



UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE : Ecole Doctorale Physique de la région parisienne (ED 107)  
Laboratoire : Centre de Sciences Nucléaire et de Sciences de la Matière

Physique

## THÈSE DE DOCTORAT

soutenue le 06/05/2014

par

**Olivier RIGAUT**

**Nouveaux concepts pour les matrices de bolomètres  
destinées à l'exploration de l'Univers dans le domaine millimétrique**

**Directeur de thèse :** Stefanos Manieros      Directeur de recherche (CSNSM)

**Composition du jury :**

<i>Président du jury :</i>	Dominique Debarre	Professeur (IEF, Orsay)
<i>Rapporteurs :</i>	Martin Loidl	Chargé de recherche (CEA, Saclay)
	François Pajot	Directeur de recherche (IAS, Orsay)
<i>Examineurs :</i>	Michel Piat	Professeur (APC, Paris)
	Alessandro Monfardini	Chargé de recherche (Institut Néel, Grenoble)

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Le Fond Diffus Cosmologique</b>	<b>10</b>
1.1	Nucléosynthèse primordiale . . . . .	10
1.2	Penzias et Wilson . . . . .	11
1.3	Caractéristiques du fond diffus cosmologique . . . . .	12
1.4	Anisotropies du Fond Diffus Cosmologique et spectre de puissance . .	14
1.5	Polarisation du fond diffus cosmologique . . . . .	14
1.6	Observation du fond diffus cosmologique . . . . .	16
1.6.1	Difficulté des observations . . . . .	16
1.6.2	Les ballons stratosphériques . . . . .	17
1.6.2.1	QMAP . . . . .	17
1.6.2.2	MAXIMA . . . . .	18
1.6.2.3	Boomerang . . . . .	19
1.6.2.4	Archéops . . . . .	20
1.6.3	Les Satellites . . . . .	21
1.6.3.1	COBE . . . . .	21
1.6.3.2	WMAP . . . . .	21
1.6.3.3	Planck . . . . .	23
1.6.4	Interféromètres et l'expérience QUBIC . . . . .	24
<b>2</b>	<b>Principe des bolomètres</b>	<b>29</b>
2.1	Introduction . . . . .	29
2.1.1	Domaines d'application des bolomètres . . . . .	29
2.1.2	Détecteurs thermiques : de la thermopile au bolomètre . . . . .	30
2.2	Principe physique de la bolométrie . . . . .	32
2.2.1	Modèle thermique du bolomètre idéal . . . . .	32
2.2.2	Caractérisation thermique d'un bolomètre . . . . .	34
2.2.3	Senseurs thermiques . . . . .	38
2.2.3.1	Senseur semiconducteur . . . . .	38
2.2.3.2	Senseurs à transition supraconductrice . . . . .	40

2.2.3.3	Polarisation du détecteur . . . . .	43
2.2.3.4	Contre-réaction électro-thermique . . . . .	47
2.2.4	Signal sur un bolomètre . . . . .	48
2.2.4.1	Les bruits fondamentaux . . . . .	48
2.2.4.2	Lecture du signal . . . . .	52
2.3	Optimisation et température de fonctionnement . . . . .	54
2.3.1	Objectif . . . . .	54
2.3.2	Influence des paramètres . . . . .	54
2.3.3	Bilan des paramètres . . . . .	57
2.3.4	Matrices de détecteurs . . . . .	58
2.3.4.1	Objectifs et réalisations . . . . .	58
2.3.4.2	Senseurs TES de haute impédance . . . . .	59
2.4	Interférométrie bolométrique . . . . .	60
2.4.1	Contexte . . . . .	60
2.4.2	Interférométrie multiplicative . . . . .	61
2.4.3	Interférométrie bolométrique . . . . .	63
2.4.4	Difficultés . . . . .	64
<b>3</b>	<b>Absorption électromagnétique</b>	<b>66</b>
3.1	Généralités . . . . .	66
3.2	Impédance du vide . . . . .	67
3.3	Optimisation de l'absorption électromagnétique . . . . .	68
3.3.1	Absorption d'un film mince continue . . . . .	68
3.3.2	Lame quart d'onde . . . . .	71
<b>4</b>	<b>Protocole expérimental : du matériau au détecteur</b>	<b>72</b>
4.1	Synthèse des échantillons tests . . . . .	73
4.1.1	Cas des absorbeurs métalliques . . . . .	73
4.1.2	Cas des couches thermométriques en $Nb_xSi_{1-x}$ . . . . .	75
4.1.3	Homogénéité et qualité des dépôts . . . . .	76
4.2	Mesures à très basses température . . . . .	79
4.2.1	Fonctionnement du cryostat à dilution . . . . .	80
4.2.2	Précautions et effets parasites . . . . .	81
4.2.3	Mesures au TRMC2 . . . . .	82
4.2.4	Mesures amplificateur bas bruit . . . . .	82
4.3	Élaboration du détecteur . . . . .	83
4.3.1	Design de QUBIC et fabrication des matrices . . . . .	83
4.3.2	Lithographie . . . . .	84

4.3.3	Ouverture des membranes suspendues . . . . .	86
<b>5</b>	<b>Senseur thermique</b>	<b>88</b>
5.1	Intérêt du $Nb_xSi_{1-x}$ . . . . .	89
5.2	Courbes de résistance du $Nb_xSi_{1-x}$ supraconducteur . . . . .	92
5.2.1	Mesure de la $T_c$ et de la largeur de transition . . . . .	92
5.2.2	Contrôle de la $T_c$ . . . . .	94
5.2.3	Haute impédance et effet de polarisation . . . . .	98
5.3	Cohérence des échantillons . . . . .	98
5.3.1	Résultats . . . . .	100
5.3.1.1	Évolution avec la température de recuit . . . . .	100
5.3.1.2	Évolution avec la composition . . . . .	102
5.3.1.3	Évolution avec l'épaisseur . . . . .	103
5.3.2	Conclusion . . . . .	103
5.4	Sensibilité du $Nb_xSi_{1-x}$ dans l'état supraconducteur . . . . .	104
5.4.1	Mesures des sensibilités $A$ . . . . .	105
5.4.2	Effet du recuit sur la largeur de transition . . . . .	107
5.4.3	Cas des matrices de bolomètres . . . . .	109
5.5	Bruit du $Nb_xSi_{1-x}$ à basse température . . . . .	112
5.5.1	Pixel unique . . . . .	112
5.5.2	Cas des matrices de bolomètres : dispersion pour différents pixels . . . . .	119
5.6	Chaleur spécifique du $Nb_xSi_{1-x}$ . . . . .	122
5.6.1	Méthode de mesure . . . . .	122
5.6.2	Mesure de la chaleur spécifique . . . . .	124
5.7	Conclusion sur le $Nb_xSi_{1-x}$ . . . . .	126
<b>6</b>	<b>Mise au point de l'absorbeur</b>	<b>128</b>
6.1	Objectifs . . . . .	129
6.1.1	Température critique . . . . .	129
6.1.2	Impédance dans le cas des grilles d'absorption . . . . .	130
6.2	Résumé des matériaux testés . . . . .	131
6.3	Aluminium petit grain . . . . .	133
6.3.1	Procédé de fabrication . . . . .	133
6.3.2	Résultats . . . . .	134
6.3.2.1	Évaluation de l'Al petit grain . . . . .	138
6.4	Molybdène . . . . .	140
6.4.1	Résultats . . . . .	141

6.5	Titane . . . . .	143
6.5.1	Intérêt et processus de fabrication . . . . .	143
6.5.2	Résultats . . . . .	143
6.5.2.1	Résumé des échantillons testés . . . . .	143
6.5.2.2	Série 1 . . . . .	144
6.5.2.3	Reproductibilité du titane . . . . .	147
6.6	Titane-Vanadium . . . . .	148
6.6.1	Procédé d'élaboration . . . . .	149
6.6.2	Résultats . . . . .	150
6.7	Conclusion . . . . .	156
	<b>Conclusion</b>	<b>159</b>

