

Fabrication et propriétés physiques de
composants micrométriques à base de
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ utilisant l'épitaxie sélective sur
substrat

par

Étienne Blais

Mémoire présenté au département de physique
en vue de l'obtention du grade de maître ès science (M.Sc.)

FACULTÉ des SCIENCES
UNIVERSITÉ de SHERBROOKE

Sherbrooke, Québec, Canada, 25 janvier 2023

Le 25 janvier 2023

le jury a accepté le mémoire de M. Étienne Blais dans sa version finale.

Membres du jury

Professeur Patrick Fournier
Directeur de recherche
Département de physique

Professeur Éva Dupont-Ferrier
Membre interne
Département de physique

Professeur Louis Taillefer
Président rapporteur
Département de physique

À mon grand-père,
Raymond Blais

Sommaire

La famille des cuprates fait partie des supraconducteurs à haute température critique (HTSC) très étudiés dans le domaine de la matière condensée à cause de leurs propriétés physiques révolutionnaires. Cependant, la compréhension et l'exploitation à plein potentiel de ces propriétés à travers la création de dispositifs microscopiques et nanométriques reste un projet d'envergure. En effet, les propriétés physiques des matériaux de cette famille sont très sensibles à la quantité d'oxygène qui les compose. Puisque la température joue un rôle clé dans le maintien de la stoechiométrie en oxygène de la structure cristalline des cuprates, il faut absolument développer une méthode de fabrication qui permet de préserver les propriétés optimales des matériaux. Une façon d'y arriver est d'effectuer la croissance du composé supraconducteur en dernier. On s'assure alors de ne pas exposer les couches minces supraconductrices des dispositifs à des variations en température trop intenses et à des attaques chimiques, durant la préparation de ceux-ci, comme c'est le cas avec les techniques de fabrication par gravure chimiques ou physiques qui sont les plus répandues dans le milieu. Ce projet de recherche propose donc une approche différente de fabrication de dispositifs micrométriques qui permet de préserver les propriétés physiques du supraconducteur. Celle-ci se nomme : l'Épitaxie Sélective sur Substrat (ESS).

Ce présent mémoire expliquera en détails les différentes étapes effectuées pour la conception de dispositifs micrométriques à base d'un HTSC à l'aide de l'ESS. Cette technique se résume au dépôt d'un composé amorphe à la surface d'un substrat qui empêchera la croissance du supraconducteur dans cette région. Dans le cadre de ce projet, la photolithographie, la pulvérisation radio-fréquence du composé amorphe en Al_2O_3 et le dépôt du supraconducteur $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) par ablation laser pulsé ont été utilisés pour fabriquer deux types de dispositifs microscopiques : les canaux parallèles et les croix de Hall. Ces dispositifs permettront d'évaluer les performances de l'ESS.

Les couches minces de YBCO des différents dispositifs ont été caractérisées de plusieurs façons afin de mettre en évidence l'impact de la nouvelle méthode explorée. Les résultats de diffraction des rayons-X, du microscope à force atomique, de résistivité, d'effet Hall et de densité de courant critique sont très concluants. En les

comparant avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO, on peut bel et bien confirmer l'efficacité de l'ESS.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche Patrick Fournier de m'avoir accueilli et introduit à son groupe afin que je puisse effectuer ma maîtrise. Mon projet a débuté à l'été 2019 lorsque j'étais stagiaire dans son laboratoire et s'est continué lors du cours d'initiation à la recherche en automne 2019. J'ai beaucoup appris pendant mes deux années de maîtrise, autant sur l'aspect théorique que sur l'aspect expérimentale et ce grâce à Patrick. Il a été une source de savoir sans fin pour moi, arrivait à me motiver et surtout, me comprendre, durant les périodes difficiles. Sa confiance aveugle en moi et sa liberté de création m'a permis de développer ma propre confiance en laboratoire, un atout qui me servira toute ma vie. Je tiens aussi à remercier les différents membres du groupe de recherche Sara Ghotb, Mohammad Abbasi Eskandari, Priyanka Brojabasi, Olivier Bernard et Guillaume Hardy pour leur aide et les bons moments passés ensemble. Aussi, un merci spécial au personnel de soutien : Bobby Rivard qui venait régler tous mes problèmes rencontrés en laboratoire, Michael Lacerte pour sa formation en salle propre et Édouard Pinsolle pour sa connaissance légendaire de la photolithographie.

Un grand merci à François Naud avec qui j'ai passé beaucoup de temps à travailler, à discuter et rire tout au long de ma maîtrise. Ton aide a été indispensable pour l'accomplissement de mon projet. Un merci particulier à Maxime Dion qui m'a formé sur presque tous les appareils de mesures en laboratoire et avec qui j'ai beaucoup appris. Je tiens aussi à remercier tous les membres de ma promotion du BAC avec qui j'ai passé les plus belles années de ma vie. J'ai de merveilleux souvenirs avec chacun d'entre vous qui seront gravés dans ma mémoire.

Je remercie tous mes amis de jeunesse : Vincent Richard, Samuel Paquet, Jonathan Tétrault, Jérôme Boisvert et Maxime Gagné de m'avoir fait décompresser lorsque j'étais à bout de nerfs. Votre quotient intellectuel global ne cesse de me surprendre. Je veux aussi remercier mon cousin Kevin Chabot avec qui j'ai passé beaucoup de temps, autant dans mon adolescence que dans ma vie adulte, et qui m'a fait comprendre plusieurs choses dans ma vie. Sans toi, je ne serais pas la personne que je suis aujourd'hui. Un merci rempli d'amour à ma bien-aimée Mylène Annie Tremblay qui a toujours été à mes côtés peu importe les embûches. Tu as toujours eu confiance en

moi et ce, même quand j'avais perdu la foi.

Je veux remercier mes parents Annie Chabot et Sylvain Blais de m'avoir mis au monde. Je sais que j'ai été un enfant très turbulent dans ma jeunesse et mon adolescence mais, vous m'avez toujours soutenu et accompagné dans mes étapes de vie. Vous avez cru en moi dans chacun des projets que je tentais et ce, même quand l'issue était prévisible. Je vous aime énormément et je suis très reconnaissant de vous avoir comme parents. Ce mémoire est autant votre réussite que la mienne car j'ai quand même dû apprendre à manger avec une fourchette avant de résoudre des équations différentielles. Je remercie ma soeur Lina Blais d'avoir été à mes côtés tout au long de ma vie. Je suis fier de toi et je t'aime. Un merci inattendu à mon chat Jérôme qui est littéralement toujours avec moi et qui me porte très bonne compagnie.

Finalement, j'aimerais remercier tous les organismes suivants : Mitacs, le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG), le Fonds de Recherche du Québec sur la Nature et les Technologies (FRQNT) et la Fondation Canadienne pour l'Innovation (FCI). Sans leurs subventions, les travaux présentés dans ce mémoire n'auraient pas eu lieu.

Table des matières

Sommaire	iii
Introduction	1
1 Théorie	9
1.1 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	9
1.1.1 Structure cristalline	10
1.1.2 Diagramme de phase	11
1.2 Propriétés de transport électrique	14
1.2.1 Résistivité vs Température	14
1.2.2 Résistivité vs Champ magnétique	18
1.2.3 Effet Hall & Angle de Hall	20
1.2.4 Densité de courant critique vs Température	26
1.2.5 Densité de courant critique vs Champ magnétique	28
1.3 Cristallographie aux rayons-X	30
1.3.1 Théorie de la diffusion	30
1.3.2 Réseau de Bravais	32
1.3.3 Peigne de Dirac	33
1.3.4 Enveloppe du pic de diffraction	35
2 Fabrication par épitaxie sélective sur substrat	39
2.1 Photolithographie	39
2.1.1 Photolithographie à écriture directe	40
2.1.2 Choix du substrat	41
2.1.3 Création des masques	42
2.2 Pulvérisation cathodique radio-fréquence	45
2.2.1 Principe de procédé RF	45
2.2.2 Dépôt d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3)	46
2.2.3 Soulèvement de la résine	49
2.3 Ablation laser pulsé	50
2.3.1 Chambre d'ablation laser	51
2.3.2 Cible de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	52

2.3.3	Croissance des couches minces de YBCO	53
3	Caractérisation des matériaux	58
3.1	Diffraction des rayons-X	58
3.1.1	Diffractomètre	59
3.1.2	Mesures $\theta - 2\theta$	61
3.2	Microscope à force atomique	63
3.2.1	Fonctionnement de l'AFM	63
3.2.2	Topologie des échantillons	65
3.3	Mesures de transport électrique	66
3.3.1	Physical Properties Measurement System (PPMS)	66
3.3.2	Contacts & Préparation des échantillons	67
3.3.3	Mesures effectuées sur les canaux parallèles	69
3.3.4	Mesures effectuées sur les croix de Hall	70
4	Analyse des dispositifs supraconducteurs	73
4.1	Canaux parallèles	73
4.1.1	Paramètre de mailles & Épaisseur des couches minces	74
4.1.2	Diffraction du masque amorphe	77
4.1.3	Interface en Al_2O_3 & Surfaces	80
4.1.4	Résistivité des canaux & Région amorphe	85
4.2	Croix de Hall	87
4.2.1	Résistivité & Température critique	87
4.2.2	Coefficient & Angle de Hall	94
4.2.3	Courbes I-V & Densité de courant critique	100
	Conclusion	106
	A Détermination de l'épaisseur des couches minces	110
	Bibliographie	114

Liste des figures

1	Résistivité en fonction de la température du mercure solide.	2
2	Schéma de l'effet Meissner.	3
3	Méthode de la gravure chimique/physique utilisée pour fabriquer des dispositifs micrométriques.	4
4	Diffraction des rayons-X de plusieurs couches minces de $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ (SBT).	5
5	Méthode de l'épitaxie sélective sur substrat (ESS) utilisée pour fabriquer des dispositifs micrométriques.	7
1.1	Structure cristalline du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\delta = 0$).	10
1.2	Diagramme de phase température-dopage du supraconducteur YBCO.	12
1.3	Surfaces de Fermi dans un régime sur-dopé et au pseudogap.	13
1.4	Résistivité en fonction de la température pour différents dopages en oxygène dans les couches minces de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$	15
1.5	Transition supraconductrice d'une couche mince de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	16
1.6	Exemple illustrant la paraconductivité de couches minces de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.9}$	17
1.7	Supraconducteurs de Type I et de Type II.	18
1.8	Résistance en fonction de la température pour différents champs magnétiques externes appliqués perpendiculairement à une couche mince de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ déposée sur un substrat de MgO	19
1.9	Schéma de l'effet Hall classique.	21
1.10	Effet Hall dans le plan a-b d'échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ en fonction de la température.	23
1.11	Schéma de l'angle de Hall.	24
1.12	Angle de Hall en fonction de la température pour différents monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_{7-\delta}$	25
1.13	Courbe I-V d'un fil supraconducteur à base de YBCO.	26
1.14	Densité de courant critique en fonction de la température pour des couches minces d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	27
1.15	Densité de courant critique pour un conducteur enduit d'YBCO en fonction du champ magnétique externe.	29
1.16	Diffraction des rayons X par différents plans d'atomes de la structure cristalline.	30

1.17	Intensité du signal $\Lambda^T(X)$ en fonction de l'épaisseur pour un échantillon possédant une épaisseur moyenne \bar{L}	37
2.1	Première étape de fabrication : photolithographie du masque.	40
2.2	Processus de la photolithographie à écriture directe.	40
2.3	Masques utilisés pour la conception des dispositifs micrométriques.	43
2.4	Masque d'un dispositif de croix de Hall après le développement de la résine. Les zones foncées sont de la résine tandis que les zones pâles, la surface du substrat exposée.	44
2.5	Deuxième étape de fabrication : dépôt d'un composé amorphe.	45
2.6	Processus de la pulvérisation cathodique radio-fréquence.	46
2.7	Intérieur de la chambre (vue de haut).	48
2.8	Troisième étape de fabrication : retrait du masque.	49
2.9	Masque en Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles après le soulèvement de la résine.	50
2.10	Quatrième étape de fabrication : dépôt de la couche mince.	51
2.11	Parcours optique du laser (vue de côté).	52
2.12	Intérieur de la chambre d'ablation laser.	54
2.13	Couche mince de YBCO d'un dispositif de croix de Hall après l'ablation laser pulsé. Les zones foncées sont constituée d'une couche épitaxiale de YBCO tandis que les zones pâles, d'une couche d' Al_2O_3 amorphe où une couche de YBCO amorphe s'est déposée à sa surface.	56
3.1	Diffractomètre Bruker.	59
3.2	Parcours optique des vecteurs d'ondes \mathbf{k}_s et \mathbf{k}_d	60
3.3	Principaux éléments de l'AFM.	64
3.4	Physical Properties Measurement System (PPMS).	67
3.5	Dispositif de croix de Hall installé sur son porte-échantillon avec les contacts en In/Ag sur les pads.	68
3.6	Configuration électronique utilisée sur le porte-échantillon pour les deux types dispositifs.	69
4.1	Spectre large de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles.	74
4.2	Spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles.	75
4.3	Détermination de l'épaisseur de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles.	76
4.4	Intensité du pic [005] mesurée au diffractomètre lorsque la surface exposée d'un dispositif de canaux parallèles est variée.	78
4.5	Comparaison entre les pics de diffraction [005] d'une zone avec seulement du YBCO épitaxiale et d'une zone avec du YBCO amorphe d'un dispositif de canaux parallèles.	79

4.6	Topographie de l'interface en Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles.	81
4.7	Détermination de la hauteur de l'interface en Al_2O_3 .	82
4.8	Effet de "pied de montagne" dans la fabrication des dispositifs supraconducteurs.	83
4.9	Topographie de la couche amorphe de Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles lorsque la méthode de fabrication est optimisée.	84
4.10	Topographie de la couche mince épitaxiale de YBCO d'un dispositif de canaux parallèles.	85
4.11	Résistivité des canaux parallèles en fonction de la température en présence d'un champ magnétique externe de 9T (graphique) et sans la présence d'un champ magnétique externe (encart).	86
4.12	Résistivité du canal longitudinale du dispositif de croix de Hall # 1 en fonction de la température pour un champ magnétique externe nul.	88
4.13	Différence entre la résistivité obtenue expérimentalement et celle calculée à l'aide d'une régression linéaire pour deux dispositifs de croix de Hall en fonction de la température.	89
4.14	Dérivée première de la courbe de résistivité en fonction de la température du dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique de 9T.	90
4.15	Comparaison de la résistivité en fonction de la température des dispositifs fabriqués par la méthode de l'ESS avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO à champ magnétique externe nul.	91
4.16	Résistivité du canal longitudinal du dispositif de croix de Hall #1 en fonction de la température pour différents champs magnétiques externes appliqués.	93
4.17	Coefficient de Hall en fonction de la température de deux canaux transverses d'un même dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique externe de 9T.	95
4.18	Comparaison du coefficient de Hall en fonction de la température de différents dispositifs de croix de Hall fabriquées par la méthode de l'ESS avec des exemples extraits de la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO.	96
4.19	Cotangente de l'angle de Hall en fonction de la température au carré de deux canaux transverses du dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique externe de 9T.	98
4.20	Comparaison de la cotangente de l'angle de Hall en fonction de la température au carré des dispositifs de croix de Hall fabriqués par la méthode de l'ESS avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO.	99
4.21	Détermination du courant critique du dispositif de croix de Hall #1 pour différente température à champ magnétique externe nul.	101

4.22	Densité de courant critique en fonction de la température pour le dispositif de croix de Hall #1 à champ magnétique externe nul.	102
4.23	Comparaison de la densité de courant critique en fonction de la température des dispositifs de croix de Hall fabriqués par la méthode de l'ESS avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces YBCO à champ magnétique nul.	103
A.1	Spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] d'une couche mince de YBCO en fonction de 2θ	111
A.2	Spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] de la couche mince de YBCO en fonction du vecteur d'onde \mathbf{k}	112
A.3	Transformée de Fourier des valeurs du vecteur d'onde \mathbf{k} en fonction de l'épaisseur.	113

Liste des tableaux

2.1	Paramètres de maille a et b du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ et des différents substrats disponibles en laboratoire. Les pourcentages de contraintes positifs sont pour les dilatations en plan tandis que les négatifs, pour les compressions.	41
2.2	Différentes étapes pour la conception d'un masque fait à la photolithographie.	42
2.3	Conditions pour le dépôt du composé amorphe d' Al_2O_3 dans la chambre.	47
2.4	Différentes étapes pour s'affranchir de la résine d'un dispositif micro-métrique.	49
2.5	Composés en poudre utilisés pour la fabrication de la cible de YBCO.	53
2.6	Conditions de croissance du YBCO utilisées pour la conception des dispositifs de canaux parallèles et de croix de Hall.	55
3.1	Étapes à effectuer pour l'alignement et l'acquisition de deux types de spectres au diffractomètre.	62
3.2	Types de balayage effectués pour déterminer la topologie d'un échantillon.	65
3.3	Interface utilisée au panneau de configuration afin de mesurer les résistances longitudinales et transverses d'un dispositif de croix de Hall.	70
4.1	Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure de résistivité en fonction de la température.	92
4.2	Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure du coefficient de Hall en fonction de la température.	97
4.3	Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour les résultats de la cotangente de l'angle de Hall en fonction de la température au carré.	100
4.4	Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure de densité de courant critique en fonction de la température.	104

Introduction

En 1908, le physicien néerlandais Heike Kamerlingh Onnes a été le premier scientifique à liquéfier de l'hélium en laboratoire [1]. Cette phase de la matière est atteinte lorsque ce gaz est porté à la température de 4.15K (-269°C) à la pression atmosphérique (101.3Kpa). En 1911, Kamerlingh Onnes utilisa l'hélium liquide afin d'étudier la résistivité du mercure solide (Hg) lorsque celui-ci était porté à très basse température. Il fit alors une découverte spectaculaire (voir la Figure 1). Il remarqua que la résistivité du mercure solide devenait totalement nulle lorsque celui-ci atteint la température $\approx 4.20\text{K}$ ($\approx -268.95^\circ\text{C}$) [2]. Onnes ne le savait pas encore mais il venait tout juste de découvrir la température critique (T_c) du tout premier matériau supraconducteur. Grâce à cette découverte, il gagna le prix Nobel en 1913 et ouvrit un nouveau monde à la physique moderne.

Dans les décennies qui ont suivi, la supraconductivité a été découverte dans plusieurs autres matériaux comme le plomb (Pb) en 1922 ($T_c \approx 7\text{K}$) [3] et le nitrure de niobium (NbN) en 1941 ($T_c \approx 16\text{K}$) [4]. Cependant, c'est en 1933 qu'une découverte majeure a vu le jour dans le domaine de la supraconductivité. Les travaux conjoints de Walther Meissner et Robert Ochsenfeld ont montré que les matériaux dans l'état supraconducteur ($T < T_c$) repoussent les champs magnétiques externes qui tentent de les pénétrer [5]. La Figure 2 présente ce phénomène qu'on appelle aujourd'hui l'effet Meissner. Cet effet existe parce qu'un courant électrique est induit et circule à la surface d'un matériau supraconducteur lorsque celui-ci est soumis à un champ magnétique externe. Il va donc générer son propre champ magnétique qui va contrebalancer parfaitement le champ magnétique externe résultant en un champ magnétique interne nul ($B = 0$). Puisque $B = \mu_0(H + M)$ où H est le champ magnétique externe appliqué, ceci implique que l'aimantation d'un supraconducteur est $M = -H$,

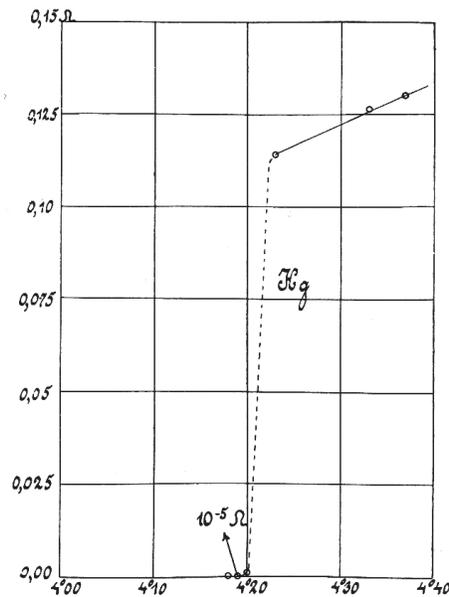


FIGURE 1 – Résistivité en fonction de la température du mercure solide. On remarque que celui-ci possède un $T_c \approx 4.20\text{K}$. Image tirée de [2].

qu'on appelle aussi le diamagnétisme parfait. On se retrouve alors avec un matériau supraconducteur qui peut repousser les aimants pouvant même les faire léviter [6]. L'explication théorique de ce phénomène arriva en 1935 par les frères Fritz et Heinz London. Ils ont montré que l'effet Meissner était la conséquence de la minimisation de l'énergie libre électromagnétique portée par un supercourant [8]. Plus tard, en 1950, la première vraie théorie acceptable pour expliquer la supraconductivité a été proposée par les physiciens Lev Landau et Vitaly Ginzburg. En effet, la théorie de Ginzburg-Landau combinée avec la théorie de Landau pour les transitions de phase du deuxième ordre a permis d'expliquer quelques propriétés microscopiques retrouvées chez les supraconducteurs [9]. De plus, les travaux de Alexei Abrikosov, qui utilisait cette théorie, ont permis de prédire deux types de supraconducteurs ; le Type I et le Type II [10]. C'est finalement en 1957 qu'une première théorie microscopique complète de la supraconductivité fut proposée. Celle-ci a été élaborée par les physiciens John Bardeen, Leon Cooper et John Schrieffer, ce qui leur permettra de recevoir le prix Nobel de 1972, pour leur modèle qui porte le nom de théorie BCS [11], [12] et [13]. Le courant supraconducteur, responsable de la supraconductivité, est expliqué par l'existence d'un superfluide, composé de paires d'électrons dites de Cooper, qui résulte de l'interaction électrons-phonons des matériaux. La théorie BCS fonctionne très bien

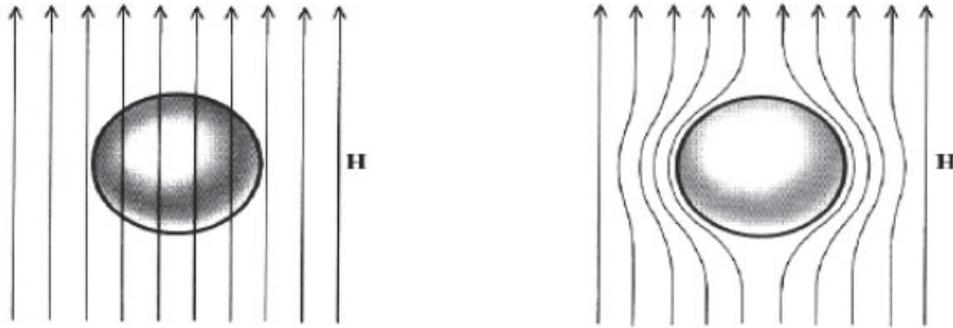


FIGURE 2 – Schéma de l'effet Meissner. On remarque que les lignes de champ magnétique externe (à gauche) traversent le matériau lorsque celui-ci n'est pas dans l'état supraconducteur ($T > T_c$). Par contre, les lignes de champ magnétique externe (à droite) ne pénètrent pas le matériau lorsque celui-ci est dans l'état supraconducteur ($T < T_c$). Image tirée de [7].

pour expliquer le comportement des supraconducteurs conventionnels présentant de basses températures critiques ($T \leq 30\text{K}$). Par contre, son efficacité se voit réduite lorsqu'on essaie d'expliquer le comportement des supraconducteurs à haute température critique.

Ceci nous amène à la dernière grande découverte du domaine de la supraconductivité en 1986. Les chercheurs Alex Müller et Georg Bednorz ont découvert la supraconductivité dans des oxydes s'apparentant à la famille des pérovskites, plus précisément, dans les cuprates à base de lanthane (La) de matériaux initialement étudiés sous forme de céramique. Le composé $\text{Ba}_x\text{La}_{5-x}\text{Cu}_5\text{O}_{5(3-y)}$ (LBCO) fabriqué expérimentalement a atteint une valeur de température critique de $T_c \approx 35\text{K}$, un record à l'époque [14]. Grâce à leurs travaux, Müller et Bednorz gagnèrent le prix Nobel de physique en 1987 et la branche des supraconducteurs à haute température critique (HTSC) voyait le jour. Peu après que la course aux HTSC ait commencé, un chercheur du nom de Ching-Wu Chu décida de remplacer l'atome de lanthane du LBCO par un atome d'yttrium (Y) afin d'apporter une déformation dans la structure cristalline qui est similaire à l'application d'une pression externe. Ce choix s'avéra être un succès puisque le cuprate $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) fabriqué en laboratoire atteignit une valeur inespérée de température critique de $T_c \approx 93\text{K}$ [15]. Pour la première fois de l'histoire, un matériau pouvait atteindre l'état supraconducteur sans avoir recours à de l'hélium

liquide pour le refroidir, mais plutôt à de l'azote liquide. Commercialement, ceci est une nouvelle majeure puisque l'hélium liquide utilisé pour refroidir les matériaux est très coûteux et nécessite un interface de recyclage lourd en laboratoire [16]. Utiliser un réfrigérant facilement accessible comme de l'azote liquide ($T \approx 77\text{K}$) pour refroidir les matériaux supraconducteurs est donc bienvenue [17]. La famille des cuprates reste encore à ce jour beaucoup étudiée puisque les propriétés physiques de ces matériaux ne sont pas encore très bien comprises [18].

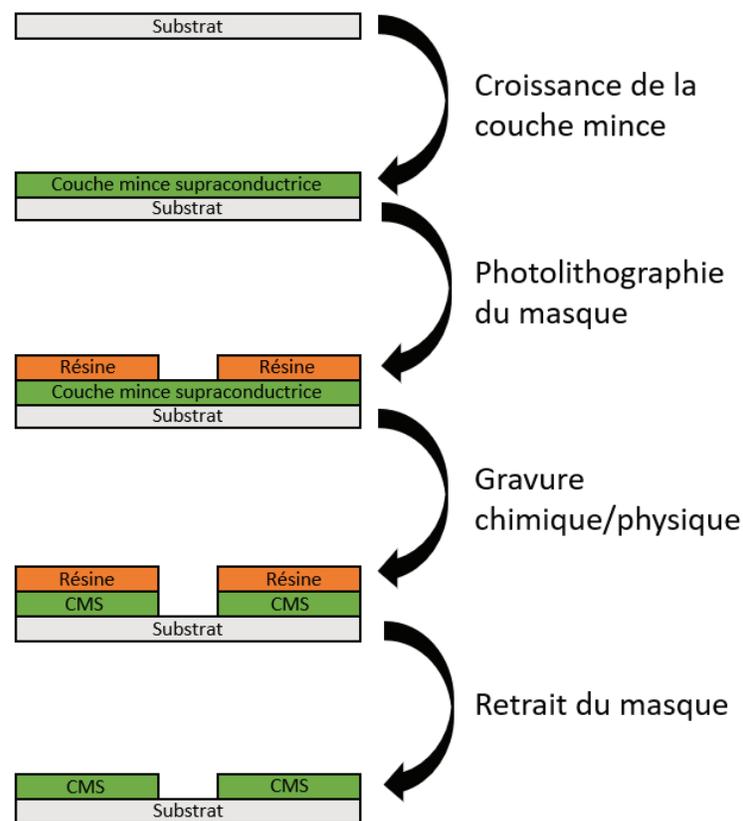


FIGURE 3 – Méthode de la gravure chimique/physique utilisée pour fabriquer des dispositifs micrométriques. Les différentes étapes sont présentées dans l'ordre suivant : Croissance de la couche mince, photolithographie du masque, gravure chimique/physique et le retrait du masque. C'est l'étape de gravure qui entraîne souvent des dommages importants aux propriétés physiques recherchées.

Les méthodes utilisées pour sonder les propriétés physiques d'un matériaux supraconducteur se font souvent via la conception de dispositifs micrométriques ou nanométriques [19]. On parle ici de créer des composants électroniques comme des fils,

des résistors, des condensateurs ou des inductances afin de mesurer des propriétés physiques de base comme la résistivité d'un dispositif lorsque la température est variée ou en présence d'un champ magnétique intense. La méthode de fabrication la plus utilisée dans le domaine de la matière condensée est la gravure soit par une approche chimique [20] ou par des processus physiques [21] [22] [23]. Comme illustré à la Figure 3, cette approche débute par la croissance de la couche mince du supraconducteur à sonder sur un substrat suivi d'une gravure chimique/physique aux endroits où la couche mince n'est pas souhaitée, laissant au final, le motif du composant électronique désiré. Cependant, certaines familles de supraconducteurs

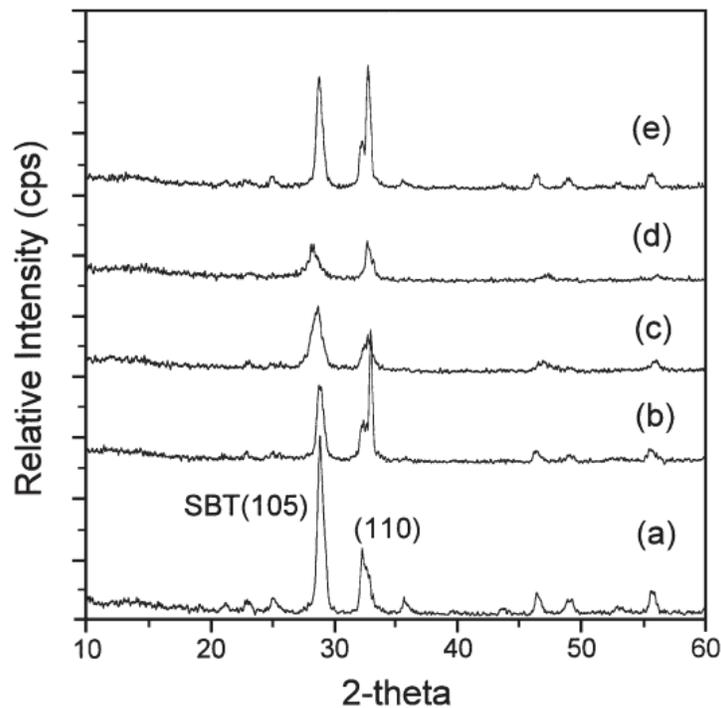


FIGURE 4 – Diffraction des rayons-X de plusieurs couches minces de $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ (SBT). On trouve en a) Couche mince de SBT sans gravure, en b) Couche mince gravé dans un plasma de gaz d'Ar, en c) Couche mince gravé dans un plasma de gaz de $\text{Cl}_2/\text{CF}_4/\text{O}_2$, en d) Couche mince gravé dans un plasma de gaz de $\text{Cl}_2/\text{CF}_4/\text{Ar}$ et en e) Couche mince recuite à 650°C après une gravure. On voit la diminution voir même la disparition de certain pics de diffraction du STB lorsque la gravure est utilisée. Ceci implique donc que la structure cristalline du composé a été altérée ce qui conduit directement en un changement dans les propriétés physiques du matériau. De plus, le recuit semble quelque peu améliorer la situation mais, les dommages restent visibles. Image Tirée de [24].

comme les cuprates, sont sensibles à l'impact de la gravure chimique/physique et celles-ci peuvent grandement modifier leurs propriétés physiques. Par exemple, l'acide utilisée par la gravure chimique vient complètement détruire la couche mince supraconductrice, en particulier, aux bordures des dispositifs [25]. En contrepartie, les ions d'argon (Ar) utilisés durant la gravure physique transfèrent une telle énergie à la couche mince que celle-ci chauffe énormément [24]. Puisque les propriétés physiques des cuprates dépendent essentiellement du dopage en oxygène se trouvant dans la structure cristalline du supraconducteur [26] et sachant que l'oxygène est très mobile à haute température [27], il faut absolument éviter de le porter à température trop élevée pour ne pas l'altérer. On peut voir l'effet néfaste de ces gravures à la Figure 4 où la diffraction des rayons-X de plusieurs couches minces de $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ (SBT) avant et après le processus gravure est présenté.

L'objectif de ce projet de recherche est alors d'explorer une nouvelle méthode de fabrication de dispositifs micrométriques qui permettrait de **préserv**er les **propriétés physiques** du supraconducteur. Le cuprates à base de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ a été choisi pour ce projet puisqu'il est étudié depuis plusieurs années dans le domaine [28]. Il sera alors facile de comparer l'état des propriétés physiques obtenues par la nouvelle méthode de fabrication avec ce que l'on retrouve dans la littérature scientifique pour les couches minces de YBCO optimale et même les monocristaux, l'ultime référence. De plus, si la méthode de fabrication explorée porte ces fruits, celle-ci sera utilisée pour concevoir des dispositifs micrométriques utilisant différents supraconducteurs comme le $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ (LSCO) [29], le $\text{Pr}_{2-x}\text{Ce}_x\text{CuO}_4$ (PCCO) [30] et $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ (LSMO) [31]. Ceux-ci appartiennent respectivement à la famille des supraconducteurs dopés aux trous, dopés aux électrons et des manganites. Enfin, si celle-ci fonctionne toujours, l'objectif sera de se tourner vers la conception de dispositifs nanométriques permettant de mesurer et d'observer des effets quantiques, comme l'effet Little-Parks [32] [33] et la résonance magnétique nucléaire en deux dimension (RMN 2D) [34]. De tels projets nécessitent un contrôle absolu du processus de fabrication afin de préserver les propriétés intrinsèques des matériaux ciblés et de permettre une exploration fiable de ces propriétés ou d'exploiter de façon optimale leurs propriétés exotiques dans des dispositifs à potentiel commercial [35].

La méthode explorée est ce qu'on nommera ici : l'Épitaxie Sélective sur Substrat (ESS). Il faut noter ici que nous n'avons rien inventé par rapport à cette méthode.

Celle-ci a déjà été utilisée auparavant pour la conception de dispositifs micrométriques utilisant comme supraconducteur le YBCO et comme composés amorphes le STO/SiO₂ [36]. Cependant, celle-ci n'a pas été utilisée pour la conception de dispositifs micrométriques avec le composé amorphe d'Al₂O₃. Tel qu'illustré à la Figure 5, celle-ci

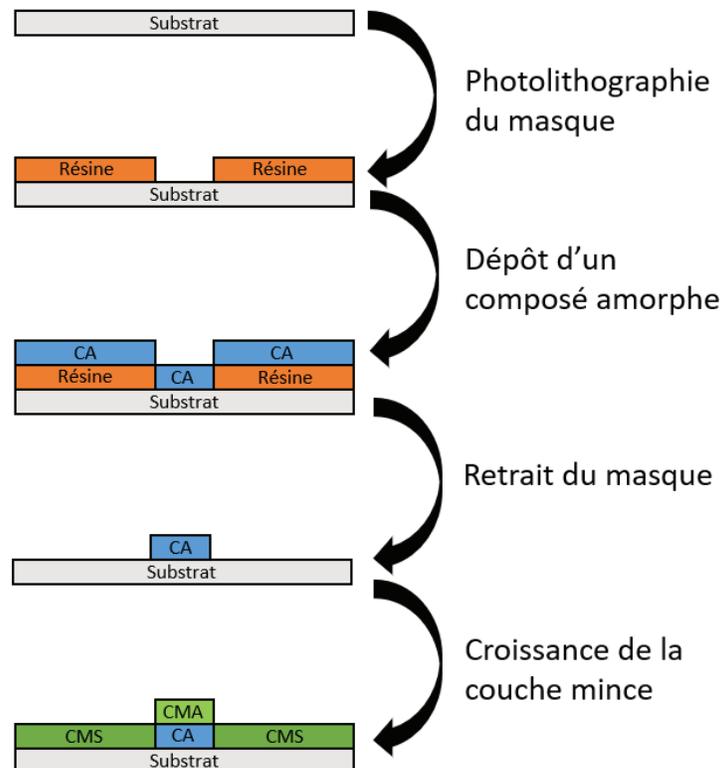


FIGURE 5 – Méthode de l'épithaxie sélective sur substrat (ESS) utilisée pour fabriquer des dispositifs micrométriques. Les différentes étapes sont présentées dans l'ordre suivant : Photolithographie du masque, dépôt d'un composé amorphe (CA), retrait du masque et croissance de la couche mince. Il est possible de remarquer une région verte pâle correspondant à la croissance non-cristalline (CMA) du supraconducteur à la surface du composé amorphe (bleue) et une région verte foncée correspondant à la couche mince épithaxiale (CMS).

se démarque de la méthode par gravure chimique/physique puisque la couche mince supraconductrice est déposée en dernier dans les étapes de fabrication. On s'assure ainsi que les propriétés physiques du matériaux sondées ne seront pas affectées par la méthode de fabrication en elle-même. Concrètement, pour fabriquer des dispositifs micrométriques en utilisant la méthode de l'ESS, il suffit de prendre un substrat

vierge ayant à sa surface une résine photo sensible et lui imprimer, à l'aide de la photolithographie par écriture direct, un masque du composant électronique désiré. Par la suite, on effectue le dépôt d'un composé amorphe par pulvérisation radio-fréquence sur toute la grandeur de l'échantillon laissant uniquement, après le retrait de la résine, le masque amorphe sur la portion du substrat où on veut inhiber la croissance épitaxiale. Finalement, on effectue le dépôt de la couche mince supraconductrice par ablation laser pulsé donnant comme produit final, le dispositif supraconducteur recherché. Pour ce projet, le substrat utilisé pour la conception de dispositifs simples de canaux parallèles et complexes de croix de Hall est le $(\text{LaAlO}_3)_{0.3}(\text{Sr}_2\text{TaAlO}_6)_{0.7}$ [LSAT] (voir la sous-section 2.1.2 du mémoire) et le composé amorphe choisi pour la conception du masque amorphe est bien entendu le Al_2O_3 (voir la sous-section 2.2.2 du mémoire).

Ce présent mémoire sera séparé en quatre (4) chapitres qui seront suivis d'une conclusion et perspectives. Le premier chapitre sera consacré à l'aspect théorique du projet de recherche. En effet, une explication exhaustive du cuprate choisi, des propriétés physiques mesurées et des techniques de caractérisation utilisées sera présentées. Le deuxième chapitre expliquera de fond en comble la méthode expérimentale de l'ESS pour fabriquer les dispositifs micrométriques. Toute l'information pertinente au sujet de la photolithographie par écriture direct, de la pulvérisation radio-fréquence et de l'ablation laser pulsé y sera présentée. Le troisième chapitre mettra en évidence les techniques de diffraction des rayons-X, d'étude de la topologie des surfaces à l'aide d'un microscope à force atomique et de transport électrique afin de caractériser les couches minces supraconductrices de YBCO et du composé amorphe en Al_2O_3 . Enfin, le quatrième chapitre présentera et analysera les résultats importants obtenus de cristallographie, de surface, de résistivité, d'effet Hall et de densité de courant critique des dispositifs fabriqués. Finalement, ces résultats seront comparés avec ce que l'on retrouve dans la littérature afin de porter un jugement final sur la méthode de l'ESS.

Chapitre 1

Théorie

Ce chapitre a pour but d'introduire les connaissances nécessaires à la compréhension du projet de recherche. Il y aura en premier lieu, une description du supraconducteur $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) qui a été utilisé pour confectionner les dispositifs microscopiques. En second lieu, un survol sur les concepts de base des propriétés électriques des matériaux sera présenté. Enfin, des notions permettant de comprendre la diffraction des rayons-X seront expliquées car cette technique a été utilisée pour caractériser la structure cristalline des couches supraconductrices.

1.1 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Le YBCO est une céramique supraconductrice à haute température critique qui fait partie de la famille des cuprates et qui possède une structure cristalline s'apparentant à la structure pérovskite [37]. Les propriétés physiques de celui-ci dépendent essentiellement du dopage en trous de sa structure cristalline contrôlé par l'ajout ou la diminution d'atomes d'oxygène (O). Afin de comprendre les implications qu'apporte la dépendance en dopage du supraconducteur, il faut se familiariser avec la structure cristalline et le diagramme de phase du YBCO qui seront présentés dans les sous-sections suivantes.

1.1.1 Structure cristalline

La structure cristalline du YBCO est de symétrie orthorhombique et est composée d'un empilement de différentes couches atomiques suivant l'axe c du cristal. Celui-ci est donné par la séquence suivante : CuO-BaO-CuO₂-Y-CuO₂-BaO [38]. L'atome yttrium (Y) de la maille élémentaire se situe entre deux plans cuivre-oxygène (CuO₂). Ces plans sont carrés et possèdent des atomes de cuivre (Cu) à leurs sommets ainsi

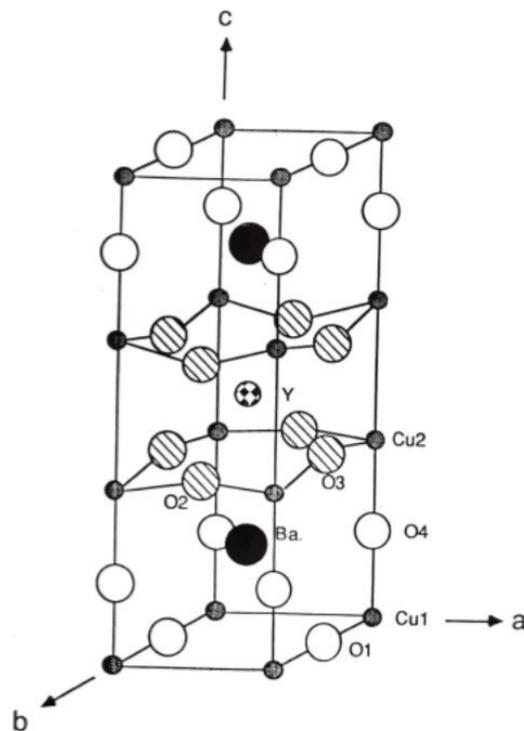


FIGURE 1.1 – Structure cristalline du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ($\delta = 0$). L'atome d'yttrium (Y) est représenté par la petite sphère disco, les atomes d'oxygène (O) par les grosses sphères blanches et blanches hachurées, les atomes de cuivre (Cu) par les petites sphères noires et les atomes de baryum (Ba), par les grosses sphères noires. Les paramètres de maille a , b et c de cette structure orthorhombique sont les suivants : $a = 3.83\text{\AA}$, $b = 3.88\text{\AA}$ et $c = 11.68\text{\AA}$ à dopage optimal ($\delta \approx 0$). Image tirée de [38].

que des atomes d'oxygène (O) à leurs arêtes. Il est possible que ces plans soient un peu déformés comme le montre la Figure 1.1. Ceci s'explique par le fait que le BaO, étant ionique, impose une distance entre les atomes O-O plus courte que la distance optimale des atomes Cu-Cu avec un oxygène entre les deux. Ce lien Cu-O-Cu "veut"

être plus long que ce que les plans BaO impose. Pour contrebalancer cette contrainte interne dans la structure, les liens Cu-O-Cu se déforment légèrement et ne sont plus exactement à 180° . Enfin, des chaînes cuivre-oxygène (CuO) sont parallèles aux plans CuO_2 et des atomes de baryum (Ba) se trouvent entre celles-ci.

