, M.I. Finkel, S.V. Antipov, B.M. Voronov, K.V. Smirnov, N.S. Kaurova, V.N. Drakinskiy, G.N. Gol'tsman, "Gain bandwidth of phonon-cooled HEB mixer made of NbN thin film with MgO buffer layer on Si", Proc. of 13th Int. Symposium on Space Terahertz Technology, 259 (2002).

[Vandamme02] L.K.J. Vandamme, G. Trefan, "1/f noise in homogeneous and inhoemogeneous media", IEEE Proc.- Circuits Devices Syst. 149, No.1, 3 (2002)

[Voss76] R.F. Voss, J. Clarke, "Flicker (1/f) noise: Equilibrium temperature and resistance fluctuations", Phys. Rev. B 13 (2) 556 (1976)

[Wang07] L.M.Wang, J.-H. Lai, J.-I. Wu, "Effects of Ru substitution for Mn on $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ perovskites", J. Appl. Phys. 102, 023915 (2007)

[Warusawithana09] M.P. Warusawithana, C. Cen, C.R. Sleasman, J.C. Woicik, Y. Li, L.F. Kourkoutis, J.A. Klug, H. Li, P. Ryan, L.-P. Wang, M. Bedzyk, D.A. Muller, L.-Q. Chen, J. Levy, D.G. Schlom, "A Ferroelectric Oxide Made Directly on Silicon", Science 324, 367 (2009)

[Weissman88] M.B. Weissman, "1/f noise and other slow, nonexponential kinetics in condensed matter", Rev. Mod. Phys. 60 (2) 537 (1988)

[Wu12] S. Wu, “Bruit basse fréquence dans des couches minces de La0,7Sr0,3MnO3 gravées : vers la réalisation de micro-capteurs performants”, thèse, Université de Caen Basse-Normandie (2012)

[Yang05] F. Yang, “Bruit en 1/f de films minces de manganite La0,7Sr0,3MnO3 pour application en bolométrie”, thèse, Université de Caen Basse-Normandie (2005)

[Zerov01] V.Y. Zerov, V.G. Malyarov, “Heat-sensitive materials for uncooled microbolometers arrays”, J.Opt. Technol. 68 (12) 939 (2001)

Annexes

I. Activités d'enseignement

Depuis mon recrutement en novembre 2006, la majorité de mes enseignements s'effectue à l'UFR Sciences de l'Université Caen Basse Normandie. J'interviens plus particulièrement au sein de la filière « Sciences pour l'ingénieur » qui pour objectif de former les étudiants en Sciences de l'Ingénieur dans le domaine de l'électronique, électrotechnique, automatique, traitement du signal et informatique industrielle en s'appuyant sur des connaissances fondamentales en mathématiques, sciences physiques et informatique. Dans ce cadre, je participe à la mise en place des offres de formation au sein de la filière « sciences pour l'ingénieur » et de la nouvelle spécialité "Mécatronique et Systèmes Nomades" MeSN de l'école d'ingénieurs de l'Université de Caen Basse-Normandie ESIX Normandie.

L'ensemble de mes enseignements constitue une charge annuelle comprise entre 200 et 250 heures équivalent travaux dirigés. Mon service d'enseignement est très pluridisciplinaire en EEA[57] et en sur-service. Il a beaucoup évolué depuis mon recrutement et est très variable chaque année.

J'ai mis en place un certain nombre d'enseignements dont je suis à présent responsable :

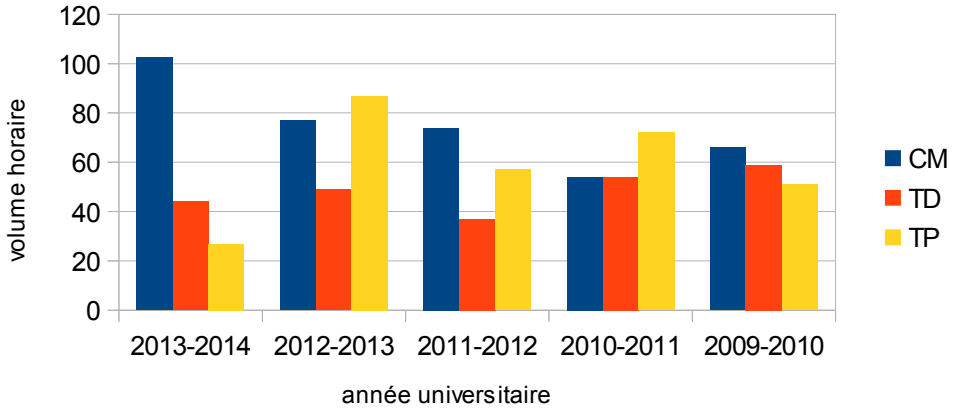
« métrologie » en L1 (CM/TD 24h) en 2012
« introduction aux hyperfréquences » en L3 SPI (CM 20h, TD 15h, TP 6h) en 2011
« microtechnologie » en L3 SPI (CM 6h, TD 6h, TP 3h) en 2011
« capteurs bolométriques » en M2 EEOA (CM 15h) en 2008
« veille technologique » en M2 EEOA (CM 10h) en 2013

J'ai donc été amené à concevoir et mettre en place des enseignements pratiques. J'ai créé en particulier 4 nouveaux TP (« Mise en œuvre de capteurs » L2 en 2011, « Émetteur ultrasons et propagation dans l'air et les milieux matériels » L3 en 2012, « Mesure de vitesse par effet Doppler et Transmission dans un câble coaxial » L3 en 2012, « Simulation du transport électrique dans les semiconducteurs (nanoHUB) » L3 en 2012) et participé aux montages de plusieurs TP en électronique analogique avec un collègue. A cela s'ajoute la création de cours et de travaux dirigés incluant la rédaction et la mise en forme des polycopiés.

Une liste exhaustive de mes enseignements récurrents ces 3 dernières années (mes responsabilités des différents éléments dans la filière « sciences pour l'ingénieur » sont indiqués en gras) ainsi que la répartition en CM/TD/TP de mes enseignements depuis 2009-2010 sont présentés ci-dessous.

	CM	TD	TP	éléments		CM	TD	TP	éléments
L1	12	12		**Métrologie**	M1			42	Électronique du signal
L2	20		15	**Capteurs**	M1		15		Microélectronique
L3	6		3	**Microtechnologie**	M2	16			**Capteurs et métrologie**
L3	20		6	**Introduction aux hyperfréquences**	M2	15			**Capteurs bolométriques**
L3	6	12	9	**Composants électroniques**	M2	10			**Veille technologique**

[57] EEA Électronique, Électrotechnique et Automatique



Au cours de ces dernières années, j'ai effectué des activités d'enseignement dans d'autres composantes ou autres établissement soit de manière récurrent en métrologie soit de manière ponctuelle remplacer des collègues (détachements, congés maternité, etc.) :

- ESIX Agro-Alimentaire	TD (14h) Métrologie 1A (depuis 2012)
- ENSICAEN	CM (12,5h) Ondes et propagation 2A (en 2010)
- ENSICAEN	CM (8,5h) MEMS 3A (en 2010)
- IUT Génie Chimique	TD (9h) et TP (24h) Capteurs 2A (en 2011)

Outre ces activités, je suis responsable d'une salle de TP dédiée aux enseignement en électronique analogique et j'encadre régulièrement (typiquement 1 par an) des étudiants en projet (M1 ou M2) et en stages d'IUT, Licence ou Master.