# Introduction

Au début du 20<sup>ème</sup> siècle, la Cosmologie, c'est-à-dire l'étude globale des propriétés de l'Univers, tenait de la science spéculative dont l'expérimentation restait impossible. Le bond technologique a progressivement amené à des techniques innovantes permettant de mesurer avec toujours plus de précision les caractéristiques de l'Univers et d'en découvrir, parfois involontairement, certaines propriétés. En particulier, la découverte du fond diffus cosmologique fut accidentelle mais permit par la suite de confirmer la théorie du Big-Bang et de l'inflation de l'Univers. Dès lors, son étude a été menée par un grand nombre de chercheurs qui, s'appuyant sur l'amélioration des techniques d'observation, ont pu en déterminer les caractéristiques avec une précision accrue. Le satellite COBE a notamment permis de mettre à jour l'existence de fluctuations de température au sein du fond diffus cosmologique, mesurées à  $10^{-5}$  K par WMAP (Wilkinson Microwave Anisotropy Probe) quelques années plus tard. Les nombreuses expériences ont également montré que le spectre du fond diffus cosmologique se rapprochait très fortement de celui d'un corps noir parfait à  $T = 2.725$  K, atteignant un maximum de luminance dans les longueurs d'onde millimétriques. Le fond diffus cosmologique est dominant à une fréquence proche de 150 GHz, ce qui représente une zone difficile à étudier du fait de l'opacité de l'atmosphère consécutive à l'absorption par les molécules d'eau.

L'existence, prédite par la théorie, des modes B de polarisation, signaux très faibles de la polarisation des photons par diffusion Thomson sur les électrons au moment du découplage rayonnement-matière, a incité à de détecteurs de rayonnement performants en s'appuyant sur la maîtrise toujours plus poussée par les techniques de lithographie et du contrôle de fabrication des matériaux. Les études en laboratoires ont quant à elles eu recours aux techniques cryogéniques et à la physique des basses températures afin de mesurer le plus précisément possible les caractéristiques du fond diffus cosmologique. Les détecteurs utilisés pour mener ces études à bien sont de différentes natures (bolomètres semi-conducteurs, TES supraconducteurs, NTD Ge dopés, KIDs, etc) mais les techniques employées pour leur élaboration demande

toujours un contrôle très poussé des étapes de fabrication.

Le cadre de cette thèse s'inscrit dans le contexte de l'expérience QUBIC (QU Bolometric Interferometer for Cosmology) qui sera déployée durant les prochaines années au dôme C en Antarctique et qui consistera à mesurer les modes B de polarisation du fond diffus cosmologique dans le domaine des longueurs d'onde millimétriques. Dans cette optique, les détecteurs de rayonnement que nous élaborons au CSNSM (Centre des Sciences Nucléaires et des Sciences de la Matière), en collaboration avec l'APC, se base sur l'émergence des TES supraconducteurs. L'étude déjà menée au CSNSM sur l'alliage amorphe de  $Nb_xSi_{1-x}$  a permis d'ouvrir la voie au futur senseur qui constituera le coeur de la matrice de bolomètres pour la réalisation du projet QUBIC. Elle a notamment montré que ce matériau avait la propriété d'être supraconducteur à des températures ajustables.

Les matrices de bolomètres envisagées se composent également d'un absorbeur de rayonnement supraconducteur de capacité calorifique très faible. L'ajustement de la résistivité électrique du matériau choisi est une nécessité afin d'optimiser l'absorption de lumière. L'étude sur la mise au point de l'absorbeur est donc motivée par ces deux contraintes et a fait l'objet d'une recherche prospective.

Le bruit intrinsèque des détecteurs envisagés doit également être inférieur au bruit de photons du fond diffus cosmologique, obligeant d'effectuer les mesures à très basse température ( $< 720$  mK). Il a donc été décidé pour QUBIC, de travailler à une température de l'ordre de 300 mK. L'élaboration de détecteurs supraconducteurs très sensibles, dont le bruit intrinsèque est dominé par le bruit de phonon, devrait permettre de révéler, selon leur niveau, les modes B de polarisation du fond diffus cosmologique.

Après un bref aperçu théorique concernant l'origine et la nature des anisotropies de température et de la polarisation du fond diffus cosmologique ainsi qu'un état de l'art sur les différentes expériences effectuées dans ce domaine (chapitre 1), quelques rappels sur la physique des bolomètres mettront en relief les caractéristiques permettant d'optimiser les performances de nos détecteurs (chapitre 2). En outre, une brève partie théorique s'intéressera à l'absorption de rayonnement et imposera des contraintes supplémentaires sur l'élaboration de l'absorbeur d'un bolomètre (chapitre 3).

Nous présenterons ensuite les techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration des senseurs thermiques et des absorbeurs de rayonnement, nécessaires aux tests de performance à très basse température (chapitre 4).

Les chapitres 5 et 6 seront quant à eux consacrés à l'analyse des résultats obtenus sur les senseurs TES de  $Nb_xSi_{1-x}$  et sur la recherche d'un matériau optimisé pour l'élaboration de l'absorbeur de rayonnement.

Nous concluons enfin sur l'intérêt de ces résultats pour le projet QUBIC et sur les perspectives à venir.

# Chapitre 1

## Le Fond Diffus Cosmologique

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Nucléosynthèse primordiale . . . . .</b>	<b>10</b>
<b>1.2</b>	<b>Penzias et Wilson . . . . .</b>	<b>11</b>
<b>1.3</b>	<b>Caractéristiques du fond diffus cosmologique . . . . .</b>	<b>12</b>
<b>1.4</b>	<b>Anisotropies du Fond Diffus Cosmologique et spectre de puissance . . . . .</b>	<b>14</b>
<b>1.5</b>	<b>Polarisation du fond diffus cosmologique . . . . .</b>	<b>14</b>
<b>1.6</b>	<b>Observation du fond diffus cosmologique . . . . .</b>	<b>16</b>
1.6.1	Difficulté des observations . . . . .	16
1.6.2	Les ballons stratosphériques . . . . .	17
1.6.3	Les Satellites . . . . .	21
1.6.4	Interféromètres et l'expérience QUBIC . . . . .	24

---

### 1.1 Nucléosynthèse primordiale

Dans les années 1930, les physiciens ont cherché un moyen de résoudre le problème de la formation des éléments tels que l'hydrogène et l'hélium dans l'Univers en se fondant sur le processus de nucléosynthèse stellaire. Ce processus se base sur les phénomènes de fusion nucléaire ayant lieu au coeur des étoiles comme vecteur de la formation d'hélium à partir d'hydrogène. Cependant, la quantité relâchée dans l'espace interstellaire par ce processus a semblé bien trop faible pour expliquer l'abondance d'hélium 4 dans l'univers.

En 1942, George Gamow évoqua pour la première fois l'idée d'une nucléosynthèse primordiale et construisit son hypothèse en évoquant une création de la matière peu après le Big-Bang [Gam46]. La théorie originelle de la nucléosynthèse primordiale

prévoyait la synthèse des éléments par additions successives de neutrons sur les éléments plus légers déjà existant suivie de désintégration  $\beta$ . Cependant, le refroidissement rapide de l'Univers dans ses premiers instants rendait insoluble le problème de la formation des éléments de masse supérieures au  ${}^7\text{Li}$ .

C'est en 1948 que Gamow, Alpher et Herman proposèrent une explication nouvelle et originale à l'abondance des éléments dans l'Univers en prédisant l'existence d'un rayonnement issu du Big-Bang [Gam49]. Au premier temps de l'Univers, alors qu'il était extrêmement chaud et dense, la matière baryonique (protons et neutrons) et leptonique (électrons) était couplée au rayonnement constitué de photons. La densité était alors telle que la matière et le rayonnement formaient un plasma en équilibre thermique empêchant la formation d'atomes par l'ionisation perpétuelle de la matière. L'expansion de l'univers prédite par le Big-Bang induisant un refroidissement du plasma primordial, la matière s'est découplée du rayonnement vers 3000K (0,2 eV) et l'équilibre entre le rayonnement et la matière est rompu [Lac]. Le nombre de photons hautement énergétiques a alors brutalement chuté empêchant toute ionisation des atomes d'hydrogène se formant dans le plasma à ce stade et permettant la formation d'atomes plus lourds. Ces photons n'interagissent alors presque plus avec la matière et leur libre parcours moyen devient supérieur à l'horizon. Ces photons constituent aujourd'hui le rayonnement du fond diffus cosmologique.