Les propriétés physiques et électroniques du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dépendent énormément de la quantité d'oxygène se trouvant dans la structure cristalline. En effet, si l'écart de stoechiométrie est grand ($\delta > 0.65$), la structure cristalline du YBCO sera tétragonale ($a=b \neq c$ et $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$) parce que les chaînes de CuO seront presque vides en oxygène. Il sera alors impossible d'avoir de la supraconductivité puisque dans cette configuration le dopage en trous dans les plans de CuO_2 est faible et le matériau est un isolant [39]. Par contre, pour des valeurs d'écart de stoechiométrie $\delta < 0.65$, il y aura formation de chaînes de CuO suivant l'axe **b** du cristal et un transfert d'une quantité suffisante en trous vers les plans de CuO_2 pour mener à une phase métallique qui devient supraconductrice. La présence des chaînes de CuO va ultimement faire augmenter le paramètre de maille *b* de la structure cristalline qui devient orthorhombique ($a \neq b \neq c$ et $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$) [40]. Lorsque $\delta = 0$, les paramètres de maille *a*, *b* et *c* de la structure orthorhombique du YBCO atteignent respectivement les valeurs de : $a = 3.83$, $b = 3.88$ et $c = 11.68\text{\AA}$. Les variations structurales du YBCO causées par la stoechiométrie en oxygène affectent la température critique atteinte par le supraconducteur (lorsque $\delta < 0.65$). Étant donné que la supraconductivité est originaire des plans de CuO_2 et que T_c dépend directement de la balance de charges entre les plans de CuO_2 et des chaînes de CuO, T_c se voit grandement diminuer lorsque le contenu en oxygène de la structure diminue [41]. En effet, les chaînes de CuO servent de réservoirs de charges dans le système. Lorsque le contenu en oxygène diminue dans les chaînes, ces réservoirs de charges transfèrent des électrons vers les plans de CuO_2 . La balance de charge est alors variée vers la baisse et le résultat se fait ressentir sur T_c .

1.1.2 Diagramme de phase

Le diagramme de phase est un outil visuel permettant d'expliquer le comportement des propriétés physiques d'un matériau, lorsque que la température est variée, pour différentes concentrations de dopage dans la structure cristalline. La Figure 1.2 présente le diagramme de phase du supraconducteur YBCO. Il est possible d'identifier

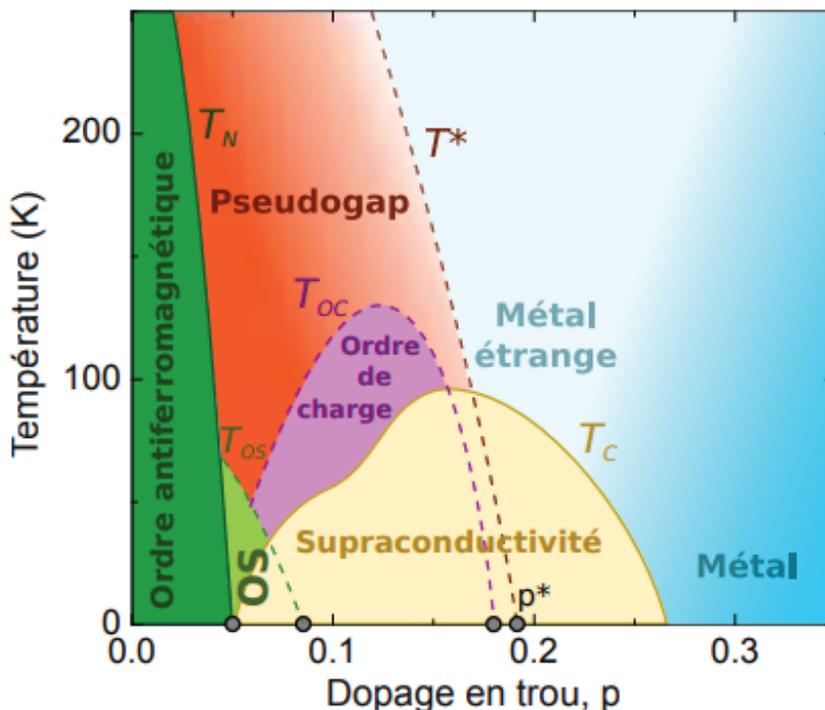


FIGURE 1.2 – Diagramme de phase température-dopage du supraconducteur YBCO. Le dopage "p" est exprimé en nombre de trous par atome de cuivre dans les plans de CuO_2 . Il est possible d'observer les différentes phases suivantes : ordre antiferromagnétique, phase supraconductrice, métallique, métal étrange et pseudogap qui sont respectivement délimitées par T_N , T_c et T^* . De plus, le dopage critique p_c délimitant la phase supraconductrice/métallique et la valeur minimale/maximale du dopage (p_s/p^*) où la température de transition T^* est nulle se retrouvent sur l'abscisse du graphique (point noir). Image tirée de [42].

différentes phases électroniques que peut adopter le matériau lorsque son dopage en trous est varié. En effet, si le dopage dans la structure cristalline est faible ($p < 0.05$), le matériau se trouve dans une phase dite **ordre antiferromagnétique** délimitée par la température de Néel (T_N). Celle-ci est expliquée par la forte interaction répulsive entre les électrons du matériau qui prévient leur mouvement. Ils sont alors forcés à se localiser sur les sites atomiques de cuivre de la structure, plus précisément sur les plans de CuO_2 et celui-ci devient un isolant de Mott [43]. Une interaction de superéchange entre les électrons localisés sur les sites de Cu médié par les atomes d'oxygène des plans est responsable de l'ordre antiferromagnétique. La phase **supraconductrice** est atteinte en augmentant le dopage en trous ($0.05 <$

$p < 0.27$) et est délimitée par la température critique (T_c). Cet état de la matière est caractérisé par la conduction parfaite du courant électrique à résistance nulle et ce, sans perte d'énergie. Il est possible d'observer que la température critique maximale semble se situer à un dopage de ≈ 0.15 et qu'il existe une anomalie dans le dôme supraconducteur ($p = 1/8$) à cause de la compétition entre **l'ordre de charge** et la phase supraconductrice [42]. Pour un dopage élevé ($p > 0.20$), le matériau entre dans une phase **métallique** caractérisée par sa très large surface de Fermi dont le volume peut accueillir $1 + p$ trous par atome de cuivre [44]. Au-delà de $p > 0.29$, la surface de Fermi se transforme pour devenir une grande pochette d'électrons centrée sur le centre de la première zone de Brillouin. Il faut noter ici qu'on réfère dans la littérature le régime faiblement dopé lorsque $p < 0.05$, sous-dopé lorsque $0.05 < p < 0.15$, optimal pour $p = 0.15$ et sur-dopé lorsque $p > 0.15$. De plus, deux événements arrivent en même temps lorsque le dopage est à sa valeur critique ($p_c = 0.27$). Le premier étant l'apparition

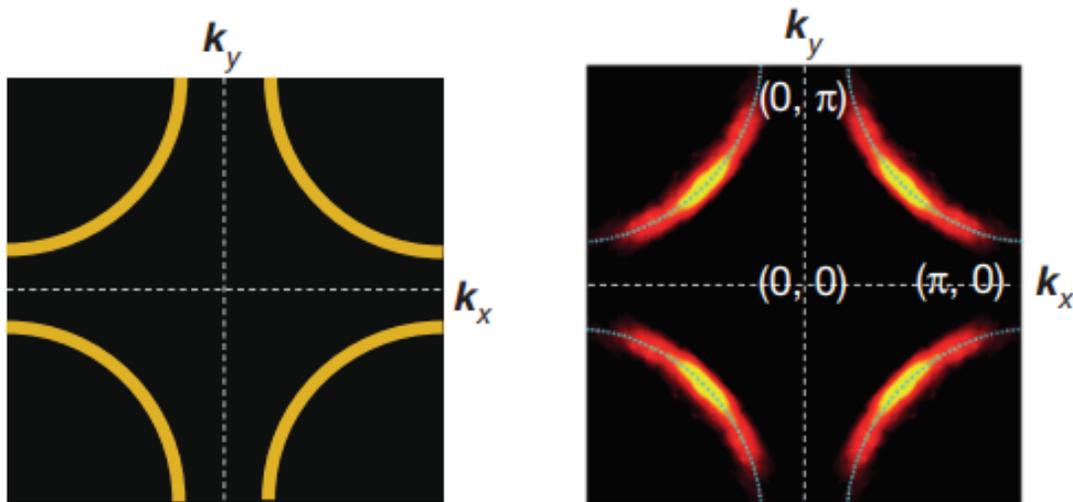


FIGURE 1.3 – Surfaces de Fermi dans un régime sur-dopé et au pseudogap. À gauche se trouve la large surface de Fermi prédite par la théorie des bandes pour un liquide de Fermi typiquement observée pour les matériaux sur-dopés tandis qu'à droite, des arcs de Fermi montrant l'ouverture d'un gap dans la phase pseudogap près des points $(0, \pi)$, $(\pi, 0)$, $(0, -\pi)$ et $(-\pi, 0)$ révélé par des mesures d'ARPES (Angle-Resolved PhotoEmission Spectroscopy) et de STS (Scanning Tunneling Spectroscopy). Il est possible de voir avec l'image de droite qu'il y aura beaucoup moins d'états accessibles au système modifiant ainsi les propriétés physiques du matériau. Image tirée de [45].

de la supraconductivité et le deuxième, l'abandon du comportement en "liquide de Fermi" de la résistivité. Il existe une dernière région à discuter dans le diagramme de phase des cuprates et celle-ci se trouve au-dessus du dôme supraconducteur à dopage optimal. Les matériaux de cette région sont appelés "**métaux étranges**" et ils sont caractérisés par une dépendance linéaire de leur résistivité en fonction de la température ($T > T_c$) [46]. Du côté sous-dopé par rapport à cette région et en-dessous de la température T^* se trouve une phase dite **pseudogap**. Celle-ci est le résultat de l'ouverture partielle d'un gap au niveau de Fermi comme le montre la Figure 1.3 et implique qu'une certaine quantité d'états ne sera pas accessible pour une température donnée [45]. Cette suppression d'états à la surface de Fermi va donc modifier significativement les propriétés physiques du matériau. Il faut souligner que la température de transition T^* peut avoir une valeur nulle à un certain dopage p^* ($p \approx 0.19$). Cet endroit est souvent appelé un point critique quantique dont le changement de phase est engendré par les fluctuations quantiques associés au principe d'incertitude d'Heisenberg [47].

1.2 Propriétés de transport électrique

Dans cette section, les concepts théoriques fondamentaux pour comprendre et analyser les mesures de transport électrique effectuées sur les échantillons seront présentés. En effet, la résistivité, l'effet Hall, l'angle de Hall et le courant critique seront survolés de façon plus ou moins exhaustive. De plus, leurs dépendances en température et en présence d'un champ magnétique telles qu'observées dans YBCO seront présentées. Ceci permettra d'établir une bonne base de comparaison avec les échantillons que nous préparerons par la méthode de l'ESS.

1.2.1 Résistivité vs Température

Les mesures de résistivité en fonction de la température sont inévitables lorsqu'il s'agit de caractériser les matériaux supraconducteurs. La mesure est simple et la température critique est facilement identifiable. Cependant, les courbes de résistivité en elles-mêmes donnent beaucoup d'information sur la qualité du matériau sondé. En effet, la dépendance en température de la résistivité et sa valeur absolue lorsque $T > T_c$ sont des bons premiers indicateurs sur le niveau de dopage du matériaux [48].

La Figure 1.4 montre des courbes de résistivité en fonction de la température pour des couches minces de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ à différents dopages. L'allure des courbes obtenues

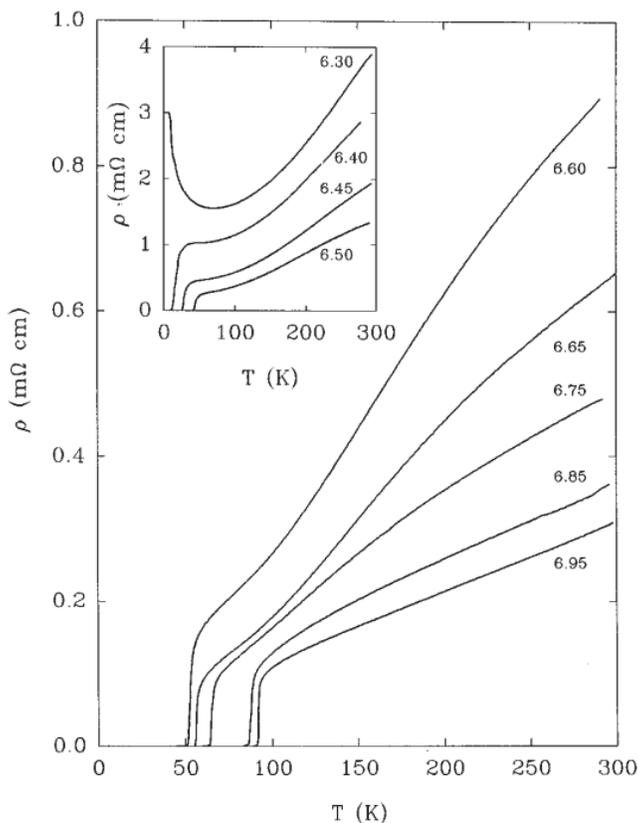


FIGURE 1.4 – Résistivité en fonction de la température pour différents dopages en oxygène dans les couches minces de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$. Les dopages utilisés pour la première figure (plus grosse) sont $x = 6.95, 6.85, 6.75, 6.65$ et 6.60 tandis que pour la deuxième (plus petite), $x = 6.50, 6.45, 6.40$ et 6.30 . Image tirée de [48].

est très variée, mais peut être expliquée grâce au diagramme de phase du YBCO de la Figure 1.2 présenté à la sous-section 1.1.2 de la théorie. Lorsque $x = 6.30$, le matériau se trouve dans une phase d'ordre antiferromagnétique et possède une structure tétragonale. Il ne peut donc pas être un supraconducteur et celui-ci va atteindre une résistivité ρ_0 fixe à $T = 0\text{K}$ qui dépendra en particulier de la densité de défauts et d'impuretés se trouvant dans sa structure cristalline [49]. Pour un dopage $x = 6.95$, la résistivité suit un comportement linéaire avec la température puisque le matériau se trouve dans la phase "métal étrange" se situant tout juste en haut du point maximal du dôme supraconducteur. Autrement dit, celui-ci est à son dopage

optimal. Il faut mentionner ici qu'il est possible de montrer que la résistivité approche la limite planckienne ($\frac{1}{\tau} = \frac{k_B T}{\hbar}$) en utilisant la pente linéaire $\rho(T)$ [50]. Pour un dopage $6.30 < x < 6.95$, la résistivité perd son comportement linéaire avec la température et montre des points d'inflexion à des températures qui varient avec le dopage. Ce comportement est expliqué en particulier par l'apparition de la phase pseudogap qui, comme expliqué dans la sous-section précédente, contient moins d'états accessibles pour la diffusion des porteurs de charges sur la surface de Fermi.

Il y a un phénomène de plus à considérer pour expliquer la déviation du régime linéaire en température de la résistivité et celui-ci est la **paraconductivité** qui se produit à des températures très rapprochées de la température de transition supraconductrice ($T \approx T_c$) comme le montre la Figure 1.5. La paraconductivité résulte

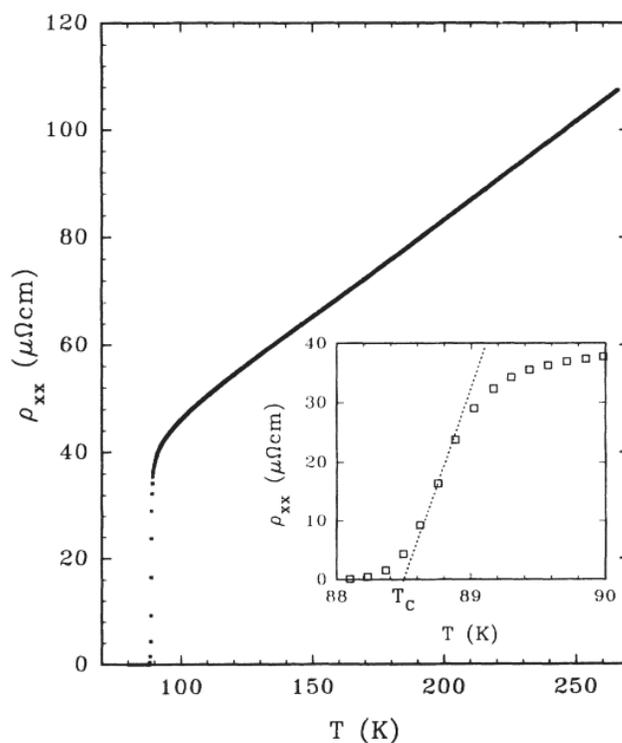


FIGURE 1.5 – Transition supraconductrice d'une couche mince de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. On remarque qu'à $T \approx T_c$, la résistivité en fonction de la température perd son comportement linéaire pour s'arrondir avant de devenir nulle lorsque $T < T_c$. Ceci est la signature de la paraconductivité. De plus, l'encart montre la méthode utilisée par les auteurs de l'article pour évaluer la température critique de la couche de YBCO. Image tirée de [51].

des fluctuations supraconductrices près de la température critique [51]. Ces fluctuations correspondent, au dessus de T_c , à l'apparition transitoire de petits volumes supraconducteurs dans la matrice normale. Ces petits volumes possèdent une taille de l'ordre de la longueur de cohérence ξ et perdurent sur un temps caractéristique τ . ξ et τ divergent à l'approche de T_c de sorte que les fluctuations génèrent des volumes supraconducteurs croissants et de plus grande durée. Dans les supraconducteurs conventionnels, la zone en température où ces fluctuations apparaissent est extrêmement petite près de T_c . Ceci implique que les fluctuations supraconductrices n'apportent qu'une petite correction à la résistivité du matériau virtuellement invisible expérimentalement. Cependant, la contribution des fluctuations supraconductrices est beaucoup plus importante pour les HTSC à cause de leur structure en couches composée de plans cuivre-oxygène. Celle-ci crée alors une grande anisotropie dans la structure générant ainsi une longueur de cohérence extrêmement petite entre les plans [52]. Les fluctuations supraconductrices sont alors plus importantes et se produisent sur un large intervalle en température près de T_c . La correction sur la résistivité du matériau est alors beaucoup plus marquante. Les données présentées

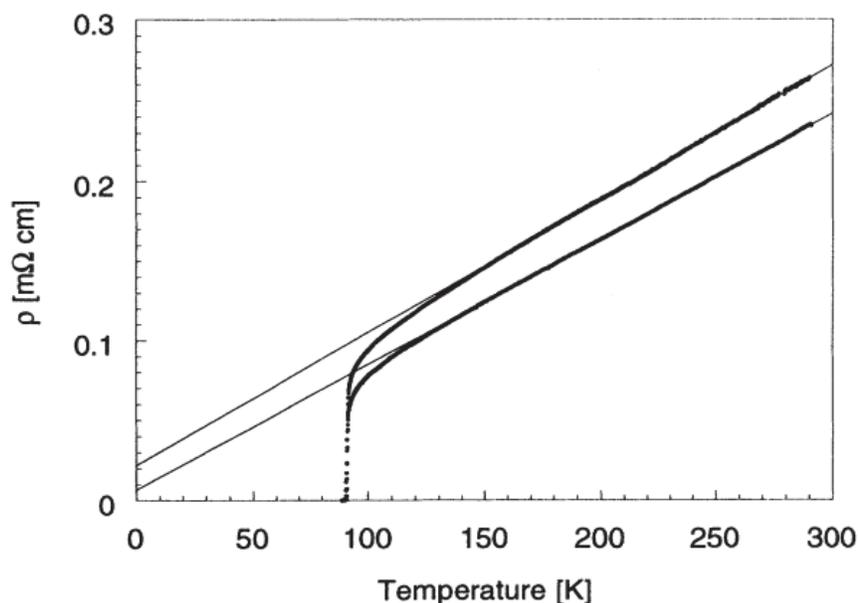


FIGURE 1.6 – Exemple illustrant la paraconductivité de couches minces de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.9}$. Pour calculer l'excès de conductivité, les auteurs de l'article ont soustrait les données expérimentales aux points extrapolés par la régression linéaire. Image tirée de [52].

à la Figure 1.6 (et à la Figure 1.5) sont des bons exemples de résultats obtenus avec des couches minces de YBCO. On note la dépendance linéaire en température qui extrapole vers une valeur non-nulle à $T = 0$, ρ_0 . Il faut se rappeler que la valeur de ρ_0 est très sensible au nombre de défauts et d'impuretés dans la structure cristalline [53]. La valeur de celle-ci se voit alors augmenter rapidement lorsque le matériau est de mauvaise qualité ($\rho_0 \approx 0$ pour des matériaux de très bonne qualité). Cette valeur donne un indicateur de qualité auquel nous nous référerons lors de l'étude des dispositifs de YBCO définis par la méthode de l'ESS.

1.2.2 Résistivité vs Champ magnétique

Il existe deux types de supraconducteurs ; Type I et Type II, comme le montre la Figure 1.7, définissant des comportements différents en présence d'un champ magnétique externe [54]. Les supraconducteurs de Type I sont caractérisés par l'état Meissner ($T < T_c$ & $H < H_c$) et l'état normal ($T > T_c$ ou $H > H_c$). Lorsqu'un matériau se trouve dans l'état Meissner, celui-ci repousse tout champ magnétique externe qui tente de le pénétrer à cause des courants d'écrantage circulant à sa surface. Ces courants vont générer un champ magnétique "interne" qui va compenser exactement le champ magnétique externe. En fait, le champ magnétique externe va réussir à pénétrer le supraconducteur, mais sur une distance caractéristique très petite appelée longueur de pénétration (λ). Il existe une deuxième distance caractérisant la supraconductivité

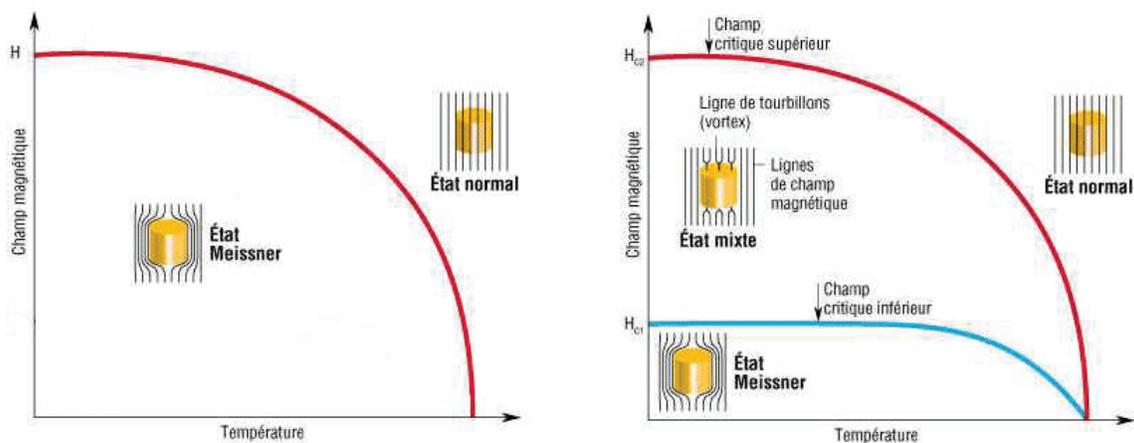


FIGURE 1.7 – Supraconducteurs de Type I et de Type II. Les supraconducteurs de Type I possèdent un état Meissner et un état normal tandis que les supraconducteurs de Type II, un état Meissner, un état mixte et un état normal. Image tirée de [55].

des matériaux et celle-ci est la longueur de cohérence (ξ). Cette quantité nous donne la distance la plus courte sur laquelle peut varier la fonction d'onde supraconductrice. Si on tente de la faire varier sur des distances plus courtes, les paires d'électrons ne persistent pas. Cette distance est souvent associée à la taille sur laquelle s'étendent les paires de Cooper (paires d'électrons) qui sont responsables de la conduction sans perte d'énergie du matériau lorsque $T < T_c$. Les supraconducteurs de Type I sont obtenus lorsque $\xi > \lambda$. Il existe aussi le cas de figure inverse où $\xi < \lambda$, menant aux supraconducteurs de Type II.

Les supraconducteurs de Type II, comme les cuprates, sont caractérisés par un état Meissner ($T < T_c$ & $H < H_{c1}$), un état mixte ($T < T_c$ & $H_{c1} < H < H_{c2}$) et un état normal ($T > T_c$ ou $H > H_{c2}$). Ceux-ci quittent généralement l'état Meissner plus rapidement

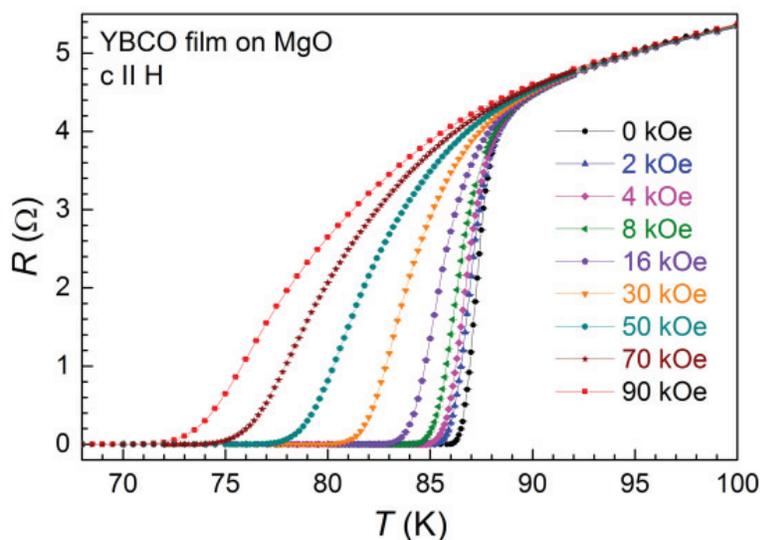


FIGURE 1.8 – Résistance en fonction de la température pour différents champs magnétiques externes appliqués perpendiculairement à une couche mince de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ déposée sur un substrat de MgO. Le champ magnétique externe H a été varié de 0 à 90 kOe. On remarque bien l'élargissement de la transition supraconductrice et la diminution de la température de résistance nulle lorsque H augmente. Image tirée de [56].

(à plus faible champ magnétique) que les supraconducteurs de Type I, mais doivent être soumis à de gigantesques champs magnétiques pour retourner à l'état normal. Ce qui les différencie des Type I est l'apparition d'un état mixte. Dans cet état, il y a

la création de zones normales dans le matériau qui permettent au champ magnétique externe de le pénétrer sans pour autant détruire la supraconductivité (des paires persistent). Dans ces zones, il y a la formation de tourbillons de courant qu'on appelle dans la littérature des vortex. Ces vortex sont piégés par des défauts et des impuretés. Malgré la présence d'un courant qui applique une force sur chacun des vortex, les pièges freinent complètement leur déplacement jusqu'à l'atteinte d'un courant seuil, le courant critique. Le mouvement des vortex engendre un champ électrique dans un supraconducteur malgré la présence de paires [56]. Pour les supraconducteurs à haute température critique comme le $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, la grande anisotropie et la faible longueur de cohérence suivant la direction \mathbf{c} ajoute une transition dans l'état mixte entre un solide de vortex facile à piéger pour les défauts et impuretés, et un liquide de vortex libérant ceux-ci de l'influence des pièges. En augmentant graduellement le champ magnétique à une température fixe, on commence par traverser la phase de Meissner à faible champ pour ensuite entrer dans la phase mixte d'un solide de vortex piégés et pour finalement se rendre dans une phase de liquide de vortex. Dans cette phase, les vortex se déplacent, peu importe le courant appliqué. Il y aura alors l'apparition d'une différence de potentiel et donc, d'une résistance. La Figure 1.8 montre l'impact du champ magnétique lors d'une mesure de résistance en fonction de la température. L'apparition d'une résistance non-nulle (même si $H < H_{c2}$) entraîne l'élargissement de la transition supraconductrice.

1.2.3 Effet Hall & Angle de Hall

L'effet Hall se produit lorsqu'un conducteur (ou semiconducteur), alimenté par un courant électrique, est soumis à un champ magnétique [57]. Afin d'expliquer physiquement et mathématiquement ce phénomène, prenons le conducteur présenté à la Figure 1.9 qui possède une longueur l , une largeur w et une épaisseur t . Appliquons maintenant un courant électrique suivant la direction $\hat{\mathbf{x}}$ et un champ magnétique suivant la direction $\hat{\mathbf{z}}$. Les électrons circulant dans le conducteur sont soumis à la force de Lorentz :

$$\mathbf{F} = -e(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad (1.1)$$

où \mathbf{E} est le champ électrique, \mathbf{v} est la vitesse des électrons et \mathbf{B} est le champ magnétique externe. Étant donné que les conditions initiales du système sont $\mathbf{E} = (E_x, 0, 0)$,

$\mathbf{v} = (v_x, 0, 0)$ et $\mathbf{B} = (0, 0, B_z)$, il est possible de déterminer avec la formule (1.1) que :

$$F_x = -eE_x$$

$$F_y = ev_x B_z$$

On trouve alors que les électrons, en présence d'un champ magnétique, acquièrent une nouvelle composante en force suivant $\hat{\mathbf{y}}$. Cette force va modifier le mouvement des électrons courbant au passage leur trajectoire. Les conditions frontières imposent qu'il n'y a pas de courant suivant la direction $\hat{\mathbf{y}}$ malgré la force en $\hat{\mathbf{y}}$. Cette condition sera respectée s'il y a un champ électrique additionnel \mathbf{E}_H dans la direction $\hat{\mathbf{y}}$. Ce champ électrique va en fait engendrer une force orientée selon $-\hat{\mathbf{y}}$ qui contrebalancera exactement la force de Lorentz. Les deux forces s'équilibrent parfaitement et donnent :

$$-eE_H = ev_x B_z$$

Puisque que la tension de Hall et le courant électrique circulant dans le conducteur

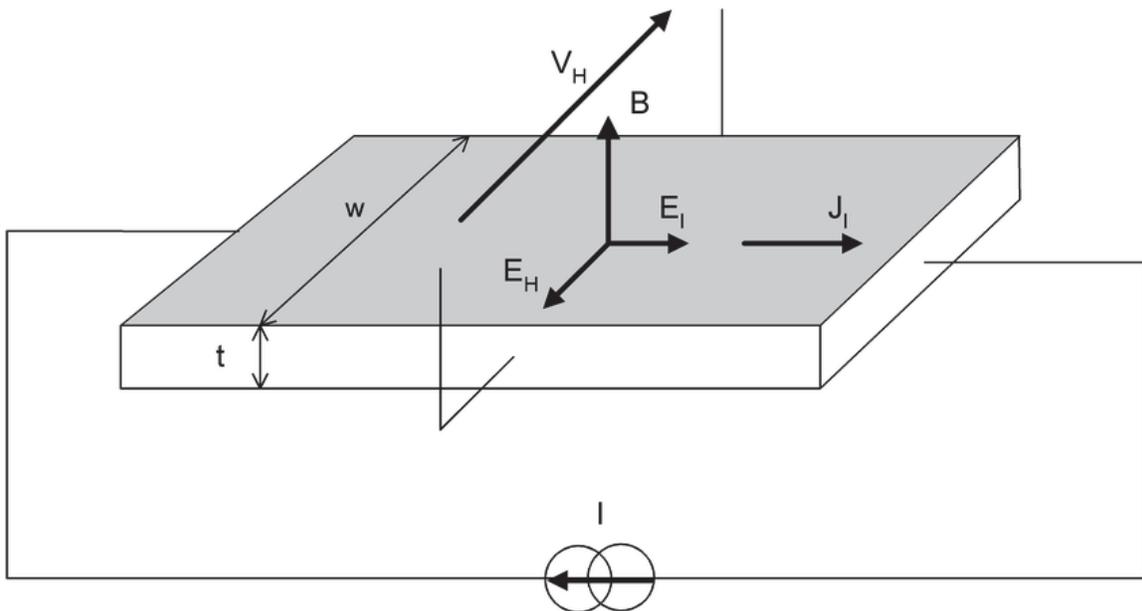


FIGURE 1.9 – Schéma de l'effet Hall classique. La tension de Hall V_H , ou tension transverse, apparaît lorsque les électrons suivant la densité de courant J_x interagissent avec le champ magnétique B_z appliqué perpendiculairement à la surface d'un conducteur. Les dimensions de celui-ci sont : longueur l , largeur w et épaisseur t . Image tirée de [58].

sont donnés respectivement par $V_H = E_H w$ et $\frac{I_x}{wt} = nev_x$, on trouve que :

$$V_H = \frac{-I_x B_z}{nte}$$

où n est la densité d'électrons. En comparant la formule obtenue avec la loi d'ohm ($V = RI$), il est possible de définir la **résistance de Hall** comme étant :

$$r_H = \frac{-B}{nte}$$

Cependant, dans la littérature, lorsqu'on parle d'effet Hall, on fait plus souvent référence au **coefficient de Hall** (R_H) qu'à la résistance de Hall. Cette quantité peut être déterminée en utilisant l'équation suivante :

$$\mathbf{E}_H = R_H(\mathbf{J} \times \mathbf{B}) \quad (1.2)$$

où \mathbf{J} est la densité de courant. Sachant que $\mathbf{J} = (J_x, 0, 0)$, on trouve que le coefficient de Hall vaut :

$$R_H = \frac{-1}{ne} \quad (1.3)$$

Le coefficient de Hall est très important pour caractériser les matériaux conducteurs puisqu'il nous informe directement sur la densité des porteurs ainsi que le signe de leurs charges [59]. Pour un métal, la densité et donc, le coefficient de Hall sont indépendants de la température. Pour les semiconducteurs, la densité est plutôt une forte fonction exponentielle de la température : le coefficient de Hall montre donc une forte dépendance avec la température. Comme le montre la Figure 1.10, le coefficient de Hall du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dépend de la température. Selon cette observation, le YBCO s'éloigne du comportement attendu d'un métal. Sa densité de porteurs diminue lorsque la température diminue, ce qui augmente le coefficient de Hall avec une dépendance s'approchant de $R_H \sim \frac{1}{T}$. Ceci est en partie expliqué par la phase pseudogap qui réduit le nombre d'états au niveau de Fermi comme expliqué brièvement dans la sous-section 1.1.2. Lorsque le conducteur entre dans la phase supraconductrice, le coefficient de Hall tombe à une valeur nulle puisque la conduction se fait via les paires de Cooper

(courant non-dissipatif). Il faut mentionner aussi que les courbes de coefficient de Hall en fonction de la température sont très utiles pour déterminer le dopage du matériau. Plus les valeurs du coefficient de Hall sont élevées et plus le dopage en trous dans

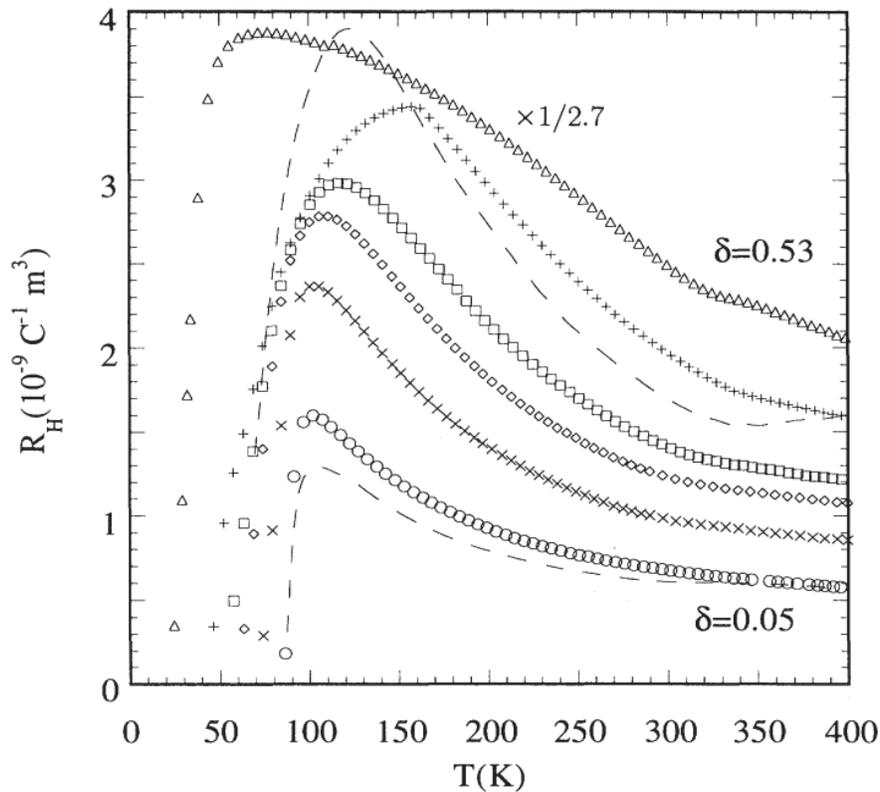


FIGURE 1.10 – Effet Hall dans le plan a-b d'échantillons d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ en fonction de la température. Le champ magnétique de 7T est appliqué perpendiculairement à la surface des échantillons. Le dopage des différentes couches minces est respectivement de $\delta = 0.05$ à 0.53 (points) et le dopage des monocristaux de $\delta = 0$ et 0.4 (lignes pointillées). Image tirée de [59].

la structure cristalline est faible. En comparant nos mesures d'effet Hall obtenues à l'aide de nos dispositifs de croix de Hall produit par la méthode de l'ESS et des données telles que celles présentées à la Figure 1.10, nous pourrions mieux évaluer la qualité du procédé.

Avec toute cette information, il est possible de définir une dernière quantité qui servira à comparer davantage les couches de YBCO : il s'agit de l'**angle de Hall**. Comme le montre la Figure 1.11, cet angle est défini entre la direction du champ

électrique total, somme du champ électrique longitudinal E_x et du champ de Hall E_H , et la direction du courant circulant dans le matériau. En utilisant les principes de trigonométrie, on trouve que :

$$\tan(\theta_H) = \frac{E_H}{E_x}$$

On peut réécrire l'équation suivante en fonction du coefficient de Hall à l'aide de

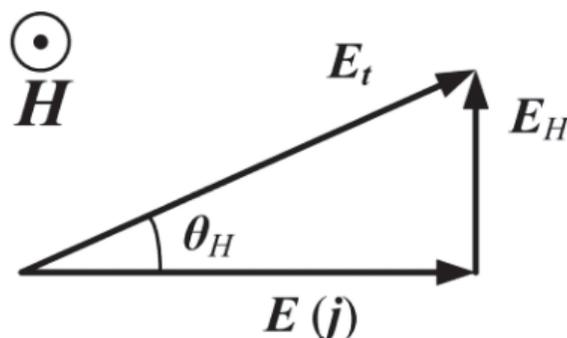


FIGURE 1.11 – Schéma de l'angle de Hall. La composante en champ électrique E_x (J) s'additionne avec la composante du champ électrique de Hall E_H pour créer un champ électrique total E_t . Image tirée de [60].

l'équation (1.2) trouvée précédemment. On obtient alors que :

$$\tan(\theta_H) = \frac{R_H B}{\rho_{xx}}$$

où ρ_{xx} est la résistivité mesurée sur la longueur l du conducteur. Puisque le coefficient de Hall et la résistivité dépendent de la température, il est évident que l'angle de Hall dépendra lui aussi de la température. Pour un métal avec $R_H = \frac{-1}{ne}$ et $\rho_{xx} = \frac{m^*}{ne^2\tau}$, on obtient :

$$\tan\theta_H = \frac{e\tau B}{m^*} = \omega_c \tau$$

où $\omega_c = \frac{eB}{m^*}$. La dépendance en température de l'angle de Hall est uniquement déterminée par celle de τ . En fait, dans le cas du YBCO, $\tan(\theta_H(T)) \sim \frac{1}{T^2}$ car $R_H(T) \sim \frac{1}{T}$ et

$\rho_{xx}(T) \sim T$. Dans la littérature, il est plus commun de travailler avec :

$$\cot(\theta_H) = \frac{\rho_{xx}}{R_H B} \quad (1.4)$$

puisque'ainsi, $\cot(\theta_H(T)) \sim T^2$. Il est possible de trouver à la Figure 1.12 des résultats

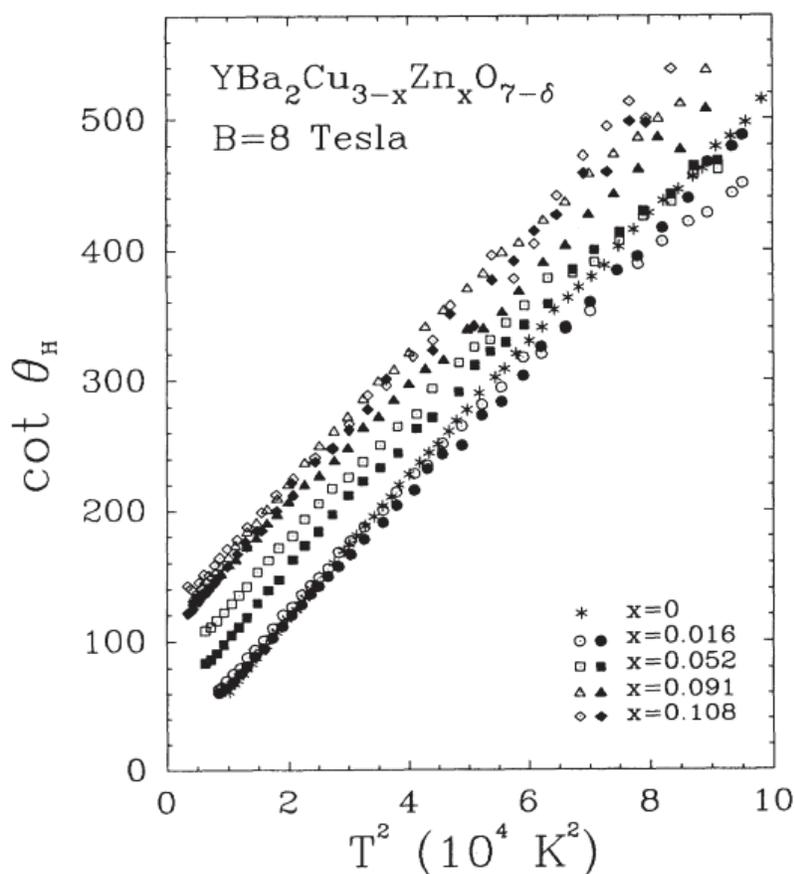


FIGURE 1.12 – Angle de Hall en fonction de la température pour différents monocristaux d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_{7-\delta}$. Les cristaux ont été soumis à un champ magnétique de 8T et les différents dopages en Zn utilisés étaient : $x = 0, 0.016, 0.052, 0.091, 0.108$. Les auteurs de l'article ont déterminé un taux de variation $\alpha = 5.11\text{E-}3 \text{ T}^{-2}$ qui est semblable pour toutes les courbes en utilisant un fit du genre : $\cot(\theta_H) = \alpha T^2 + \beta x$. Image tirée de [61].

obtenus pour l'angle de Hall en fonction de la température pour des monocristaux de YBCO dopés en Zinc (Zn). On voit que les courbes sont linéaires en T^2 et possèdent toutes une pente semblable [61]. Cependant, le dopage en Zn augmente les valeurs de

résistivité des cristaux, surtout ρ_0 , ce qui fait augmenter les valeurs de la cotangente de l'angle de Hall. Autrement dit, l'ordonnée à l'origine de l'angle de Hall augmente lorsque le dopage en Zn augmente (de même pour la valeur de ρ_0). Il faut noter qu'il est possible de voir certains matériaux ayant des problèmes dans la linéarité de l'angle de Hall en fonction de la température. Ceci peut-être expliqué par le fait que $R_H(T)$ et $\rho_{xx}(T)$ ne varient pas parfaitement en $\frac{1}{T}$ et en T [62]. Il y aura alors des contributions supplémentaires à la dépendance en température qui, ultimement, vont faire perdre le caractère linéaire en T^2 de la cotangente de l'angle de Hall.