## 1.2 Penzias et Wilson

Bien qu'il fut décrit par Tolman en 1934 [Tol34] et prédit en 1948 par Gamow et al. [Gam48], le rayonnement du fond diffus cosmologique fut découvert totalement par hasard en 1964 [Pen65].

Arno Penzias et Robert Wilson, deux spécialistes des télécommunications de la compagnie Bell Telephone, travaillaient à l'époque sur l'adaptation d'une antenne de 3 m d'ouverture conçue en 1961. Cette dernière devait à l'origine servir à recueillir les signaux du satellite "Echo" lancé en 1959 et, après modification, pouvoir capter d'éventuels signaux radios provenant de la Voie Lactée. Ils détectèrent en sortie d'antenne un bruit de fond isotrope équivalent à une température de 3,5 K. Mettant cela sur le compte de signaux parasites, ils passèrent les jours suivant à tenter d'éliminer la cause mais constatèrent que le bruit de fond persistait quelque soit la direction vers laquelle l'antenne était pointée.

Certains qu'il ne pouvait s'agir d'un bruit parasite, ils prirent connaissance des recherches de deux astrophysiciens, Peter Roll et David Wilkinson qui, se fondant sur les travaux publiés par Alpher, Hermann et Gamow, étaient à la recherche d'un

signal identique [Rol66]. Il s'avéra que le signal recueilli par Penzias et Wilson, tout d'abord pris pour un bruit parasite, correspondait parfaitement au bruit cosmologique recherché par les deux astrophysiciens. Cette découverte valut à Penzias et Wilson le prix Nobel en 1978.

### 1.3 Caractéristiques du fond diffus cosmologique

Nous avons précédemment vu que le modèle de la nucléosynthèse primordiale permettait d'expliquer la formation des éléments dans l'Univers à partir de la dilution de l'énergie en conséquence de l'expansion rapide de l'Univers dans son jeune âge.

À une période estimée à 380 000 ans après le Big-Bang, seule une minorité d'atomes d'hydrogène sont ionisés par les photons du plasma primordiale et le libre parcours moyen de ces derniers, qui n'interagissent presque plus avec la matière, devient supérieur à l'horizon. Cette période dite de recombinaison correspond à une température estimée à 3700 K et à une énergie de l'ordre de 0,35 eV. Cette énergie est très inférieure à celle nécessaire pour ioniser l'atome d'hydrogène (13,6 eV).

Le flux de photons ainsi libéré nous parvient aujourd'hui depuis la surface de dernière diffusion, région de l'espace où les interactions entre les photons et les électrons ont cessé lorsque le nombre de photons d'énergie permettant l'ionisation des atomes d'hydrogène est devenu insuffisant. Le décalage vers le rouge dû à l'expansion de l'Univers nous fait apparaître ces photons à une longueur d'onde beaucoup plus longue, à des densités d'énergie plus faibles et donc à une température plus basse.

La physique statistique nous apprend par ailleurs que d'un point de vue spectral, le rayonnement possède un spectre de corps noir lorsqu'il est en équilibre avec la matière. Or, les observations du fond diffus cosmologique ont prouvé que ce dernier possède le spectre d'un corps noir avec une très bonne approximation, confortant l'interprétation liée à la théorie du Big-Bang [Mat90]. Le spectre du fond diffus cosmologique garde donc la trace de sa formation et était, à l'origine, dû à un plasma de photons et de matière baryonique et leptonique en équilibre.

Depuis l'instant de la recombinaison, l'allure du spectre n'a pas changé mais a seulement été décalé à cause de l'effet Doppler depuis le visible et l'infra-rouge (correspondant à sa température de formation de 3700 K) jusqu'à la valeur des ondes millimétriques correspondant à  $T_0 = 2,725K$  [Fix02].

Nous pouvons définir la densité spectrale d'énergie par unité de volume de ce rayonnement de corps noir à la température  $T_0$ . Elle est donnée par l'expression suivante [Lec04] :

$$e(\nu) = \frac{8\pi h\nu^3 c^{-3}}{\exp(\frac{h\nu}{k_B T_0}) - 1}$$

Où  $\nu$  est la fréquence,  $h$  la constante de Plank,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $c$  la célérité de la lumière.

Nous pouvons également définir la luminance  $I(\nu)$  correspondante :

$$I(\nu) = \frac{c}{4\pi} e(\nu)$$

Cette grandeur, dépendante de la fréquence et représentée figure 1.1, nous indique qu'une fréquence d'environ 160 GHz correspond au maximum de luminance. C'est donc jusqu'aux ondes millimétriques (1,88 mm) que le spectre du fond diffus cosmologique a été décalé.

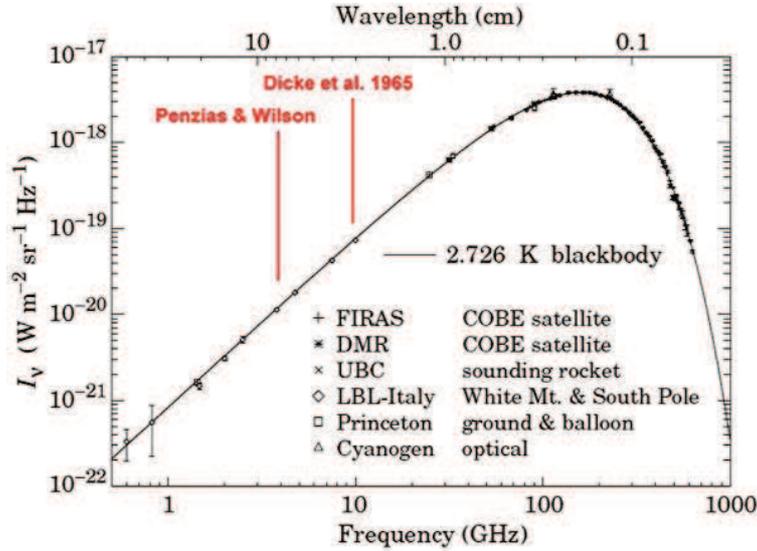


Figure 1.1 – Luminance du CMB

Nous pouvons par ailleurs déterminer l'âge de l'Univers lors du découplage ( $\approx 13,8 \cdot 10^9 \pm 380 \cdot 10^3$  ans) à partir du paramètre  $z$  qui mesure le décalage vers le rouge de la fréquence  $\nu$  du rayonnement émis par un objet lointain rapporté à la fréquence observée :

$$z = \frac{\nu_{emis} - \nu_{obs}}{\nu_{obs}} = \frac{\lambda_{obs}}{\lambda_{emis}} - 1$$

Compte tenu de la loi de Wien  $\lambda_{max} T_{max} = cte$ , valable pour un rayonnement à l'équilibre, et en se plaçant à la longueur d'onde maximale du spectre, nous obtenons la valeur du paramètre  $z$  correspondant à l'époque de la recombinaison :

$$z = \frac{T_{Rec}}{T_0} - 1 \approx 1350$$

Où  $T_{Rec}$  est la température du rayonnement au moment de la recombinaison.

Dans les modèles cosmologiques actuels, cette valeur du paramètre  $z$  correspond à un âge d'environ 380 000 ans après le Big-Bang [Lac00].

## 1.4 Anisotropies du Fond Diffus Cosmologique et spectre de puissance

Les anisotropies qui nous intéressent sont celles provenant de la surface de dernière diffusion, surface définissant la coquille sphérique où tous les photons composant le fond diffus cosmologique ont été émis lors de la période de recombinaison.

Comme ce que l'on observe se projette sur la sphère céleste, les fluctuations de température vont être décomposées en fonction de leur amplitude et de leur échelle angulaire sur la base des harmoniques sphériques. L'anisotropie de température en un point du ciel  $(\theta, \phi)$  va donc avoir comme expression [Uzo10] :

$$\frac{\Delta T}{T_{CMB}} = \sum_{l,m} a_{lm} Y_{lm}(\theta, \phi)$$

où  $a_{lm}$  est le coefficient de décomposition et  $Y_{lm}$  l'harmonique sphérique caractérisé par les deux entiers  $l$  et  $m$ ,  $T_{CMB}$  est la température moyenne du fond diffus cosmologique ( $\approx 2,7K$ ) et  $\Delta T = T(\theta, \phi) - T_{CMB}$ . Pour représenter le spectre des fluctuations, il est plus courant d'utiliser le spectre de puissance angulaire,  $C_l$ , qui est la variance des  $a_{lm}$ .

$$C_l = \langle |a_{lm}|^2 \rangle$$

Ce spectre (figure 1.2) contient bon nombre d'informations sur les paramètres cosmologiques tels que la courbure de l'univers, son âge ou la densité de matière [Spe03].

## 1.5 Polarisation du fond diffus cosmologique

Au moment de la recombinaison, la présence d'anisotropies dans le plasma primordial engendre une polarisation extrêmement faible du rayonnement. L'origine de ce phénomène provient de la polarisation d'un photon par diffusion Thomson sur

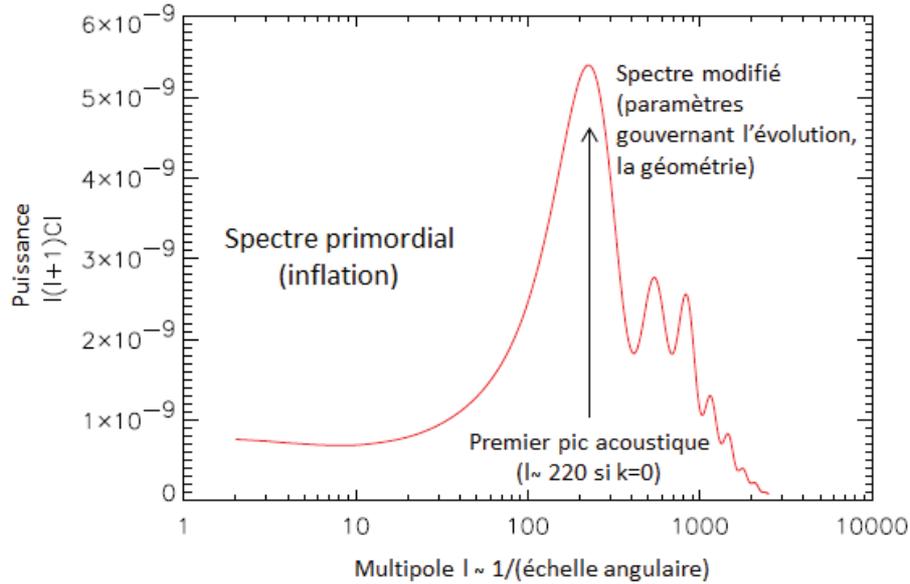


Figure 1.2 – Schéma des  $C_l$  typique [Del02]

un électron. Le photon ressort polarisé dans la direction orthogonale au plan de diffusion.

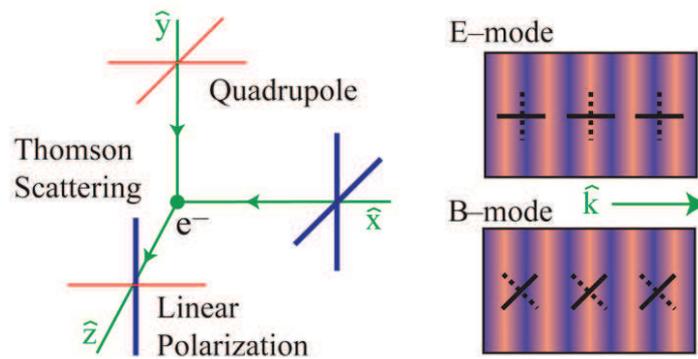


Figure 1.3 – Polarisation d'un photon sur un électron par diffusion Thomson (à gauche). La composante issue des perturbations scalaire est appelée mode E tandis que celle issue des perturbations tensorielles est notée mode B.

Évidemment, la polarisation du rayonnement reçu provient de la superposition d'un très grand nombre de diffusions Thomson des photons sur les électrons. Mais pour qu'il y ait une polarisation nette du rayonnement, il est nécessaire que les fluctuations de densité et de température au sein du plasma engendrent un flux quadrupolaire, c'est à dire que la polarisation totale horizontale ne soit pas égale à la polarisation verticale. De ce fait, un excédent de photons provenant du haut et du bas par rapport à ceux venant de la droite où de la gauche conduira à une

polarisation horizontale totale différente de la polarisation verticale totale et aboutira par conséquent à un signal polarisé [Pia08].

L'origine de cet excédent provient des mouvements du plasma primordial induits par des densités de perturbations amenant à des gradients de vitesse responsables du quadrupole engendrant la polarisation.

Alors que les sources scalaires de perturbation ne conduisent qu'à des polarisations de type E, les sources tensorielles, signatures uniques des ondes gravitationnelles ([Pia00],[Mad02]), vont induire des polarisations de type B. Or, bien que la signature des polarisations E soit très faible, on s'attend à ce que celle des polarisations B le soit encore considérablement plus (figure 1.14). Leur détection est donc un véritable challenge, nécessitant des détecteurs d'une sensibilité supérieure à ceux utilisés pour la mission Planck. C'est entre autre le but du projet QUBIC dont nous parlerons par la suite.

## 1.6 Observation du fond diffus cosmologique

### 1.6.1 Difficulté des observations

Le rayonnement du fond diffus cosmologique étant de très faible puissance, son observation depuis le sol terrestre est très contraignante en raison de l'absorption des longueurs d'ondes correspondant au maximum de spectre par l'atmosphère. Les observations les plus précises n'ont pu se faire qu'à très haute altitude, par l'envoi de ballons atmosphériques ou de satellites<sup>1</sup>. De plus, et comme nous le verrons par la suite, l'observation de ces longueurs d'onde nécessite l'usage de détecteurs fonctionnant à très basse température (de l'ordre de la centaine de mK) afin d'optimiser la détection du rayonnement (voir chapitre 3). Un système de réfrigération des détecteurs doit donc être embarqué au sein du dispositif expérimental.

Les mesures effectuées par les campagnes d'observations portent sur la mesure de la température du rayonnement d'équilibre afin de mesurer les anisotropies qui sont extrêmement faibles (les fluctuations de température du Fond Diffus Cosmologique sont de l'ordre de  $10^{-5}$ ) et également sur la puissance rayonnée en fonction de la longueur d'onde afin de mettre en évidence les écarts éventuels par rapport au corps noir idéal. Actuellement les observations se portent sur la mesure de la polarisation du Fond Diffus Cosmologique (l'expérience BICEP2 ayant probablement réussi à

---

1. Outre le problème dû aux interférences atmosphériques et à l'observation au sol ou à basse altitude en général, rendant plus compliquée la soustraction des effets systématiques (effet de l'atmosphère, des corps stellaires, etc...), les satellites ont l'avantage de permettre de sonder une portion de ciel bien plus vaste.

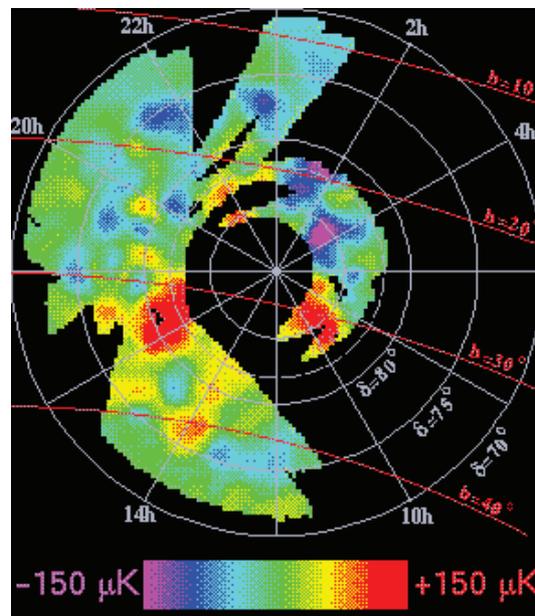
mesurer les modes B de polarisation dans de faibles échelles angulaires).