1.2.4 Densité de courant critique vs Température

La densité de courant critique (J_C) correspond à la valeur maximale que peut supporter un supraconducteur avant qu'il perde sa résistance nulle. Autrement dit, celui-ci se voit acquérir une résistance non-nulle lorsque $J \geq J_c$ et ce, même si $T < T_c$ [63]. Comme le montre la Figure 1.13, la tension mesurée sur un fil supraconducteur

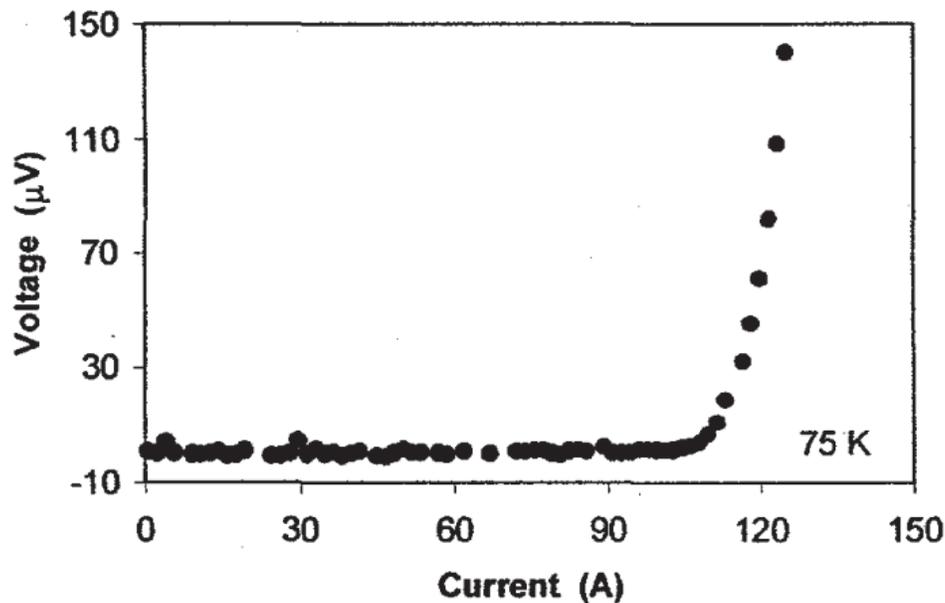


FIGURE 1.13 – Courbe I-V d'un fil supraconducteur à base de YBCO. Les dimensions du fil sont de : longueur = 97cm, largeur = 1cm et épaisseur = $1.4\mu\text{m}$. La courbe I-V a été prise à une température de 75K et le critère utilisé pour déterminer la valeur du courant critique (122A) a été de $1\mu\text{V}/\text{cm}$ ($97\mu\text{V}$). Les auteurs de l'article n'ont malheureusement pas mentionné la température critique du YBCO. Image tirée de [64].

de YBCO possédant des dimensions de : longueur = 97cm, largeur = 1cm et épaisseur = $1.4\mu\text{m}$ est nulle lorsque $I < I_c$ et augmente très rapidement lorsque $I \geq I_c$. On

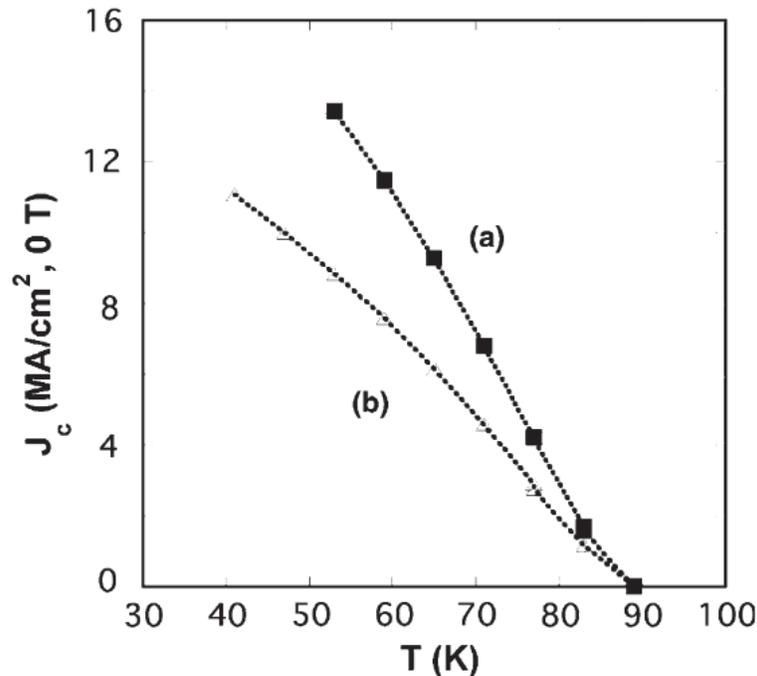


FIGURE 1.14 – Densité de courant critique en fonction de la température pour des couches minces d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. L'épaisseur des deux couches est de 100nm et elles ont été déposées sur des substrat de SrTiO_3 (STO). Le dopage δ des couches était optimal et leurs températures critiques s'approchent de $\approx 90\text{K}$. La courbe a) représente une couche mince possédant des îlots de Y_2O_3 tandis que la courbe b), une couche mince sans les îlots de Y_2O_3 . La valeur de J_c à 77K a augmentée de 2.8 à 4.2 MA/cm^2 après l'ajout des îlots de Y_2O_3 (augmentation de 150%). Les auteurs de l'article n'ont malheureusement pas mentionner la valeur expérimentale de l'exposant α du modèle empirique de l'équation (1.5). Image tirée de [65].

remarque la grandeur extrême du courant critique de cet exemple qui atteint la valeur de 122A pour une température de 75K. Dans le cas des supraconducteurs de Type I tel que le plomb (Pb), l'aluminium (Al) ou le niobium (Nb), la densité de courant critique correspond à la valeur seuil pour laquelle l'énergie cinétique des paires de Cooper dépasse leur énergie de liaison, c'est-à-dire 2Δ (Δ étant le gap supraconducteur). Dans une telle situation, les paires sont instables : la densité de courant, j_d , correspond à une limite de l'appariement parfois appelé "dépairage" [64]. Dans les supraconducteurs de Type II, la situation est beaucoup plus complexe

puisqu'elle fait intervenir la contribution du mouvement des vortex. Par exemple, la densité de courant critique dans les supraconducteurs à haute température critique près de la transition est affectée par la présence de fortes fluctuations. Dans ce régime où des régions normales sous formes de paires vortex/antivortex transitoires apparaissent et disparaissent dans le temps, l'application d'un grand courant uniforme peut scinder la paire vortex/antivortex. Les vortex et antivortex se déplacent, sous l'influence de la force de Lorentz, dans des directions opposées. Le courant seuil pour séparer la paire définira ainsi la densité de courant critique. À plus basse température, le piégeage des vortex peut aussi contribuer à définir la densité de courant critique. La dépendance en température résultante, comme le montre la Figure 1.14, suit le modèle empirique suivant près de T_c :

$$J_c(T) = J_{T_0} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^\alpha \quad (1.5)$$

où J_{T_0} est un préfacteur dépendant des paramètres du matériau contrôlant habituellement la force des pièges et α , l'exposant du modèle qui est habituellement très près de $\alpha \approx 3/2$ pour les supraconducteurs à base de cuprates [65]. Dans la Figure 1.14, la grandeur de J_{T_0} a été modifiée en changeant le type de défauts piégeant les vortex (et les antivortex). Pour nos échantillons obtenus à l'aide de l'ESS, nous comparerons les valeurs de J_c obtenues avec, par exemple, les données expérimentales de la Figure 1.14, ainsi que les valeurs de J_{T_0} et de α .

1.2.5 Densité de courant critique vs Champ magnétique

La densité de courant critique possède aussi une dépendance en fonction du champ magnétique, pour une température fixe sous T_c , et celle-ci peut être bien exprimée par le modèle empirique de Kim qui s'écrit comme :

$$J_c(H) = J_{B_0} \left(1 + \frac{H}{H_0}\right)^{-\alpha} \quad (1.6)$$

où J_{B_0} la densité de courant critique à champ magnétique externe nul, H_0 est un paramètre souvent relié à la force des pièges des vortex (plus H_0 est grand, plus les pièges sont forts) et α , est l'exposant du modèle de Kim [66]. Physiquement, comme expliqué dans la sous-section 1.2.2, l'application d'un champ magnétique externe sur un supraconducteur de Type II comme le YBCO, crée des vortex. Lorsqu'on applique

un courant électrique sur le matériau, ces vortex vont subir la force de Lorentz et vont se déplacer dans le matériau. Tout comme les paires de vortex et d'anti-vortex

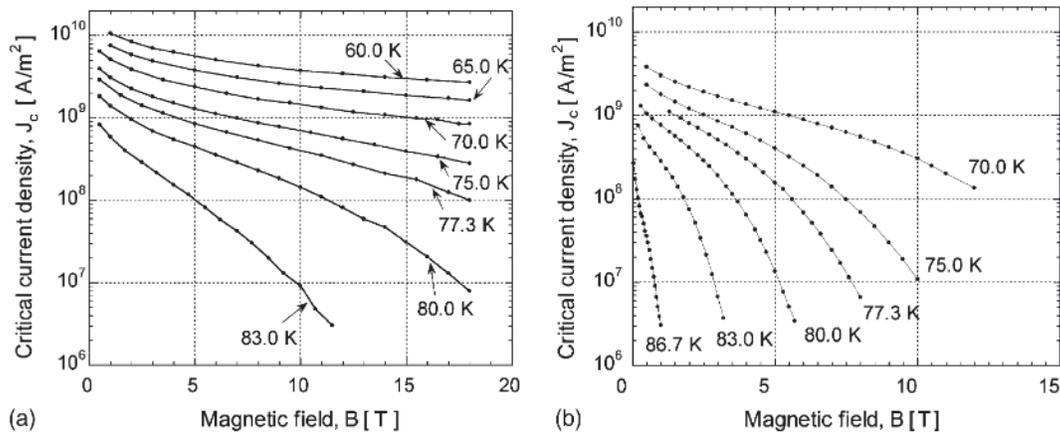


FIGURE 1.15 – Densité de courant critique pour un conducteur enduit d'YBCO en fonction du champ magnétique externe. La température critique de l'échantillon n'a pas été mentionnée par les auteurs de l'article, mais selon les résultats $T_c \approx 90\text{K}$. Le graphique a) montre les résultats de densité de courant critique pour un champ magnétique externe appliqué parallèlement à l'axe c du matériau et le graphique b), perpendiculairement à l'axe c . Image tirée de [67].

créées par les fluctuations supraconductrices, ces vortex vont être piégés par les défauts et les impuretés. Cependant, la "capacité" de piégeage du matériau est déterminée essentiellement par le nombre et le type de défauts/impuretés se trouvant dans le volume [67]. En augmentant le champ magnétique externe, on augmente la densité de vortex. Cette augmentation de densité diminue graduellement l'efficacité des pièges, de là, la diminution graduelle de la densité de courant critique avec le champ croissant décrite par l'équation (1.6). En résumé, comme le montre la Figure 1.15 où on présente la densité de courant critique d'un conducteur enduit d'YBCO, la densité de courant critique diminue lorsqu'on augmente le champ magnétique externe. Il est important de souligner que la forme des courbes pour un champ magnétique externe appliqué parallèlement et perpendiculairement à l'axe c de l'échantillon sont totalement différentes. De plus, la densité de courant critique chute drastiquement lorsque $T \rightarrow T_c$.

1.3 Cristallographie aux rayons-X

Tout comme la section précédente, cette section présente les notions théoriques nécessaires à la compréhension de la cristallographie effectuée à l'aide de la diffraction des rayons-X. Afin d'avoir une vue d'ensemble sur le problème, la théorie de la diffusion, le réseau de Bravais et le peigne de Dirac seront expliqués. De plus, l'enveloppe du peigne de Dirac sera présentée permettant ainsi d'avoir une description fidèle à la réalité. Cette section est grandement inspirée de la thèse de doctorat Maxime Dion [68].

1.3.1 Théorie de la diffusion

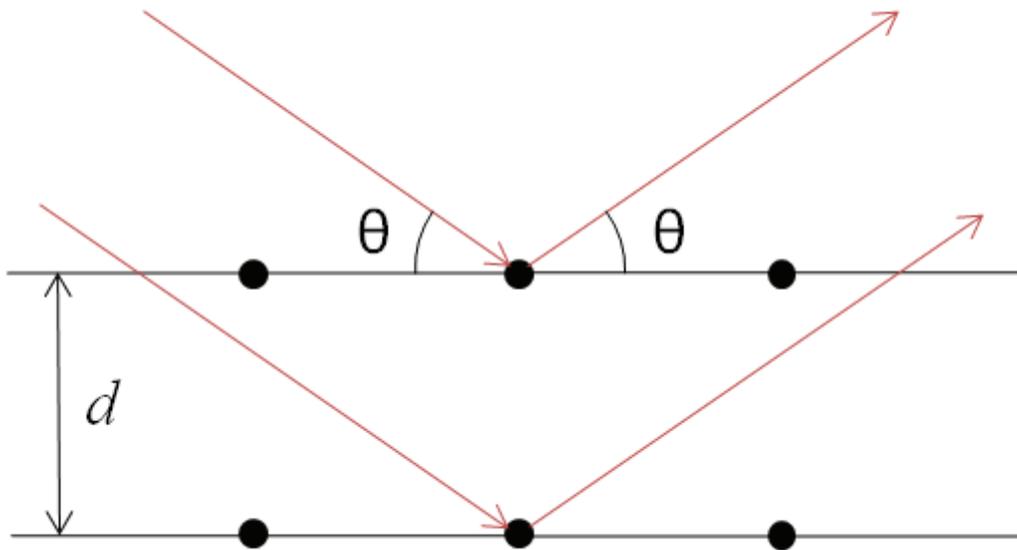


FIGURE 1.16 – Diffraction des rayons X par différents plans d’atomes de la structure cristalline. Les flèches rouges représentent la direction de propagation des rayons X avant et après la diffusion sur un atome du réseau périodique (sphère noires). De plus, d représente la distance entre deux plans d’atomes. Il est intéressant de voir que tous les rayons X ne sortent pas au même endroit du cristal. En fait, la position à laquelle va sortir un rayon X va dépendre de l’endroit où il a été diffusé dans la structure. Il y aura alors un phénomène d’interférence constructive et destructive entre les rayons diffusés faisant en sorte d’avoir une intensité lumineuse à des endroits bien précis dans l’espace et donc, à des angles bien précis. Image tirée de [69].

Le principe fondamental qui régit la diffraction des rayons-X est l'interaction entre la lumière et la matière. Comme le montre la Figure 1.16, les rayons incidents sur la surface d'un matériau sont diffusés de façon élastique par les différents plans d'atomes de la structure périodique. Il faut noter ici que les rayons peuvent uniquement être diffusés à des angles discrets bien précis et que le processus se produit seulement lorsque la lumière utilisée possède une longueur d'onde comparable à la grandeur de la maille élémentaire. On parle donc ici de quelque Å (10^{-10}m), d'où l'utilisation de rayons X. Microscopiquement, les photons sont en fait diffusés par le nuage électronique. Pour trouver la probabilité qu'un tel processus se produise, il faut utiliser la règle d'or de Fermi pour des perturbations indépendantes du temps,

$$T_{i \rightarrow f} = \frac{2\pi}{\hbar} |\langle f | H_{int} | i \rangle|^2 \delta(E_f - E_i)$$

L'état initial de la diffusion $|i\rangle = |\rho\rangle \otimes |k\rangle$ est caractérisé par le nuage électronique décrit mathématiquement par la fonction de densité électronique spatiale $\rho(\mathbf{r})$ et d'un photon de vecteur d'onde \mathbf{k} tandis que l'état final $|f\rangle = |\rho\rangle \otimes |k'\rangle$, par la même densité électronique et un photon de vecteur d'onde \mathbf{k}' . Le potentiel d'interaction H_{int} dans ce problème est supposé parfaitement local dépendant uniquement de l'opérateur position \mathbf{R} en présence ou non d'un centre de diffusion. Il peut alors s'écrire de la façon suivante :

$$H_{int}(\mathbf{R}) = V_0 \sum_i \delta(\mathbf{R} - \mathbf{r}_i)$$

où V_0 est un facteur d'interaction. En injectant le résultat ci-dessus dans la règle d'or de Fermi et en se rappelant que la diffusion que l'on traite ici est un processus élastique (conservation de l'énergie), on trouve que la probabilité de diffusion est donnée par :

$$T(\mathbf{k} - \mathbf{k}') = \frac{2\pi V_0^2}{\hbar} |P(\mathbf{k} - \mathbf{k}')|^2$$

Où la transformée de Fourier de la fonction de densité de diffuseurs est définie par :

$$P(\mathbf{k}) = \int e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}} d^3\mathbf{r}$$

Il est alors possible d'affirmer avec ce résultat que l'intensité du faisceau diffracté sera proportionnelle à :

$$I(\mathbf{k} - \mathbf{k}') \propto |P(\mathbf{k} - \mathbf{k}')|^2 \quad (1.7)$$

1.3.2 Réseau de Bravais

La position à l'équilibre des atomes dans un cristal peut être exprimée en fonction de vecteurs fondamentaux décrivant la dimension et la forme de la maille élémentaire, et par la position des atomes à l'intérieur d'une maille. Pour certaines mailles élémentaires, on peut utiliser un réseau de Bravais qui est défini par une base de vecteurs orthogonaux notée $\{\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3\}$. À l'intérieur de cette base, il est possible de définir des fonctions qui seront invariantes sous translation d'un de ces vecteurs. Mathématiquement, cela revient à dire que :

$$f(\mathbf{r}) = f(\mathbf{r} + \mathbf{R})$$

Où $\mathbf{R} = \sum_i^3 n_i \mathbf{a}_i$ est un vecteur du réseau périodique et $n_i \in \mathbb{Z}$. Définissons et calculons la transformée de Fourier de ces fonctions :

$$F(\mathbf{k}) = \int f(\mathbf{r}) e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}} d^3\mathbf{r}$$

Puisque $f(\mathbf{r})$ est périodique, l'opération de translation sur $f(\mathbf{r})$ et $e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}}$ va uniquement ajouter un facteur de phase au résultat de la transformée de Fourier. On trouve alors que :

$$F(\mathbf{k}) = e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{R}} F(\mathbf{k})$$

On voit clairement avec cette relation que $F(\mathbf{k})$ est nulle partout sauf lorsque le facteur de phase $e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{R}} = 1$. Ces points de l'espace réciproque sont identifiés à l'aide des vecteurs du réseau réciproque \mathbf{G} dont les composantes peuvent être déterminées à l'aide de la condition imposée sur le facteur de phase :

$$\mathbf{G} \cdot \mathbf{R} = 2\pi p$$

où $p \in \mathbb{Z}$. Tout comme le réseau périodique, il est possible d'utiliser une base de vecteurs orthogonaux notée $\{\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2, \mathbf{b}_3\}$ pour construire l'espace réciproque avec $\mathbf{G} = \sum_j^3 m_j \mathbf{b}_j$ où $m_j \in \mathbb{Z}$. Pour que la condition sur le facteur de phase soit respectée, il faut absolument que :

$$\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{b}_j = 2\pi \delta_{ij}$$

$\forall \{n_i, m_j\}$ car la base des vecteurs du réseau réciproque n'est pas unique. Une façon d'écrire les vecteurs $\{b_j\}$ à l'aide des vecteurs $\{a_i\}$ peut être de la façon suivante :

$$\mathbf{b}_1 = \frac{2\pi}{V} \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3$$

$$\mathbf{b}_2 = \frac{2\pi}{V} \mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1$$

$$\mathbf{b}_3 = \frac{2\pi}{V} \mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2$$

Avec $V = |\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)|$. Par la suite, il est possible de construire un nouveau vecteur noté $\mathbf{G}_{\mathbf{hkl}} = h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3$, qui décrit une famille de plans perpendiculaires à la direction de \mathbf{G} et qui respecte la condition imposée sur le facteur de phase. La distance d_{hkl} entre deux plans peut être facilement trouvée grâce à l'invariance sous translation du système. Pour un vecteur $\Delta \mathbf{r}$ reliant deux plans, on trouve que :

$$\mathbf{G}_{\mathbf{hkl}} \cdot \Delta \mathbf{r} = |\mathbf{G}_{\mathbf{hkl}}| d_{hkl} = 2\pi$$

ce qui implique :

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\mathbf{G}_{\mathbf{hkl}}|} \quad (1.8)$$

1.3.3 Peigne de Dirac

Le peigne de Dirac est un outil mathématique permettant de faire le lien entre le réseau de Bravais introduit à la sous-section 1.3.2 et la fonction de densité électronique $\rho(\mathbf{r})$. Celui-ci est défini comme étant la somme des δ de Dirac positionnés aux différents points du réseau de Bravais. La formule générale du peigne de Dirac s'écrit alors :

$$III_{\mathbf{R}}(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{R}} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{R})$$

En calculant la transformée de Fourier de cette quantité, on trouve que :

$$\mathcal{F}[III_{\mathbf{R}}](\mathbf{k}) = \int \sum_{\mathbf{R}} \delta(\mathbf{r} - \mathbf{R}) e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}} d^3 \mathbf{r} = \sum_{\mathbf{R}} e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{R}}$$

Le résultat montre que la transformée de Fourier du peigne de Dirac est uniquement une superposition infinie d'ondes planes possédant des fréquences \mathbf{R} dans l'espace \mathbf{k} . On remarque que l'interférence causée par l'addition de toutes les ondes planes est destructive, sauf lorsque $\mathbf{k} \cdot \mathbf{R} = 2\pi n$ où $n \in \mathbb{Z}$. Ceci implique qu'une interférence constructive se produit où se trouve les vecteurs du réseaux réciproque \mathbf{G} . Le transformée de Fourier peut alors s'écrire :

$$\mathcal{F}[III_{\mathbf{R}}](\mathbf{k}) = III_{\mathbf{G}}(\mathbf{k}) = \sum_{\mathbf{G}} \delta(\mathbf{k} - \mathbf{G})$$

On voit bien avec ce résultat que la transformée de Fourier du peigne de Dirac dans l'espace direct est un peigne de Dirac dans l'espace réciproque et vice versa. On peut par la suite créer n'importe quelle fonction, qui respecte la périodicité du réseau, en effectuant une convolution entre le peigne de Dirac de l'espace direct et une fonction locale notée f_0 :

$$f(\mathbf{r}) = \int f_0(\mathbf{r} - \mathbf{r}') III_{\mathbf{R}}(\mathbf{r}') d^3 \mathbf{r}'$$

En utilisant le théorème de convolution, la transformée de Fourier de la fonction $f(\mathbf{r})$ se calcule sans problème et donne :

$$\mathcal{F}[f](\mathbf{k}) = F_0(\mathbf{k}) III_{\mathbf{G}}(\mathbf{k}) \tag{1.9}$$

où $F_0(\mathbf{k}) = \mathcal{F}[f_0](\mathbf{k})$ est une fonction qui va ultimement moduler le peigne de Dirac de l'espace réciproque.

1.3.4 Enveloppe du pic de diffraction

Le modèle mathématique présenté à la sous-section 1.3.3 est bien construit, mais ne tient pas en compte un point très important : la dimension finie de son domaine d'intégration. En d'autres mots, la diffraction des rayons-X se fait sur un échantillon qui possède une dimension finie et implique que les pics captés au diffractomètre ne seront pas des δ de Dirac, mais bien des pics avec une enveloppe. Pour incorporer les dimensions finies d'un échantillon dans la théorie du peigne de Dirac, il suffit de limiter $III_{\mathbf{R}}(\mathbf{r})$ en le pondérant avec une fonction boîte $b(\mathbf{r})$:

$$b(\mathbf{r}) = \begin{cases} 1 & \text{si } \mathbf{r} \text{ est à l'intérieur.} \\ 0 & \text{si } \mathbf{r} \text{ est à l'extérieur.} \end{cases}$$

La fonction de densité électronique $\rho(\mathbf{r})$ est alors donnée par :

$$\rho_{\text{échantillon}}(\mathbf{r}) = b(\mathbf{r})\rho_{\text{cristal}}(\mathbf{r})$$

où $\rho_{\text{cristal}}(\mathbf{r})$ est la densité électronique pour un cristal infini. En calculant la transformée de Fourier de la quantité trouvée précédemment, il est possible d'identifier le module de l'enveloppe du pic de diffraction :

$$|S_{\mathbf{G}}(\kappa)|^2 = |B(\kappa)|^2$$

Où $B(\kappa) = \mathcal{F}[b(\kappa)]$ en utilisant la substitution $\mathbf{k} = \mathbf{G} + \kappa$. Considérons maintenant un échantillon ayant pour forme un prisme rectangulaire de dimension L_1, L_2 et L_3 et qui possède un volume $V = L_1 L_2 L_3$. On trouve alors que :

$$|S_{\mathbf{G}}(\kappa)|^2 = \prod_{i=1}^3 \int_{-\frac{L_i}{2}}^{\frac{L_i}{2}} dx_i \int_{-\frac{L_i}{2}}^{\frac{L_i}{2}} e^{i\kappa_i(x_i - x'_i)} dx'_i$$

En effectuant un changement de variable $X_i = x_i - x'_i$, on peut montrer que :

$$|S_{\mathbf{G}}(\kappa)|^2 = \prod_{i=1}^3 \int_{-L_i}^{L_i} dX_i \int_{-\frac{L_i - |X_i|}{2}}^{\frac{L_i - |X_i|}{2}} e^{i\kappa_i X_i} dx_i$$

La partie de l'intégrale sur la coordonnée absolue x_i se fait directement et on obtient :

$$|S_{\mathbf{G}}(\kappa)|^2 = \prod_{i=1}^3 \int_{-L_i}^{L_i} (L_i - |X_i|) e^{i\kappa_i X_i} dX_i$$

Si l'on décide par la suite de faire une mesure uniquement selon κ_z ($\kappa_x = \kappa_y = 0$), on trouve que :

$$|S_{\mathbf{G}}(\kappa)|^2 = S_{xy}^2 \int_{-L_z}^{L_z} (L_z - |Z|) e^{i\kappa_z Z} dZ = S_{xy}^2 \int_{-\infty}^{\infty} \Lambda_{L_z}(Z) e^{i\kappa_z Z} dZ$$

où $S_{xy} = V/L_z$ et la fonction triangle $\Lambda(X)$ de demi-base L est donnée par :

$$\Lambda(X) = \begin{cases} |L - X| & X \leq L \\ 0 & X > L \end{cases}$$

L'interprétation physique de cette fonction est plutôt simple. L'intensité mesurée au diffractomètre est proportionnelle à l'interférence constructive des rayons-X diffractés par les différentes paires de plans d'atomes dans la structure cristalline. Prenons par exemple une couche mince possédant une certaine épaisseur t , incluant N plans distant de d . L'intensité mesurée pour des paires de plans séparées d'une distance d sera maximale puisque la diffusion sur $N-1$ paires contribuent à l'intensité totale. Par contre, l'intensité mesurée sera réduite de moitié pour des paires de plans séparées d'une distance $2d$ car seulement $N/2$ paires de plans contribuent à l'intensité. En utilisant le même raisonnement pour des paires de plans séparées d'une distance $3d$, $4d$ jusqu'à l'épaisseur t de la couche mince, on trouve bel et bien le comportement d'une fonction triangle de demi-base L tout comme la fonction $\Lambda(X)$ illustrée à la Figure 1.17 à l'aide de la ligne pointillée. De plus, l'intensité mesurée sera nulle pour des paires de plans séparées d'une distance $d > t$ tout simplement parce que ces paires plans n'existent pas ($d=t$ représente la limite des distances interplans contribuant à l'intensité du pic de diffraction). Il faut noter que dans la réalité, la fonction n'est pas tout à fait une ligne droite et ce, à deux endroits. La première étant proche de l'intensité maximale I_0 où la fonction peut avoir une courbure positive à

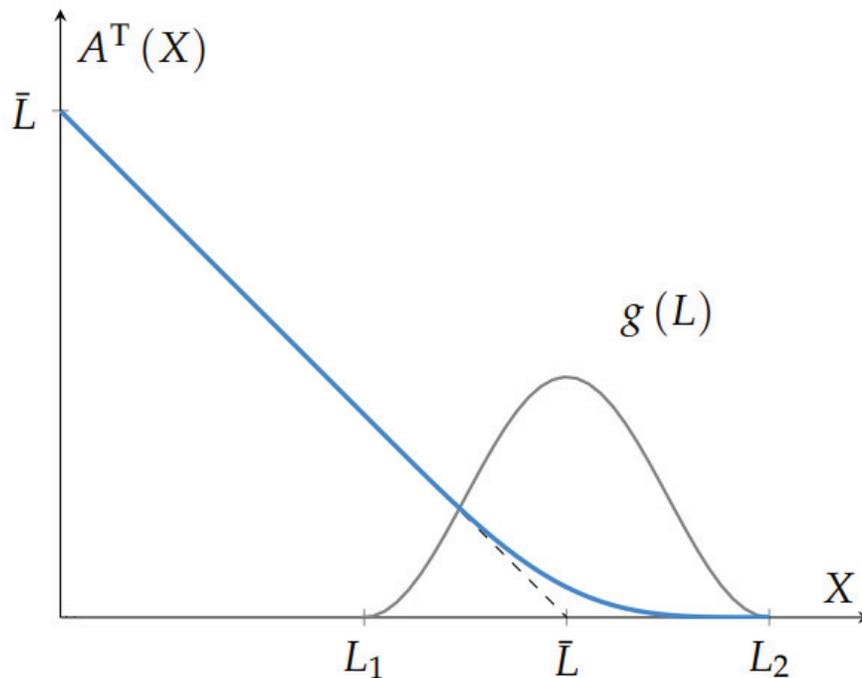


FIGURE 1.17 – Intensité du signal $\Lambda^T(X)$ en fonction de l'épaisseur pour un échantillon possédant une épaisseur moyenne \bar{L} . La courbe noire pointillée représente la fonction triangle $\Lambda(X)$ pour un échantillon possédant une épaisseur constante tandis que la courbe noire pleine, la fonction de distribution d'épaisseur $g(L)$. Image tirée de [68].

cause des contraintes appliquées sur la structure cristalline qui change de quelques Å l'endroit du pic de diffraction ainsi que sa forme (pic asymétrique vs symétrique). La deuxième étant lorsque $d \approx t$ où la fonction peut être arrondie puisque l'épaisseur n'est pas toujours uniforme dans un échantillon. Ceci est particulièrement applicable aux couches minces. Il est cependant possible d'ajouter à la fonction $\Lambda(X)$ une fonction de distribution d'épaisseur notée $g(L)$ pour voir son effet sur la fonction triangle. On trouve alors une nouvelle quantité nommée $\Lambda^T(X)$ qui se calcule à l'aide de la relation suivante :

$$\Lambda^T(X) = \int g(L)\Lambda_L(X)dL$$

En se référant une fois de plus à la Figure 1.17, on remarque que la fonction de distribution d'épaisseur $g(L)$ (courbe noire) arrondie la fonction triangle $\Lambda(X)$ près de L . En effectuant par la suite la transformée de Fourier de la nouvelle fonction

$\Lambda^T(X)$ (courbe bleue), on l'obtient le pic de diffraction que l'on observe à l'aide de la diffraction des rayons-X. Autrement dit, puisque la diffraction des rayons-X est une mesure s'effectuant dans l'espace réciproque, la transformée de Fourier d'un pic de diffraction est directement relié à la fonction $\Lambda^T(X)$ de la Figure 1.17 qui permettra d'extraire les données expérimentales d'épaisseur moyenne \bar{L} et la largeur à mi-hauteur de la distribution reliée à la rugosité de la couche mince.

Chapitre 2

Fabrication par épitaxie sélective sur substrat

Ce chapitre a pour but de présenter toutes les méthodes expérimentales utilisées afin de fabriquer les dispositifs micrométriques à base du supraconducteur YBCO. Les prochaines sections expliqueront de façon complète le processus de photolithographie à écriture directe, de pulvérisation cathodique radio-fréquence et d'ablation laser pulsé et ce, pour deux types de dispositifs : les canaux parallèles et les croix de Hall.

2.1 Photolithographie

La photolithographie (lithographie optique) est une technique de fabrication permettant de transférer sur un substrat l'image, sous forme de résine photo-sensible, d'un dessin pré-déterminé à travers plusieurs étapes [70]. L'image en question peut être un circuit qui servira à la conception de composants électroniques. Celle-ci permet aussi la création d'images ayant une résolution du micromètre, mais se voit vite limitée lorsque les motifs sont inférieurs à 100nm. Cette limitation vient du phénomène de diffraction de la lumière et est communément appelée la limite d'Abbe.

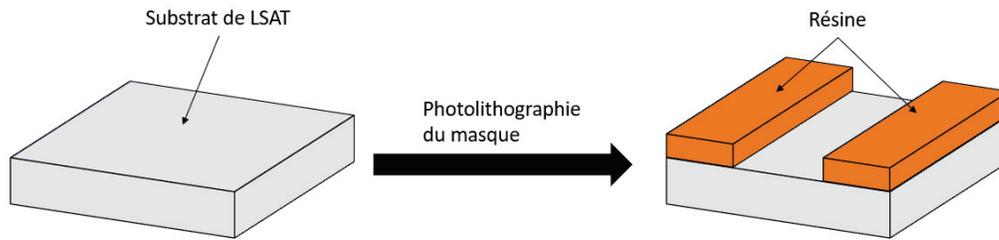


FIGURE 2.1 – Première étape de fabrication : photolithographie du masque. À gauche se trouve un substrat vierge de LSAT tandis qu'à droite, le masque fait grâce à la photolithographie à écriture directe.

2.1.1 Photolithographie à écriture directe

Le processus de photolithographie adopté dans le cadre de ce projet se fait grâce à un système de photolithographie à écriture directe (SF-100 xPress). Cet appareil émet à l'aide d'une lampe UV des rayons ultraviolets de 365nm qui vont frapper, à des positions choisies, un substrat ayant à sa surface une résine photosensible. L'appareil possède d'ailleurs un photo-dessinateur qui permet de dessiner des masques binaires (masqués/non-masqués) en exposant (ou non) les pixels sélectionnés aux rayons UV. L'exposition aux UV de la résine utilisée pour ce projet permet à celle-ci de devenir soluble dans un produit développeur car les chaînes de polymère la composant sont brisées localement. Le produit final après le développement de la résine est un masque qui cache l'échantillon aux endroits qui n'ont pas été exposés par la lumière ultraviolette comme le montre la Figure 2.2.

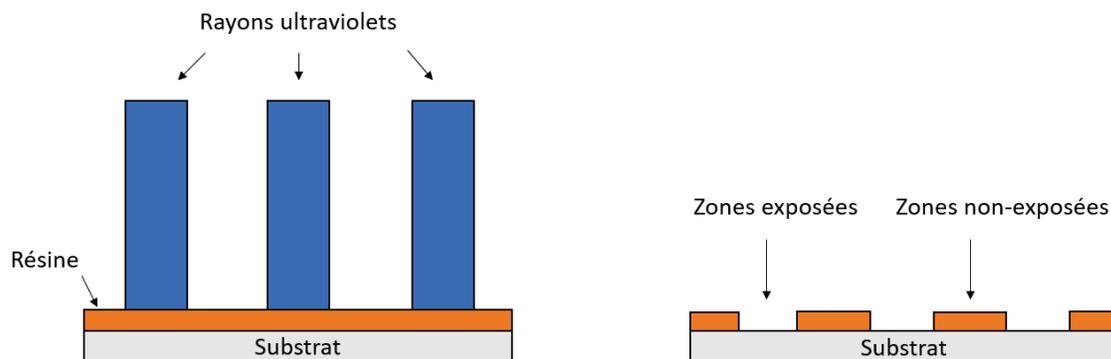


FIGURE 2.2 – Processus de la photolithographie à écriture directe. L'image de gauche montre la résine lorsqu'elle est exposée aux rayons UV tandis que l'image de droite, la résine après qu'elle ait été développée à l'aide d'un développeur.

2.1.2 Choix du substrat

Le substrat est le coeur de la conception d'un dispositif micrométrique. Il est donc important de bien le choisir afin d'obtenir une couche mince de qualité avec la bonne structure cristalline voulue. Pour se faire, on cherche à utiliser un substrat qui possède un bon accord de maille avec le composé supraconducteur à déposer. Pour obtenir un tel accord, il faut que le substrat et le composé possède des paramètres de réseau en plan a - b semblables. Le Tableau 2.1 montre les substrats disponibles en laboratoire pour la conception des dispositifs. Le YBCO possède les paramètres de maille en plan suivant ; $a = 3.83$ et $b = 3.88\text{Å}$. Le LSAT et le LSGO s'avèrent à être des

Matériau / Substrats	a (Å)	b (Å)	δa_{YBCO} (%)	δb_{YBCO} (%)
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ [YBCO]	3.830	3.880	N/A	N/A
$(\text{LaAlO}_3)_{0.3}(\text{Sr}_2\text{TaAlO}_6)_{0.7}$ [LSAT]	3.868	3.868	+0.98	-0.31
SrLaAlO_4 [SLAO]	3.750	3.750	-2.13	-3.47
SrTiO_3 [STO]	3.905	3.905	+1.92	+0.64
LaAlO_3 [LAO]	3.788	3.788	-1.10	-2.42
$(\text{ZrO}_2)_{1-x}(\text{Y}_2\text{O}_3)_x$ [YSZ]	3.635	3.635	-5.36	-6.74
LaSrGaO_4 [LSGO]	3.840	3.840	+0.26	-1.03

TABLEAU 2.1 – Paramètres de maille a et b du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ et des différents substrats disponibles en laboratoire. Les pourcentages de contraintes positifs sont pour les dilatations en plan tandis que les négatifs, pour les compressions.

candidats de choix puisqu'ils ont un désaccord relatif sur les paramètres de réseau du YBCO de 0.98% / 0.31% et 0.26% / 1.03% pour les axes a et b , respectivement. Dans notre cas, le LSAT a été choisi par rapport au LSGO puisqu'il permet d'appliquer des meilleurs contraintes dans le plan YBCO / LSAT [71]. Ces contraintes peuvent affecter la valeur de la température critique de la couche mince. Les substrats sont commandés à la compagnie Crystec et possèdent des dimensions de 5mm x 10mm x 500 μm . Ceux-ci viennent sous la forme de monocristaux orientés selon la direction [001] et possède une seule face polie sur laquelle sera déposée la couche mince. Étant donné que le substrat de LSAT est beaucoup trop grand par rapport à la taille des dispositifs à fabriquer, celui-ci est clivé en trois morceaux égaux. On se retrouve alors

avec un substrat de 5mm x 3mm x 500 μ m qui est prêt à être utilisé pour l'étape de photolithographie.

2.1.3 Création des masques

En débutant le procédé de photolithographie, il faut s'assurer que l'échantillon soit bien propre. Les différentes étapes pour la fabrication du masque sont présentées au Tableau 2.2. Celui-ci est plongé dans un récipient contenant de l'acétone (C₃H₆O)

Étapes	Substance utilisée	Temps (s)
Ultrasons (partie 1)	Acétone	300
Ultrasons (partie 2)	Isopropanol	300
Trempage (partie 1)	Eau	10
Chauffage	N/A	60
Étalement	Résine AZ1512	30
Recuit	N/A	60
Exposition	N/A	2
Développement	MF-319	90
Trempage (partie 2)	Eau	20

TABLEAU 2.2 – Différentes étapes pour la conception d'un masque fait à la photolithographie.

et placé dans un appareil générant des ultrasons (Brason 1200) pendant 5 minutes aidant le nettoyage. Par la suite, il est plongé dans un second récipient contenant de l'isopropanol (C₃H₈O) avant d'être à nouveau placé aux ultrasons. Finalement, l'échantillon est trempé une dizaine de secondes dans un troisième récipient rempli d'eau et séché à l'aide d'un jet d'azote. Pour s'assurer qu'il n'y ait plus aucun résidu d'alcool et d'eau à sa surface, l'échantillon est chauffé sur une plaque chauffante (Thermix® Stirring Hot Plate Model 210T) à 100°C pendant 1 minute. L'échantillon

est fixé par succion sur une tournette se situant dans l'étaleuse (Laurell modèle WS400A-6NPP/LITE/IND) et quelques gouttes de résine (MICROPOSIT® AZ1512) y sont déposées à sa surface. La recette programmée F sur l'appareil est lancée, ce qui fait tourner progressivement l'échantillon sur lui-même jusqu'à 4000rpm pendant 30 secondes avant d'être ralenti progressivement jusqu'à 0rpm. Ce processus permet à la résine de s'étaler sur toute la longueur du substrat avec une épaisseur moyenne de $1\mu\text{m}$. Par la suite, l'échantillon est recuit pendant 1 minute à 120°C à l'aide d'une plaque chauffante afin de faire durcir la résine. Après, celui-ci est installé à l'intérieur du système de photolithographie par écriture direct et le dessin du masque est chargé à l'aide du logiciel se trouvant sur l'ordinateur de la salle propre.

Les deux masques utilisés lors de ce projet de recherche sont présentés à la Figure 2.3 suivante. Pour le masque de **canaux parallèles**, les dimensions des deux fils dans le centre (canaux) sont de $2040\mu\text{m}$ de longueur (entre les deux points de contact pour la mesure de voltage : voir la sous-section 3.3.3) par $20\mu\text{m}$ de largeur . De plus, ceux-ci sont séparés d'une distance de $100\mu\text{m}$. La largeur des plus gros fils qui relie les petits

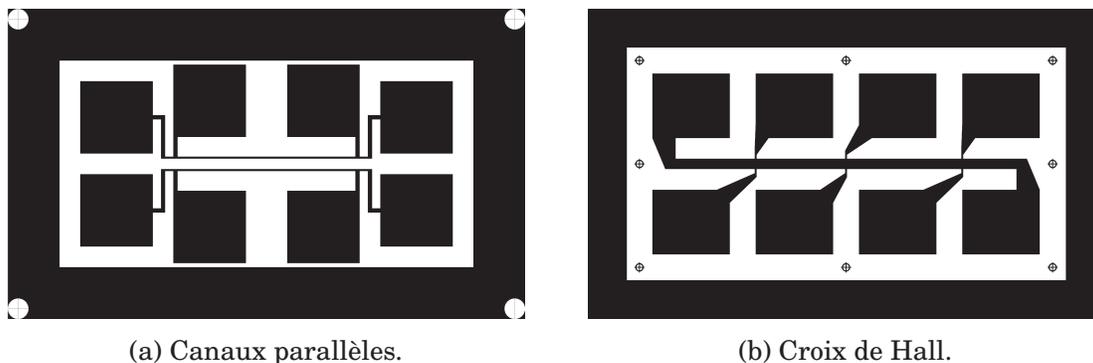


FIGURE 2.3 – Masques utilisés pour la conception des dispositifs micrométriques.

fils aux pads de $700\mu\text{m} \times 700\mu\text{m}$ est de $40\mu\text{m}$ (voir la Figure 2.3a). Pour le masque de **croix de Hall**, les pads ont une dimension de $760\mu\text{m} \times 760\mu\text{m}$ et la largeur des petits fils les reliant au canal central est de $20\mu\text{m}$. La dimension du canal est de $3500\mu\text{m}$ de longueur (entre les deux points de contact où le courant électrique est injecté : voir la sous-section 3.3.3) par $100\mu\text{m}$ de largeur (voir la Figure 2.3b). À l'aide du logiciel, l'échantillon est aligné avec le dessin du masque en utilisant des points de repère. Ces points de repère sont en général les coins du substrat. La résine est

par la suite exposée durant un temps préalablement optimisé de 1.2 seconde, avec un focus de 0.330mm, aux rayons ultraviolets permettant aux régions sélectionnées de se dégrader suffisamment. Il faut noter ici qu'une optimisation du temps d'exposition est requise puisqu'une résine sur-exposée va grandement affecter la définition du motif tandis qu'une résine sous-exposée ne sera pas assez dégradée pour permettre le développement d'un motif acceptable.