## 1.6.2 Les ballons stratosphériques

### 1.6.2.1 QMAP

QMAP fut la première expérience d'observation des anisotropies du fond diffus cosmologique montée sur ballon stratosphérique. Elle a été réalisée en 1996 par des chercheurs de l'université de Princeton, les résultats ayant été publiés en 1998 [Oli98].

L'observation des anisotropies s'est faite dans les bandes Ka et Q (respectivement aux fréquences 31 GHz et 42 GHz). QMAP a fait partie des expériences confirmant la détection des anisotropies du fond diffus effectuée pour la première fois par le satellite COBE en 1992 [Ben96]. Bien qu'étudiant des régions plus petites que le satellite, QMAP les a observées avec une meilleure résolution, à des échelles s'étendant de  $9^\circ$  à  $2,5^\circ$  (figure 1.4), grâce à l'utilisation de transistors à effet de champ à hétérostructures refroidis à 2,3K pour un fonctionnement optimal [Dev98].

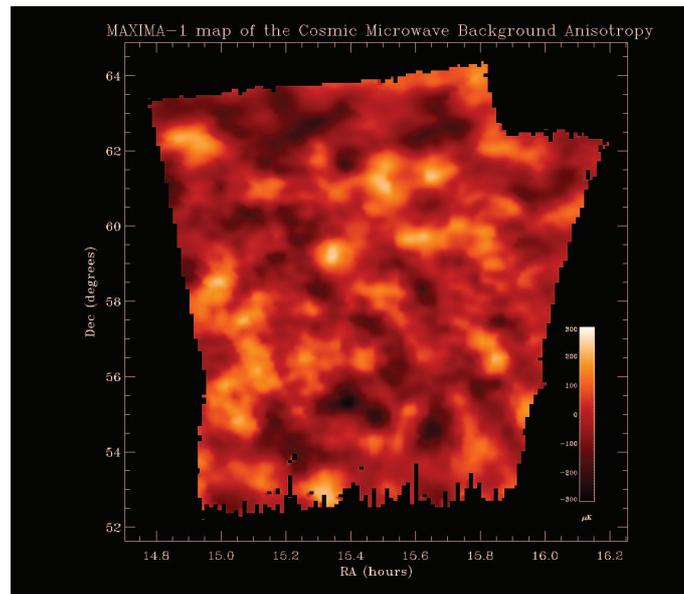


**Figure 1.4** – Inhomogénéités de températures du CMB mesurées au cours des deux vols de QMAP (figure tirée de [Oli98])

QMAP a effectué deux campagnes d'observation, le 16 juin et le 8 novembre 1996, le ballon atteignant une altitude de 30 km pour chacun des deux vols.

### 1.6.2.2 MAXIMA

MAXIMA (Millimeter Anisotropy eXperiment IMaging Array) est une expérience lancée aux Etats-Unis par l'université de Berkeley. L'instrument a effectué deux vols, en aout 1998 et juin 1999 [Sto03]. Les résultats présentés figure 1.5 correspondent aux mesures effectuées durant le premier vol. Les 7 heures de données ont permis d'obtenir une carte couvrant 0,3% du ciel avec une sensibilité de 90 à  $100 \mu K s^{1/2}$ .



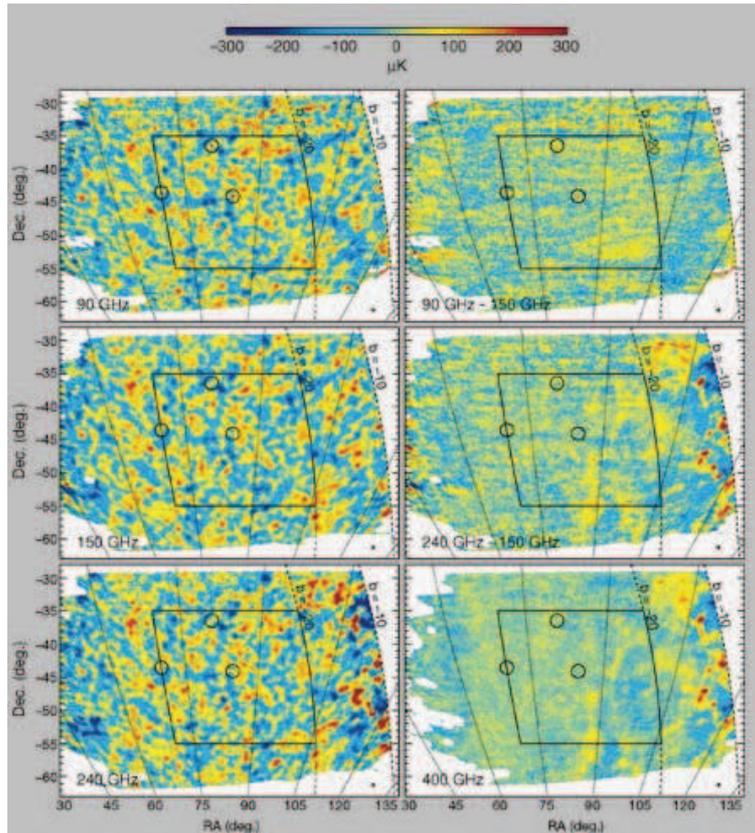
**Figure 1.5** – Carte obtenue par l'expérience MAXIMA. Les inhomogénéités observées correspondent aux fluctuations de température du rayonnement fossile [Sto03].

L'instrument MAXIMA est constitué d'une matrice de bolomètres utilisant de thermomètres de types NTD-Ge (Neutron-Transmutation Doped Germanium), refroidis à 100 mK par désaimantation adiabatique et munis d'absorbent spiderweb [Lee99]. Ces détecteurs ont analysé des bandes de fréquences centrées sur 150 GHz, 240 GHz et 410 GHz. Le contrôle des effets systématiques fut l'un des principaux enjeux de l'expérience.

Outre la plus grande précision dans la mesure des fluctuations en température du fond diffus cosmologique, MAXIMA a permis de conduire à l'idée d'un Univers de courbure nulle en montrant le premier pic acoustique autour de  $l \approx 220$  (figure 1.2). De même, cette expérience a permis de montrer que l'Univers est majoritairement constitué de matière et d'énergie noire.

### 1.6.2.3 Boomerang

L'expérience Boomerang (Ballon Observation of Millimetric Extragalactic Radiation and Geophysics) est une autre expérience en ballon stratosphérique qui a volé au cours de l'été antarctique en décembre 1998 et en 2003 [Mas05].

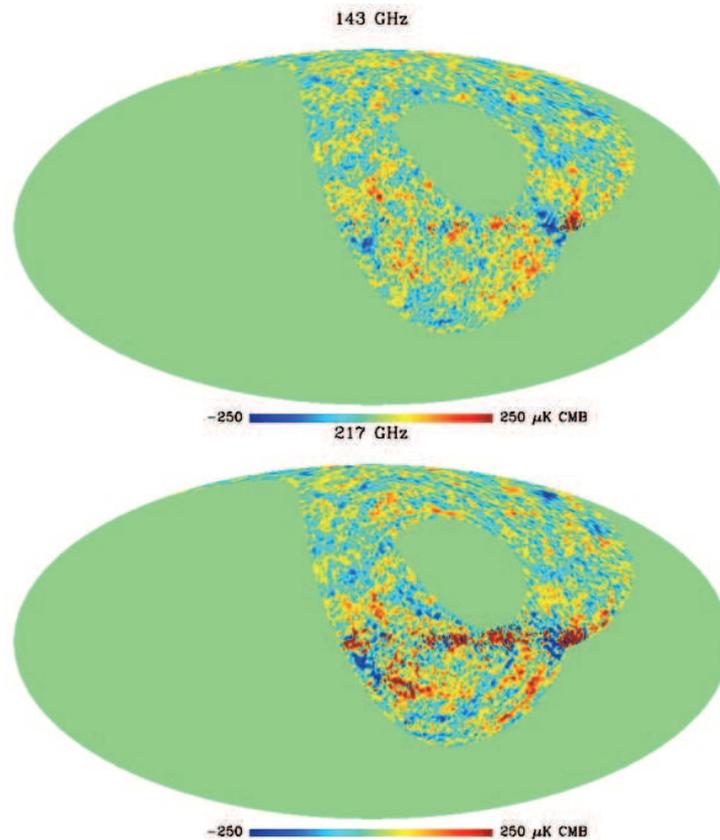


**Figure 1.6** – Cartes obtenues par l'expérience Boomerang pour trois fréquences (de haut en bas, 90, 150 et 240 GHz). Au milieu de la carte, le carré correspond à la portion du ciel utilisée pour calculer le paramètre  $C_l$  [Mas05].

Observant une petite portion du ciel (environ 1%), la matrice de 16 bolomètres, refroidis à 280 mK et opérant à 90 GHz, 140 GHz et 250 GHz (avec respectivement une sensibilité de 140, 170 et 210  $\mu K \cdot s^{1/2}$ ), a permis de mesurer les inhomogénéités en température du CMB avec une très bonne résolution (entre 10 et 18 minute d'arc en fonction des détecteurs) et de conforter l'hypothèse d'un Univers de courbure nulle en mesurant un premier pic acoustique autour du multipole  $l \approx 200$  [Mac05]. Les cartes présentées figure 1.6 ont été obtenues pour le vol du 29 décembre 1998 où l'instrument a volé pendant 259 heures.

### 1.6.2.4 Archéops

L'expérience Archéops est née du besoin de tester la technologie de détection HFI (High Frequency Instrument), qui a été embarquée sur le satellite Planck en 2009 [Des08]. Deux vols exploitables eurent lieu en 2001 et 2002 au nord de la Suède (au dessus de la base d'Esrange) après deux vols d'essais en 1999 et 2000. Embarquée sur une nacelle sous un ballon stratosphérique, Archéops a eu pour but de combler le manque de mesure entre l'expérience COBE et les expériences BOOMERANG et MAXIMA. L'instrument est constitué de 21 bolomètres spiderweb à cornets fonctionnant à 100 mK, permettant la mesure de hautes fréquences ( $> 100$  GHz) centrée sur 143, 217, 353 et 545 GHz. Ces détecteurs ont été placés au coeur d'un cryostat à dilution d' ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$ .



**Figure 1.7** – Inhomogénéités de température du Fond Diffus Cosmologique mesurées par Archéops à des fréquences de 143 GHz et 217 GHz [Per07]

Archéops a scruté un peu plus d'un tiers du ciel.

### 1.6.3 Les Satellites

Les avantages d'une expérience satellite sont évidents. Elles permettent d'une part de couvrir la totalité du ciel afin de donner des informations à grande échelle angulaire et de s'affranchir des perturbations liées à l'atmosphère terrestre d'autre part. Cependant, leur coût de fabrication et de lancement nécessite généralement une étude préalable du fonctionnement des instruments utilisés au sein d'une expérience plus modeste, tel que les expériences de ballons atmosphériques ou d'expérience d'observation au sol.

#### 1.6.3.1 COBE

Le premier satellite dédié à l'observation du CMB, COBE (COsmic Background Explorer) fut lancé par la NASA en 1989 avec à son bord trois instruments : DIRBE (Diffuse InfraRed Experiment) pour la mesure du fond infrarouge et des galaxies très lointaines, DMR (Differential Microwave Radiometers) pour la mesure du fond micro-onde et FIRAS (Far-InfraRed Absolute Spectrophotometer) destiné à la mesure de la température du rayonnement micro-onde [Benn96].

L'instrument DMR a révélé pour la première fois les anisotropies de température du fond diffus cosmologique grâce à des radiomètres différentiels visant deux points du ciel à  $60^\circ$  l'un de l'autre et mesurant à 31,5 GHz, 53 GHz et 90 GHz. L'instrument, qui avait une résolution angulaire de  $7^\circ$ , a permis d'obtenir une carte complète du ciel mettant en évidence de très faibles anisotropies de température de l'ordre de  $\Delta T/T \simeq 6.10^{-6}$  (figure 1.8).

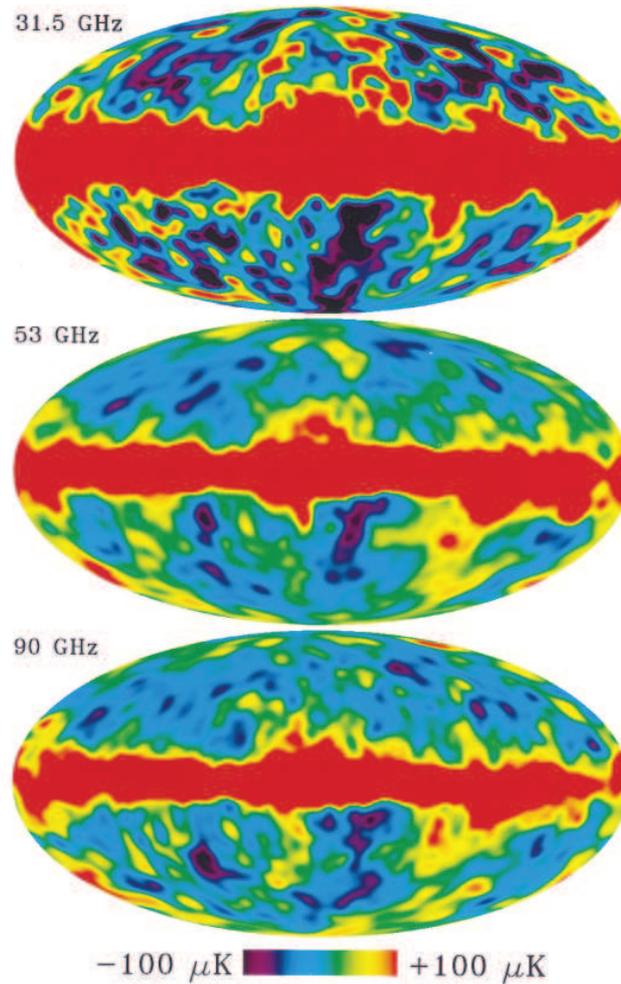
L'instrument FIRAS a quant à lui mesuré un spectre de corps noir en mesurant les longueurs d'onde constituant le Fond Diffus Cosmologique comprises entre 0,1 et 5mm ( $\approx 28$  et 1500 GHz) grâce à des bolomètres refroidis à 1K (figure 1.9).

La mise en place de l'expérience COBE et l'exploitation des résultats obtenus valurent à George Smoot et John C. Matter le prix Nobel de physique en 2006.

#### 1.6.3.2 WMAP

Le satellite WMAP (Wilkinson Microwave Anisotropy Probe) a été lancé en juin 2001 par la NASA. Il a pris des mesures d'une qualité exceptionnelle au point de Lagrange L2 [Benn12].

L'expérience a permis de mesurer les anisotropies de température du Fond Diffus Cosmologique avec une précision alors inégalée en couvrant l'intégralité du ciel avec une résolution angulaire de  $0,3^\circ$  et une sensibilité de  $20 \mu K$  par pixel de  $0,3^\circ \times 0,3^\circ$ . L'instrument est similaire au DMR monté sur le satellite COBE et les mesures

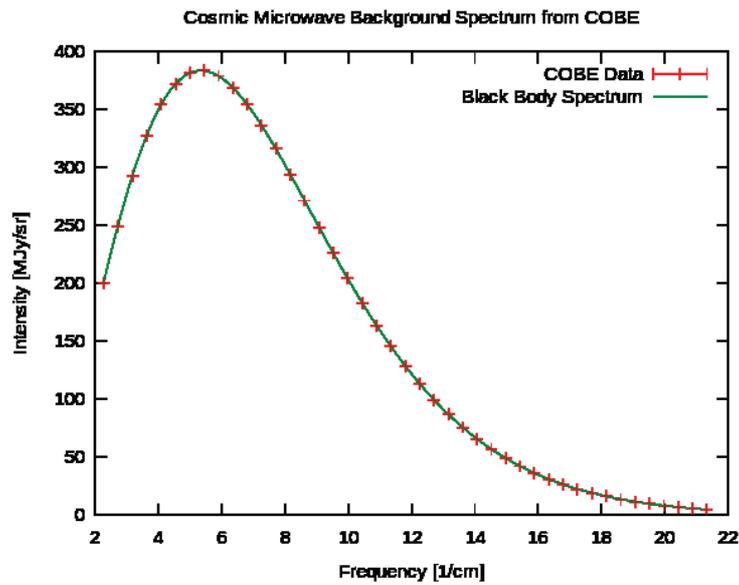


**Figure 1.8** – Anisotropies de température mesurées grâce à l’instrument DMR de COBE avec une résolution angulaire de  $7^\circ$  [Benn96].