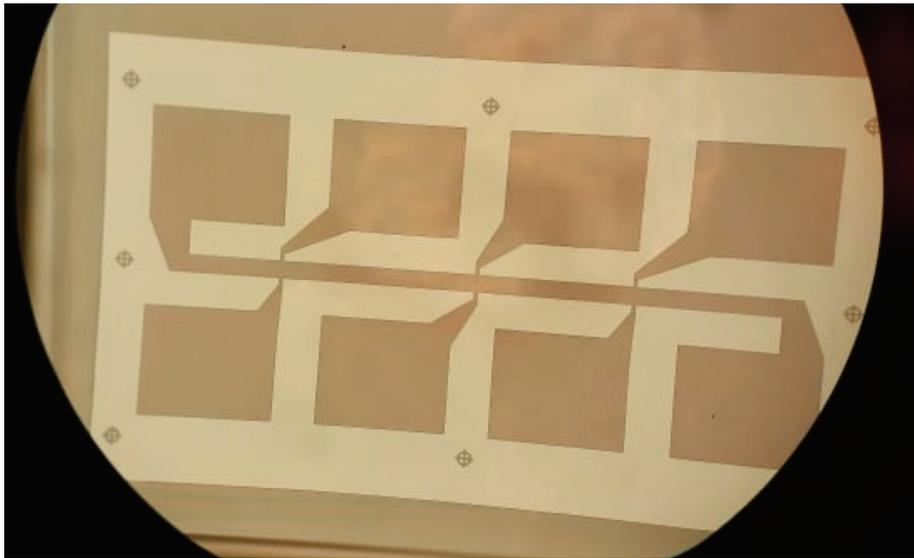


FIGURE 2.4 – Masque d'un dispositif de croix de Hall après le développement de la résine. Les zones foncées sont de la résine tandis que les zones pâles, la surface du substrat exposée.

La dernière étape pour la conception du masque est le développement de la résine. Pour se faire, l'échantillon est plongé à l'aide d'une pince dans un récipient rempli de développeur (MICROPOSIT® MF-319) en effectuant à la main des mouvements de rotation pendant 1 minute 30 secondes pour obtenir un développement uniforme et complet. Par la suite, on place l'échantillon dans un deuxième récipient rempli d'eau pendant 30 secondes pour bien arrêter la réaction, toujours en effectuant un mouvement de rotation pendant l'immersion. Afin de ne pas contaminer la surface de l'échantillon lors du développement, la pince servant à tenir le substrat est changée entre l'étape 8 et 9 de la conception. Enfin, l'échantillon est séché avec un jet d'azote et celui-ci est observé au microscope (Nikon Eclipse LV100ND) pour voir si le processus c'est bien déroulé comme le présente la Figure 2.10 d'un dispositif de croix de Hall.

2.2 Pulvérisation cathodique radio-fréquence

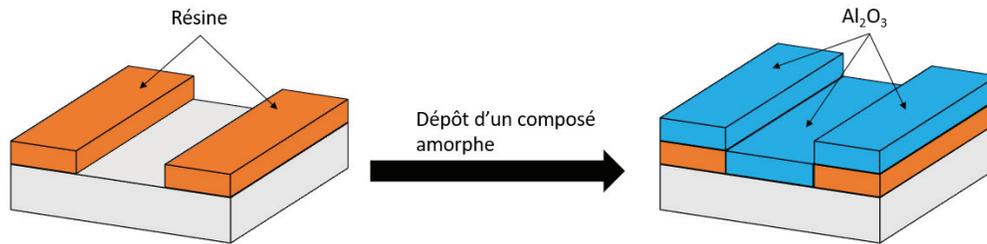


FIGURE 2.5 – Deuxième étape de fabrication : dépôt d'un composé amorphe. À gauche se trouve le substrat ayant à sa surface le masque fait en photolithographie tandis qu'à droite, l'échantillon après la pulvérisation cathodique RF du composé amorphe d' Al_2O_3 .

La pulvérisation cathodique radio-fréquence (RF) est une technique de croissance de couches minces par éjection d'atomes d'une cible en présence d'un plasma [72]. Celle-ci, à comparer des autres, permet d'avoir un accord identique en stoechiométrie entre la couche déposée et la cible utilisée. De plus, il est possible avec cette méthode de faire la croissance de couches minces variées comme les oxydes, les nitrures, etc. Pour ce faire, il suffit d'ajouter un gaz réactif dans le procédé comme de l'oxygène pour les oxydes et de l'azote pour les nitrures.

2.2.1 Principe de procédé RF

Le processus de pulvérisation cathodique RF se fait à l'intérieur d'une chambre à atmosphère contrôlée (GLAZE Series Model GPLD620-H) agissant aussi comme sas d'entrée (loadlock) pour la chambre d'ablation laser voisine. La Figure 2.6 illustre le principe de fonctionnement de la pulvérisation RF. Celle-ci implique une cible du composé à déposer ainsi qu'un substrat. Lorsque le vide est atteint dans la chambre, un gaz neutre d'argon (Ar) y est injecté. Il faut mentionner ici que l'argon est un candidat de choix pour la pulvérisation radio-fréquence puisqu'il possède une grande masse atomique et une grande inertie chimique. Une haute tension électrique est appliquée sur la cathode (cible) générant un plasma composé d'ions d'Ar et d'électrons. Puisque la cathode est chargée négativement, les ions positifs d'Ar sont accélérés vers la cible et la bombardent. Celle-ci va libérer des atomes ainsi que des électrons par transfert de la quantité de mouvement. Les électrons éjectés pourront ioniser d'autres

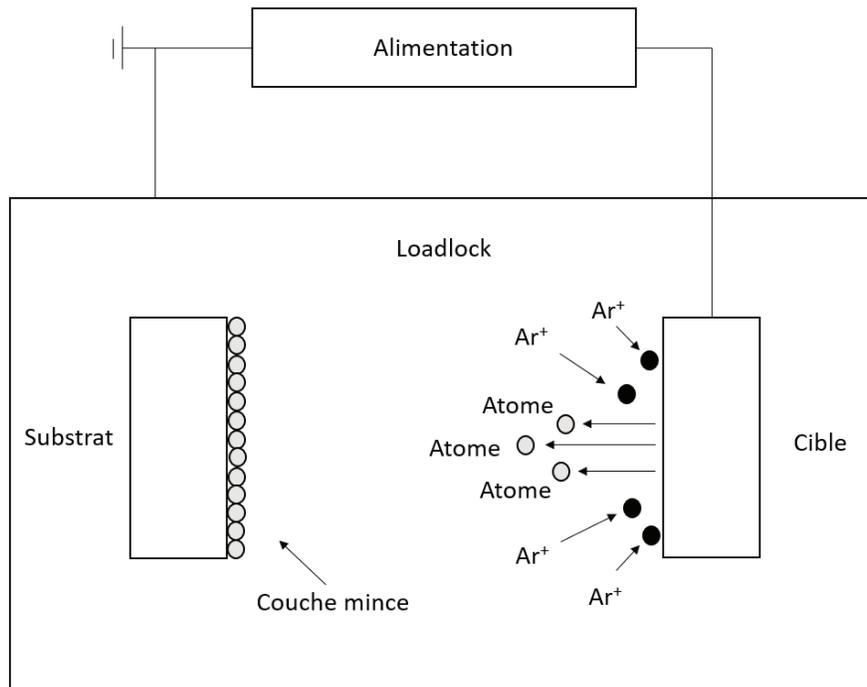


FIGURE 2.6 – Processus de la pulvérisation cathodique radio-fréquence. Les atomes d’argon (Ar) sont représentés par les petites sphères noires tandis que les atomes de la cible, par les petites sphères grises.

atomes du gaz neutre entretenant ainsi le processus. Les atomes éjectés de la cible vont frapper le substrat et vont adhérer à sa surface uniquement s’ils possèdent la bonne énergie. Il y aura ultimement, par condensation, la croissance d’une couche mince sur le substrat. Avec une cible d’aluminium pure et en présence d’Ar dans la chambre, une couche d’aluminium est obtenue. Cependant, il est possible d’obtenir de l’oxyde d’aluminium si une faible quantité d’ O_2 est injectée avec l’Ar dans la chambre.

2.2.2 Dépôt d’oxyde d’aluminium (Al_2O_3)

L’échantillon est collé sur une partie surélevée de 2cm x 2cm du porte-échantillon en cuivre de 3 pouces (7.62cm) de diamètre en utilisant de la graisse (High Vacuum Grease). Afin de s’assurer que l’échantillon ne bouge pas pendant la pulvérisation, le périmètre de celui-ci est collé, à l’aide d’un ruban en kepton, en faisant bien attention de ne pas abîmer le masque fait en photolithographie. Le porte-échantillon est par la suite installé dans le sas/chambre à dépôt de façon à ce que la face de l’échantillon

pointe dans la direction de la cible de 2 pouces (5.08cm) de diamètre d'aluminium (Al) (voir Figure 2.7). Par la suite, l'atmosphère de la chambre est pompée à l'aide d'une pompe mécanique (Agilent Technologies Model IDP-7) suivi d'une pompe turbomoléculaire (Pfeiffer Vacuum Model TMU 260 P) ayant une fréquence de rotation de 1000Hz. Il faut noter ici que la pression de base à l'intérieur de la chambre doit être au voisinage de 1×10^{-6} Torr afin d'assurer le bon démarrage (allumage) et la qualité du plasma. Le processus est long et peut prendre une journée entière puisqu'il faut attendre la désorption des molécules qui se trouvent sur les parois internes de la chambre.

Étapes	Puissance (W)	Pression (mTorr)	Proportion d'O ₂ (%)	Proportion d'Ar (%)	Temps (mins)
Pré-dépôt	130	5	10	90	10
Dépôt	130	5	10	90	90

TABLEAU 2.3 – Conditions pour le dépôt du composé amorphe d'Al₂O₃ dans la chambre.

Une fois la pression de base atteinte, l'obturateur est placé devant la cible d'Al et 7.5mTorr d'Ar est envoyé dans la chambre. Pour ce faire, on injecte une quantité d'argon en sccm (Standard Cubic Centimeters per Minute) dans la chambre et la pression lue (7.5mTorr) sur les jauges InstruTech CVG101 & Inficon "SKY" Series M/N CDG025D est contrôlée à l'aide d'une valve se situant sur la ligne de pompage entre la chambre et le duo de pompe mécanique/pompe turbomoléculaire. Par la suite, une différence de potentiel de 110V est appliquée entre l'anode et la cathode à l'aide d'une source d'alimentation de 13.56 MHz (Seren Model M125) générant une puissance de 130W pour partir le plasma (voir Tableau 2.3). Il est fort probable que le plasma ne démarre pas d'un coup après la mise en place. Il faut alors couper la ligne alimentant la chambre en Ar pour faire diminuer la pression et l'ouvrir soudainement pour la faire augmenter rapidement ce qui permet d'allumer le plasma. Le composé amorphe d'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) a été choisie car celui-ci est déjà très utilisé dans le domaine de l'électronique puisqu'il sert d'isolant pour les condensateurs [73]. Afin d'obtenir une couche amorphe d'Al₂O₃, il suffit d'ajouter de l'O₂ dans la chambre à température ambiante. C'est pourquoi 5mTorr de gaz mixte est introduit dans la

chambre avec les proportions suivantes : 10% d'O₂ et 90% d'Ar. Pour s'assurer d'avoir les bonnes proportions, il suffit d'envoyer 1 sccm d'O₂ et 9 sccm d'Ar dans la chambre. Lorsque tout est prêt, l'obturateur est laissé devant la cible d'Al et un pré-dépôt est effectué pendant 10 minutes pour la conditionner. L'obturateur est par la suite enlevé et un dépôt de 90 minutes est effectué. Finalement, lorsque la pulvérisation est terminée, l'échantillon est refroidi, sortie de la chambre de dépôt et décollé.

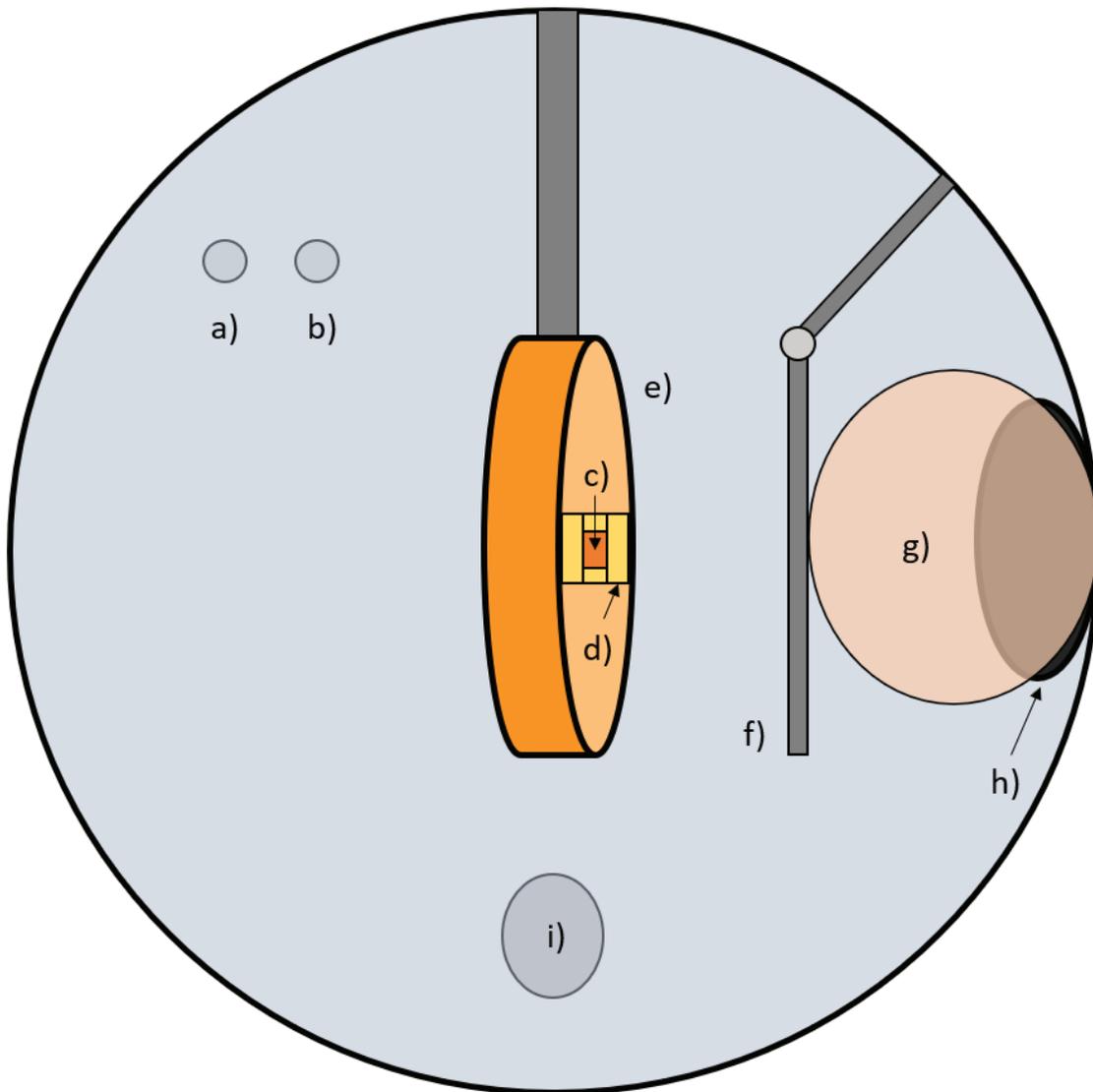


FIGURE 2.7 – Intérieur de la chambre (vue de haut). a) Entrée d'Ar, b) Entrée d'O₂, c) Échantillon (substrat), d) Ruban, e) Porte-échantillon en cuivre, f) Obturateur, g) Plasma, h) Cible d'Al et i) Entrée de la pompe mécanique & turbomoléculaire (valve).

2.2.3 Soulèvement de la résine

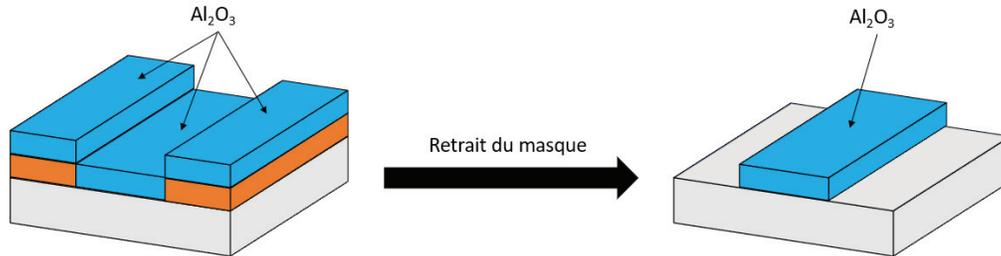


FIGURE 2.8 – Troisième étape de fabrication : retrait du masque. À gauche se trouve l'échantillon après la pulvérisation cathodique RF du Al_2O_3 tandis qu'à droite, le substrat après le soulèvement de la résine. On remarque que la couche amorphe de Al_2O_3 restante se trouve uniquement aux endroits qui ont été exposés aux rayons UV lors de l'étape de photolithographie.

Le soulèvement (*liftoff*) permet d'enlever la résine se trouvant sur l'échantillon laissant uniquement la forme du schéma en Al_2O_3 sur la surface polie du substrat [74]. Pour ce faire, on utilise la méthode suivante présentée au Tableau 2.4. L'échantillon est placé à l'aide d'une pince dans un récipient contenant du Remover 1165. Par la suite, celui-ci est placé dans un appareil générant des ultrasons (Branson 2800) pendant 10 minutes. Les ultrasons sont très utiles puisqu'ils permettent d'enlever des

Étapes	Contenu du récipient	Temps (s)
Ultrasons (partie 1)	Remover 1165	600
Trempage	Isopropanol	10
Ultrasons (partie 2)	Isopropanol	300

TABLEAU 2.4 – Différentes étapes pour s'affranchir de la résine d'un dispositif micro-métrique.

petits grains coriaces de résines et de poussière se trouvant à la surface de l'échantillon. Celui-ci est par la suite trempé et agité vigoureusement, à la main, une dizaine de secondes dans un second récipient contenant de l'isopropanol avant d'être plongé dans un troisième récipient, contenant lui aussi de l'isopropanol. Finalement, l'échantillon

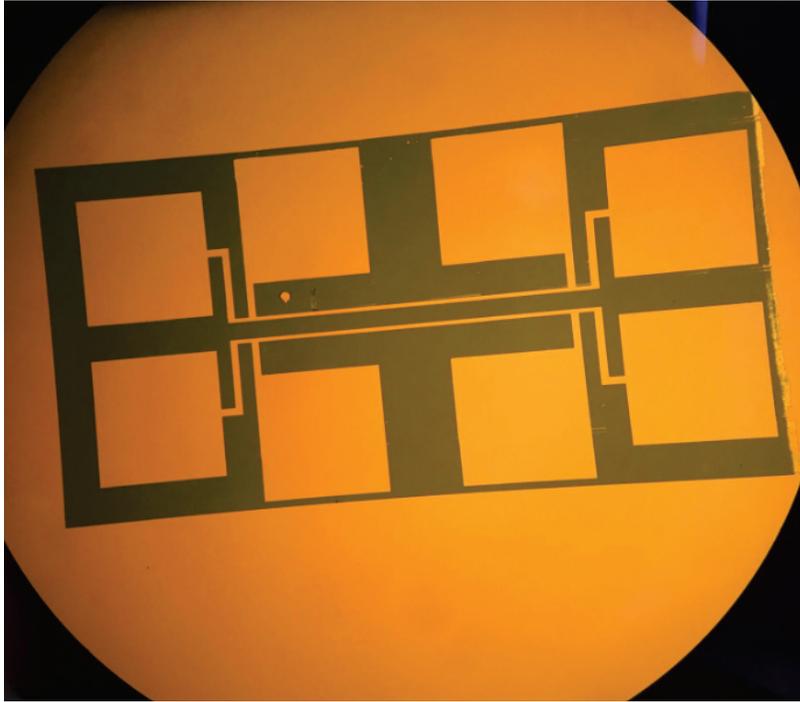


FIGURE 2.9 – Masque en Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles après le soulèvement de la résine. Les parties foncées sont couvertes de Al_2O_3 amorphe tandis que les parties pâles sont les surfaces exposées du substrat où sera déposée la couche mince épitaxiale.

retourne une dernière fois aux ultrasons pendant 5 minutes et est séché à l'aide d'un jet d'azote. Il faut noter qu'afin de diminuer les chances de contamination de la surface polie du substrat, la pince est changée entre l'étape 2 et 3 du soulèvement. La Figure 2.9 présente le résultat obtenu au microscope (Nikon Eclipse) après le soulèvement de la résine sur un dispositif de canaux parallèles.

2.3 Ablation laser pulsé

L'ablation laser pulsé est une technique de croissance de couches minces qui a été développée dans la foulée de la découverte des supraconducteurs à haute température critique [75]. Cette technique permet la croissance de couches minces épitaxiales de haute qualité et est très flexible puisque les conditions de croissance peuvent être directement modifiées lors du dépôt du composé. Il est donc possible, avec cette technique, de faire des structures beaucoup plus complexes qu'une simple couche

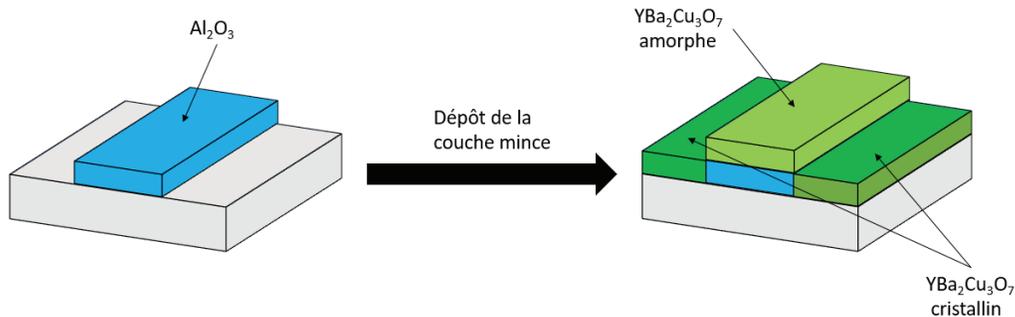


FIGURE 2.10 – Quatrième étape de fabrication : dépôt de la couche mince. À gauche se trouve le substrat après le retrait du masque tandis qu'à droite, le dispositif micrométrique à base du supraconducteur $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ obtenu par ablation laser pulsé. On remarque qu'il y a la croissance de YBCO cristallin (vert foncé) à la surface du substrat (LSAT) et de YBCO amorphe (vert pâle) à la surface du composé amorphe en Al_2O_3 .

mince, par exemple un empilement de différentes couches minces supraconductrices, c'est-à-dire une hétérostructure. Celle-ci possèdera alors des propriétés physiques différentes à celles des couches minces standards. Dans ce qui suit, nous décrivons les démarches utilisées pour obtenir une seule couche mince d'épaisseur pouvant être ajustée selon le nombre de pulses utilisé sur divers substrats dont, bien sûr, les substrats masqués par le Al_2O_3 amorphe.

2.3.1 Chambre d'ablation laser

Un laser excimère (Lambda-Physik LPX305) ayant une longueur d'onde de 248nm (KrF) génère un train de pulses de 25ns de haute énergie à travers une fente rectangulaire de 1.1cm x 1.2cm. Celle-ci sélectionne la partie la plus uniforme du faisceau pour la diriger dans un système optique constitué de deux miroirs (laser-line 266nm Ø50mm 0-45°). Le faisceau est ensuite dirigé vers une lentille (plano-convex f=500mm Ø2" UVFS AR 245-400nm) qui va le focaliser sur la cible du $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ polycristallin à l'intérieur de la chambre d'ablation laser (GLAZE Series Model GPLD620-H) avec une densité d'énergie typique de $1\text{J}/\text{cm}^2$. Il faut noter ici que l'intensité du faisceau diminue d'environ 25% lorsqu'il entre dans la chambre puisque celui-ci a traversé une fenêtre en quartz (voir Figure 2.11). Une fois les conditions de croissances déterminées et atteintes, le pulse de haute énergie arrache des atomes de la cible polycristalline et ceux-ci entrent en collision avec l'atmosphère de la chambre générant ainsi, un

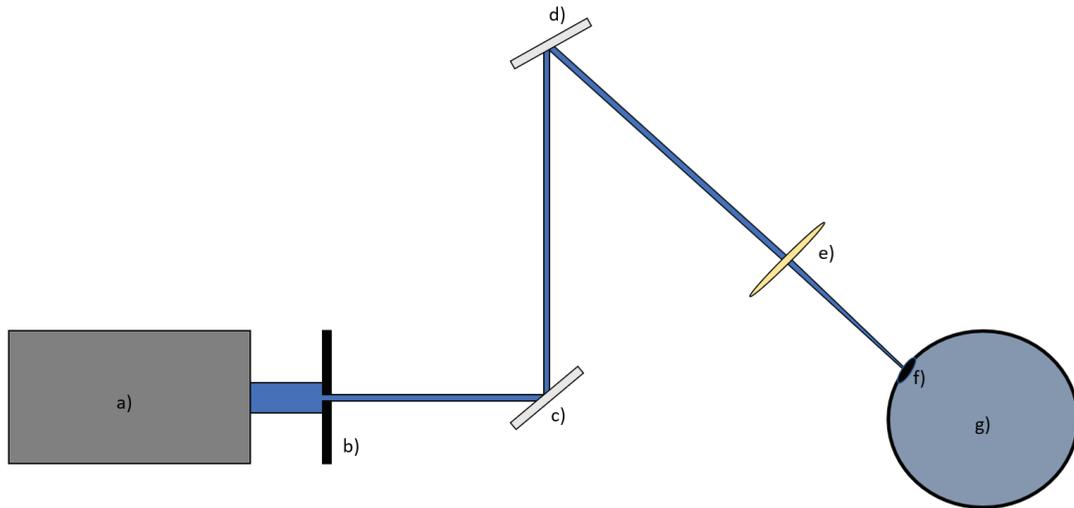


FIGURE 2.11 – Parcours optique du laser (vue de côté). Les différents éléments sont : a) Laser excimère, b) Fente rectangulaire, c) & d) Miroirs, e) Lentille convergente, f) Fenêtrée en quartz et g) Chambre d'ablation laser.

plasma. Les différents ions et molécules résultant de la pulvérisation se déposent, entre autres, à la surface du substrat qui est maintenu à haute température, à l'aide d'un laser infrarouge (DLM-100-AC) de 100W qui possède une longueur d'onde de 975nm (1.27eV), formant ainsi une structure cristalline orientée. De plus, le laser effectue des boucles de rétroaction (PID) grâce à une mesure de température avec un pyromètre infrarouge (CSlaser 2MH With optics CF4) permettant d'avoir une précision de $\pm 1^\circ\text{C}$ sur les mesures en température. Cependant, étant donné que les mesures sont faites dans l'infrarouge, celui-ci est incapable de lire des températures en dessous de 385°C . Ce problème n'est toutefois pas dramatique car les températures de croissance et de recuit des couches minces de YBCO sont au-dessus de cette température comme expliqué dans la section 2.3.3 du mémoire.

2.3.2 Cible de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

La cible de 10g d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (666.19g/mol) a été préparée à partir des composés en poudre suivant : Oxyde d'yttrium (Y_2O_3), Carbonate de baryum (BaCO_3) et Oxyde de cuivre (CuO) [76]. La masse nécessaire de chaque composé pour la fabrication de la pastille a été déterminée à partir de l'équation (2.1) et est listée au Tableau 2.5.



Les composés ont été mélangés et moulus dans un mortier en agate. Ensuite, de l'isopropanol a été ajouté pour améliorer le mélange. Une fois l'isopropanol évaporé, la poudre homogène a été mise dans un creuset en céramique et celui-ci a été chauffé à 900°C pendant 24h dans un four (Thermolyne Furnace 1500). Après avoir moulu le produit résultant, la poudre a été recuite à 930°C pendant un autre 24h et ce, dans le

Composés en poudre	M (g/mol)	m (g)
Y ₂ O ₃	225.810	1.695
BaCO ₃	197.340	5.924
CuO	79.545	3.582

TABLEAU 2.5 – Composés en poudre utilisés pour la fabrication de la cible de YBCO.

même four. Pour finir, la poudre a été pressée en forme de pastille de 25mm de diamètre et environ 5mm d'épaisseur avec une pression de 5klbs à l'aide d'une presse hydraulique (Carver Laboratory Press) avant une dernière cuisson dans le four à 950°C pendant 24h. Une fois la cible fabriquée, celle-ci a été collée avec une pâte d'argent sur son support et a été sablée avec une grille abrasive (120 médium) avant d'être installée dans la chambre d'ablation laser.

2.3.3 Croissance des couches minces de YBCO

Le substrat est collé sur une plaque de Si monocristallin de 2cm x 2cm x 750µm avec de la laque d'argent (Leitsilber 200 Silver Paint) et réchauffé lentement à basse température jusqu'à environ 100°C à l'aide d'une plaque chauffante (Thermix® Stirring Hot Plate Model 210T) pendant une dizaine de minutes. Ce processus est important puisqu'il permet de bien solidifier le collage et d'empêcher la formation de bulles d'air entre le substrat et l'échantillon. Il y sera alors beaucoup moins probable que l'échantillon se décolle lorsqu'il sera porté à haute température pendant le dépôt [77]. Il faut noter ici que l'utilisation du Si ainsi que la laque d'argent permet d'avoir une température uniforme au substrat puisqu'ils diffusent très bien la chaleur. De plus, la face polie du Si permet d'avoir une meilleure transmission d'énergie entre le laser infrarouge et l'échantillon alors qu'environ 99% de l'énergie du laser est absorbée par celui-ci. La plaque de Si (et le substrat) est ensuite placée dans le trou de 2cm x 2cm

du porte-échantillon de 3 pouces (7.62cm) de diamètre et installée dans la chambre d'ablation laser de façon à ce que la face de l'échantillon pointe dans la direction de la cible d'YBCO et que la face polie du Si pointe dans la direction du laser infrarouge.

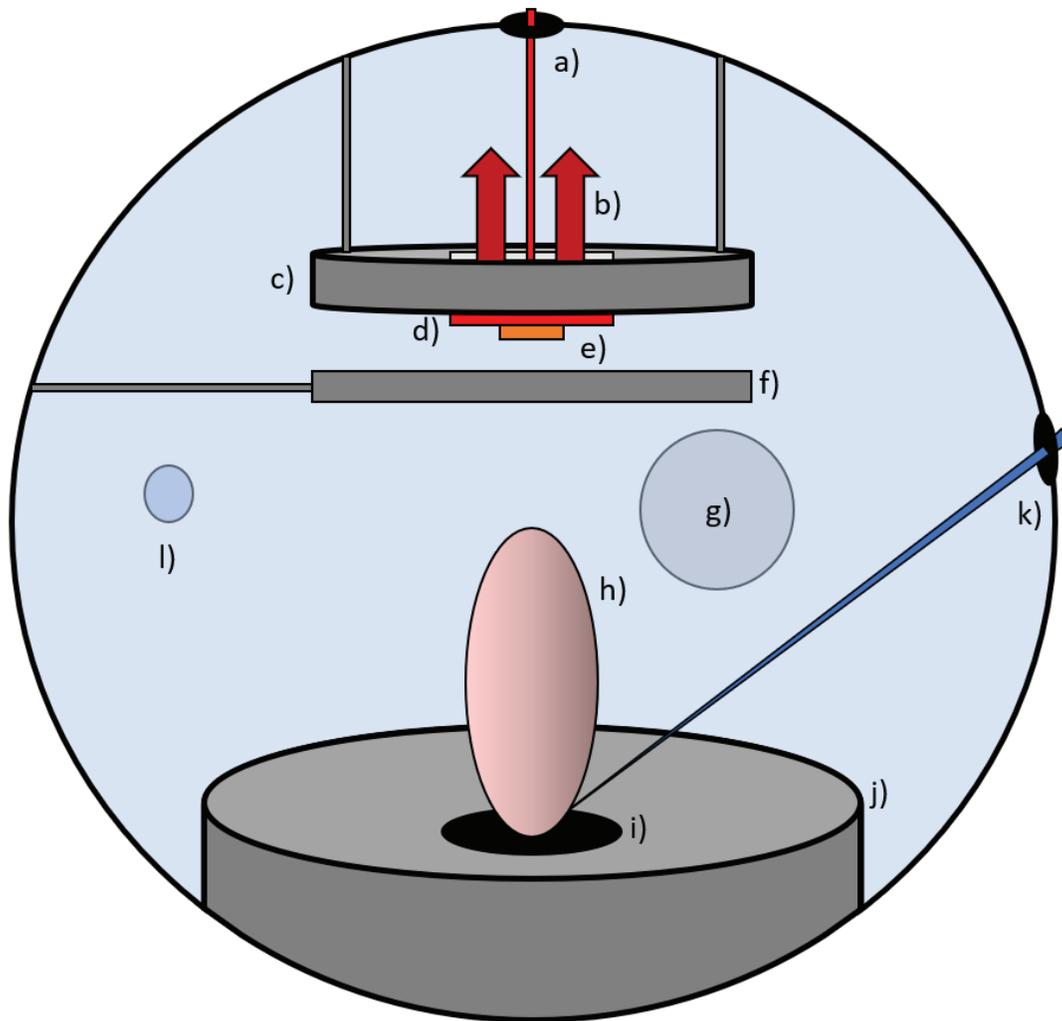


FIGURE 2.12 – Intérieur de la chambre d'ablation laser. a) Laser infrarouge, b) Rayonnement infrarouge capté par le pyromètre, c) Porte-échantillon, d) Plaque de Si, e) Échantillon (substrat), f) Obturateur, g) Ligne de la pompe mécanique & turbomoléculaire (valve amovible), h) Plasma (plume), i) Cible de YBCO, j) Cache du carrousel des cibles, k) Laser excimère et l) Ligne d'O₂.

Avant le dépôt, l'énergie du laser excimère est calibrée pour avoir une énergie totale d'environ 100mJ à la cible d'YBCO focalisé sur une surface d'environ 2mm x

5mm. Pour ce faire, un photo-détecteur (Fieldmaster) est installé directement après la fenêtre en quartz dans la chambre d'ablation laser. Des pulses de 1Hz sont envoyés sur le photo-détecteur et la tension du laser générant les pulses est variée entre 14 et 21 kV jusqu'à temps de lire l'énergie totale désirée sur le photo-détecteur.

Étapes	Énergie (mJ)	Température (°C)	Pression (Torr)	Pulse (coups)	Fréquence (Hz)	Temps (mins)
Chauffage	-	0-850	10E-3	-	-	25
Pré-ablation	100	850	200E-3	10 000	10	15
Ablation	100	850	200E-3	5000	10	10
Refroidissement (partie 1)	-	850-450	300	-	-	10
Plateau	-	450	300	-	-	30
Refroidissement (partie 2)	-	450-0	300	-	-	15

TABLEAU 2.6 – Conditions de croissance du YBCO utilisées pour la conception des dispositifs de canaux parallèles et de croix de Hall.

Une fois l'échantillon installée et le laser calibré, l'atmosphère de la chambre d'ablation laser est pompée avec une pompe mécanique (Agilent Technologies Model IDP-7) suivi d'une pompe turbomoléculaire (Leybold Vacuum Model TURBOVAC 450i) dont la fréquence de rotation a été réglée à 500Hz. Par la suite, 10mTorr d'O₂ est introduit dans la chambre permettant au composé amorphe en Al₂O₃ de ne pas se dégrader lors du chauffage [78]. Tout comme la chambre de pulvérisation cathodique RF, pour atteindre la pression désirée il faut injecter une certaine quantité d'O₂ en sccm dans la chambre et contrôler la pression lue sur les jauges InstruTech CVG101 & Inficon "SKY" Series M/N CDG025D avec la valve amovible. La température du substrat est augmentée jusqu'à 850°C¹ en faisant des bonds de 2%/min avec la puissance du laser infrarouge. Une fois la température atteinte, la pression d'O₂ est augmentée à 200mTorr et la pré-ablation est effectuée en faisant 10 000 pulses (coups) à 10Hz. La pré-ablation sert uniquement à nettoyer la cible des contaminations éventuels

1. 850°C → 48% de la puissance du laser infrarouge de chauffage.

avant le vrai dépôt et est possible grâce à l'utilisation d'un obturateur placé devant le substrat (voir Figure 2.12). De plus, il faut mentionner ici que la cible d'YBCO tourne sur elle-même lors de la pré-ablation et de l'ablation. En effet, celle-ci tourne à une vitesse de 11rpm ce qui permet de la préserver en s'assurant que les pulses de haute énergie ne la frappe excessivement au même endroit pendant le dépôt [79]. L'obturateur est pas la suite enlevé et une ablation laser de 5000 coups à 10Hz est effectué, toujours à 200mTorr. Suivant la fin du dépôt, la pression d'O₂ est ensuite augmentée graduellement jusqu'à 300Torr tout en maintenant la température à 850°C. La température est ensuite diminuée jusqu'à 450°C² en faisant des bonds de 2%/min avec la puissance du laser infrarouge. Un plateau de 30 minutes est alors effectué afin de bien oxygéner la couche mince d'YBCO [80]. Finalement, la température est diminuée jusqu'à 0°C avec le même taux que précédemment. Lorsque l'échantillon est

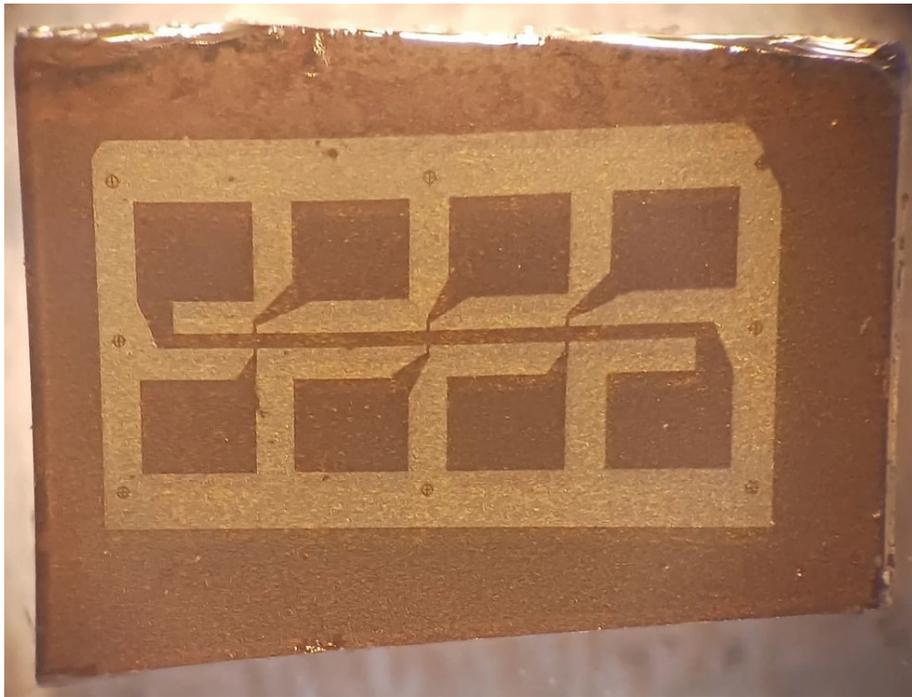


FIGURE 2.13 – Couche mince de YBCO d'un dispositif de croix de Hall après l'ablation laser pulsé. Les zones foncées sont constituée d'une couche épitaxiale de YBCO tandis que les zones pâles, d'une couche d'Al₂O₃ amorphe où une couche de YBCO amorphe s'est déposée à sa surface.

2. 450°C → 32% de la puissance du laser infrarouge de chauffage.

froid, celui-ci est sorti de la chambre d'ablation laser, décollé et nettoyé avec de l'isopropanol. Toutes les informations concernant les conditions de croissance pour une couche mince de YBCO peuvent être retrouvées au Tableau 2.6. De plus, le produit final d'un dispositif servant à mesurer l'effet Hall est présenté à la Figure 2.13. Ici, on doit insister sur le fait que ce dispositif est obtenu tout juste après le dépôt. À part l'application des contacts électriques, cet échantillon ne subira plus de manipulations pour préparer la mesure. Ceci représente un grand avantage alors que les propriétés de la couche épitaxiale fraîchement déposée seront réellement sondées.

Chapitre 3

Caractérisation des matériaux

Ce chapitre a pour but d'expliquer toutes les techniques de caractérisation des matériaux utilisées sur les dispositifs supraconducteurs afin d'obtenir les résultats nécessaires à l'avancement du projet de recherche en validant toutes les étapes du procédé de fabrication. En effet, les prochaines sections porteront sur la diffraction des rayons-X, le microscope à force atomique et les mesures de transport électrique.

3.1 Diffraction des rayons-X

La diffraction des rayons-X causée par la matière cristalline est une technique de caractérisation des matériaux très puissante. En effet, celle-ci permet d'identifier avec beaucoup de précision les dimensions de la maille élémentaire ainsi que la symétrie de la structure cristalline [81]. De plus, cette technique permet d'imager la densité électronique dans une maille pouvant servir à la détermination de la position d'équilibre des atomes du cristal avec une très grande précision. Il est aussi possible de trouver d'autres informations structurales comme la nature des atomes, leurs liaisons chimiques ainsi que leur agitation thermique. Dans ce mémoire, nous utiliserons la diffraction des rayons-X pour extraire l'épaisseur des couches minces.

3.1.1 Diffractomètre

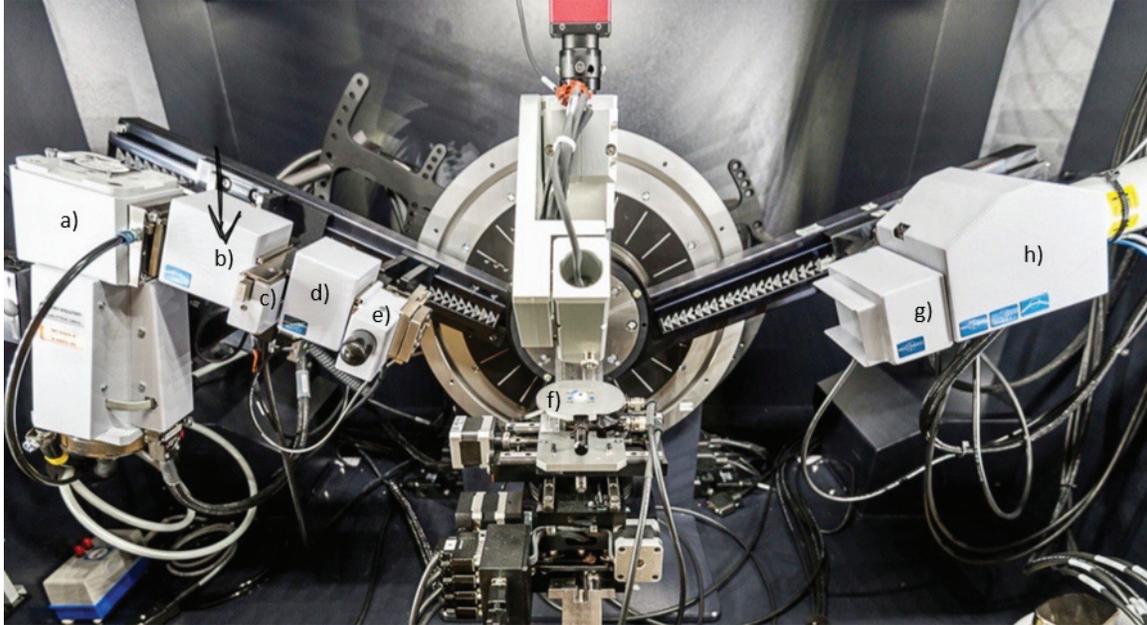


FIGURE 3.1 – Diffractomètre Bruker. On trouve en a) Source de cuivre (Cu), b) Miroir de Göbel, c) Fente de la source, d) Monochromateur, e) Obturateur, f) Plateau, g) Fentes du détecteur et h) Détecteur en NaI. L'échantillon est collé au centre du plateau sur une lamelle de verre qui est installée sur une pastille en teflon. La flèche noire indique rien, elle est juste présente sur la fenêtre du diffractomètre.