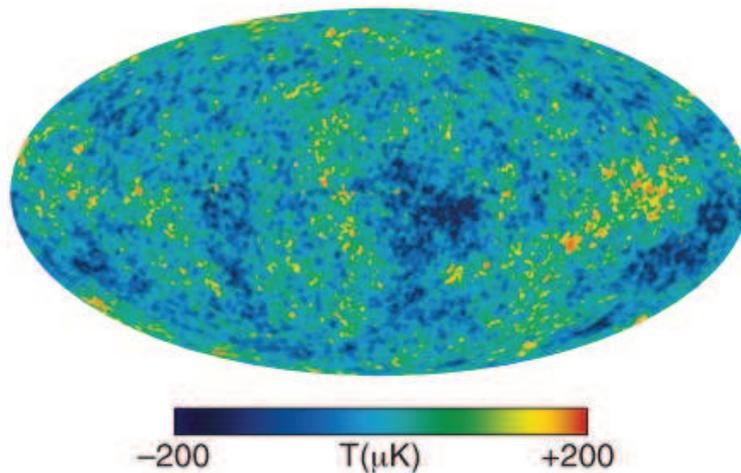
réalisées sur des bandes de fréquences s’étalant de la bande K à la bande W (de 23 GHz à 94 GHz) ont été faites grâce à des radiomètres de type HEMT. La figure 1.10 met en évidence les anisotropies de température mesurées par WMAP.

Outre les résultats sur les inhomogénéités du rayonnement fossile, nous pouvons, sans entrer dans les détails, donner une liste non-exhaustive des résultats de l’analyse des données de mesures de WMAP [Spe03] :

- l’Univers est âgé de 13,77 milliard d’années
- confirmation d’un Univers plat
- l’Univers est dominé à 72% par l’énergie noire, complété par environ 23,4% de matière noire et 4,6% de matière ordinaire
- l’Univers continuera son expansion
- contribution à la validation de la théorie de l’inflation



**Figure 1.9** – Spectre de corps noir du Fond Diffus Cosmologique mesuré par l’instrument FIRAS de COBE. La figure montre une excellente corrélation entre les mesures expérimentales et le spectre théorique d’un corps noir [Fix94].



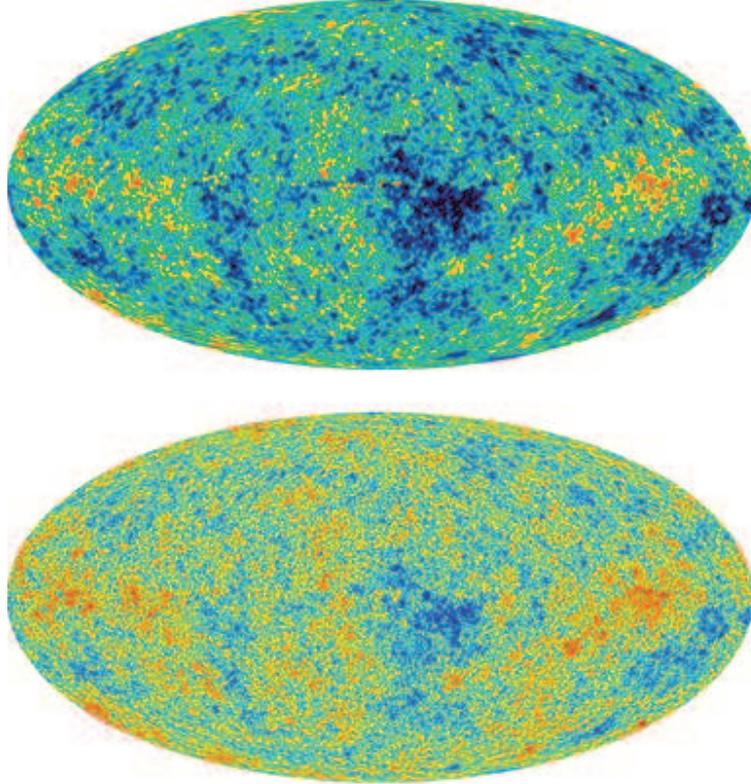
**Figure 1.10** – Anisotropies du CMB mesurées par le satellite WMAP.

### 1.6.3.3 Planck

Les résultats de l’expérience Planck sont encore en partie attendus, notamment ceux concernant la mesure des modes tensoriels. Cependant, il a déjà été montré des variations dans les différents paramètres de l’Univers entre l’expérience WMAP et le satellite Planck [Ade13]. Qui plus est, la campagne d’observation a permis la mesure des anisotropies en température du Fond Diffus Cosmologique avec une précision

inégale (figure 1.11).

Le satellite Planck pourrait en outre permettre de révéler, en parti, les modes B de polarisation pour des valeurs de multipole  $l < 100$ .



**Figure 1.11** – Comparaison entre les cartes obtenues par WMAP et Planck [Esa00].

#### 1.6.4 Interféromètres et l'expérience QUBIC

Comme nous l'avons vu précédemment, les expériences déjà effectuées dans le domaine de la mesure des anisotropies en température du fond diffus cosmologique ont permis d'obtenir une carte très détaillée du ciel, notamment avec les expériences WMAP et Planck.

L'expérience QUBIC (QU Bolometric Interferometer for Cosmology) est née de la nécessité de mesurer les modes B de polarisation du Fond Diffus Cosmologique. Elle résulte de la collaboration internationale réunissant des équipes françaises, italiennes, indiennes et britanniques (collaboration BRAIN) et des Etats-Unis, du Royaume-Uni et de l'Irlande (collaboration MBI) (figure 1.12).

QUBIC est donc la résultante de ces deux collaborations qui avaient à l'origine la vocation de développer un interféromètre bolométrique destiné à la détection des modes B de polarisation. L'intérêt de l'interférométrie bolométrique sera détaillée

plus en profondeur dans la section 2.4 de ce manuscrit mais nous pouvons d’ores et déjà noter qu’elle se différencie de l’imagerie directe par sa capacité à être nettement moins sensible aux erreurs systématiques telles que celles induites par les variations des propriétés physiques de l’atmosphère avec le temps ou celles générées par l’émission de rayonnement par le sol ou le télescope lui-même [Cha10].



**Figure 1.12** – La collaboration QUBIC.

Étant donné que la signature des modes B est extrêmement faible, il est évident que s’affranchir de toute erreur systématique est primordial. En effet, les modes B présentent des fluctuations typiques d’environ 300 nK pour des valeurs du rapport tenseur/scalaire  $r = 0,3$ . Cette valeur est près de 3 ordres de grandeur inférieure aux anisotropies en intensité [Pia08].

On utilise pour caractériser les perturbations tensorielles - et donc le niveau des modes B primordiaux - le rapport tenseur sur scalaire  $r$  définit par :

$$r = \frac{C_2^{tens}}{C_2^{scal}}$$

Où  $C_2^x$  est la contribution des modes x au spectre de puissance en intensité du CMB pour  $l = 2$  (figure 1.13).