La diffraction des rayons-X se fait à l'intérieur du diffractomètre Bruker [82] présenté à la Figure 3.1. Une source montée sur un bras motorisé utilise le cuivre (Cu) afin d'émettre des rayons-X qui frapperont la surface d'un échantillon avec un angle θ_s . Il faut mentionner ici que la source émet deux longueurs d'ondes très rapprochées ; $k_{\alpha_1} = 0.154056\text{nm}$ et $k_{\alpha_2} = 0.154439\text{nm}$. Afin d'avoir un faisceau pur à la sortie de la source, un miroir de Göbel ainsi qu'un monochromateur à deux bonds sont utilisés pour isoler la raie k_{α_1} . De plus, la largeur du faisceau peut être modifiée en utilisant une fente juste avant le monochromateur. Ensuite, un détecteur monté sur un bras motorisé capte les rayons-X diffractés de l'échantillon avec un angle θ_d . Pour se faire, le détecteur compte le nombre de photons qui arrivent à l'aide d'un scintillateur basé sur un cristal d'iodure de sodium (NaI) et d'un photomultiplicateur. Aussi, une fente est placée à l'entrée du détecteur permettant de sélectionner que les photons se dirigeant parallèlement à θ_d .

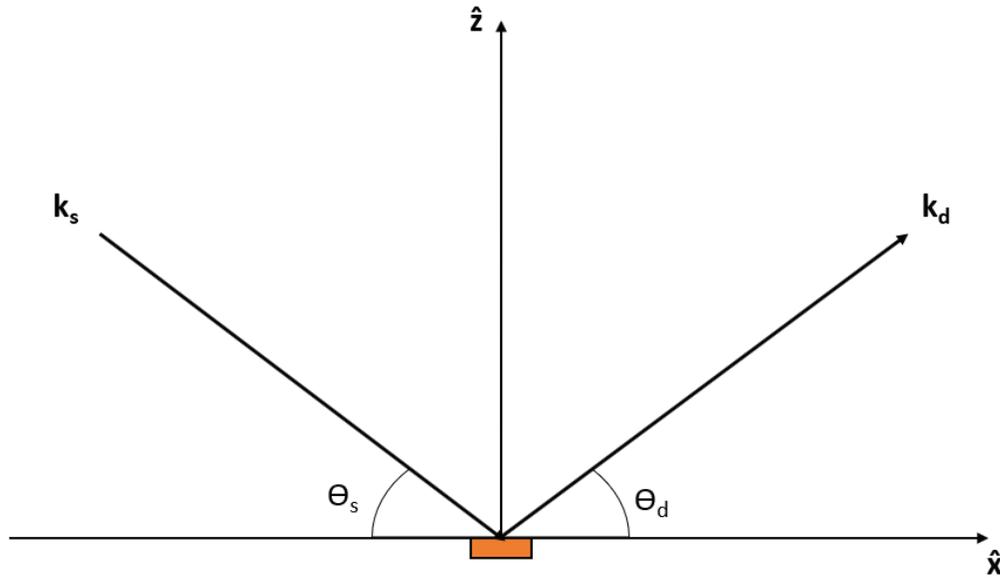


FIGURE 3.2 – Parcours optique des vecteurs d’ondes \mathbf{k}_s et \mathbf{k}_d . L’échantillon, en orange, est situé à l’origine.

La Figure 3.2 montre schématiquement les photons incidents avec un vecteur d’onde \mathbf{k}_s être diffractés dans la direction \mathbf{k}_d . Puisque ce phénomène est un processus élastique (voir les sous-sections 1.3.1 et 1.3.2), on trouve que le vecteur de diffusion est donné par :

$$\mathbf{g}(\theta_s, \theta_d) = \mathbf{G}_{\mathbf{hkl}} = \mathbf{k}_s - \mathbf{k}_d \quad (3.1)$$

où $|\mathbf{k}_s| = |\mathbf{k}_d| = \frac{2\pi}{\lambda}$. Il est possible d’exprimer les vecteurs d’onde \mathbf{k}_s et \mathbf{k}_d dans la base fixe du diffractomètre de la manière suivante :

$$\mathbf{k}_s = \frac{2\pi}{\lambda} (\cos \theta_s \hat{\mathbf{x}} - \sin \theta_s \hat{\mathbf{z}}) \quad \mathbf{k}_d = \frac{2\pi}{\lambda} (\cos \theta_d \hat{\mathbf{x}} + \sin \theta_d \hat{\mathbf{z}})$$

En se référant à l’équation (3.1), on peut réécrire le vecteur de diffusion comme suit :

$$\mathbf{g}(\theta_s, \theta_d) = \frac{2\pi}{\lambda} \left[(\cos \theta_s - \cos \theta_d) \hat{\mathbf{x}} + (\sin \theta_s + \sin \theta_d) \hat{\mathbf{z}} \right] \quad (3.2)$$

où λ est la longueur d’onde du laser utilisé par l’appareil.

3.1.2 Mesures $\theta - 2\theta$

Étant donné que la diffraction des rayons-X est une technique de caractérisation très précise, il faut absolument que l'échantillon soit immobile lors de la prise de mesure. Pour ce faire, l'échantillon est collé en utilisant de la graisse (High Vacuum Grease) sur une lamelle de verre de 2cm x 5cm puis installé sur une pastille en teflon de 1.5cm de diamètre se trouvant au centre du porte-échantillon. La largeur du faisceau à la sortie de la source peut être modifiée par l'utilisation de différentes fentes. Pour ce projet de recherche, une fente de 0.2mm x 1.2mm a été utilisée. Une fois les photons diffractés sur l'échantillon, ceux-ci doivent franchir deux fentes avant d'arriver au scintillateur (détecteur). La première est une fente de 0.2mm permettant d'avoir suffisamment d'intensité afin d'obtenir une bonne résolution sur les mesures effectuées et la deuxième, une fente de 4mm permettant de laisser passer beaucoup de photons possédant une trajectoire parallèle au détecteur. De plus, il faut mentionner qu'une mesure $\theta - 2\theta$ consiste à balayer les angles θ_s et θ_d en même temps ($\theta_s = \theta_d$). Ainsi, l'angle d'incidence est $\theta_s = \theta$ et l'angle de diffusion sondé est $\theta_s + \theta_d = 2\theta$. Le vecteur de diffusion donnée par l'équation (3.2) se trouve donc uniquement sur l'axe \hat{z} et seuls les pics \mathbf{G}_{001} pourront être mesurés dans cette configuration :

$$\mathbf{g}(\theta_s) = \frac{4\pi \sin \theta_s}{\lambda} \hat{z} \quad (3.3)$$

Avant de commencer le balayage, il faut s'assurer que le détecteur capte de façon optimale les photons diffractés et que l'échantillon soit bien aligné. Pour ce faire, une mesure de l'intensité reçue en fonction l'angle du détecteur (DetectorAxis) est effectuée à l'aide du programme DIFFRAC.Measurement se trouvant sur l'ordinateur de la DRX. Celui-ci est varié de -0.15° à 0.15° avec un incrément de 0.01° au 0.1s et le graphique obtenu permet de trouver l'angle à lequel le détecteur captera le plus de photons. Ensuite, les deux bras motorisés sont positionnés à $\theta_s = \theta_d = 0^\circ$ et une mesure d'intensité reçue au détecteur en fonction de la hauteur du porte-échantillon (Z) est effectuée. En général, la mesure est de 0 à 1mm avec un incrément de 0.01mm au 0.1s et le graphique obtenu permet d'identifier la position optimale de l'échantillon en z pour le balayage. Une fois la hauteur déterminée, il faut aligner l'échantillon de façon à ce qu'il soit bien plat par rapport à la source et au détecteur. Pour se faire, les deux bras motorisés sont positionnés à $\theta_s = \theta_d = 23.4716^\circ$ qui se trouve à être l'angle où le pic de diffraction le plus intense du LSAT peut être observé. Il faut mentionner

ici que les substrats de LSAT commandés en laboratoire sont de très bonnes qualités et que ses pics de diffraction sont très bien connus [83]. Il est donc de notre avantage d'aligner l'échantillon sur un de ses pics afin de s'assurer d'obtenir les bonnes valeurs expérimentales pour les pics de diffraction du YBCO. De plus, puisque l'épaisseur d'une couche mince standard (voir sous-section 4.1.1) est beaucoup plus petite que l'épaisseur du substrat ($500\mu\text{m}$), les pics les plus visibles dans le spectre de diffraction

Types de scan	θ_I / Z_I	θ_F / Z_F	$\Delta\theta / \Delta Z$	Acquisition
DetectorAxis	-0.15°	0.15°	0.01°	0.1s
Z ($\theta_s = \theta_d = 0^\circ$)	0mm	1mm	0.01mm	0.1s
Rocking curve ($\theta_s = \theta_d = 23.4716^\circ$) [ζ]	22°	25°	0.01°	0.1s
Rocking curve ($\theta_s = \theta_d = 23.4716^\circ$) [ξ]	22°	25°	0.01°	0.1s
Z ($\theta_s = \theta_d = 23.4716^\circ$)	0mm	1mm	0.01mm	0.1s
2Theta-Omega	10°	80°	0.01°	0.5s
2Theta-Omega	36°	40°	0.01°	5s

TABLEAU 3.1 – Étapes à effectuer pour l'alignement et l'acquisition de deux types de spectres au diffractomètre.

seront ceux du LSAT. Une fois la source et le détecteur positionnés à cet angle, une mesure d'intensité reçue en fonction de l'angle du détecteur (Rocking curve) est effectuée. La variation de cette mesure est en général de 22° à 25° avec un incrément de 0.01° au 0.1s et permet de trouver le pic expérimental [002] du LSAT. Il est fort probable que le pic expérimental trouvé ne soit pas exactement au même endroit que le pic théorique attendu. Il est cependant possible de corriger ce problème en calculant la différence entre l'angle du pic expérimental et du pic théorique pour ajuster l'angle Zeta (ζ) du porte-échantillon. Il faut d'ailleurs ajuster l'angle Xi (ξ) de celui-ci pour augmenter davantage l'alignement. Pour ce faire, il suffit de faire tourner le porte-échantillon sur lui-même de 90° (ϕ) avec l'option Phi-H du programme et d'effectuer les mêmes manipulations que précédemment. Finalement, le fait de bouger le porte-échantillon pour l'ajustement des angles ζ et ξ peut affecter la valeur de la hauteur z trouvée plus tôt. C'est pourquoi une dernière mesure Z est effectuée.

Les paramètres de mesure sont identiques à la première à l'exception que $\theta_s = \theta_d = 23.4716^\circ$. Le graphique obtenu permet une fois de plus de trouver la valeur optimale de z de l'échantillon pour le balayage, réduisant ainsi l'incertitude sur les valeurs expérimentales obtenues.

Deux types de spectres ont été mesurés dans ce projet. Le premier étant un spectre large qui permet d'avoir l'ensemble des pics du YBCO pour y identifier leurs positions et le deuxième, un spectre à haute résolution et à grand temps d'intégration qui permet de se concentrer sur les détails d'un pic de diffraction. Ces détails seront très utiles plus tard puisqu'ils seront essentiels à la détermination de l'épaisseur de la couche mince de YBCO et donc, du taux de croissance obtenu par l'ablation laser pulsé. Pour le spectre large, le détecteur et la source ont été variés de 10° à 80° en faisant des bonds de 0.01° au 0.5s tandis que pour le spectre de l'enveloppe, ceux-ci ont été variés de 36° à 40° en faisant des bonds de 0.01° au 5s. Il est possible de trouver toutes les manipulations effectuées dans cette section dans le Tableau 3.1.

3.2 Microscope à force atomique

Le microscope à force atomique (AFM) est un type de microscope à sonde locale de très haute résolution permettant de visualiser la topographie des surfaces de matériaux. Cet appareil est remarquable pour l'observation d'objets à très petite échelle puisqu'il analyse la surface d'un échantillon point par point [84]. Le plus grand avantage de l'AFM est qu'il n'utilise pas la lumière comme moyen direct d'observation. Il peut alors s'affranchir des problèmes causés par les phénomènes de diffraction de la lumière que les microscopes optiques classiques n'arrivaient pas à faire. L'AFM reste encore à ce jour imbattable sur le niveau de détails accessibles sur une surface mesurée.

3.2.1 Fonctionnement de l'AFM

Les mesures d'AFM se font à l'intérieur de l'appareil Veeco Dimension Icon With Scanasyt [85]. La Figure 3.3 montre les principaux éléments du microscope. Une sonde constituée d'un micro-levier réfléchissant (cantilevier) et d'une pointe nanométrique placée à son extrémité effectue un balayage sur la surface de l'échantillon. Les atomes constituant la pointe vont interagir avec les atomes se trouvant à la surface

de l'échantillon en s'attirant ou en se repoussant. Il y aura ultimement une déviation du micro-levier qui sera mesurée par la réflexion, à sa surface, d'un faisceau lumineux généré par diode laser de 1mW possédant une longueur d'onde de 670nm. Lorsque le micro-levier n'est pas dévié, le laser réfléchi frappe directement le centre du quadrant à photodiodes. Ceci implique que les 4 photodiodes du quadrant sont illuminées de façon égales. Cependant, lorsqu'il y a une déviation du micro-levier, le laser réfléchi

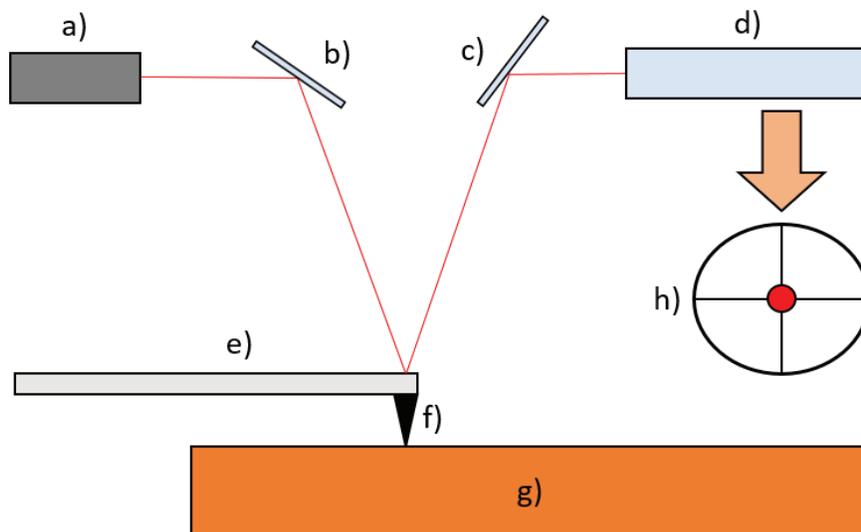


FIGURE 3.3 – Principaux éléments de l'AFM. a) Diode laser, b) & c) Miroirs, d) Quadrant à photodiodes, e) Micro-levier, f) Pointe nanométrique, g) Échantillon et h) Intérieur du quadrant à photodiodes.

ne se trouve plus au centre du quadrant et certaines photodiodes sont plus illuminées que d'autres. Il y aura donc l'apparition d'une différence de potentiel dans le quadrant qui pourra être mesurée afin de déterminer la topologie de l'échantillon via la loi de Hooke :

$$\Delta = C^{-1}\mathbf{F}$$

Où Δ est le vecteur de déviation du micro-levier, C^{-1} le tenseur inverse de rigidité et \mathbf{F} , la force appliquée sur le micro-levier.

3.2.2 Topologie des échantillons

La pointe nanométrique de l'AFM étant très sensible, il faut absolument que la surface de l'échantillon soit propre pour ne pas l'endommager. La rencontre de la pointe avec un simple grain de poussière est suffisante pour la briser. La procédure pour le nettoyage de l'échantillon est la même que celle présentée à la sous-section 2.1.3 du mémoire. Celui-ci est par la suite collé sur une plaque de saphir de 2cm x 2cm à l'aide de la graisse High Vacuum Grease et installé dans l'AFM. Pour s'assurer que la plaque de saphir ne bouge pas pendant la mesure, celle-ci est fixée par succion au centre du plateau amovible de l'appareil. Celui-ci est par la suite envoyé automatiquement à la station de calibration de l'AFM à l'aide du logiciel Nanoscope8.10 se trouvant sur l'ordinateur.

Le laser de la diode est calibré de façon à ce que le faisceau réfléchi du micro-levier frappe directement au centre du quadrant à photodiodes. L'ajustement est fait en utilisant les 4 vis qui permettent de changer respectivement la tension appliquée sur une photodiode. Ensuite, le focus de la caméra est effectué jusqu'à temps de voir clairement la pointe nanométrique de l'AFM à l'écran de l'ordinateur. Enfin, l'échantillon est envoyé manuellement en dessous de la pointe nanométrique à l'aide d'une roulette servant de manette télécommandée. La pointe fine est descendue lentement vers la surface de l'échantillon jusqu'à obtenir une image claire et nette à l'écran de l'ordinateur. Le Tableau 3.2 présente les deux types de balayage effectués pour déterminer la topologie d'un échantillon.

Mesures	Intervalle du balayage (μm)	Fréquence du scan (Hz)	Temps (min)
Surface	0.5	1	≈ 9
Interface	20	1	≈ 9

TABLEAU 3.2 – Types de balayage effectués pour déterminer la topologie d'un échantillon.

La première mesure est un balayage à une fréquence de balayage de 1Hz sur une distance de $0.5\mu\text{m}$ de la surface de l'échantillon. Cette mesure sert principalement à déterminer la rugosité des couches ainsi que les dimensions (hauteur & diamètre) des grains de YBCO cristallins déposés sur le substrat et des grains de YBCO amorphes

déposés sur le Al_2O_3 . La deuxième mesure est un balayage à une fréquence de balayage de 1Hz sur une distance de $20\mu\text{m}$ qui servira à déterminer la hauteur de l'interface en Al_2O_3 des dispositifs. Cette information sera très utile pour déterminer le taux de croissance du composé amorphe effectué par la pulvérisation cathodique radio-fréquence.

3.3 Mesures de transport électrique

Les mesures de transport électrique comme la résistivité, l'effet Hall et la densité de courant critique sont des techniques de caractérisation des matériaux très utilisées dans le domaine de la matière condensée à cause de l'information qu'elles renferment [86] [87] [88]. Entre autres, une mesure de résistivité nous indique la nature du matériau sondé. Par exemple, s'il s'avère à être un supraconducteur, la température critique de celui-ci peut y être déterminée. Aussi, une mesure d'effet Hall permet de déterminer la densité de porteurs d'un matériau ainsi que le signe des porteurs majoritaires. Enfin, une mesure de courbe I-V permet de déterminer la densité de courant critique que peut supporter un matériau supraconducteur.

3.3.1 Physical Properties Measurement System (PPMS)

Les mesures de transport électrique sont effectuées à l'aide d'un Physical Properties Measurement System (PPMS) de Quantum Design [89]. Celui-ci est composé d'un cryostat et d'un module de contrôle relié à un ordinateur comme le montre la Figure 3.4. Un aimant supraconducteur se trouve à l'intérieur du cryostat permettant de générer des champs magnétiques intenses allant de 0 à 9T. Celui-ci baigne dans l'hélium liquide qui possède une température de 4.2K (-269°C). Ceci permet alors de refroidir l'échantillon sur une large gamme en température allant de 300K (26°C) à 2K (-271°C). Le module de contrôle possède plusieurs options dont une de résistance qui permet d'effectuer des mesures à 4 pointes sur trois canaux en parallèle via l'interface d'un panneau de configuration. Il faut mentionner ici que les mesures peuvent être effectuées en courant continu (DC) ou en courant alternatif (AC). De plus, il est possible de connecter des appareils externes au module de contrôle comme expliqué à la sous-section 3.3.4 du mémoire. Le PPMS permet aussi d'effectuer des mesures de transport thermique, de chaleur spécifique, de susceptibilité magnétique ainsi que de

constante diélectrique. Cependant, ces types de mesure ne seront pas pertinents pour l'accomplissement du projet.



FIGURE 3.4 – Physical Properties Measurement System (PPMS). Le cryostat se trouve à gauche et le module de contrôle à droite.

3.3.2 Contacts & Préparation des échantillons

Tout d'abord, afin de faciliter la pose de contacts sur la surface de l'échantillon, celui-ci est lavé une première fois avec de l'isopropanol et une deuxième fois avec de l'acétone. Il faut noter ici que l'utilisation d'une microsouduse est inutile puisque les contacts ne collent pas correctement à la surface du supraconducteur [90]. Il faut alors utiliser la vieille méthode : à la main avec un fer à souder. Les contacts sont composés d'un mélange d'indium (In) et d'argent (Ag) permettant à ceux-ci d'adhérer

plus facilement à la surface d'une couche mince. Pour se faire, un morceau d'indium est chauffé sur une lamelle de verre jusqu'à son point de fusion (156.6°C) à l'aide d'un fer à souder (Weller EC2002M) dont on a modifié la pointe pour permettre l'application de petits contacts. Ensuite, de la poudre d'argent est ajoutée dans le mélange liquide jusqu'à saturation de la mixture. Enfin, des petits quantités du mélange sont soudées sur les pads d'un dispositif à l'aide du fer à souder et d'un microscope (Stereo Zoom 7). Il faut souligner que la température du fer lors de la soudure est $\approx 293^{\circ}\text{C}$, mais que les zones chauffées demeurent tout de même éloignées du canal de conduction. Par la suite, des fils d'or de $25.4\mu\text{m}$ de diamètre sont soudés sur chaque contact d'un dispositif à l'aide de pinces et celui-ci est collé sur son porte-échantillon en utilisant de la graisse thermique (Silicone Heat Transfer Compound). L'utilisation de fils composés d'or permet d'avoir une très bonne conduction électrique lors de la prise de mesures [91]. Aussi, l'utilisation de la graisse thermique permet au dispositif d'avoir un bon contact thermique avec le porte-échantillon puisque le thermomètre du PPMS s'y trouve [92]. Enfin, d'autres contacts sont faits sur les pads du porte-échantillon et les fils d'or du dispositif sont soudés sur ceux-ci comme le montre la Figure 3.5. Finalement, le porte-échantillon est pris avec une tige puis connecté dans le fond de la chambre à échantillon.

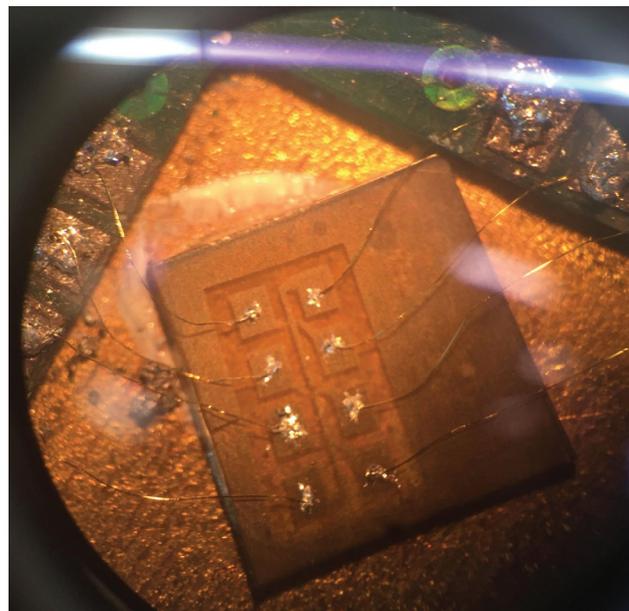


FIGURE 3.5 – Dispositif de croix de Hall installé sur son porte-échantillon avec les contacts en In/Ag sur les pads.

3.3.3 Mesures effectuées sur les canaux parallèles

Les mesures effectuées pour les dispositifs de canaux parallèles ne requièrent pas l'interface d'un panneau de configuration. Celles-ci se font en trois parties. La première mesure consiste à observer le comportement de la résistivité d'un fil supraconducteur lorsque la température est variée. Pour se faire, un courant électrique continu de $10\mu\text{A}$ est injecté entre les contacts 2I^+ & 2I^- et le voltage longitudinal est mesuré entre les contacts 2V^+ & 2V^- lorsque la température du dispositif est variée de 300K à 50K à un taux de $1\text{K}/\text{min}$ (voir la Figure 3.6a pour les configurations expérimentales).

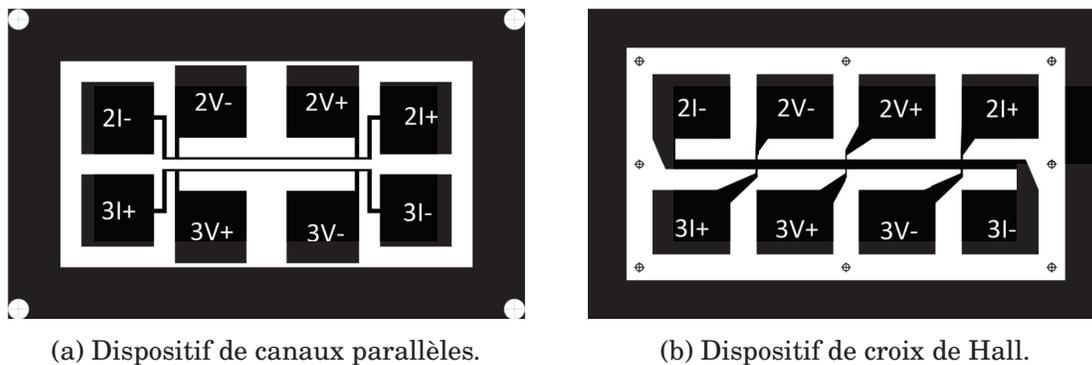


FIGURE 3.6 – Configuration électronique utilisée sur le porte-échantillon pour les deux types dispositifs.

La deuxième mesure consiste à regarder l'uniformité de la croissance des fils supraconducteurs. Pour ce faire, la mesure précédente est refaite mais cette fois-ci, le courant est injecté entre les contacts 3I^+ & 3I^- et le voltage longitudinal est mesuré entre les contacts 3V^+ & 3V^- . Puisque la **résistivité** nous intéresse dans ce cas et non la résistance, il faut convertir les données expérimentales à l'aide de l'équation suivante :

$$\rho(T) = \frac{R(T)lt}{L} \quad (3.4)$$

Où $R(T)$ est la résistance mesurée pour différentes températures. Aussi, l , t et L sont les dimensions du fil supraconducteur du dispositif soit : largeur, épaisseur et longueur.

Finalement, la troisième mesure consiste à vérifier s'il existe un courant électrique qui circule entre les deux fils supraconducteurs. Pour ce faire, la résistance est mesurée

manuellement entre les contacts $2I^+$ & $3I^-$ de l'échantillon à la Figure 3.6a à l'aide d'un multimètre (Fluke 8842A multimeter). S'il n'y a pas une résistance infinie comme désirée, une mesure de résistivité est de nouveau effectuée mais, en injectant le courant entre les contacts $2I^-$ & $3I^+$ et en mesurant le voltage longitudinal entre les contacts $2V^-$ & $3V^+$.

3.3.4 Mesures effectuées sur les croix de Hall

Les mesures effectuées sur les dispositifs de croix de Hall nécessitent l'interface d'un panneau de configuration puisque plusieurs résistances seront mesurées simultanément. Sachant que le PPMS fait des mesures à 4 pointes, il faut utiliser l'interface présentée au Tableau 3.3 qui permet d'injecter, par exemple, un courant électrique entre les contacts $2I^-$ & $3I^-$ de la croix de Hall présentée à la Figure 3.6b et de mesurer le voltage longitudinal entre les contacts $3I^+$ & $2I^+$. De plus, la configuration permet aussi de mesurer deux tensions transverses. Une entre les contacts $2V^-$ & $3V^+$ et une seconde entre les contacts $2V^+$ & $3V^-$ (voir la Figure 3.6b pour les configurations expérimentales).

Contacts	Interface
$3V^+$	$2V^+$
$3V^-$	$3V^+$
$3I^+$	$1V^+$
$3I^-$	$1I^- \oplus 2I^- \oplus 3I^-$
$2V^+$	$2V^-$
$2I^+$	$1V^- \oplus 3V^-$
$2I^-$	$1I^+ \oplus 2I^+ \oplus 3I^+$

TABLEAU 3.3 – Interface utilisée au panneau de configuration afin de mesurer les résistances longitudinales et transverses d'un dispositif de croix de Hall.

La première séquence de mesures consiste à déterminer la résistivité et l'effet Hall d'un dispositif lorsque la température est variée. Pour ce faire, un courant électrique continu de $10\mu A$ est injecté, à champ magnétique nul, et les tensions longitudinales et transverses sont mesurées lorsque la température est variée de 300K à 50K à un taux

de 1K/min. Suite à l'acquisition des données, la température est envoyée et stabilisée à 300K à un taux de 10K/min. Ensuite, la bobine supraconductrice génère un champ magnétique de 9T à un taux de 0.01T/s perpendiculairement à la surface du dispositif. Une fois le champ magnétique stable, les tensions longitudinales et transverses sont mesurées lorsque la température est variée de 300K à 50K par incrément de 5K. Une fois la température stabilisée à 50K, la bobine supraconductrice génère un champ magnétique de -9T en utilisant les mêmes conditions que précédemment. Les tensions longitudinales et transverses sont de nouveau mesurées mais cette fois-ci, lorsque la température est variée de 50K à 300K par incrément de 5K. Il faut mentionner ici qu'il y a une attente de 120s par données collectées afin de bien stabiliser la température et le champs magnétique. Cette attente permet à la température et au champ magnétique d'être stable pour une meilleure précision dans l'acquisition des données. Il est possible par la suite d'utiliser les données expérimentales obtenues pour les résistances transverses afin de déterminer le **coefficient de Hall** du dispositif. Pour se faire, il suffit d'utiliser l'équation suivante :

$$R_H(T) = \frac{t[R_B(T) - R_{-B}(T)]}{2B} \quad (3.5)$$

Où $R_H(T)$ est le coefficient de Hall à différente température. $R_B(T) / R_{-B}(T)$ sont les résistances transverses du dispositif à la température T, lorsque celui-ci est en présence d'un champ magnétique externe. Enfin, t est l'épaisseur du canal supraconducteur et B , l'amplitude du champ magnétique externe appliqué sur le dispositif. Dans notre cas, nous utilisons le champ maximum de 9T.

La deuxième séquence de mesures permet de déterminer la densité de courant critique que peut supporter un dispositif lorsque la température est variée. Pour ce faire, deux appareils externes sont connectés au PPMS via le panneau de configuration. Une source de courant (6221 de Keithley) injecte un courant électrique continu, par exemple, entre les contacts $2I^-$ et $3I^-$ de la croix de Hall de la Figure 3.6b et un nanovoltmètre (2182A Nanovoltmeter de Keithley) mesure la différence de potentiel entre les contacts $2I^+$ et $3I^+$. La température est envoyée à 10K en dessous de la température critique du supraconducteur, à un taux de 10K/min, et stabilisée pendant 120s. Afin de ne pas détruire le dispositif en injectant un courant électrique trop élevé, la source de courant est variée manuellement jusqu'à temps de mesurer une tension maximale de 0.20mV au voltmètre. Ceci permet alors de définir une valeur

maximale de courant électrique à appliquer lors de la mesure. À l'aide du logiciel maison Acquis_xD se trouvant sur l'ordinateur du PPMS, le courant injecté dans le dispositif est varié de 0A jusqu'à la valeur maximale trouvée précédemment en s'assurant d'avoir un incrément de mesure qui permet l'obtention d'au moins une cinquantaine de points pendant le balayage. Ensuite, la température est augmentée de 2K, à un taux de 1K/min, et stabilisée pendant 120s. La source de courant est variée une fois de plus manuellement afin de trouver la valeur maximale du courant à injecter dans le dispositif pour effectuer la même prise de mesure que précédemment. Les manipulations sont répétées jusqu'à atteindre la température critique du supraconducteur. Puisque que c'est la **densité de courant critique** qui nous intéresse dans cette prise de mesures, il faut transformer les données expérimentales de courant critique trouvées en utilisant l'équation suivante :

$$J_c(T) = \frac{I_c(T)}{lt} \quad (3.6)$$

Où $I_c(T)$ est le courant critique extrait de nos mesures pour différentes températures. De plus, l est la largeur du fil supraconducteur et t , l'épaisseur.

Chapitre 4

Analyse des dispositifs supraconducteurs

Ce présent chapitre a pour but de présenter et d'analyser les résultats importants obtenus lors de ce projet de recherche pour les deux types de dispositifs supraconducteurs fabriqués par la méthode d'épitaxie sélective sur substrat (ESS). Celui-ci sera séparé en deux parties majeures. La première partie se concentrera sur les dispositifs de canaux parallèles tandis que la deuxième, sur les dispositifs de croix de Hall.

4.1 Canaux parallèles

Les dispositifs supraconducteurs de canaux parallèles à base de YBCO ont été les premiers fabriqués lors du projet de recherche. En effet, ceux-ci servaient principalement de tests préliminaires pour vérifier rapidement la méthode de l'ESS avant de se lancer dans la conception de dispositifs plus complexes comme ceux de la section 4.2 du mémoire. Les résultats obtenus de la diffraction des rayons-X, de l'AFM et des mesures de résistivité seront présentés dans les sous-sections suivantes ce qui permettra de donner un premier verdict sur la nouvelle méthode expérimentale proposée.

4.1.1 Paramètre de mailles & Épaisseur des couches minces

Le premier résultat important à vérifier après la fabrication des dispositifs de canaux parallèles est la qualité cristalline de la couche mince de YBCO. La Figure 4.1 présente le spectre large du composé supraconducteur obtenu grâce à la mesure de la sous-section 3.1.2. Il est possible de remarquer que tous les pics [001] sont présents dans le spectre large de diffraction. Ceci est tout à fait normal puisque le $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

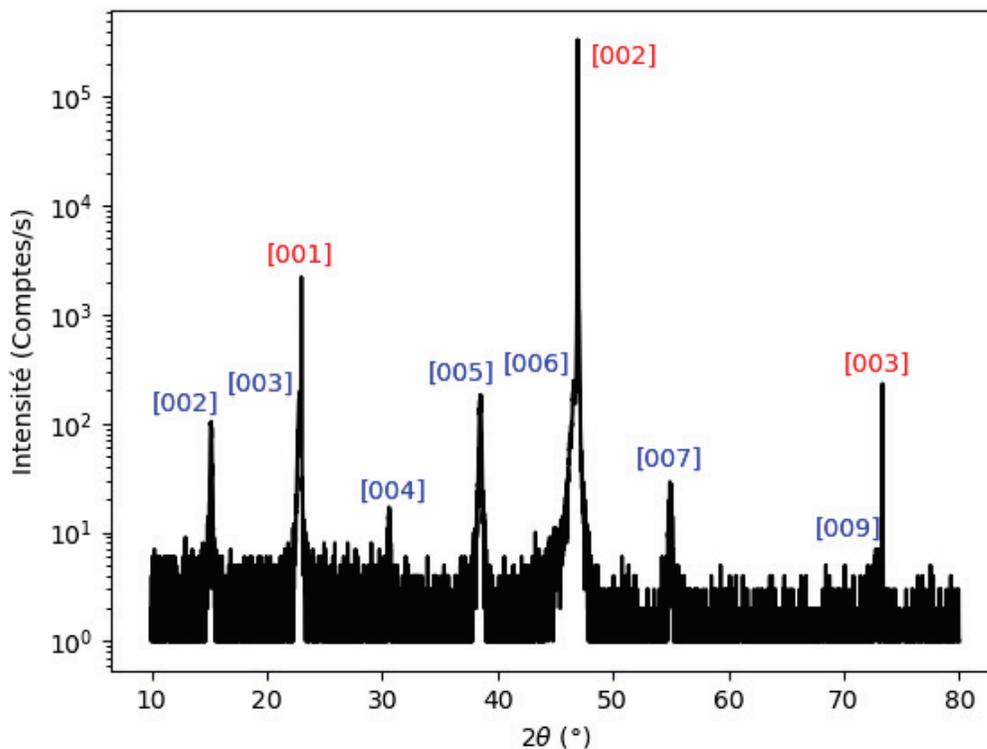


FIGURE 4.1 – Spectre large de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles. Les indices rouges sont associés aux pics de diffraction du substrat (LSAT) tandis que les bleus, aux pics de diffraction du YBCO.

possède une structure orthorhombique qui ne permet pas l'extinction d'un de ses pics [93]. Cependant, cela peut être complètement différent pour d'autres matériaux comme le LSCO qui voit ses pics de diffraction [001] impairs totalement effacé du spectre large à cause de sa structure tétragonal à corps centré [94]. On remarque aussi que l'intensité des pics de diffraction du substrat est beaucoup plus grande que

celle des pics de la couche mince de YBCO. On explique cette observation simplement par le fait que le substrat possède une plus grande épaisseur que la couche mince (voir la sous-section 3.1.2). Comme attendu, les pics de diffraction du YBCO sont aux valeurs de 2θ attendues dans le spectre. Ces informations indiquent alors la présence d'une couche mince de bonne qualité. Il faut noter ici que le pic [001] du YBCO n'est pas visible dans le spectre car celui-ci se situe en dehors du scan ($2\theta_{[001]} < 10^\circ$), de même pour les pic $2\theta_{[00l]} > 80^\circ$. Aussi, le pic [008] se situant autour de $2\theta_{[008]} \approx 65^\circ$ existe mais, n'est pas assez intense pour être observé avec les paramètres de mesure choisis.

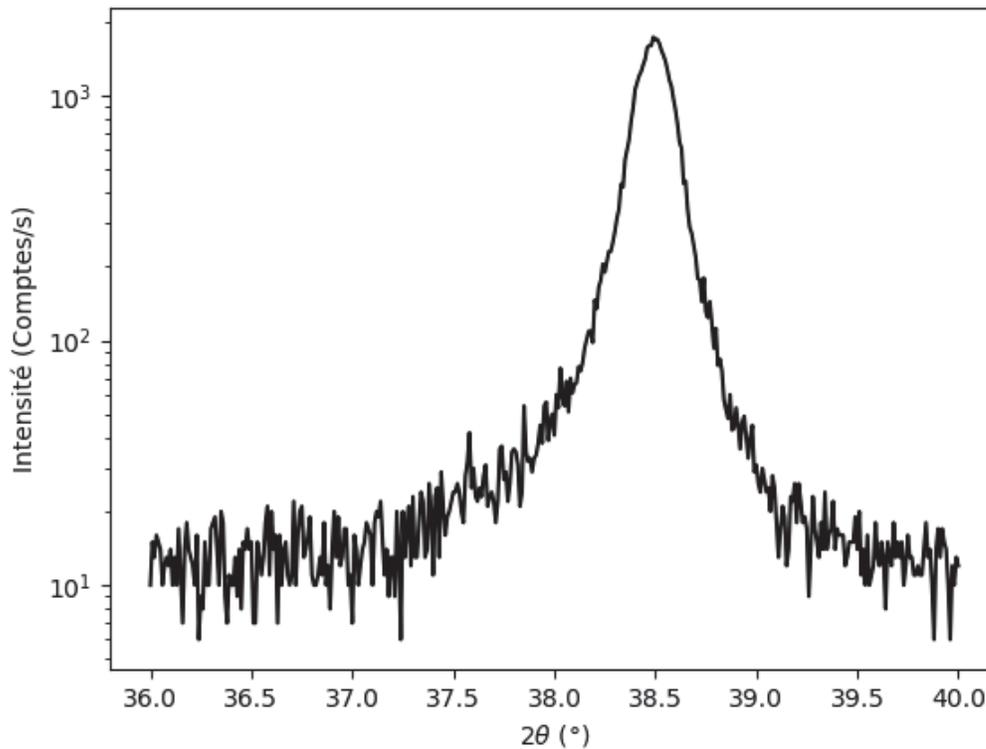


FIGURE 4.2 – Spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles. L'intensité maximale se situe à $2\theta = 38.488 \pm 0.002^\circ$ indiquant un paramètre de maille $c = 11.686 \pm 0.004\text{\AA}$.

La Figure 4.2 présente le pic de diffraction [005] du YBCO obtenu en effectuant la mesure à haute résolution de la sous-section 3.1.2. Il est possible de trouver avec

ces résultats la valeur maximale du pic de diffraction en utilisant une moyenne pondérée des données expérimentales. Cette technique est utilisée car le pic obtenu est légèrement asymétrique. On trouve que la valeur maximale d'intensité captée est atteinte lorsque $2\theta = 38.488 \pm 0.002^\circ$. En utilisant les équations (3.1) et (3.3), on trouve que le paramètre de maille $c = 11.686 \pm 0.004 \text{ \AA}$. Cette valeur expérimentale est un peu plus élevée que celle observée pour un monocristal de YBCO (voir la sous-section 1.1.1). Cependant, ceci est tout à fait normal car, comme expliqué dans la sous-section 2.1.2, l'utilisation du LSAT en tant que substrat permet d'appliquer des contraintes dans le plan a-b de la structure cristalline du YBCO. Ultimement, ces contraintes vont résulter en l'augmentation du paramètre de maille c. Certes, cette augmentation n'est pas énorme, mais elle est suffisante pour affecter les propriétés physiques du supraconducteur.

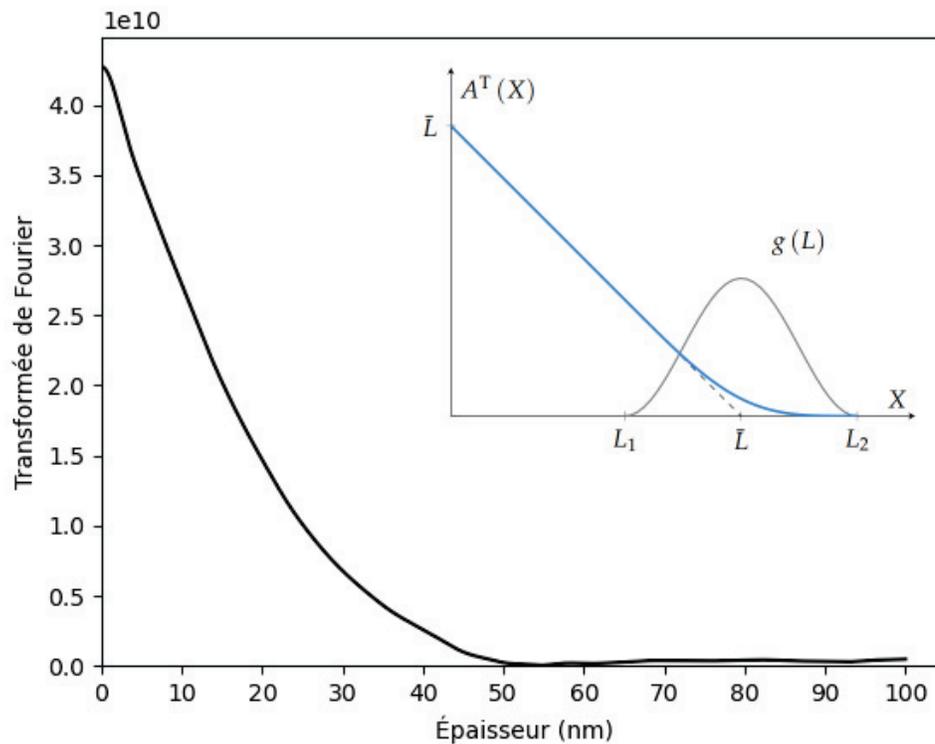


FIGURE 4.3 – Détermination de l'épaisseur de la couche mince de YBCO déposée sur le substrat d'un dispositif de canaux parallèles. L'intensité de la transformée de Fourier devient nulle pour une épaisseur $\approx 50 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$. De plus, le sous-graphique présenté dans le graphique, qui est en fait la Figure 1.17, permet de comparer directement les données obtenues avec ce que l'on attend théoriquement.

Il est possible d'extraire l'épaisseur de la couche mince de YBCO en utilisant la méthode numérique présentée en Annexe A. Une fois les données expérimentales traitées grâce à la transformée de Fourier, le résultat apparaît sous la forme d'un graphique présenté à la Figure 4.3. On remarque que la transformée de Fourier devient nulle pour une épaisseur $\approx 50 \pm 2\text{nm}$. Avec ce résultat en main, on identifie un taux de croissance $0.01\text{\AA}/\text{pulse}$ effectué par la chambre d'ablation laser. De plus, on remarque que la transformée de Fourier en fonction de l'épaisseur n'est pas une fonction triangle comme le montre la Figure 1.17 de la théorie. En effet, comme expliqué à la sous-section 1.3.4 du mémoire, la fonction triangle se voit arrondie près de l'intensité maximale I_0 de la transformée de Fourier (≈ 4.3) à cause des contraintes structurales appliquées sur le YBCO et lorsque la distance d entre les paires de plans s'approche de l'épaisseur t de la couche mince ($\approx 50\text{nm}$) à cause d'une croissance non-uniforme (épaisseur variable) de la couche à la surface du substrat. On conclut que la couche de YBCO présente une rugosité importante indiquant qu'une optimisation des paramètres de croissance pourrait améliorer celle-ci.

4.1.2 Diffraction du masque amorphe

Un résultat très intéressant à vérifier à l'aide de la diffraction des rayons-X est l'état de la couche amorphe de YBCO qui s'est déposée sur le Al_2O_3 lors de l'ablation laser pulsé. Pour ce faire, il suffit d'aligner au diffractomètre le dispositif de canaux parallèles en suivant les mêmes étapes que celles expliquées à la sous-section 3.1.2 du mémoire. Ensuite, on positionne $\theta_s = \theta_d = 19.27^\circ$ qui se trouve à être l'angle où se situe le pic de diffraction [005] du YBCO. Enfin, on effectue une mesure d'intensité reçue au détecteur en fonction de la position en y du porte-échantillon (Y) lorsque celui-ci est varié de -3mm à 3mm en faisant des bonds de 0.01mm au 5s . La Figure 4.4 montre le résultat obtenu pour un tel type de scan.

On remarque dans ce graphique qu'il y a cinq régions distinctes délimitées par les différentes lignes de couleurs (rouge, verte, bleue, cyan et mauve). En se fiant à la Figure 2.3a (tournée de 90°), qui apparaît de façon transparente dans le graphique, il est possible d'expliquer les différentes régions observées ainsi que la forme du scan obtenue. Tout d'abord, lorsque le faisceau se trouve à l'extérieur de l'échantillon ($y < -3\text{mm}$ et $y > 3\text{mm}$), l'intensité reçue au détecteur est nulle. En fait, l'intensité mesurée au diffractomètre n'est jamais parfaitement nulle puisque la taille des détails

du dispositif de canaux parallèles est beaucoup trop petit par rapport à la taille du faisceau de rayons X. Étant donné que la mesure a été effectuée de gauche à droite (-3mm à 3mm), la première augmentation de l'intensité jusqu'à l'atteinte d'un maximum à ≈ -2 mm (ligne rouge) correspond au faisceau diffracté entrant dans la zone du YBCO cristallin à l'extérieur du masque amorphe. Une diminution de l'intensité

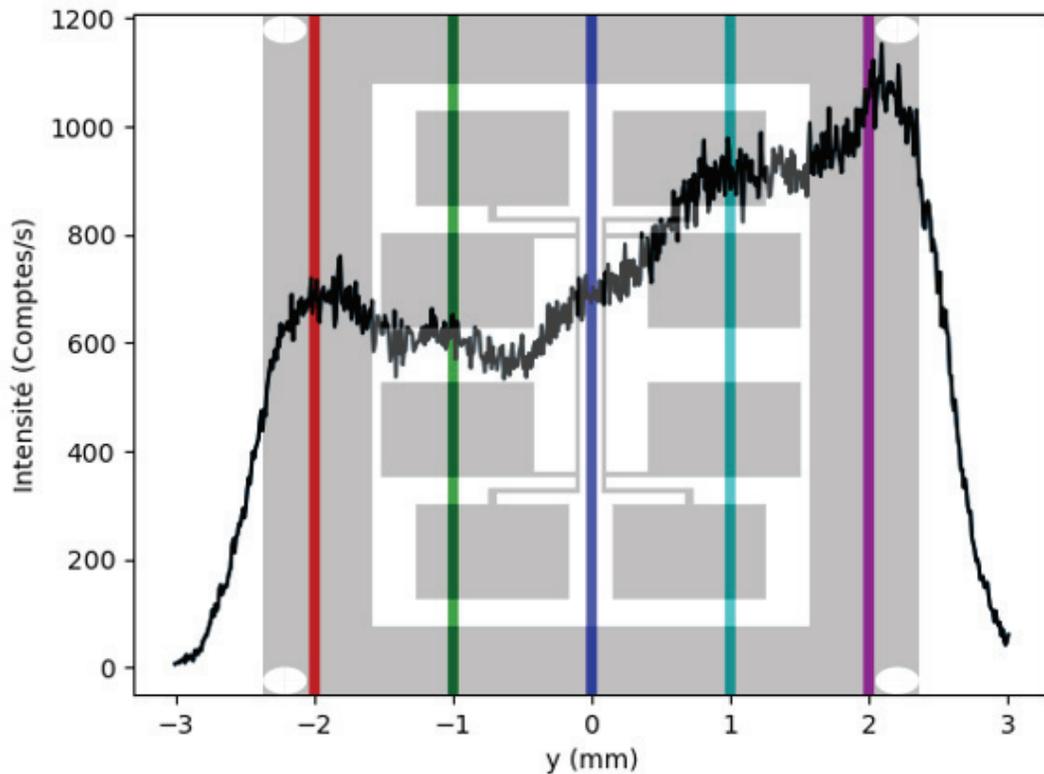


FIGURE 4.4 – Intensité du pic [005] mesurée au diffractomètre lorsque la surface exposée d'un dispositif de canaux parallèles est variée. Les cinq régions majeures sont délimitées par les lignes de couleurs suivantes : rouge (≈ -2 mm), verte (≈ -1 mm), bleue (≈ 0 mm), cyan (≈ 1 mm) et mauve (≈ 2 mm).

est ensuite observée lorsque le faisceau entre dans la partie amorphe du masque avant d'augmenter de nouveau lorsque celui-ci rencontre la première chaîne de contacts en YBCO jusqu'à l'atteinte d'un maximum à ≈ -1 mm (ligne verte). L'intensité diminue une seconde fois lorsque le faisceau se trouve dans la partie amorphe puis augmente jusqu'à l'atteinte d'un maximum à ≈ 0 mm (ligne bleue) lorsque celui-ci rencontre les deux canaux parallèles supraconducteurs. L'intensité diminue quelque peu lorsque le faisceau retourne dans la partie amorphe avant d'augmenter jusqu'à l'atteinte d'un

maximum à $\approx 1\text{mm}$ (ligne cyan) lorsque celui-ci rencontre la deuxième chaîne de contacts en YBCO. Finalement, l'intensité diminue de nouveau lorsque le faisceau entre pour la dernière fois dans la partie amorphe avant d'augmenter jusqu'à l'atteinte d'un maximum à $\approx 2\text{mm}$ (ligne mauve) lors de son arrivée dans la zone du YBCO cristallin à l'extérieur du masque amorphe. De plus, on remarque que l'intensité captée au détecteur augmente graduellement lorsqu'on passe de -3mm à 3mm . Ceci est tout à fait normal puisque le faisceau possède une taille. Les dimensions de celui-ci implique qu'une certaine surface sera exposée aux rayons-X. Il est alors évident que plus on avance à la surface de l'échantillon durant la prise de mesure et plus il y aura des endroits, où il y a eu la croissance épitaxiale du YBCO, exposées aux rayons-X. Ceci se traduit donc par une plus grande intensité mesurée au détecteur du diffractomètre.

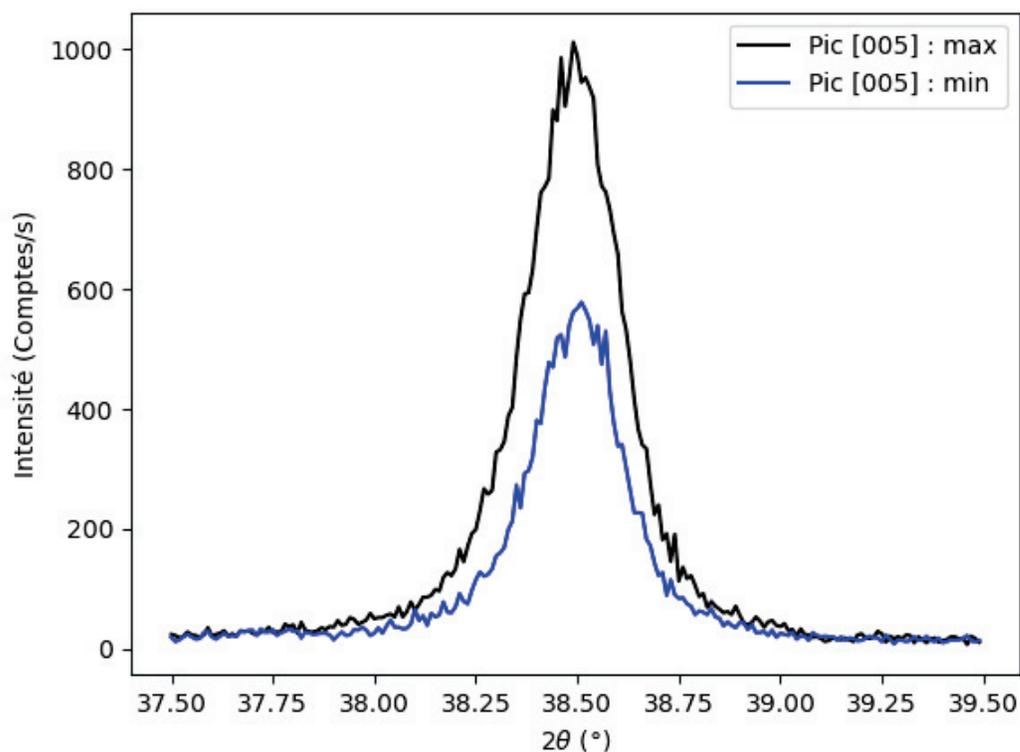


FIGURE 4.5 – Comparaison entre les pics de diffraction [005] d'une zone avec seulement du YBCO épitaxiale et d'une zone avec du YBCO amorphe d'un dispositif de canaux parallèles. On remarque un facteur multiplicatif d'intensité de 1.5 entre les deux spectres.

Il est aussi possible de comparer l'intensité mesurée dans une zone où il se trouve uniquement du YBCO amorphe ($\approx -0.5\text{mm}$) avec une zone où il se trouve uniquement du YBCO épitaxial ($\approx 2.1\text{mm}$). La Figure 4.5 montre une telle comparaison et on remarque aisément le facteur multiplicatif d'environ 1.5 entre les deux spectres mesurés. Il est donc évident avec les deux graphiques présentés que la couche amorphe de YBCO, qui s'est déposée à la surface du Al_2O_3 , impacte de façon significative les résultats obtenus à la diffraction des rayons-X. La variabilité de l'intensité en fonction de la position sondée sur le substrat montre ainsi que des zones non-épitaxiales sont présentes sur l'échantillon. Il est important de mentionner que la mesure présentée à la Figure 4.5 suit exactement la même méthode expérimentale que celle présentée à la sous-section 3.1.2 pour le spectre de l'enveloppe. Une mesure a été effectuée lorsque le porte-échantillon était positionné à $y = 2.1\text{mm}$ et une autre à $y = -0.5\text{mm}$. Il aurait tout de même été intéressant d'utiliser différentes tailles de fentes au diffractomètre afin d'isoler de façon plus convaincante la diffraction causée par la couche de YBCO amorphe sur l'oxyde d'aluminium. Ces mesures n'ont pas été effectuées dans le cadre du projet de recherche alors qu'elle demandaient beaucoup d'efforts pour très peu de nouvelles informations.

4.1.3 Interface en Al_2O_3 & Surfaces

Le deuxième résultat important à vérifier est la topographie de l'interface en Al_2O_3 ainsi que les différentes surfaces retrouvées dans les dispositifs de canaux parallèles. Il faut noter ici que les images 3D des Figures 4.6, 4.9 et 4.10 présentées ci-dessous ont été obtenues en traitant, à l'aide du logiciel Gwyddion, les données acquises à l'AFM suivant la méthode expérimentale de la sous-section 3.2.2. Commençons par la Figure 4.6 qui montre une image 3D de l'interface en Al_2O_3 .

On remarque tout d'abord qu'il y a deux régions distinctes dans les résultats présentés plus haut. La première (gauche) correspond à la zone couverte par la couche amorphe d' Al_2O_3 où il y a eu la croissance de YBCO amorphe à sa surface et la deuxième (droite) correspond à la zone couverte par la couche mince de YBCO épitaxial. L'analyse de ces deux surfaces se fera un peu plus loin dans les paragraphes suivants. Il est possible avec cette image de déterminer numériquement la hauteur de l'interface en utilisant une option du logiciel Gwyddion. On voit avec la Figure 4.7 que la hauteur de l'interface en Al_2O_3 est $\approx 100\text{nm}$. Il faut mentionner ici que le

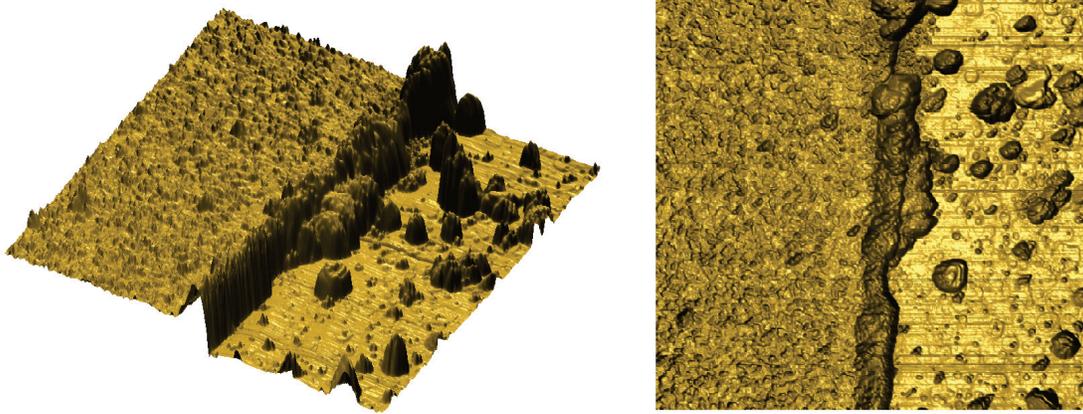


FIGURE 4.6 – Topographie de l'interface en Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles. L'image de gauche montre l'interface vue de profil tandis que l'image de droite, l'interface vue de haut. On remarque aussi avec ces images la présence de deux surfaces distinctes. La première (gauche) correspond à la zone couverte par la couche amorphe d' Al_2O_3 où il y a eu la croissance de YBCO amorphe à sa surface et la deuxième (droite) correspond à la zone du substrat de LSAT exposée par le processus de lithographie, pulvérisation RF et soulèvement, et couverte par la couche mince de YBCO épitaxial.

graphique de la hauteur de l'interface prend en compte l'épaisseur du YBCO sur le Al_2O_3 amorphe ainsi que l'épaisseur du YBCO épitaxial. Cependant, puisque les deux épaisseurs sont presque identiques ($\approx 50\text{nm}$), on peut conclure que la valeur obtenue est bien celle de la hauteur de l'interface en Al_2O_3 . Étant donné que les détails du dispositif de canaux parallèles font uniquement quelques dizaines de microns, une épaisseur de 100nm pour l'interface ne posera aucun problème pour le phénomène de "masque d'ombrage" (shadowmasking). Ce phénomène se produit généralement lors de dépôt avec masque lorsque la hauteur du masque est beaucoup plus grande par rapport aux détails du dispositif ciblé. Il en résulte alors en une grande difficulté ou même en l'impossibilité d'avoir une croissance uniforme (épaisseur constante) d'une couche mince près de l'interface [95]. Cette situation peut avoir des répercussions majeures pour des dispositifs avec des dimensions latérales sous le micron. Dans la Figure 4.7, on ne perçoit aucun indice clair d'un tel changement d'épaisseur à proximité de la marche de Al_2O_3 , ni en explorant la Figure 4.6. Le dernier détail qui saute aux yeux à la Figure 4.7 est le pic situé au bout de l'interface en Al_2O_3 qui possède une hauteur $\approx 100\text{nm}$. Ce pic est tout à fait normal et attendu puisqu'il résulte

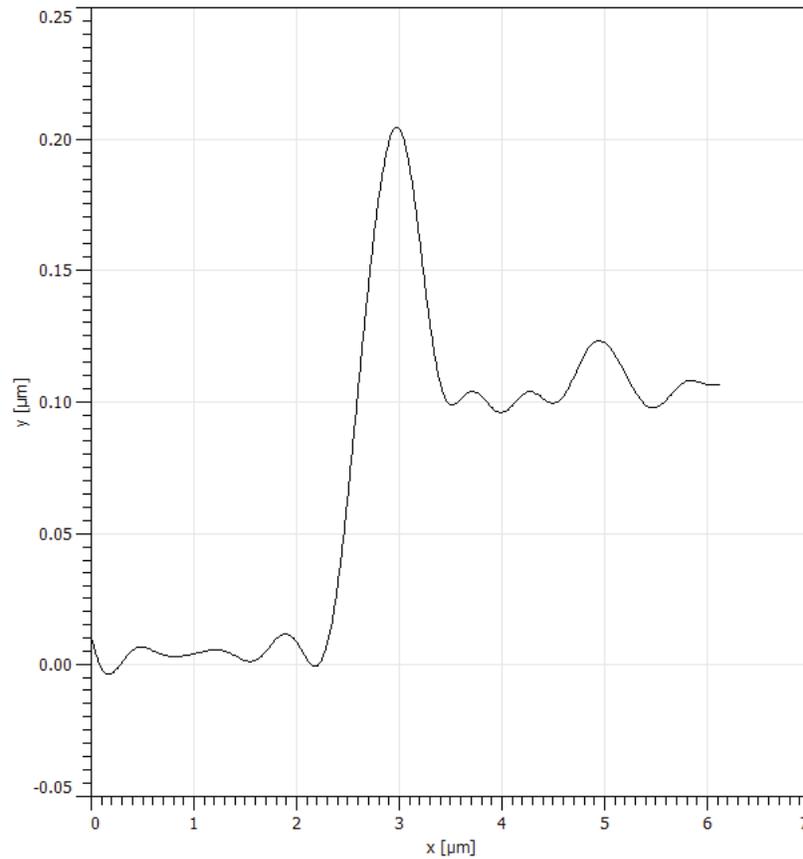


FIGURE 4.7 – Détermination de la hauteur de l'interface en Al_2O_3 . On remarque avec le graphique que celle-ci est $\approx 100\text{nm}$.

d'un défaut dans la méthode de fabrication. En effet, comme montre la Figure 4.8, le Al_2O_3 déposé sur la surface du substrat va venir se joindre, par accumulation, au Al_2O_3 déposé sur la surface de la résine [96]. Ceci résulte en la formation d'une petite montagne qui va englober la totalité de la résine. Une fois le soulèvement effectuée, il va rester uniquement le pied de la montagne qui se situe au bout de la surface du Al_2O_3 déposé sur le substrat. Il est important de noter qu'il est possible de diminuer l'impact de cet effet en optimisant la méthode de fabrication, par exemple, en variant les épaisseurs de la résine et de la couche de Al_2O_3 [97]. Cependant, ceci n'était pas le but visé dans ce projet de recherche. Enfin, il est possible de déterminer le taux de dépôt du composé amorphe en Al_2O_3 en utilisant la valeur trouvée précédemment. Puisque le processus se fait sur une période de 90mins, on trouve un taux de dépôt de $1.11\text{nm}/\text{min}$, obtenu aussi dans des tests préliminaires.

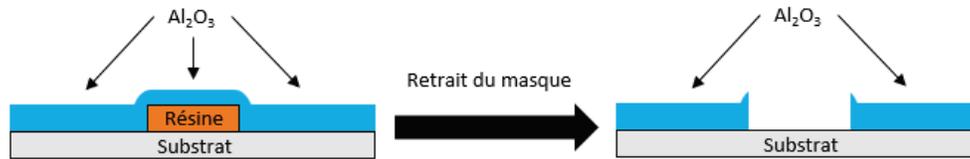


FIGURE 4.8 – Effet de "pied de montagne" dans la fabrication des dispositifs supraconducteurs. L'image de gauche montre le masque de résine après le dépôt du Al_2O_3 tandis que l'image de droite, le masque en Al_2O_3 après le soulèvement de la résine. On remarque qu'il y a l'apparition de pics situés au bout des surfaces en Al_2O_3 après l'étape de fabrication. Ceci est causée par la jonction du Al_2O_3 déposé à la surface du substrat ainsi que celui déposé à la surface de la résine par accumulation.

Concentrons nous maintenant sur la surface du Al_2O_3 amorphe. La Figure 4.9 montre une structure granulaire où le YBCO amorphe s'est déposé sur le masque de Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles. Il est important de noter que les données présentées à la Figure 4.9 ont été extraites à partir des données expérimentales de la Figure 4.6. Il est possible avec une option du logiciel Gwyddion de déterminer la hauteur et le diamètre des grains de YBCO sur le masque amorphe ainsi que la distance les séparant. On trouve que ceux-ci ont une hauteur moyenne $\approx 15\text{-}20\text{nm}$ et possèdent un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$. La distance les séparant peut varier de quelques nanomètres à une centaine de nanomètres. Ceci est contrôlée en partie par la qualité du Al_2O_3 amorphe et par les conditions de croissance de la couche [98] (entre autres, la montée en température en présence d'oxygène). Il faut savoir ici que les grains peuvent être créés de deux façons différentes [99]. La première est la cristallisation de la couche amorphe en Al_2O_3 lorsque celui-ci est porté à haute température et la deuxième, par le phénomène de flocons ("flakes"). La cristallisation locale du Al_2O_3 favorise probablement la croissance de grains de YBCO plutôt qu'un dépôt amorphe expliquant la rugosité importante observée. Cette rugosité peut être minimisée avec la montée oxygénée. Le phénomène des flocons se produit lorsque la cible d'aluminium dans la chambre est trop utilisée. Lors d'une telle utilisation, plusieurs molécules d' Al_2O_3 peuvent s'assembler et former des petits flocons à la surface de la cible. Ceux-ci peuvent alors se détacher durant le dépôt et se coller à la surface de l'échantillon. Une pré-exposition consistant à laisser le plasma allumé pendant 10 minutes sans faire de dépôt semble réduire la quantité de ces grains. Les

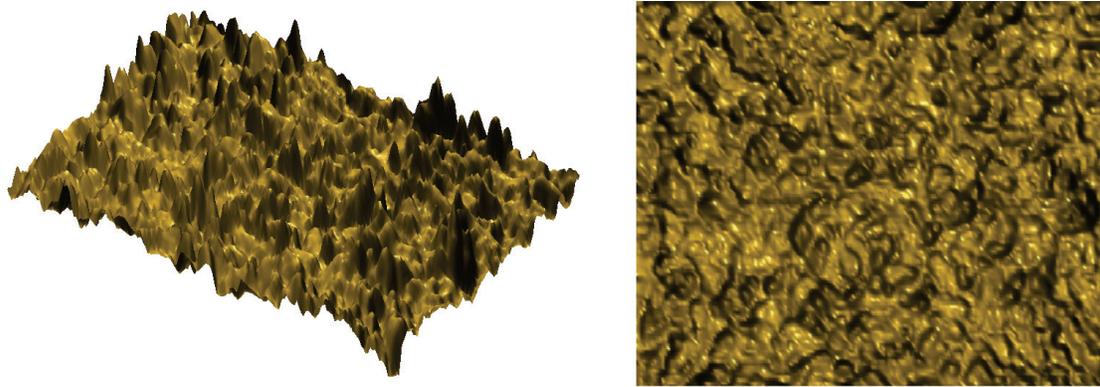


FIGURE 4.9 – Topographie de la couche amorphe de Al_2O_3 d'un dispositif de canaux parallèles lorsque la méthode de fabrication est optimisée. L'image de gauche montre la surface vue de profil tandis que l'image de droite, la surface vue de haut. Il faut mentionner ici qu'il y a eu la croissance de YBCO amorphe sur le Al_2O_3 . Les grains très plats ont une hauteur moyenne $\approx 15\text{-}20\text{nm}$ et possèdent un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$. La distance les séparant peut varier de quelques nanomètres à une centaine de nanomètres.

conditions optimisées visaient donc à éliminer ces deux sources de YBCO granulaire sur la surface du Al_2O_3 . Il faut noter que nous avons observé une corrélation entre l'abondance de ces grains et l'accroissement de cette zone qu'on espère maintenir isolante.

La Figure 4.10 montre la surface du YBCO épitaxiale sur le substrat de LSAT d'un dispositif de canaux parallèles. Comme précédemment, les données présentées à la Figure 4.10 ont été extraites à partir des données expérimentales de la Figure 4.6. Une fois de plus, il est possible d'utiliser une option du logiciel Gwyddion pour trouver les mêmes paramètres que ceux déterminés pour les grains de YBCO amorphe. On trouve alors une hauteur moyenne $\approx 5\text{-}10\text{nm}$ et un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$. De plus, la distance séparant les grains de YBCO cristallins est de quelques nanomètres. Ces résultats sont standards à tous les dispositifs de canaux parallèles et de croix de Hall fabriqués par la méthode de l'ESS. Cependant, la rugosité de la couche est supérieure aux meilleures couches de YBCO qu'on trouve dans la littérature avec des rugosités plutôt de l'ordre de $4\text{-}5\text{nm}$ [100]. L'optimisation des conditions de croissance devrait permettre de diminuer cette rugosité. Enfin les gros grains de YBCO cristallins qu'on

peut observer aux Figures 4.10 et 4.6 sont vraisemblablement du YBCO (100) qui indique une fois de plus que la croissance n'est pas optimale.

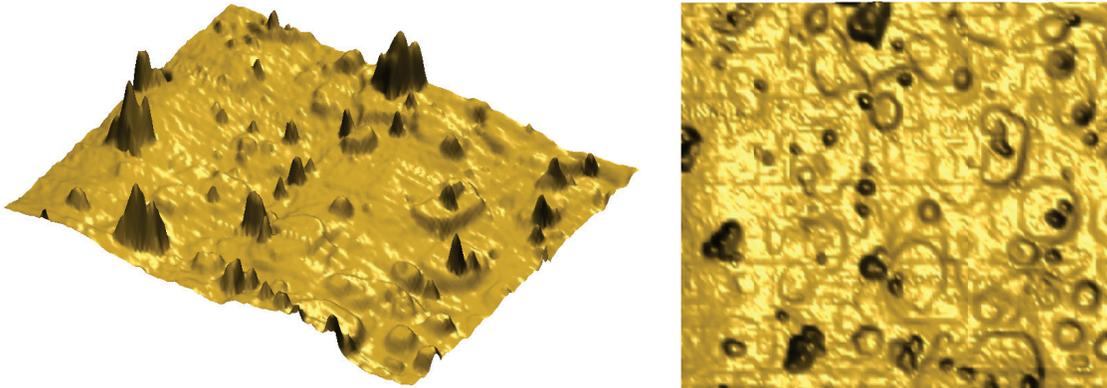


FIGURE 4.10 – Topographie de la couche mince épitaxiale de YBCO d'un dispositif de canaux parallèles. L'image de gauche montre la surface vue de profil tandis que l'image de droite, la surface vue de haut. Les grains ont une hauteur moyenne $\approx 5-10\text{nm}$ et possèdent un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$. La distance les séparant est de quelques nanomètres.

4.1.4 Résistivité des canaux & Région amorphe

Afin de vérifier la qualité de l'épitaxie et de l'approche de l'ESS, on choisit de vérifier sur les dispositifs de canaux parallèles la résistivité du YBCO épitaxiale ainsi que la résistance mesurée dans la région amorphe, plus précisément, entre les deux canaux (gap).

La Figure 4.11 présente les résultats obtenus en suivant la méthode expérimentale présentée à la sous-section 3.3.3 et en déduisant la résistivité grâce à l'équation (3.4) mais, en appliquant un champ magnétique externe de 9T. Les données expérimentales de la transition supraconductrice d'un dispositif de canaux parallèles à 0T sont présentées dans l'encart à la Figure 4.11. On remarque aisément, avec les deux courbes de résistivité en fonction de la température (une pour chaque canal), que le YBCO épitaxiale qui compose les deux canaux est bien uniforme. En effet, les deux courbes se chevauchent presque parfaitement et montrent exactement la même transition. De plus, il est possible d'observer avec le graphique / encart que la résistivité chute à zéro à $T_c(9T) / T_c(0T) \approx 70\text{K} / 85\text{K}$ et que la transition supraconductrice se fait

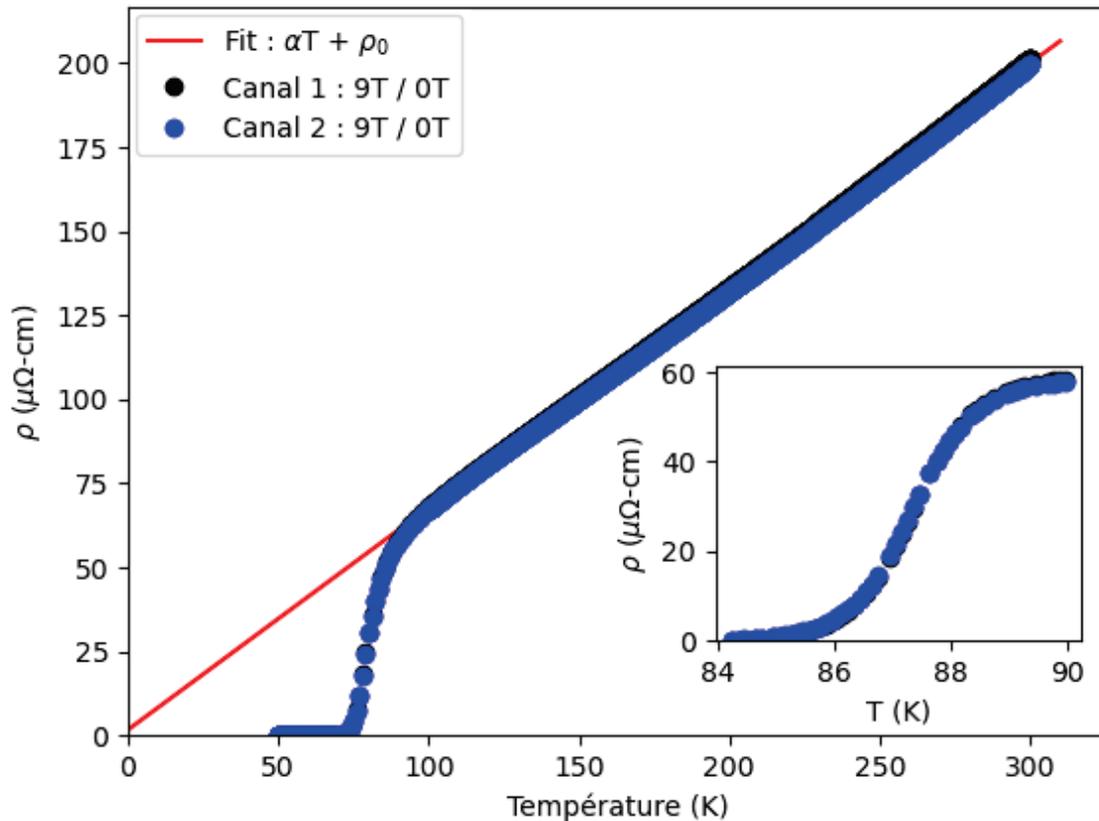


FIGURE 4.11 – Résistivité des canaux parallèles en fonction de la température en présence d’un champ magnétique externe de 9T (graphique) et sans la présence d’un champ magnétique externe (encart). On remarque que la résistivité chute à zéro à $T_c(9T) / T_c(0T) \approx 70\text{K} / 85\text{K}$ et que la transition supraconductrice est large / courte, $\Delta T_c(9T) / \Delta T_c(0T) \approx 20\text{K} / 2\text{K}$. De plus, les paramètres obtenus de la régression linéaire sont les suivants : $\alpha = 0.661 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{\text{T}}$ et $\rho_0 = 1.686\mu\Omega\text{-cm}$.

sur un intervalle $\Delta T_c(9T) / \Delta T_c(0T) \approx 20\text{K} / 2\text{K}$, comme attendu lorsqu’un champ magnétique externe est appliqué ou non (voir les Figures 1.8 et 1.5). En effectuant une régression linéaire sur les données expérimentale de résistivité du canal 1, lorsque $T > T_c$, on trouve une pente $\alpha = 0.661 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{\text{T}}$ et une ordonnée à l’origine $\rho_0 = 1.686\mu\Omega\text{-cm}$. Étant donné que les deux courbes sont pratiquement identiques, les paramètres de régression linéaire du canal 2 seront sensiblement les mêmes à ceux du canal 1. L’interprétation des valeurs obtenues pour T_c , ΔT_c , α et ρ_0 sera présentée plus en détails dans la sous-section 4.2. Il faut tout de même souligner que l’extrême linéarité de $\rho(T)$ est caractéristique d’un YBCO optimal [101]. La très faible valeur de ρ_0 est cependant inhabituelle pour des couches minces.

Finalement, nous ne présentons pas de graphique de résistance en fonction de la température pour le YBCO déposé sur le Al_2O_3 amorphe qui se trouve dans le gap puisqu'une simple mesure au multimètre, à température pièce ($\approx 297.15\text{K}$), montre une résistance infinie dans cette région. Ceci implique donc que le courant injecté dans le dispositif reste dans les canaux lors de la mesure de résistivité précédente et ne fuit pas à travers le composé amorphe sur le Al_2O_3 .

4.2 Croix de Hall

Les dispositifs supraconducteurs en croix de Hall ont été les deuxièmes fabriqués lors de ce projet de recherche. En effet, ceux-ci servaient de dispositifs clés pour mettre en évidence l'efficacité de la méthode de l'ESS. Les résultats de résistivité, d'effet Hall et de densité de courant critique seront présentés dans cette sous-section et permettront de donner un verdict final sur la nouvelle méthode de fabrication proposée. Il faut noter ici que tout comme les dispositifs de canaux parallèles, les dispositifs en croix de Hall ont aussi été explorés avec des mesures de diffraction des rayons-X et d'AFM. Les résultats étant identiques à ce que nous avons trouvé pour les dispositifs de canaux parallèles, nous focaliserons ici sur les mesures de transport.

4.2.1 Résistivité & Température critique

Tout comme les dispositifs de canaux parallèles, une mesure de résistivité en fonction de la température est primordiale pour évaluer la qualité de la couche mince supraconductrice (voir la sous-section 1.2.1 de la théorie). En effet, la Figure 4.12 présente les résultats d'une telle mesure, pour un dispositif de croix de Hall, lorsque les données expérimentales ont été traitées avec l'équation (3.4) pour obtenir la résistivité. Il faut noter ici que la longueur utilisée pour convertir les données de résistance obtenues par le PPMS est de $2000\mu\text{m}$ (distance entre les pads 3I^+ & 2I^+ de la Figure 3.6b).

Le premier élément qu'on peut soutirer de ce graphique est la température critique du YBCO épitaxiale. Celle-ci semble se situer $\approx 90\text{K}$ mais, une mesure plus précise de la transition supraconductrice à champ nul, comme le montre l'encart, permet de déterminer précisément une résistivité nulle à $T_c \approx 88\text{K}$ et une largeur de transition de $\Delta T_c \approx 1\text{K}$. Ces valeurs obtenues sont très semblables aux valeurs retrouvées dans

la littérature pour des couches minces de YBCO de bonne qualité ayant subi des contraintes dans le plan a-b de sa structure [102]. Ceci explique en partie pourquoi

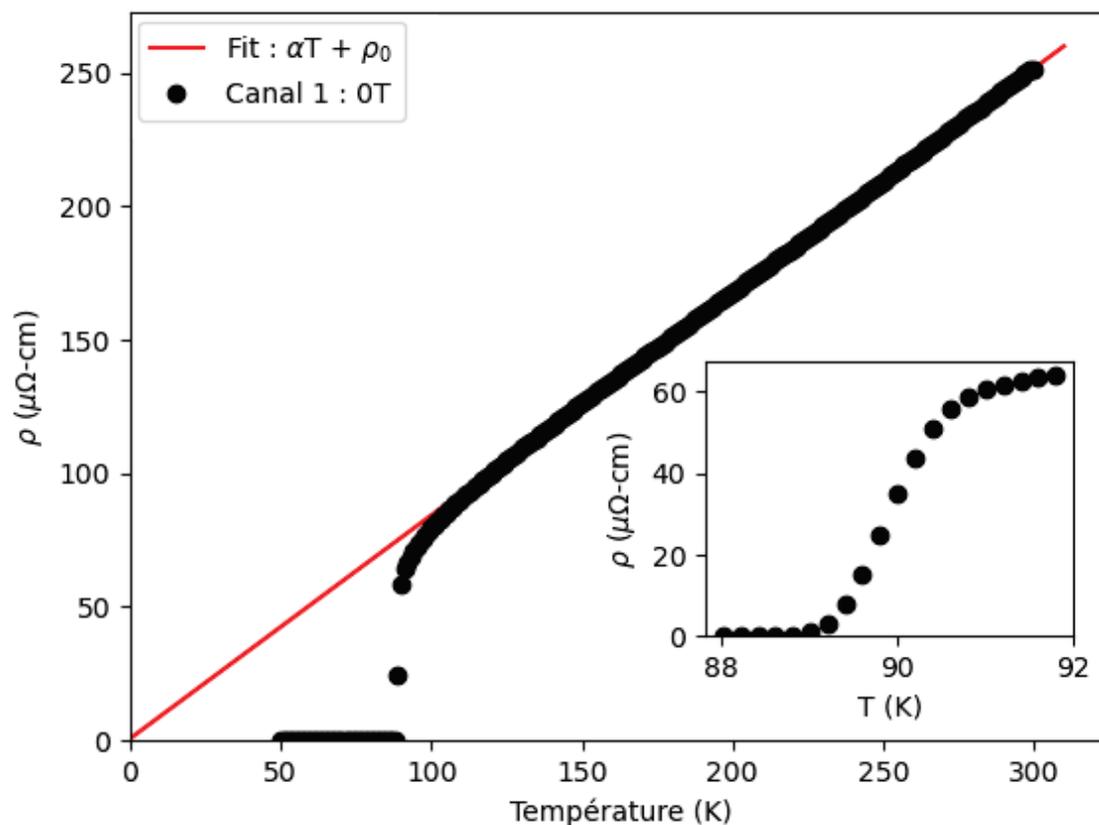


FIGURE 4.12 – Résistivité du canal longitudinale du dispositif de croix de Hall # 1 en fonction de la température pour un champ magnétique externe nul. On remarque que $T_c \approx 88\text{K}$ et que $\Delta T_c \approx 1\text{K}$. De plus, les paramètres obtenus de la régression linéaire sont les suivants : $\alpha = 0.836 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{\text{K}}$ et $\rho_0 = 0.779\mu\Omega\text{-cm}$.

la valeur de T_c obtenu est un peu plus faible que ce qui est généralement observée pour les monocristaux. Une valeur presque optimale de la température critique nous indique que le dopage du composé doit se situer presque au sommet du dôme supraconducteur ($\delta \approx 0$ à 0.05) [103]. Enfin, une faible valeur de ΔT_c permet de bien observer la faible contribution de la paraconductivité dans le matériau juste au dessus de T_c (voir la Figure 1.6). Il serait intéressant d'exploiter de tels dispositifs dans une étude plus détaillée de la nature de la transition du YBCO comme introduit dans l'article [104]. Ceci n'était bien sûr pas l'objectif de ce projet.

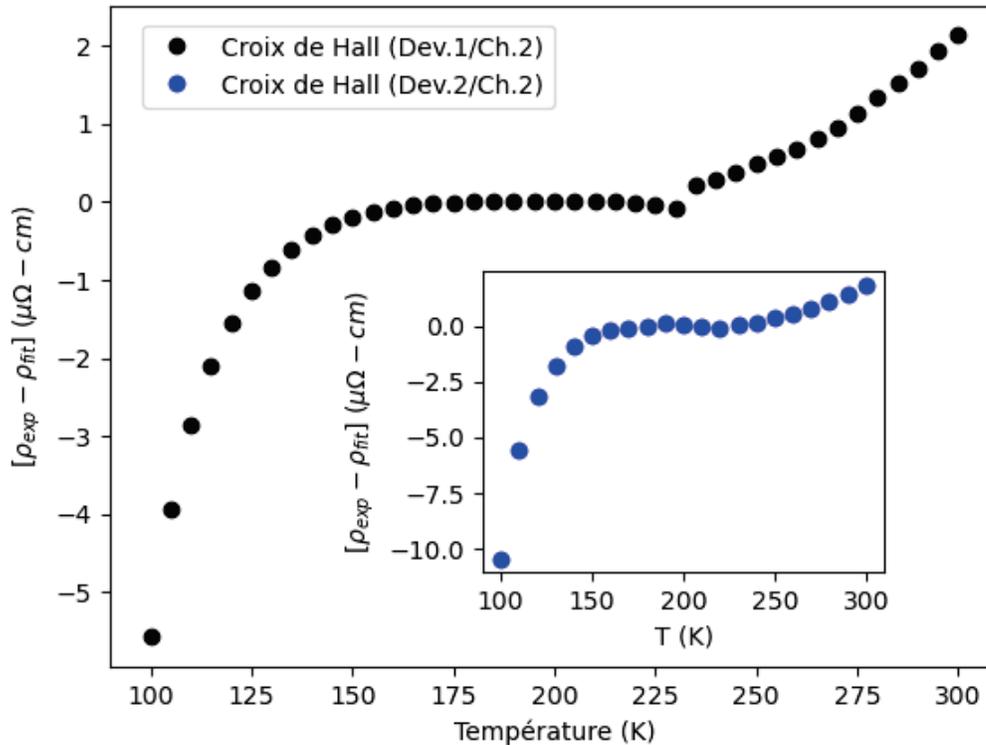


FIGURE 4.13 – Différence entre la résistivité obtenue expérimentalement et celle calculée à l'aide d'une régression linéaire pour deux dispositifs de croix de Hall en fonction de la température. On remarque du dispositif de croix de Hall #1 (courbe noire) qu'il y a un saut dans la différence de résistivité à $T \approx 235\text{K}$. Ce saut est cependant absent pour le dispositif de croix de Hall #2 (courbe bleue).

Le deuxième élément à remarquer dans le graphique est la dépendance linéaire que semble adopter la résistivité avec la température lorsque $T > T_c$. Pour vérifier cette linéarité, la Figure 4.13 montre la différence entre la résistivité obtenue expérimentalement et celle calculée à l'aide d'un lissage linéaire des données, effectué entre 170K et 230K, pour deux dispositifs de croix de Hall en fonction de la température. Il faut noter ici que les courbes de résistivité utilisées pour obtenir ces résultats sont pour un champ magnétique externe de 9T. Étant donné qu'il y a une attente de 120s par points mesuré, la résistivité à 9T est plus précise que celle à champ nul obtenu en mode balayage en température. On remarque avec la figure ci-dessus qu'il y a un saut dans la différence de résistivité à $T \approx 235\text{K}$ pour le dispositif de croix de Hall

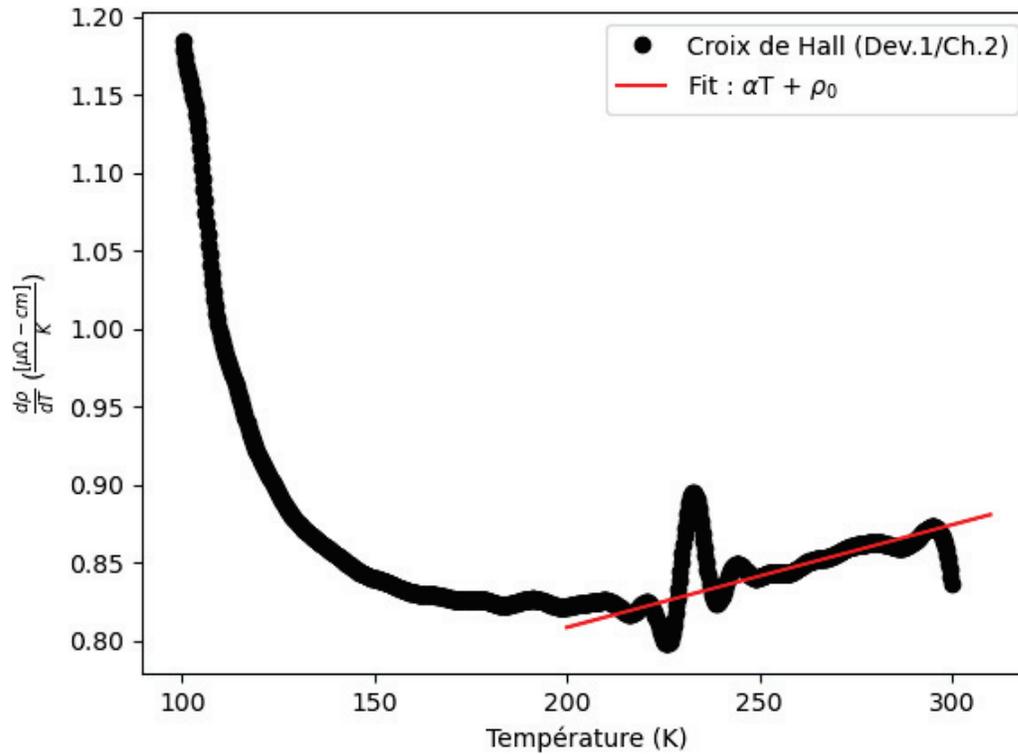


FIGURE 4.14 – Dérivée première de la courbe de résistivité en fonction de la température du dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique de 9T. On voit qu'il y a clairement un changement dans le comportement de la fonction au-dessus de 225K qui devrait suivre une tendance linéaire comme le montre la droite rouge.

#1 qui n'est pas présent pour le dispositif de croix de Hall #2. Afin d'investiguer cette anomalie, la dérivée première de la courbe de résistivité en fonction de la température du dispositif de croix de Hall #1, pour un champ magnétique externe de 9T, a été calculée. On voit clairement avec la Figure 4.14 qu'il y a un changement dans le comportement linéaire de la dérivée première en fonction de la température lorsque $T > 225\text{K}$, suggérant peut-être la présence de T^* [105]. Cependant, l'étude de T^* n'était pas du tout un des buts de ce projet de recherche. Ce sujet mérite d'être étudié plus attentivement puisque l'anomalie en question, réelle ou non, n'est pas présente dans tous les résultats que nous avons obtenus. De plus, la pente dans cette région implique une dérivée seconde positive.

Le troisième et dernier élément à suture de ce graphique est la valeur extrapolée de la résistivité pour une température nulle. Pour se faire, une régression linéaire a été effectuée sur les points expérimentaux de la Figure 4.12 lorsque $T > T_c$. On trouve alors une pente de $\alpha = 0.836 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{T}$ et une ordonnée à l'origine $\rho_0 = 0.779 \mu\Omega\text{-cm}$. Ceci nous dit donc que la qualité de la couche mince sur ce deuxième dispositif est très bonne puisque la valeur de $\rho_0 \rightarrow 0$. Effectivement, étant donné que ρ_0 est affecté essentiellement par la densité de défauts et d'impuretés se trouvant dans la structure cristalline du composé, plus la valeur obtenue est petite, meilleure sera la qualité de la couche de YBCO (voir la sous-section 1.2.1 de la théorie). La petite valeur de ρ_0 est possiblement le meilleur indicateur que l'ESS pourrait permettre de mieux contrôler la qualité des couches dans ces dispositifs.

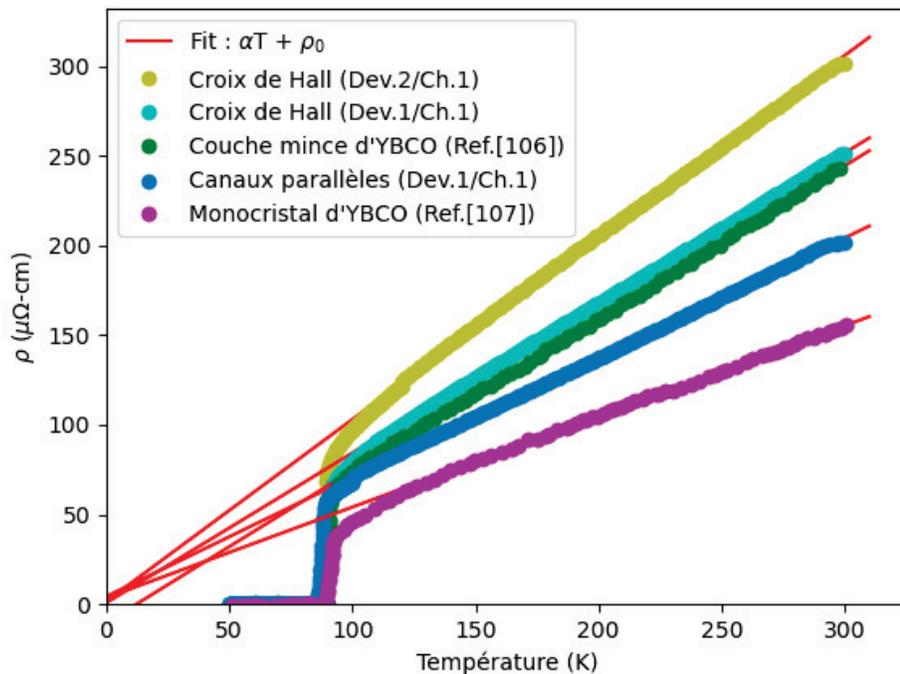


FIGURE 4.15 – Comparaison de la résistivité en fonction de la température des dispositifs fabriqués par la méthode de l'ESS avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO à champ magnétique externe nul.

Il est intéressant de comparer entre eux les résultats obtenus de résistivité en fonction de la température des dispositifs de canaux parallèles (CP) et de croix de Hall

(CH), ainsi qu'avec des exemples typiques de données de résistivité que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces (CMY) et les monocristaux (MY) de YBCO. La température critique et la transition supraconductrice obtenues pour le dispositif de canaux parallèles et le deuxième dispositif de croix de Hall sont de : $T_c = 85\text{K}$ et $\Delta T_c = 2\text{K}$; $T_c = 87\text{K}$ et $\Delta T_c = 2\text{K}$. Ces valeurs sont sensiblement les mêmes que celles obtenues pour le premier dispositif de croix de Hall qui étaient de $T_c = 88\text{K}$ et $\Delta T_c = 1\text{K}$. On remarque par la suite que ces valeurs de températures critiques et de largeur transition supraconductrice pour les dispositifs fabriqués par la méthode de l'ESS

Dispositifs	Substrat	T_c [K]	ΔT_c [K]	$\alpha[\frac{\mu\Omega\text{-cm}}{T}]$	$\rho_0[\mu\Omega\text{-cm}]$	t[nm]
Croix de Hall (Dev.2/Ch.1)	LSAT	87	2	1.014	1.641	50
Croix de Hall (Dev.1/Ch.1)	LSAT	88	1	0.836	0.779	50
Couche mince d'YBCO	LAO	88	2	0.849	-10.325	130
Canaux parallèles (Dev.1/Ch.1)	LSAT	85	2	0.666	4.338	50
Monocristal d'YBCO	N/A	88	2	0.505	3.613	N/A

TABLEAU 4.1 – Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure de résistivité en fonction de la température.

sont très semblables à celle des couches minces [106] et des monocristaux [107] de YBCO à champ magnétique externe nul mentionnés dans la littérature. On trouve du premier article que $T_c = 88\text{K}$ et $\Delta T_c = 2\text{K}$. Il faut noter ici que les chercheurs de l'article [106] avaient déposé leur couche mince de YBCO sur un substrat de LAO et que celle-ci possédait une épaisseur de 130nm comparativement à nos épaisseurs de 50nm (voir le Tableau 4.1). De plus, il est possible de remarquer que la résistivité de tous les dispositifs suit une tendance linéaire lorsque $T > T_c$ tout comme celle des couches minces et des monocristaux de YBCO. On trouve que les pentes varient et valent respectivement (de haut en bas) : $\alpha_1 = 1.014$, $\alpha_2 = 0.836$, $\alpha_3 = 0.849$, $\alpha_4 = 0.666$ et $\alpha_5 = 0.505 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{T}$. Malgré le fait que les valeurs obtenues pour les différentes pentes varient d'un facteur 2, l'ordonnée à l'origine diffère peu pour les dispositifs. Celles-ci

valent respectivement ; $\rho_{CH2} = 1.641$, $\rho_{CH1} = 0.779$, $\rho_{CMY} = -10.325$, $\rho_{CP} = 4.338$ et $\rho_{MY} = 3.613\mu\Omega\text{-cm}$. La différence n'est pas énorme mais, peut être expliquée par le manque d'optimisation des conditions de croissance des couches minces de YBCO lors de l'ablation laser pulsé, n'étant pas le but principal du projet de recherche. Somme toute, les informations obtenues nous indiquent que la couche de YBCO épitaxiale des dispositifs est de très bonne qualité et que la méthode de l'ESS proposée ne semble pas affecter la **résistivité** des couches produites.

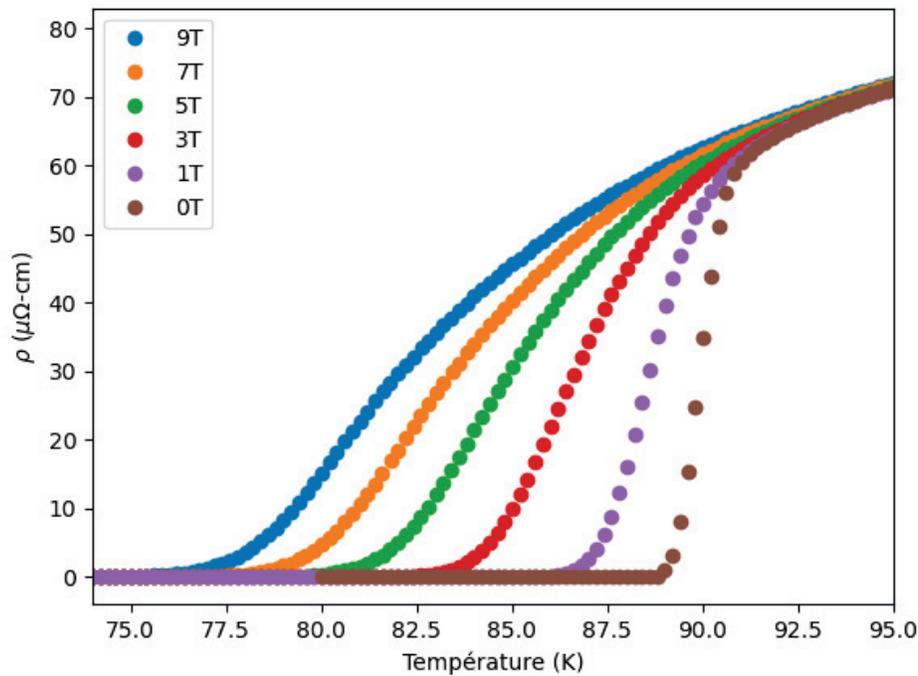


FIGURE 4.16 – Résistivité du canal longitudinal du dispositif de croix de Hall #1 en fonction de la température pour différents champs magnétiques externes appliqués.

Un dernier résultat intéressant à vérifier sur les dispositifs de croix de Hall est la dépendance de la résistivité en fonction de la température lorsque que le champ magnétique externe est variée. Afin d'obtenir les résultats présentés à la Figure 4.16, le dispositif de croix de Hall #1 est soudé sur son porte-échantillon en utilisant les mêmes configurations que celles présentées à la sous-section 3.3.4 du mémoire. La température est ciblée et stabilisée initialement à 100K à un taux de 10K/min. Un courant électrique continu de $10\mu\text{A}$ est injecté entre les contacts $2I^-$ & $3I^-$ et la résis-

tance longitudinale du dispositif est mesurée entre les contacts $3I^+$ & $2I^+$ lorsque la température est variée de 100K à 70K, à un taux de 0.5K/min, pour un champ magnétique externe nul. La température est par la suite retournée et stabilisée à 100K à un taux de 10K/min. Ensuite, la bobine supraconductrice génère un champ magnétique externe de 1T à un taux de 0.01T/s perpendiculairement à la surface du dispositif. La même mesure que précédemment est de nouveau effectuée et celle-ci se répétera pour les champs magnétiques externes suivants : 3T, 5T, 7T et 9T. On remarque aisément que la température pour laquelle $\rho(T) = 0$ du supraconducteur diminue lorsque le champ magnétique externe appliqué augmente : $B = 0T \rightarrow 88K$, $1T \rightarrow 86K$, $3T \rightarrow 82K$, $5T \rightarrow 78K$, $7T \rightarrow 76K$, $9T \rightarrow 74K$ et que la transition supraconductrice s'élargit lorsque le champ magnétique externe appliqué augmente : $B = 0T \rightarrow 1K$, $1T \rightarrow 4K$, $3T \rightarrow 8K$, $5T \rightarrow 12K$, $7T \rightarrow 14K$, $9T \rightarrow 16K$. Ceci est exactement le comportement généralement observé pour le YBCO et est très bien expliqué par les phénomènes d'écoulement des vortex en présence d'un courant électrique appliqué et le passage au travers une transition de fusion de solide de vortex (voir la sous-section 1.2.2 de la théorie). Des résultats très similaires ont été obtenus avec les autres dispositifs (canaux parallèles et croix de Hall) confirmant la reproductibilité du procédé de l'ESS pour le YBCO.

4.2.2 Coefficient & Angle de Hall

Les résistances transverses mesurées lors de la mesure utilisant la configuration présentée à la sous-section 3.3.4 permet d'extraire le coefficient de Hall de la couche mince d'YBCO. Pour ce faire, il suffit de convertir les données expérimentales obtenues du PPMS à l'aide de l'équation (3.5). La Figure 4.17 présente le coefficient de Hall en fonction de la température pour deux canaux de mesure transverses d'un même dispositif de croix de Hall.

On remarque premièrement que les deux courbes ne se chevauchent pas parfaitement. Ceci pourrait être dû à une variabilité dans l'épaisseur de la couche. En effet, l'épaisseur de la couche mince est calculée en effectuant la transformée de Fourier du pic [005] du YBCO. Or, l'intensité de ce pic vient principalement de la couche mince se trouvant à l'extérieur du dispositif (le contour) puisqu'elle est beaucoup plus grande et étendue que les détails du dispositif. On suppose alors que l'épaisseur extraite à l'aide de la méthode numérique de l'Annexe A est uniforme sur tout le substrat et

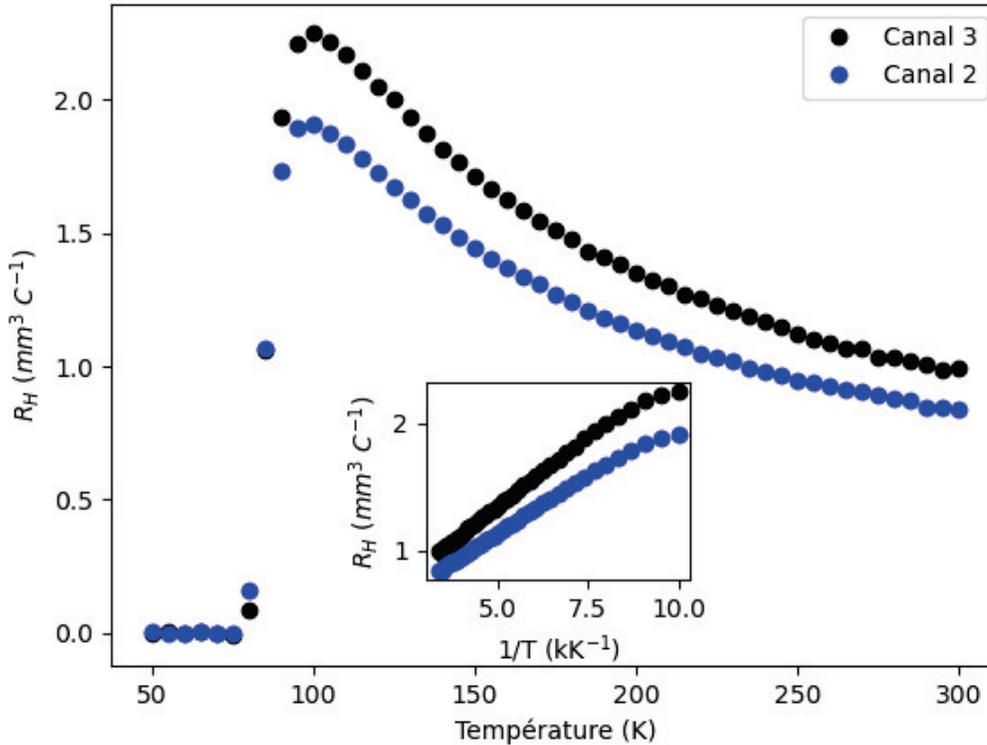


FIGURE 4.17 – Coefficient de Hall en fonction de la température de deux canaux transverses d’un même dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique externe de 9T. On remarque qu’un maximum est atteint juste au-dessus de T_c . De plus, le sous-graphique du coefficient de Hall en fonction de l’inverse de la température semble suivre une tendance linéaire lorsque $T > T_c$, indiquant que $R_H(T) \propto \frac{1}{T}$.

donc, dans tous les détails du dispositif. Cependant, il arrive parfois que le taux de dépôt varie légèrement en fonction de la position sur le substrat [108]. Ce n’est pas fréquent, mais ça pourrait expliquer cette différence. Ceci est un autre bon exemple de la difficulté d’obtenir des couches de qualité uniforme. Dans le cas précédent, nous sur-évaluons ou sous-évaluons la vraie épaisseur de la couche aux sites de mesure de $R_H(T)$ sur ce dispositif. On peut donc considérer, pour l’instant, que l’écart entre les deux courbes à la Figure 4.17 représente une incertitude sur la valeur de l’effet Hall. Bien sûr, cet aspect est facilement perfectible.

Deuxièmement, il est possible d’observer avec le sous-graphique de la Figure 4.16 que le coefficient de Hall semble suivre une dépendance linéaire avec l’inverse

de la température lorsque $T > T_c$. Comme expliqué dans la sous-section 1.2.3 de la théorie, ce comportement est généralement celui observé pour le YBCO. On remarque finalement que le coefficient de Hall varie de façon abrupte lorsque $T \approx T_c$ et devient totalement nul lorsque $T < T_c$. Ceci est tout à fait attendu puisque la conduction dans l'état supraconducteur se fait via un courant non-dissipatif (paires de Cooper) comme expliqué à la sous-section 1.1.2 de la théorie.

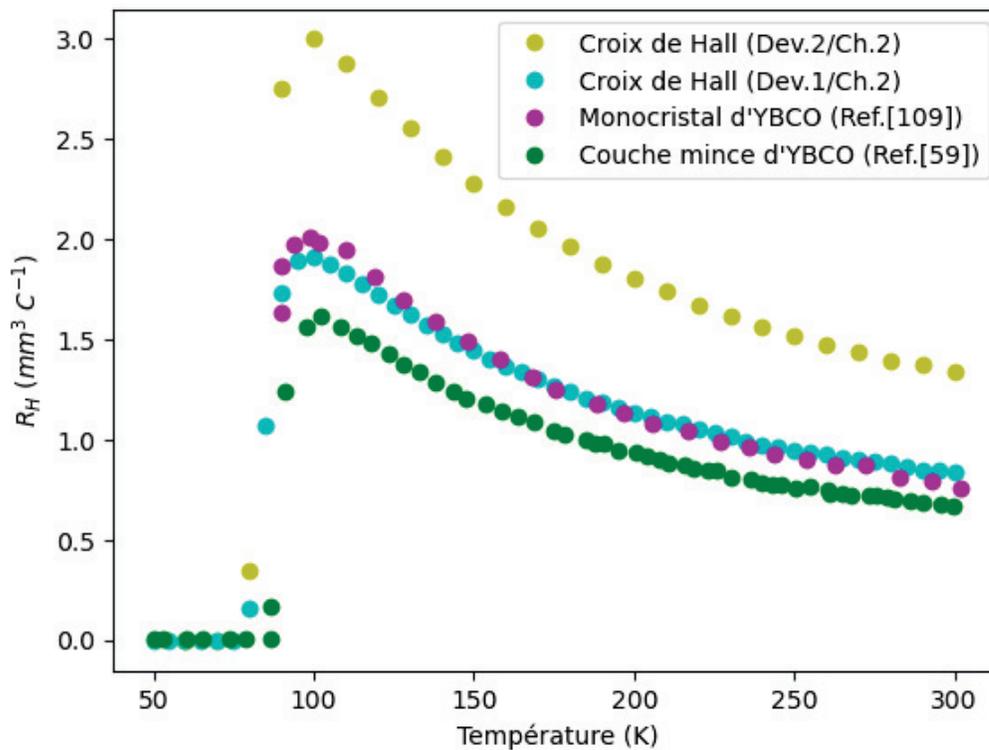


FIGURE 4.18 – Comparaison du coefficient de Hall en fonction de la température de différents dispositifs de croix de Hall fabriquées par la méthode de l'ESS avec des exemples extraits de la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO.

Il est intéressant une fois de plus de comparer entre eux les résultats obtenus du coefficient de Hall en fonction de la température pour les différents dispositifs de croix de Hall ainsi qu'avec quelques exemples extraits de la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. La Figure 4.18 montre une telle comparaison. Les dispositifs fabriqués par la méthode de l'ESS possède donc un effet

Hall très similaire à ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. En effet, la courbe du monocristal de l'article [109] se superpose presque parfaitement avec celle du dispositif de croix de Hall #1. Il faut noter ici que $T_c = 90\text{K}$, $\Delta T_c = 1\text{K}$ et $B = 10\text{T}$ pour ce monocristal. La petite variation

Dispositifs	Substrat	T_c [K]	ΔT_c [K]	B[T]	t[nm]
Croix de Hall (Dev.2/Ch.2)	LSAT	87	2	9	50
Monocristal d'YBCO	N/A	90	2	10	N/A
Croix de Hall (Dev.1/Ch.2)	LSAT	88	1	9	50
Couche mince d'YBCO	STO	90	1	7	250

TABLEAU 4.2 – Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure du coefficient de Hall en fonction de la température.

observée entre l'effet Hall du dispositif #1 et de la couche mince de l'article [59] est expliquée par les deux facteurs suivants : la croissance de la couche mince s'est faite sur un substrat de STO contrairement à LSAT dans notre cas et l'épaisseur est de 250nm au lieu de 50nm (voir Tableau 4.2). La température critique et la transition supraconductrice reste comparable à celle du dispositif #1 qui étaient de $T_c = 88\text{K}$ et $\Delta T_c = 1\text{K}$. Pour ce qui est de la comparaison entre l'effet Hall du dispositif #1 et du dispositif #2, la différence d'un facteur $\approx 1/3$ est simplement expliqué par le fait que le dispositif #2 est plus résistif que le dispositif #1. Pour s'en convaincre, il suffit de regarder les valeurs de ρ_0 obtenues pour les courbes de résistivité en fonction de la température présentées à la Figure 4.15. Bref, un peu d'optimisation dans la méthode et la technique de croissance sera nécessaire pour s'assurer d'avoir une meilleure constance dans la fabrication des dispositifs. Les valeurs et l'allure du coefficient de Hall obtenues dans les articles de référence sont pour un dopage $\delta \approx 0.05$. Ceci nous indique donc que le dopage de la structure cristalline des dispositifs de croix de Hall est très rapproché à la valeur optimale. Il est alors possible de conclure que la méthode de l'ESS n'affecte pas de façon significative **l'effet Hall** des couches préparées et qu'une optimisation de la croissance devrait permettre une plus grande reproductibilité.

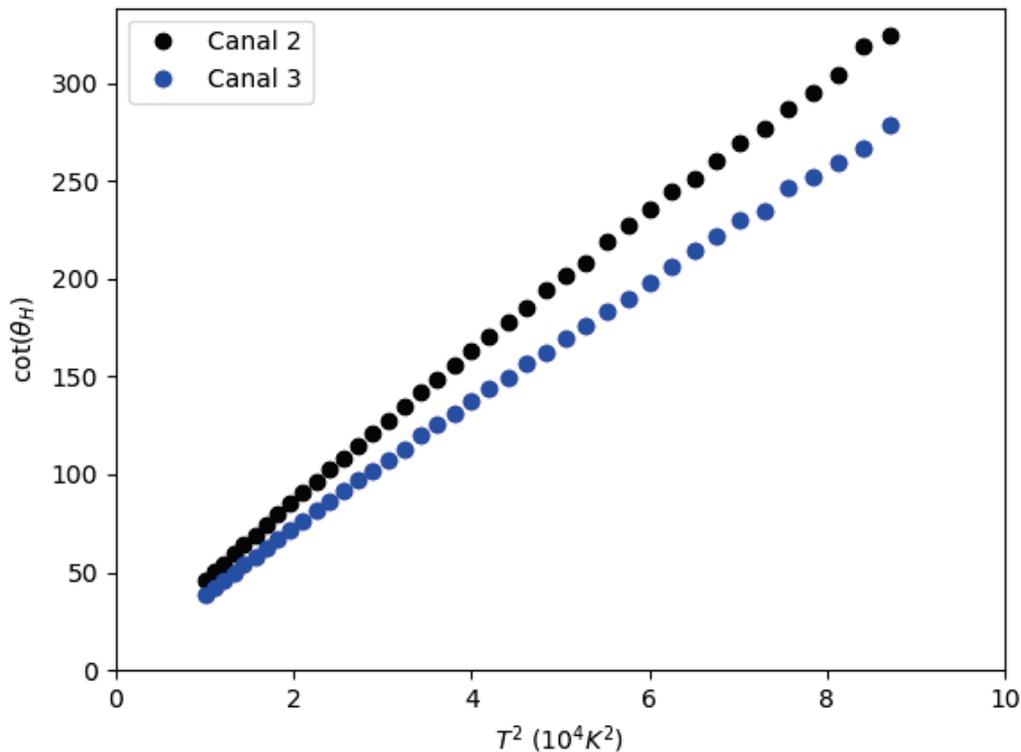


FIGURE 4.19 – Cotangente de l’angle de Hall en fonction de la température au carré de deux canaux transverses du dispositif de croix de Hall #1 pour un champ magnétique externe de 9T. On remarque que la cotangente de l’angle de Hall semble suivre une tendance linéaire avec T^2 .

Une dernière quantité intéressante à analyser pour les dispositifs de croix de Hall est l’angle de Hall. Celui-ci est calculé à partir des données expérimentales de résistivité longitudinales et d’effet Hall (voir sous-section 3.3.4). En utilisant l’équation (1.4), il est possible de tracer la cotangente de l’angle de Hall en fonction de la température au carré comme le montre la Figure 4.19. Comme pour le coefficient de Hall, on remarque que les résultats ne se superposent pas. La raison est la même que celle expliquée quelques paragraphes plus haut au sujet de la possible variabilité de l’épaisseur dans les canaux longitudinaux et transverses des dispositifs. Aussi, on remarque aisément avec le graphique que la cotangente de l’angle de Hall suit une tendance linéaire en T^2 lorsque $T > T_c$. Ceci est exactement le comportement observé pour ce cuprate car, comme expliqué à la sous-section 1.2.3 de la théorie, $\cot(\theta_H(T)) \sim \rho_{xx}(T)/R_H(T) \sim T^2$.

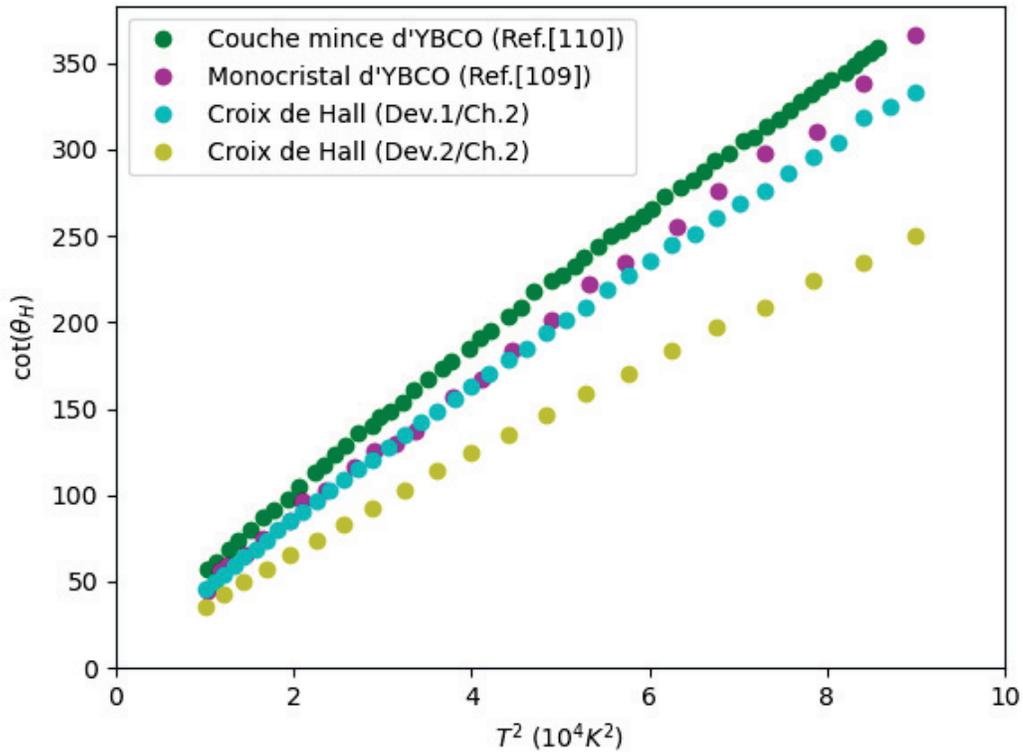


FIGURE 4.20 – Comparaison de la cotangente de l’angle de Hall en fonction de la température au carré des dispositifs de croix de Hall fabriqués par la méthode de l’ESS avec ce que l’on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. Les résultats obtenus pour la couche mince (courbe verte) et le monocristal de YBCO (courbe mauve) ont été recalculés en utilisant une valeur de champ magnétique externe de 9T. Au départ, les résultats obtenus de l’article [110] (CMY) étaient pour une valeur de champ magnétique externe de 8T tandis que ceux de l’article [109] (MY), pour une valeur de champ magnétique externe de 10T.

Finalement, la Figure 4.20 compare la cotangente de l’angle de Hall en fonction de la température au carré pour deux dispositifs différents de croix de Hall ainsi qu’une couche mince et d’un monocristal de YBCO trouvé dans la littérature. Les résultats obtenus pour les dispositifs de croix de Hall se rapprochent beaucoup à ceux qu’on trouve dans la littérature. Une fois de plus, la courbe pour le dispositif #1 est presque superposée avec la courbe du monocristal de YBCO de l’article [109] présentée lors de l’analyse du coefficient de Hall. De plus, même si les résultats

obtenus pour la couche mince de YBCO de l'article [110] sont un peu plus grands que celle des dispositifs, celle-ci reste comparable et du même ordre de grandeur. Les petites différences peuvent être expliquées par les conditions de croissance qui ne sont pas exactement identiques à celles des sous-sections 2.3.3 et 3.3.4 du mémoire. En effet, les chercheurs de l'article [110] ont déposé une couche mince de YBCO

Dispositifs	Substrat	T_c [K]	ΔT_c [K]	B[T]	t[nm]
Couche mince d'YBCO	LAO	89	0.8	8	100
Monocristal d'YBCO	N/A	90	1	10	N/A
Croix de Hall (Dev.1/Ch.2)	LSAT	88	1	9	50
Croix de Hall (Dev.2/Ch.2)	LSAT	87	2	9	50

TABLEAU 4.3 – Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour les résultats de la cotangente de l'angle de Hall en fonction de la température au carré.

de 100nm sur un substrat de LAO qui montre un $T_c = 89\text{K}$ et un $\Delta T_c = 0.8\text{K}$ (voir Tableau 4.3). L'explication pour la différence entre les résultats de la cotangente de l'angle de Hall des deux dispositifs est la même que celle expliquée un peu plus haut pour le coefficient de Hall où une méconnaissance de l'épaisseur ainsi qu'un manque d'optimisation entraînent ces variations. Somme toute, les résultats de l'angle de Hall permettent de conclure une fois de plus que la méthode de l'ESS ne semble pas affecter les propriétés physiques du matériaux.

4.2.3 Courbes I-V & Densité de courant critique

La dernière propriété physique intéressante à analyser dans ce projet de recherche est la densité de courant critique que peut supporter nos dispositifs supraconducteurs. Celle-ci permettra une fois de plus de caractériser l'impact de la méthode de l'ESS sur la qualité de la couche mince de YBCO. La Figure 4.21 montre des courbes I-V obtenues avec le dispositif de croix de Hall #1 utilisant la configuration de contacts présentée à la sous-section 3.3.4 du mémoire.

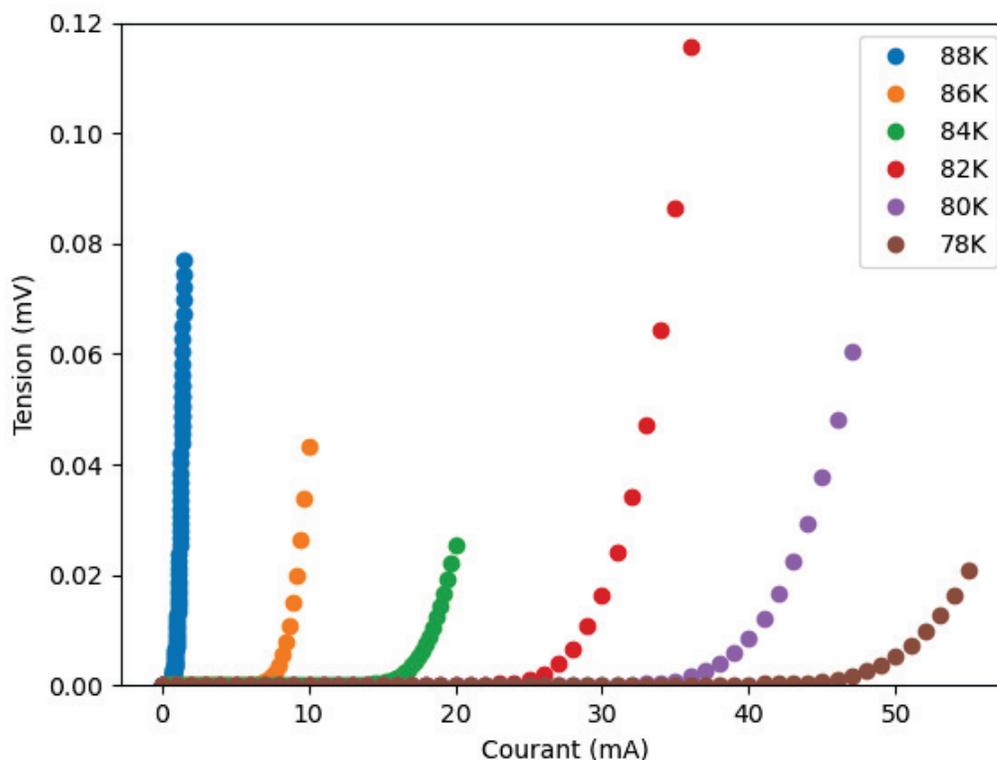


FIGURE 4.21 – Détermination du courant critique du dispositif de croix de Hall #1 pour différente température à champ magnétique externe nul. On remarque que la tension mesurée est nulle lorsque $I < I_c$ mais, augmente rapidement lorsque $I \geq I_c$.

La densité de courant critique pour une température est déterminée à l'aide des données expérimentales du graphique ci-dessus et de l'équation (3.6). Pour ce faire, il suffit de trouver la valeur de courant pour lequel un certain seuil de tension est dépassé pour une courbe I-V donnée. En général, ce seuil de tension est défini lorsque le courant appliqué génère un tension supérieure au bruit mesuré. Ce seuil (critère de voltage) est par la suite utilisé pour définir le courant critique I_c de toutes les autres courbes I-V permettant ainsi d'évaluer la densité de courant critique pour chaque température. La Figure 4.22 présente la densité de courant critique en fonction de la température du dispositif de croix de Hall #1, pour un champ magnétique externe nul, après le traitement des données expérimentales.

On remarque premièrement que la densité de courant critique augmente lorsque la température diminue. Ceci est exactement le comportement attendu et observé

pour YBCO, comme expliqué à la sous-section 1.2.4 de la théorie. En résumé, il faut appliquer un plus grand courant électrique lorsque $T < T_c$ pour réussir à séparer les paires de vortex/anti-vortex et/ou de libérer les vortex des pièges causés par les défauts/impuretés de la structure cristalline du YBCO.

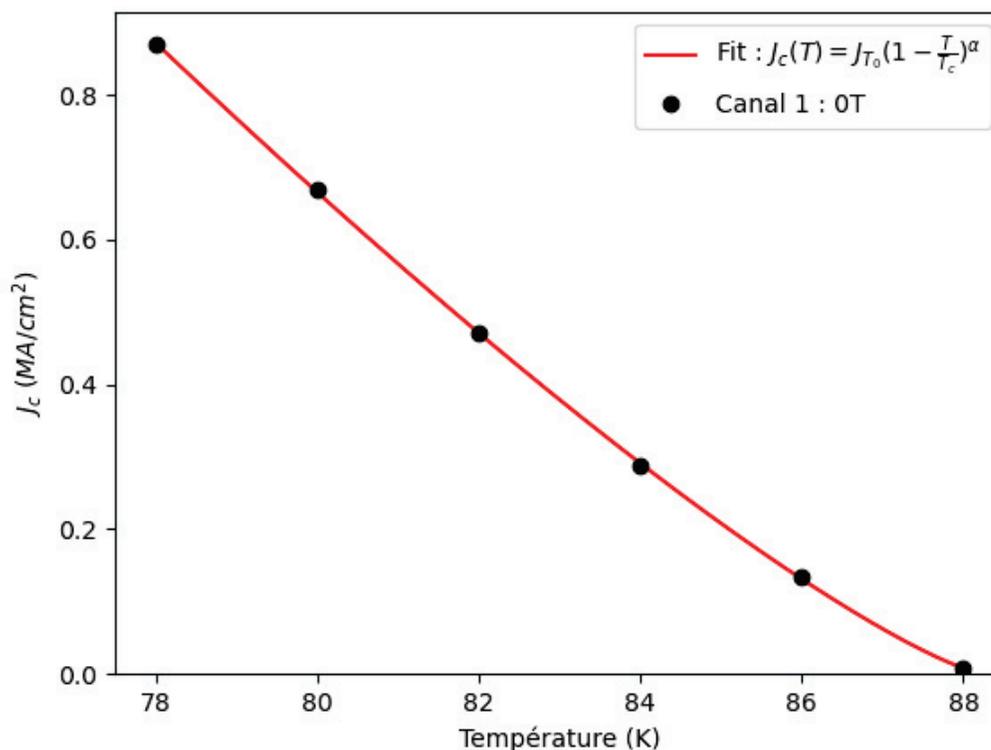


FIGURE 4.22 – Densité de courant critique en fonction de la température pour le dispositif de croix de Hall #1 à champ magnétique externe nul. Les paramètres du lissage de l'équation se trouvant dans la légende sont les suivants $J_{T_0} = 12.562 \frac{MA}{cm^2}$, $T_c = 88.160K$ et $\alpha = 1.236$.

Deuxièmement, il est possible d'effectuer un lissage des données expérimentales avec l'équation (1.5) afin de déterminer les différents paramètres qui régissent ce phénomène. Les paramètres obtenus sont les suivants : $J_{T_0} = 12.562 \frac{MA}{cm^2}$, $T_c = 88.160K$ et $\alpha = 1.236$. La valeur de J_{T_0} obtenue est 15 fois plus intense que la densité de courant critique mesurée à $T = 78K$. Celle-ci sera discutée un peu plus en détail dans le prochain paragraphe. De plus, la valeur obtenue de la température critique en utilisant le lissage est presque identique à la valeur obtenue avec la courbe de

résistivité en fonction de la température présentée à la Figure 4.12. La valeur de l'exposant du modèle empirique est cependant un peu plus bas que celui attendu pour les cuprates. Comme énoncé dans la sous-section 1.2.4 de la théorie, la littérature cite souvent une valeur de $\alpha \approx 3/2$ pour les supraconducteurs à base de cuprates. La différence entre les deux valeurs peut être expliquée par le manque de données expérimentales. En effet, le modèle présenté à l'équation (1.5) fonctionne uniquement lorsque $T \approx T_c$. Le lissage aurait donc dû se concentrer sur l'intervalle en température de 85K à T_c avec plus de données pour mieux confirmer la valeur exacte de l'exposant α .

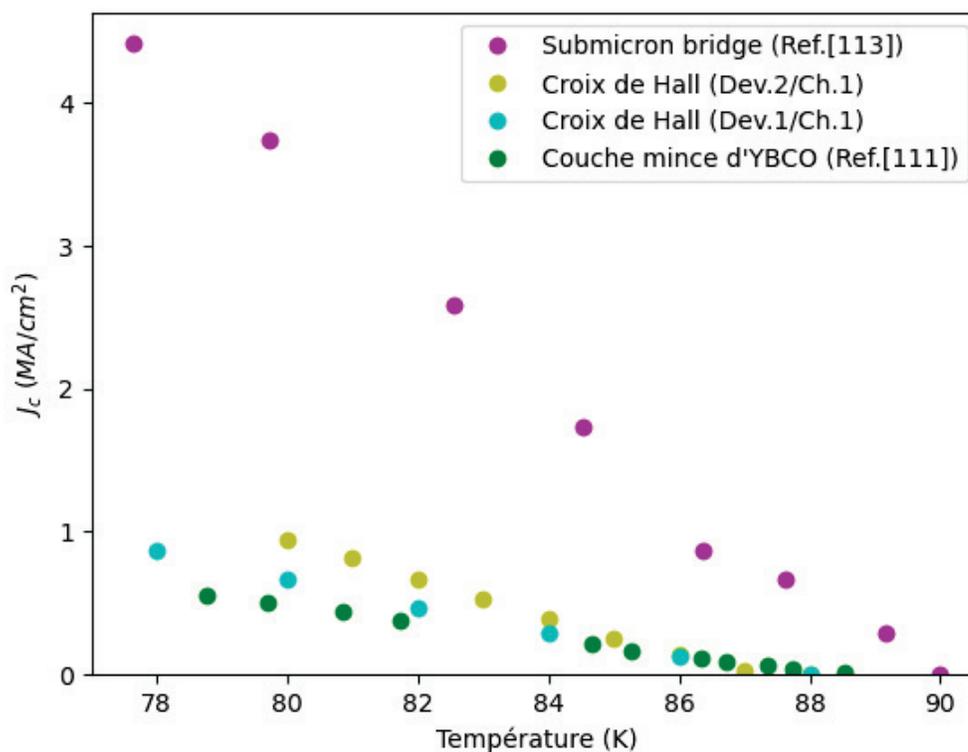


FIGURE 4.23 – Comparaison de la densité de courant critique en fonction de la température des dispositifs de croix de Hall fabriqués par la méthode de l'ESS avec ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces YBCO à champ magnétique nul.

Finalement, l'aspect crucial est la comparaison de la densité de courant critique en fonction de la température entre les différents dispositifs de croix de Hall et avec

des exemples que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces de YBCO. La Figure 4.23 montre une telle comparaison. On remarque aisément que les résultats obtenus pour les dispositifs #1, #2 et la couche mince de YBCO sont du même ordre de grandeur et comparable. Les auteurs de l'article [111] ont déposé leur couche mince de YBCO de $0.7\mu\text{m}$ sur un substrat de STO et celle-ci possède un $T_c = 90\text{K}$ et un $\Delta T_c = 0.6\text{K}$ à champ magnétique externe nul (voir Tableau 4.4). La petite différence entre

Dispositifs	Substrat	T_c [K]	ΔT_c [K]	t[nm]
Submicron bridge	YSZ	90	1	80
Croix de Hall (Dev.2/Ch.1)	LSAT	87	2	50
Croix de Hall (Dev.1/Ch.1)	LSAT	88	1	50
Couche mince d'YBCO	STO	90	0.6	700

TABLEAU 4.4 – Comparaison entre les paramètres utilisés et obtenus des différents dispositifs pour la mesure de densité de courant critique en fonction de la température.

les courbes vient sûrement du fait que leur valeur de J_{T_0} diffère quelque peu. En effet, la densité de courant à température nulle dépend essentiellement du nombre de défauts et d'impuretés dans la structure cristalline du composé [112]. S'il y a plus de défauts/impuretés, il faudra appliquer un plus grand courant électrique pour être capable de libérer les vortex des pièges. Cette explication peut aussi s'appliquer pour le submicron bridge fabriqué par les chercheurs de l'article [113]. Ceux-ci ont fait croître leur couche mince de YBCO de 80nm sur un substrat de YSZ et celle-ci possède un $T_c = 90\text{K}$ et un $\Delta T_c = 1\text{K}$ à champ magnétique nul. Le dispositif fabriqué doit avoir beaucoup plus de défauts et d'impuretés dans sa structure cristalline faisant en sorte d'avoir une très grande valeur de J_{T_0} par rapport aux autres. Il se pourrait aussi que l'on atteigne un régime de dimension où J_c s'approche de la limite de "dépairage" [114]. Pour ces raisons, la courbe de densité de courant critique en fonction de la température du submicron bridge sort du lot quand on analyse le graphique de la Figure 4.23. Bref, les résultats obtenus suggèrent fortement que la méthode de l'ESS n'impacte pas les propriétés physiques de **densité de courant critique** pour nos dispositifs lorsque nous les comparons à des échantillons de tailles équivalentes. Cependant, il

est possible que les conditions de croissance non optimisées jouent un rôle important dans le détail des forces en présence pour piéger les vortex.

Pour récapituler, tous les résultats obtenus grâce à la diffraction des rayons-X, du microscope à force atomique (AFM), de résistivité, d'effet Hall et de densité de courant critique, pour les dispositifs de canaux parallèles et de croix de Hall, sont semblables même voir identiques à ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. Ceci implique alors que la méthode utilisée d'épitaxie sélective sur substrat (ESS) n'affecte pas les propriétés physique du matériaux et que les différences observées seraient dues à un manque d'optimisation dans les conditions de croissance du YBCO. Une optimisation appropriée devrait permettre d'exploiter des dispositifs pour explorer des propriétés fondamentales ou pour des applications éventuelles.

Conclusion

En résumé, l'épithaxie sélective sur substrat (ESS), explorée dans ce projet de recherche, permet d'effectuer la croissance d'un supraconducteur, le $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ mais aussi tout autre oxyde, à des endroits bien précis sur un substrat afin de confectionner des dispositifs micrométriques. Cette méthode se démarque des autres puisqu'elle permet de préserver les propriétés physiques du supraconducteur car la couche mince supraconductrice est déposée en dernier dans le processus de fabrication. Afin de vérifier le succès de cette approche, deux types de dispositifs micrométriques à base de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ont été fabriqués et étudiés dans le cadre de ce mémoire ; les canaux parallèles et la croix de Hall. La méthode de fabrication consiste à imprimer, à l'aide de la photolithographie à écriture directe, un masque de résine sur la surface d'un substrat. Ensuite, la pulvérisation radio-fréquence dépose un composé amorphe en Al_2O_3 sur l'échantillon qui, après le soulèvement de la résine, expose uniquement certaines régions du substrat alors que le reste est couvert de Al_2O_3 . Enfin, l'ablation laser pulsé permet de déposer une couche mince supraconductrice à base du cuprate $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dans les régions où le substrat est encore exposé donnant ainsi le dispositif micrométrique souhaité. Les dispositifs fabriqués par la méthode de l'ESS ont été caractérisés de plusieurs façons. La structure cristalline de la couche mince de YBCO a été étudiée grâce à la diffraction des rayons-X. La topologie de la surface du masque amorphe a été analysée grâce à des mesures au microscope à force atomique. Finalement, les propriétés physiques de résistivité, d'effet Hall et de densité de courant critique ont été observées pour les différents dispositifs en ciblant leur comparaison à des données similaires présentées dans la littérature.

La diffraction des rayons-X montre que la couche mince de YBCO déposée sur le substrat est de bonne qualité. En effet, le spectre large affiche tous les pics attendus

du YBCO et ce, aux bons endroits. De plus, une analyse de l'intensité du pic [005] du YBCO permet de trouver un paramètre de maille c expérimental de : 11.686\AA , qui est essentiellement identique à la valeur de 11.68\AA retrouvée dans la littérature. Cette analyse permet aussi de déterminer l'épaisseur de la couche mince $\approx 50\text{nm}$, nous permettant d'évaluer le taux de dépôt de $0.01\text{\AA}/\text{pulse}$ avec les conditions de croissance choisies. Enfin, la diffraction des rayons-X du masque amorphe a permis de montrer que le YBCO déposé à la surface du Al_2O_3 est bien amorphe (non-cristallin).

Le microscope à force atomique a permis de déterminer la hauteur de l'interface en Al_2O_3 ainsi qu'étudier la topographie des surfaces des dispositifs. On trouve que l'interface possède une hauteur $\approx 100\text{nm}$ ce qui donne un taux $1.11\text{nm}/\text{min}$ pour la croissance du Al_2O_3 amorphe avec la pulvérisation radio-fréquence. La topographie de la surface du Al_2O_3 , où il y a eu la croissance de YBCO amorphe, montre des grains ayant une hauteur moyenne $\approx 15\text{-}20\text{nm}$, un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$ et une distance les séparant variant de quelques nanomètres à une centaines de nanomètres. Les grains sont très plats ce qui réduit la possibilité d'avoir la cristallisation de YBCO sur ceux-ci. Le masque est bel et bien un isolant qui empêche le courant électrique de circuler à travers les dispositifs. Enfin, la topographie de la surface du YBCO épitaxial montre des grains ayant une hauteur moyenne $\approx 5\text{-}10\text{nm}$, un diamètre moyen $\approx 100\text{nm}$ et une distance les séparant de quelques nanomètres. Les paramètres de surface obtenus s'approchent de ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces de YBCO de très bonne qualité.

Les mesures de résistivité en fonction de la température ont permis de montrer que la résistivité des dispositifs à base de YBCO suit bien un comportement linéaire lorsque $T > T_c$ ainsi qu'identifier leur température critique. De plus, les mesures permettent d'affirmer qu'il n'y a pas de courant électrique qui circule dans le composé amorphe. Aussi, on trouve avec les résultats que $T_c \approx 85$ à 89K , que la largeur de la transition supraconductrice $\Delta T_c \approx 1$ à 2K , que la pente de la partie linéaire $\alpha = 0.5$ à $1 \frac{\mu\Omega\text{-cm}}{\text{T}}$ (lorsque $T > T_c$) et que la résistivité ρ_0 extrapolée à $T = 0$ est pratiquement nulle pour tous les dispositifs testés. Ces valeurs diffèrent peu par rapport à ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. Cependant, la variabilité n'est pas causée par la méthode de fabrication en elle même, mais bien par le manque d'optimisation des conditions de croissance lors de l'ablation laser pulsé. Étant donné que l'optimisation n'était pas le but principal de ce projet de

recherche, celle-ci a été en quelque sorte négligée. Enfin, les mesures de résistivité en fonction de la température pour différents champs magnétiques externes montrent bien le comportement attendu pour un supraconducteur de type II avec piégeage et fusion du solide de vortex. Il faut du moins mentionner la présence possible de T^* dans l'étude de la dérivé première de la résistivité en fonction de la température pour un des dispositif de croix de Hall.

Les mesures d'effet Hall et de la cotangente de l'angle de Hall en fonction de la température ont permis de confirmer que le dopage de la structure cristalline de la couche mince de YBCO des dispositifs micrométriques est très près de la valeur optimale. En effet, les résultats obtenus pour les deux types de mesures sont très semblables à ce que l'on retrouve dans la littérature pour les couches minces et les monocristaux de YBCO. Encore une fois, l'optimisation de la croissance permettrait de corriger les petites différences observées.

Finalement, les mesures de densité de courant critique en fonction de la température respectent bel et bien le comportement attendu pour un supraconducteur à base de cuprates. En effet, un lissage des données expérimentales a permis de déterminer que $J_{T_0} = 12.562 \frac{MA}{cm^2}$, $T_c = 88.160K$ et $\alpha = 1.236$ pour un dispositif de croix de Hall. Ces valeurs expérimentales et les courbes obtenues sont du même ordre de grandeur à ce que l'on retrouve pour les couches minces de YBCO dans la littérature. Cependant, le facteur α du modèle théorique diffère quelque peu du facteur observé dans la littérature ($\approx 3/2$) puisque nous avons effectué le lissage sur une trop large gamme de température.

Pour conclure, la méthode d'épitaxie sélective sur substrat avec un masque amorphe proposée dans ce projet de recherche semble avoir été un succès. En effet, les résultats obtenus via la caractérisation des matériaux sont très semblables à ce que l'on retrouve dans la littérature scientifique. Le seul bémol serait l'optimisation de la croissance de la couche mince de YBCO qui serait à travailler afin d'avoir une meilleure constance dans les dispositifs micrométriques fabriqués. Somme toute, la méthode semble prometteuse et pourrait être appliquée afin de confectionner éventuellement des dispositifs nanométriques de différents oxydes permettant de vérifier leur propriétés variées. Cependant, des mesures récentes effectuées à l'aide du microscope à force atomique du composé amorphe en Al_2O_3 montre que celui-ci

peut se dégrader lorsqu'il est soumis trop longtemps à trop grande température. Il serait alors intéressant de tester et d'optimiser d'autres composés amorphes comme par exemple, le SiO_2 avant de se lancer dans la conception de dispositifs plus petits.

Annexe A

Détermination de l'épaisseur des couches minces

La méthode utilisée pour déterminer l'épaisseur des couches minces est grandement discutée dans la thèse de Maxime Dion [68] et seules les grandes lignes seront abordées dans cette section. En résumé, il est possible de calculer l'épaisseur d'une couche mince en effectuant une transformée de Fourier des données expérimentales obtenues pour un pic du spectre de diffraction d'un composé. Il suffit par la suite de tracer un graphique de la transformée de Fourier en fonction de l'épaisseur et de déterminer l'endroit où l'intensité de la TF devient nulle pour trouver l'épaisseur de la couche mince. Il va de soi qu'il faut prendre un pic de diffraction intense avec beaucoup de détails afin d'avoir une bonne approximation sur l'épaisseur de la couche mince. La forme générale de cette transformée de Fourier est donné par :

$$f(\epsilon) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(k) e^{ik\epsilon} dk$$

Puisque que les données expérimentales collectées sur l'ordinateur de la DRX sont discrètes, il faut réécrire l'intégral sous la forme d'une somme. La transformée de Fourier devient alors :

$$f_i = \frac{1}{2\pi} \sum_{\alpha}^N \Delta k_{\alpha} F_{\alpha} e^{ik_{\alpha} x_i}$$

Il faut mentionner ici que les valeurs de Δk_{α} ne sont pas espacées de façon constante lors de la prise de mesure puisque celle-ci est angulaire. Ceci fait en sorte qu'il n'est

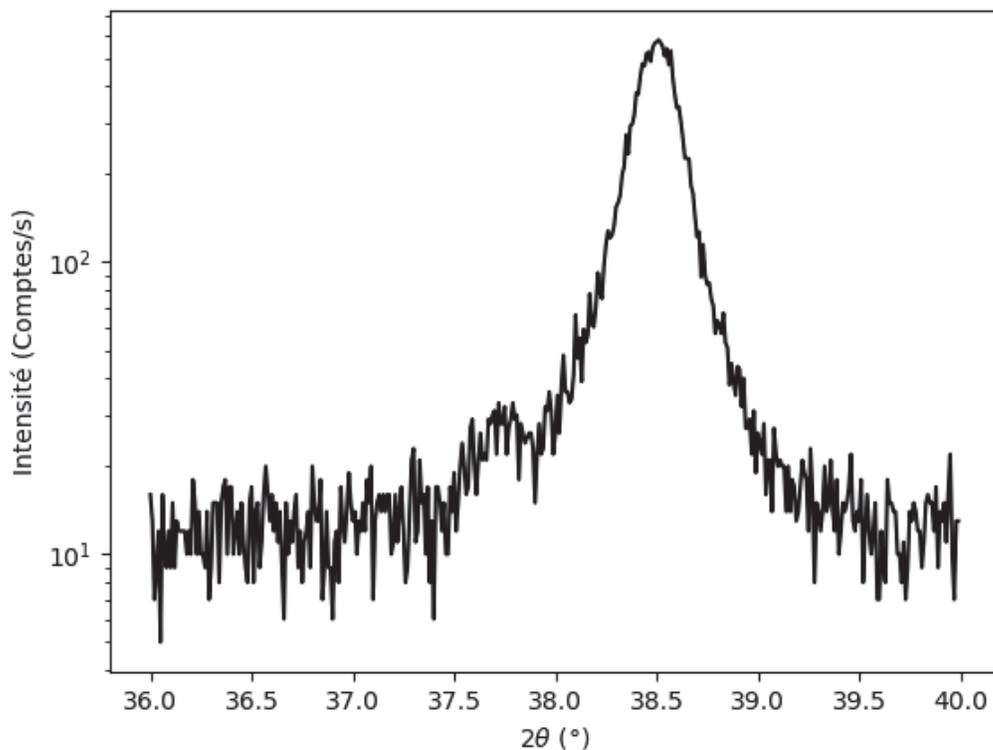


FIGURE A.1 – Spectre de l’enveloppe du pic de diffraction [005] d’une couche mince de YBCO en fonction de 2θ .

pas possible de calculer directement la transformée de Fourier présentée à l’équation ci-haut. Cependant, l’équation (3.3) permet de résoudre ce petit problème puisqu’elle relie les vecteurs du réseaux réciproque aux angles 2θ qui sont espacés de façon constante lors de l’acquisition du spectre de diffraction. Il est alors facile de montrer que :

$$\Delta k_{\alpha} = \frac{4\pi}{\lambda} \cos \theta_{\alpha} \Delta \theta$$

Où $\Delta \theta$ est le pas de la mesure ($^{\circ}$). La forme finale de la transformée de Fourier sous une somme discrète s’écrit alors :

$$f_i = \frac{2\Delta\theta}{\lambda} \sum_{\alpha}^N \cos \theta_{\alpha} F_{\alpha} e^{i4\pi \sin \theta_{\alpha} x_i / \lambda} \quad (\text{A.1})$$

Prenons par exemple les résultats obtenus du spectre de l’enveloppe du pic de diffraction [005] d’une couche mince de YBCO présentée à la Figure A.1. En utilisant

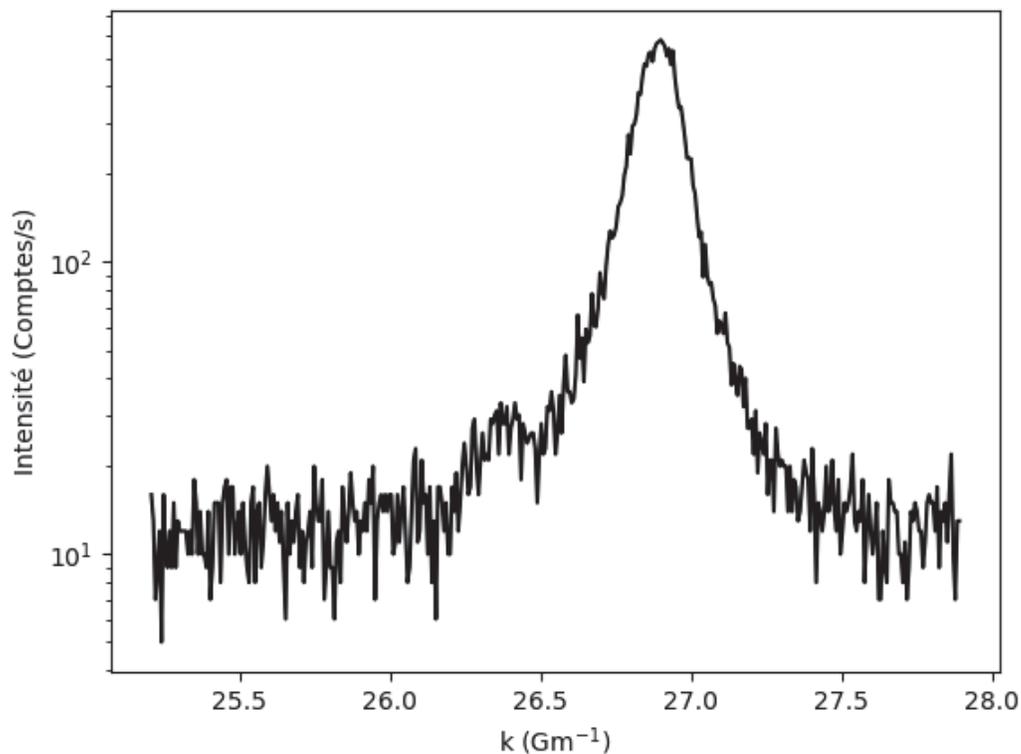


FIGURE A.2 – Spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] de la couche mince de YBCO en fonction du vecteur d'onde \mathbf{k} .

l'équation (3.3) et les données expérimentales du spectre de diffraction présenté plus haut, on trouve le spectre de l'enveloppe du pic de diffraction [005] de la couche mince de YBCO en fonction du vecteur d'onde \mathbf{k} présenté à la Figure A.2. Enfin, en utilisant l'équation (A.1) ainsi que les données expérimentales du spectre présenté plus haut, on calcule la transformée de Fourier pour la tracer en fonction de l'épaisseur. La Figure A.3 suivante montre que la TF devient nulle pour une valeur d'épaisseur $50 \approx \pm 2$ nm.

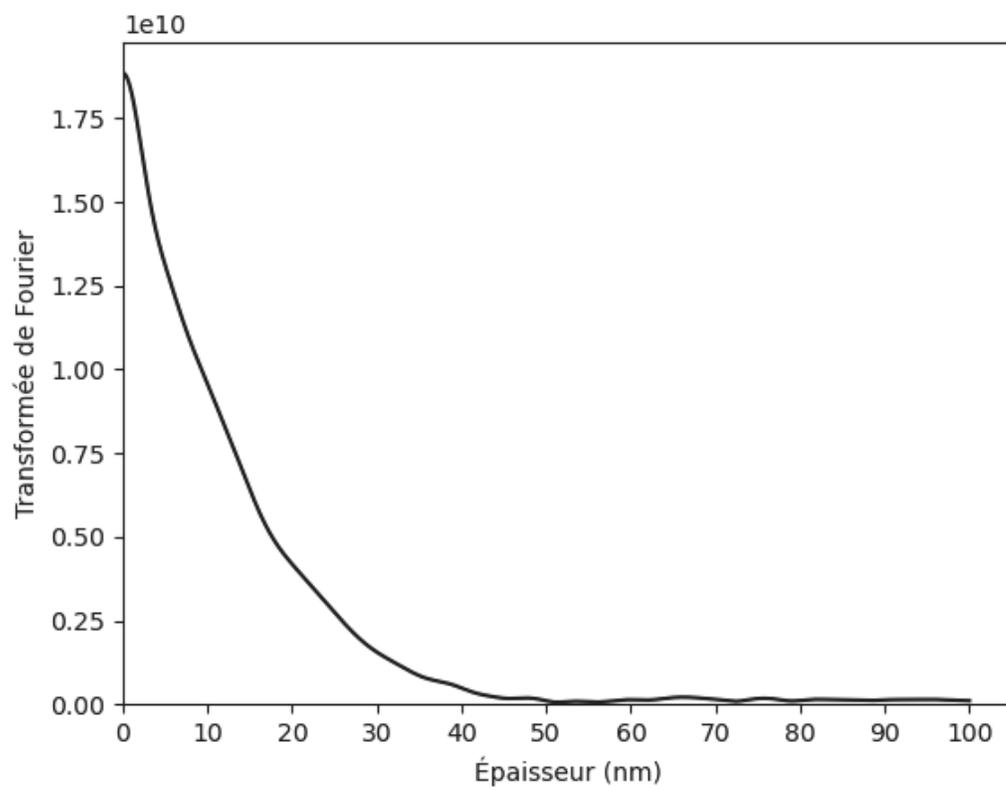


FIGURE A.3 – Transformée de Fourier des valeurs du vecteur d'onde \mathbf{k} en fonction de l'épaisseur.

Bibliographie

- [1] H. K. Onnes, “Isotherms of monatomic gases and their binary mixtures. I. Isotherms of helium between +100°C and -217°C,” *K.N.W.A.*, vol. 10, no. 2, pp. 445–450, 1908. [cf. p. 1]
- [2] H. K. Onnes, “The resistance of pure mercury at helium temperatures,” *Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden*, vol. 12, p. 120, 1911. [cf. p. 1, 2]
- [3] Boorse and al., “Superconductivity of Lead,” *Phys. Rev.*, vol. 78, pp. 635–636, 1950. [cf. p. 1]
- [4] Aschermann and al., *Supraleitfähige Verbindungen mit extrem hohen Sprungtemperaturen (NbH und NbN)*, pp. 401–416. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1943. [cf. p. 1]
- [5] W. Meissner and R. Ochsenfeld, “Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit,” *Naturwissenschaften*, vol. 21, pp. 787–788, 1933. [cf. p. 1]
- [6] Bernstein and al., “Superconducting magnetic levitation : principle, materials, physics and models,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 33, no. 3, pp. 01–23, 2020. [cf. p. 2]
- [7] K. Bennemann and J. Ketterson, “History of Superconductivity : Conventional, High-Transition Temperature and Novel Superconductors,” pp. 3–26, 1970. [cf. p. 3]
- [8] F. London and H. London, “The electromagnetic equations of the supraconductor,” *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 149, pp. 71–88, 1935. [cf. p. 2]
- [9] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, “On the Theory of Superconductivity,” *Springer Berlin Heidelberg*, pp. 113–137, 2009. [cf. p. 2]

- [10] A. A. Abrikosov, “Magnetic properties of superconductors of the second group,” *J. Exp. Theor. Phys.*, 1956. [cf. p. 2]
- [11] L. N. Cooper, “Bound Electron pairs in a Degenerate Fermi Gas,” *Phys. Rev.*, vol. 104, pp. 1189–1190, 1956. [cf. p. 2]
- [12] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer, “Microscopic Theory of Superconductivity,” *Phys. Rev.*, vol. 106, pp. 162–164, 1957. [cf. p. 2]
- [13] J. Bardeen, L. N. Cooper, and J. R. Schrieffer, “Theory of Superconductivity,” *Phys. Rev.*, vol. 108, pp. 1175–1204, 1957. [cf. p. 2]
- [14] J. G. Bednorz and K. A. Muller, “Possible high Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O system,” *Z. Phys. B*, vol. 26, pp. 189–193, 1986. [cf. p. 3]
- [15] Chu and al., “Superconductivity at 93K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 58, pp. 908–910, 1987. [cf. p. 3]
- [16] M. Green, “The Cost of Helium Refrigerators and Coolers for Superconducting Devices as a Function of Cooling at 4K,” *AIP Conference Proceedings*, vol. 985, 2008. [cf. p. 4]
- [17] O. Beteta and S. Ivanova, “Cool Down with Liquid Nitrogen,” *Chem. Eng. Prog.*, vol. 111, pp. 30–35, 2015. [cf. p. 4]
- [18] N. P. Armitage, “Superconductivity mystery turns 25,” *Nature*, vol. 576, pp. 386–387, 2019. [cf. p. 4]
- [19] M. J. Lancaster and al., “Thin-film ferroelectric microwave devices,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 11, pp. 1323–1334, 1998. [cf. p. 4]
- [20] Miklich and al., “Sensitive YBa₂Cu₃O_{7-x} thin-film magnetometer,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 59, no. 8, 1991. [cf. p. 5]
- [21] Oh and al., “Multilevel YBaCuO flux transformers with high Tc SQUIDs : A prototype high Tc SQUID magnetometer working at 77K,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 59, no. 1, pp. 123–125, 1991. [cf. p. 5]
- [22] Zhou and al., “Electron pairing in the pseudogap state revealed by shot noise in copper oxide junctions,” *Nature*, vol. 572, no. 7770, pp. 493–496, 2019. [cf. p. 5]
- [23] Litombe and al., “La_{2-x}Sr_xCuO₄ superconductor nanowire devices,” *Physica C : Superconductivity and its Applications*, vol. 506, pp. 169–173, 2014. [cf. p. 5]

- [24] W. J. Lee and al., “Etching Behavior and Damage Recovery of SrBi₂Ta₂O₉ Thin Films,” *J.J.A.P.*, vol. 38, no. 12A, pp. 1428–1431, 1999. [cf. p. 5, 6]
- [25] Vasquez and al., “Nonaqueous chemical etch for YBa₂Cu₃O_{7-x},” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 53, pp. 2692–2694, 1988. [cf. p. 6]
- [26] C. Poole, *Superconductivity*. New York : Academic, 1995. [cf. p. 6]
- [27] Nascimento and al, “Oxygen dynamics and the effects of heat treatments in SBCO samples investigated by mechanical spectroscopy,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 21, no. 9, pp. 01–04, 2008. [cf. p. 6]
- [28] C. W. Chu and al., “Hole-doped cuprate high temperature superconductors,” *Physica C : Superconductivity and its Applications*, vol. 514, pp. 290–313, 2015. [cf. p. 6]
- [29] Wang and al., “Real-space observation of charge ordering in epitaxial La_{2-x}Sr_xCuO₄ films,” *npj Quantum Materials*, vol. 4, 2019. [cf. p. 6]
- [30] Peng and al., “Concentration range for superconductivity in high-quality Pr_{2-x}Ce_xCuO_{4-y} thin films,” *Phys. Rev. B*, vol. 55, pp. 6145–6148, 1997. [cf. p. 6]
- [31] M. Spankova and al., “Transport and magnetic properties of epitaxial LSMO thin films grown on MgO single-crystal substrates,” *Journal of Physics : Conference Series*, vol. 223, 2009. [cf. p. 6]
- [32] W. A. Little and R. D. Parks, “Observation of Quantum Periodicity in the Transition Temperature of a Superconducting Cylinder,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 9, pp. 9–12, 1962. [cf. p. 6]
- [33] Gurovich and al., “Little-parks oscillations in a single ring in the vicinity of the superconductor-insulator transition,” *Phys. Rev. B*, vol. 91, p. 174505, 2015. [cf. p. 6]
- [34] W. Aue and al., “Two-dimensional spectroscopy. Application to nuclear magnetic resonance,” *The Journal of Chemical Physics*, vol. 64, no. 5, pp. 2229–2246, 1976. [cf. p. 6]
- [35] Paranthaman and al., “High-Performance YBCO-Coated Superconductor Wires,” *MRS Bulletin*, vol. 29, no. 8, p. 533–541, 2004. [cf. p. 6]
- [36] Morales and al., “Selective epitaxial growth of submicron complex oxide structures by amorphous SrTiO₃,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 86, no. 19, p. 192509, 2005. [cf. p. 7]

- [37] Swarup and al., “Effect of sample density on magnetic penetration depth in YBaCuO ceramic superconductors,” *J. Supercond.*, vol. 8, pp. 361–364, 1995. [cf. p. 9]
- [38] B. A. Howe, “Crystal Structure and Superconductivity of YBa₂Cu₃O_{7-x},” *Thèse de maîtrise, Minnesota State University - Mankato*, 2014. [cf. p. 10]
- [39] Pęczkowski and al., “Characterization of the superconductor-multiferroic type materials based on YBa₂Cu₃O_{7-x} – YMnO₃ composites,” *Ceramics International*, vol. 45, no. 15, pp. 18189–18204, 2019. [cf. p. 11]
- [40] Benzi and al., “Oxygen determination from cell dimensions in YBCO superconductors,” *J. Cryst. Growth*, vol. 269, no. 2, pp. 625–629, 2004. [cf. p. 11]
- [41] Cava and al., “Structural anomalies, oxygen ordering and superconductivity in oxygen deficient Ba₂YCu₃O_x,” *Physica C : Superconductivity*, vol. 165, no. 5, pp. 419–433, 1990. [cf. p. 11]
- [42] B. Michon, “Point critique quantique de la phase pseudogap dans les cuprates supraconducteurs,” *Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes et Université de Sherbrooke*, 2017. [cf. p. 12, 13]
- [43] Sangeetha and al., “First-order antiferromagnetic transitions of SrMn₂P₂ and CaMn₂P₂ single crystals containing corrugated-honeycomb Mn sublattices,” *P.N.A.S.*, vol. 118, no. 44, pp. 01–08, 2021. [cf. p. 12]
- [44] L. Taillefer, “Scattering and Pairing in Cuprate Superconductors,” *Annu. Rev. Condens.*, vol. 1, no. 1, pp. 51–70, 2010. [cf. p. 13]
- [45] Keimer and al., “From quantum matter to high-temperature superconductivity in copper oxides,” *Nature*, vol. 518, pp. 179–186, 2015. [cf. p. 13, 14]
- [46] Heumen and al., “Strange metal electrodynamic across the phase diagram of Bi_{2-x}Pb_xSr_{2-y}La_yCuO_{6+δ} cuprates,” *Phys. Rev. B*, vol. 106, pp. 01–19, 2022. [cf. p. 14]
- [47] Sebastian and al., “Dimensional reduction at a quantum critical point,” *Nature*, 2006. [cf. p. 14]
- [48] Wuyts and al., “Resistivity and Hall effect of metallic oxygen-deficient YBa₂Cu₃O_x films in the normal state,” *Phys. Rev. B*, vol. 53, pp. 9418–9432, 1996. [cf. p. 14, 15]

- [49] Cui and al., “Metal–insulator-like transition, superconducting dome and topological electronic structure in Ga-doped Re_3Ge_7 ,” *npj Quantum Mater.*, vol. 6, no. 74, pp. 01–07, 2021. [cf. p. 15]
- [50] Legros and al., “Universal T-linear resistivity and Planckian dissipation in overdoped cuprates,” *Nature Phys.*, vol. 15, no. 2, pp. 142–147, 2019. [cf. p. 16]
- [51] Lang and al., “Paraconductivity and excess Hall effect in epitaxial $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films induced by superconducting fluctuations,” *Phys. Rev. B*, vol. 49, pp. 4209–4217, 1994. [cf. p. 16, 17]
- [52] A. Gauzzi and D. Pavuna, “Evidence for nonuniversal behavior of paraconductivity caused by predominant short-wavelength gaussian fluctuations in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.9}$,” *Phys. Rev. B*, vol. 51, pp. 15420–15428, 1995. [cf. p. 17]
- [53] T. Frello, *Structural and Superconducting Properties of High - Tc Superconductors*. Roskilde, 1999. [cf. p. 18]
- [54] P. Fournier, *Notes de cours de Physique du solide*. Université de Sherbrooke, 2018. [cf. p. 18]
- [55] Y. Thimont, “Étude des inhomogénéités affectant les caractéristiques des films de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ et des superréseaux $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d} / \text{LaAlO}_3$: Croissance et propriétés,” *Thèse de doctorat*, 2022. [cf. p. 18]
- [56] M. Chrobaka and G. Szwachtab, “Magnetoresistance Study of c-axis Oriented YBCO Thin Film,” *Acta Physica Polonica A*, vol. 131, no. 4, p. 1018, 2016. [cf. p. 19, 20]
- [57] S. Stricker, “The Hall Effect and its Applications,” vol. 25 of *Advances in Electronics and Electron Physics*, pp. 97–143, Academic Press, 1968. [cf. p. 20]
- [58] J. Moutoussamy, “Nouvelles solutions de capteurs à effet de magnétoimpédance géante : principe, modélisation et performances,” *MINES ParisTech*, 2009. [cf. p. 21]
- [59] Carrington and al., “Hall effect and resistivity of oxygen-deficient $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films,” *Phys. Rev. B*, vol. 48, pp. 13051–13059, 1993. [cf. p. 22, 23, 97]
- [60] J. Sun and J. Kosel, “Finite-Element Modelling and Analysis of Hall Effect and Extraordinary Magnetoresistance Effect,” in *Finite Element Analysis*, ch. 10, IntechOpen, 2012. [cf. p. 24]

- [61] Chien and al., “Effect of Zn impurities on the normal-state Hall angle in single-crystal $\text{YBa}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Zn}_x\text{O}_{7-x}$,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 67, pp. 2088–2091, 1991. [cf. p. 25]
- [62] Ando and al., “Normal-state Hall effect and the insulating resistivity of high- T_c cuprates at low temperatures,” *Phys. Rev. B*, vol. 56, pp. 8530–8534, 1997. [cf. p. 26]
- [63] W. Li and S.-X. Dou, “High Critical Current Density MgB_2 ,” in *Superconductors*, ch. 6, IntechOpen, 2015. [cf. p. 26]
- [64] Foltyn and al., “Development of meter-long YBCO coated conductors produced by ion beam assisted deposition and pulsed laser deposition,” *Physica C : Superconductivity*, vol. 341-348, pp. 2305–2308, 2000. [cf. p. 26, 27]
- [65] Matsumoto and al., “Enhancement of critical current density of YBCO films by introduction of artificial pinning centers due to the distributed nano-scaled Y_2O_3 islands on substrates,” *Physica C : Superconductivity*, vol. 412-414, pp. 1267–1271, 2004. [cf. p. 27, 28]
- [66] Rostila and al., “How to determine critical current density in YBCO tapes from voltage-current measurements at low magnetic fields,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 20, pp. 1097–110, 2007. [cf. p. 28]
- [67] Kiss and al., “Angular dependence of critical current properties in YBCO coated tape under high magnetic field up to 18T,” *Physica C : Superconductivity*, vol. 378-381, pp. 1113–1117, 2002. [cf. p. 29]
- [68] M. Dion, “Interface p-n à base de cuprates supraconducteurs,” *Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke*, 2017. [cf. p. 30, 37, 110]
- [69] Yoshio and al., *X-Ray Diffraction Crystallography*, vol. 1. Heidelberg, 2011. [cf. p. 30]
- [70] C. Mack, *Fundamental Principles of Optical Lithography : The Science of Micro-fabrication*. 2007. [cf. p. 39]
- [71] Taoreed and al., “Application of computational intelligence technique for estimating superconducting transition temperature of YBCO superconductors,” *Applied Soft Computing*, vol. 43, pp. 143–149, 2016. [cf. p. 41]
- [72] Wasa and al., *Handbook of Sputter Deposition Technology : Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nano-Materials and MEMS*. 2012. [cf. p. 45]

- [73] Belkin and al., “Recovery of Alumina Nanocapacitors after High voltage Break-down,” *Scientific Reports*, vol. 7, no. 1, p. 932, 2017. [cf. p. 47]
- [74] C. Koch, *Photolithography : Basics of Microstructuring*. MicroChemicals, 2017. [cf. p. 49]
- [75] R. Eason, *Pulsed Laser Deposition of Thin Films : Applications-Led Growth of Functional Materials*. 2006. [cf. p. 50]
- [76] Legros and al., “Fabrication of pure YBaCuO powders with controlled microstructure,” *J. Eur. Ceram. Soc*, vol. 19, no. 2, pp. 165–173, 1999. [cf. p. 52]
- [77] Chern and al., “Layer-by-layer deposition of $\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_x$ films by pulsed laser ablation,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 60, no. 24, pp. 3045–3047, 1992. [cf. p. 53]
- [78] Wu and al., “Low temperature degradation of Al_2O_3 -doped 3Y-TZP sintered at various temperatures,” *Ceramics International*, vol. 39, no. 6, pp. 7199–7204, 2013. [cf. p. 55]
- [79] Jeong and al., “Surface modification of laser ablated YBCO target,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 109-110, pp. 424–427, 1997. [cf. p. 56]
- [80] Kim and al., “The influence of heat-treatment and oxygenation annealing on the superconducting properties of YBCO coated conductors,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 22, no. 12, pp. 1–6, 2009. [cf. p. 56]
- [81] M. Lee, *X-Ray Diffraction for Materials Research : From Fundamentals to Applications*. Apple Academic Press, 2016. [cf. p. 58]
- [82] Bruker, *D8 Series*. [cf. p. 59]
- [83] Chakoumakos and al., “Thermal expansion of LaAlO_3 and $(\text{La,Sr})(\text{Al,Ta})\text{O}_3$, substrate materials for superconducting thin-film device applications,” *J. Appl. Phys.*, vol. 83, no. 4, pp. 1979–1982, 1998. [cf. p. 62]
- [84] B. Voigtländer, *Atomic Force Microscopy*. 2019. [cf. p. 63]
- [85] B.N.S., *Dimension Icon with ScanAsyst*. [cf. p. 63]
- [86] Heine and al., “Anisotropy of the In-Plane and Out-of-Plane Resistivity and the Hall Effect in the Normal State of Vicinal-Grown $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Thin Films,” *Nanomaterials*, vol. 11, no. 3, 2021. [cf. p. 66]
- [87] Roa and al., “Hall Conductivity Fluctuations in Epitaxial $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Thin Films,” *Modern Physics Letters B*, vol. 15, no. 25, pp. 1117–1129, 2001. [cf. p. 66]

- [88] Stangl and al., “Ultra-high critical current densities of superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films in the overdoped state,” *Scientific Reports*, vol. 11, no. 1, p. 8176, 2021. [cf. p. 66]
- [89] QuantumDesign, *Physical Property Measurement System*. [cf. p. 66]
- [90] Garfield and al., “Superconducting contacts for use in niobium thin film applications,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 68, no. 4, pp. 1906–1907, 1997. [cf. p. 67]
- [91] P. Goodman, “Current and Future Uses of Gold in Electronics,” *ERA Technology Ltd*, 2002. [cf. p. 68]
- [92] Haneul and al., “Thermal Conductivity Characterization of Thermal Grease Containing Copper Nanopowder,” *Materials*, 2020. [cf. p. 68]
- [93] Vassenden and al., “Growth direction control YBCO thin films,” *Phys. C : Supercond. Appl.*, vol. 175, no. 5, pp. 566–572, 1991. [cf. p. 74]
- [94] Bozovic and al., “Epitaxial Strain and Superconductivity in $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ Thin Films,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 89, p. 107001, 2002. [cf. p. 74]
- [95] Lichter and al., “Model for Columnar Microstructure of Thin Solid Films,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, pp. 1396–1399, 1986. [cf. p. 81]
- [96] S. K. Yao, “Theoretical model of thin-film deposition profile with shadow effect,” *J. Appl. Phys.*, vol. 50, no. 5, pp. 3390–3395, 1979. [cf. p. 82]
- [97] Zhen and al., “Effect of bias on structure mechanical properties and corrosion resistance of TiN_x films prepared by ion source assisted magnetron sputtering,” *Thin Solid Films*, vol. 676, pp. 60–67, 2019. [cf. p. 82]
- [98] Hai and al., “Influences of Al_2O_3 grain size on high-temperature oxidation of nano-Ni/ Al_2O_3 composites,” *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 4, no. 1, pp. 120–123, 2016. [cf. p. 83]
- [99] C. V. Thompson, “Grain Growth in Thin Films,” *Annu. Rev. Mater. Sci.*, vol. 20, no. 1, pp. 245–268, 1990. [cf. p. 83]
- [100] Marcu and al., “Pulsed laser deposition of YBCO thin films in a shadow mask configuration,” *Thin Solid Films*, vol. 360, no. 1, pp. 166–172, 2000. [cf. p. 84]
- [101] Zach and al., “Laser ablated YBCO thin films - relations between structural and electrical properties,” *J. Alloys Compd.*, vol. 195, pp. 199–202, 1993. [cf. p. 86]

- [102] H. Y. Zhai and W. K. Chu, “Effect of interfacial strain on critical temperature of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 76, no. 23, pp. 3469–3471, 2000. [cf. p. 88]
- [103] Gavalier and al., “Effect of oxygen over-doping on T_c and R_{200} of YBCO films,” *TAS*, vol. 5, no. 2, pp. 1173–1176, 1995. [cf. p. 88]
- [104] Strachan and al., “Do Superconductors Have Zero Resistance in a Magnetic Field?,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 87, p. 067007, 2001. [cf. p. 88]
- [105] LeBoeuf and al., “Lifshitz critical point in the cuprate superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ from high-field hall effect measurements,” *Phys. Rev. B*, vol. 83, 2010. [cf. p. 90]
- [106] Gavalier and al., “Critical parameters in the single-target sputtering of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$,” *J. of Appl. Phys.*, vol. 70, no. 8, pp. 4383–4391, 1991. [cf. p. 92]
- [107] Vovk and al., “c-axis hopping conductivity in heavily Pr-doped YBCO single crystals,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 26, no. 8, 2013. [cf. p. 92]
- [108] Yurtcan and al., “ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Thin Film Growth on Different Substrates by Pulsed Laser Deposition,” *EAJIS*, vol. 3, pp. 1–7, 2017. [cf. p. 95]
- [109] Harris and al., “Experimental test of the T^2 law for the Hall angle from T_c to 500K in oxygen-reduced $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ crystals,” *Phys. Rev. B*, vol. 46, pp. 14293–14296, 1992. [cf. p. 97, 99]
- [110] Xiong and al., “Hall angle in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ epitaxial films : Comparison between oxygen reduction and Pr doping,” *Phys. Rev. B*, vol. 47, pp. 5516–5519, 1993. [cf. p. 99, 100]
- [111] Mogro-Campero and al., “Large differences of critical current density in thin films of superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$,” *J. of Appl. Phys.*, vol. 65, no. 12, pp. 4951–4954, 1989. [cf. p. 104]
- [112] Weigand and al., “Strong Enhancement of the Critical Current at the Antiferromagnetic Transition in $\text{ErNi}_2\text{B}_2\text{C}$ Single Crystals,” *Phys. Rev. B*, vol. 87, 2013. [cf. p. 104]
- [113] Damen and al., “Selective epitaxial growth for YBCO thin films,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 11, no. 5, pp. 437–448, 1998. [cf. p. 104]
- [114] A. Gilabert, “Proximity effect between a normal metal and a superconductor,” *Ann. Phys.*, vol. 2, pp. 203–252, 1977. [cf. p. 104]