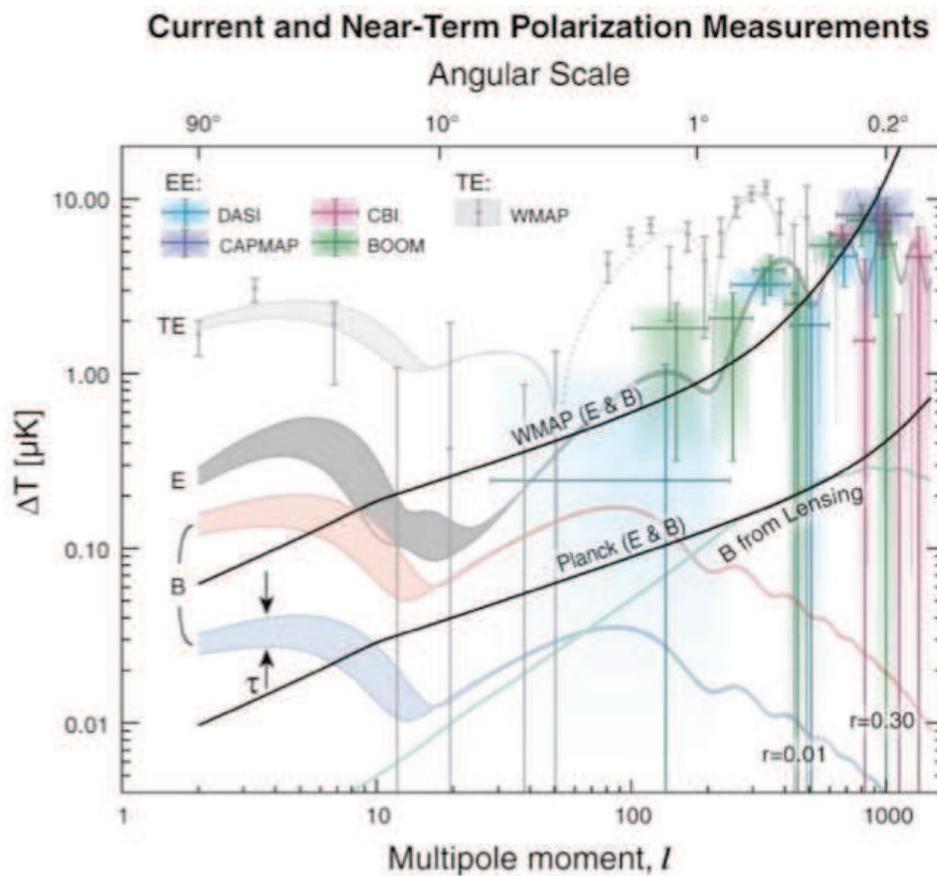
Le rapport tenseur sur scalaire est le rapport entre les deux types de perturbations, scalaires et tensorielles. Il représente le niveau des modes B sur le niveau des modes E et est directement proportionnel aux énergies caractéristiques mises en jeu lors de l’inflation. Il est lié à ces énergies  $E_{infl}$  par l’expression suivante :

$$\frac{E_{infl}}{m_{pl}} = 3.10^{-4} r^{1/4}$$

Où  $m_{pl} = 1.22.10^{19} GeV$  est la masse de Planck.

Les modèles simples de l’inflation conduisent à la prédiction d’une possible observation des modes B pour des valeurs du rapport tenseur sur scalaire  $r > 0.01$  [Pia02].

L'observation des modes B représente un défi expérimental majeur. La signature des modes E doit encore être totalement explorée avec un bon rapport signal sur bruit et le gain d'un ordre de grandeur au minimum sur la sensibilité comparée à celle des détecteurs actuels doit être obtenue afin de permettre l'observation du spectre de puissance des modes B du Fond Diffus Cosmologique. La voie explorée par l'expérience QUBIC est de multiplier le nombre de détecteurs mais également d'avoir le meilleur contrôle possible sur les erreurs systématiques portant la motivation sur la réalisation d'un instrument de type interféromètre bolométrique.



**Figure 1.13** – Schéma montrant le niveau du rapport tenseur sur scalaire  $r$  à atteindre afin d'envisager la détection des modes E ou B de polarisation [Pia02]. Contraindre ce rapport jusqu'à  $r = 0,01$  semble nécessaire pour observer les fluctuations tensorielles. Nous voyons que l'expérience Planck pourrait permettre de mesurer les modes B jusqu'à  $l = 10$ .

L'instrument sera composé de 3 modules d'environ 1000 détecteurs chacun, observant à des fréquences de 90 GHz, 150 GHz et 220 GHz et fonctionnant à une température proche de 300 mK. Le premier module de QUBIC fonctionnera à 150 GHz et comportera 400 cornets de 14 degrés de FWHM (Full Width at Half Maximum)

et deux plans focaux de 992 bolomètres. Ce premier module devrait nous permettre, outre de démontrer l'intérêt de l'interférométrie bolométrique de contraindre à 90% de niveau de confiance un rapport entre modes tenseur et scalaires  $r=0.05$ , soit deux fois mieux que la meilleure contrainte que pourrait obtenir Planck.

À terme, l'expérience devrait permettre de contraindre les modes B jusqu'à un rapport scalaire sur tenseur  $r < 0.01$  à 90% d'intervalle de confiance [Apc13]. Notons que la meilleure contrainte des modes tensoriels a été obtenue à  $r < 0,22$  à 95% d'intervalle de confiance dans le cadre de l'expérience WMAP [Kom03] et que, bien que les modes E commencent aujourd'hui à être mesurés, les modes B n'ont toujours pas été détectés. L'expérience QUBIC est munie d'une résolution angulaire de  $0,4^\circ$ , correspondant aux multipôles allant de  $l = 35$  à  $l = 200$  [Bat11]. La figure 1.14 représente le design de l'instrument QUBIC tel qu'il sera réalisé.

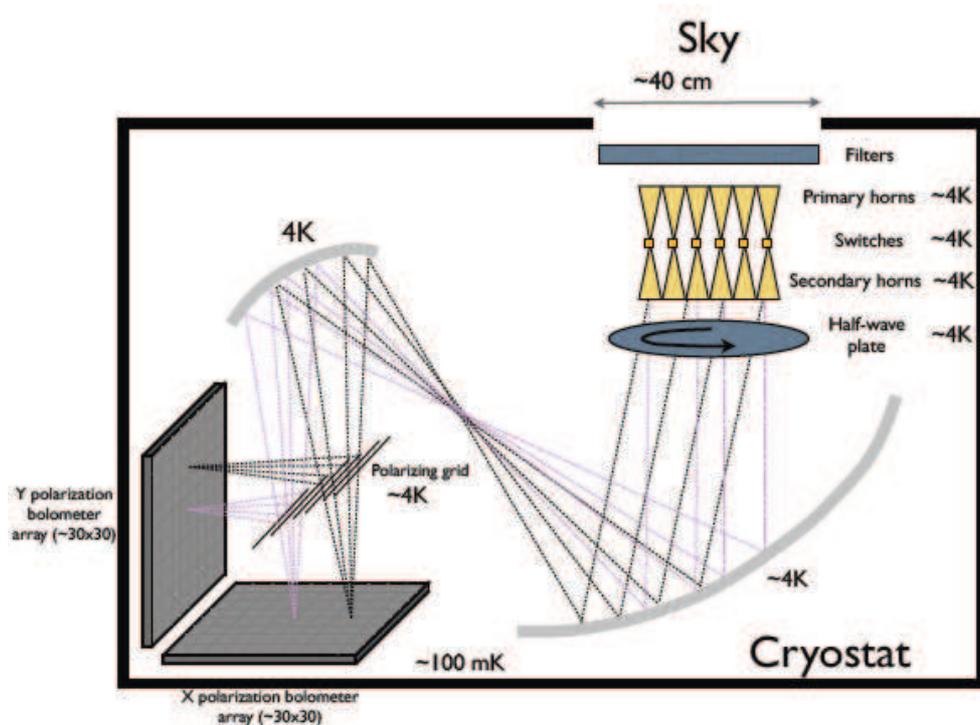


Figure 1.14 – Design de l'instrument QUBIC d'après [Bat11]

L'instrument repose sur le principe de l'interférométrie bolométrique ; le ciel est observé par l'intermédiaire d'un réseau de cornets ayant une ouverture angulaire de  $1^\circ$ . Une plaque demi-onde (Half-wave plate) est placée à la sortie des cornets permettant une modulation de la lumière afin d'augmenter la sensibilité si la lumière en entrée est non polarisée. Les cornets vont alors filtrer les modes spatiaux du rayonnement incident. Une paire de cornet forme une *ligne de base* et reçoit le signal de la même partie du ciel en moyennant la différence de phase induite par leur

position.

les rayons parallèles issus des cornets convergent vers un point de la matrice de bolomètres. Les bolomètres effectuent une sommation additive des signaux issues des cornets. Chaque ligne de base équivalente va alors former sur le plan focal une même figure d'interférence. L'ensemble de ces figures d'interférences sera mesurée par les détecteurs.

Une grille polarisante réalisera de plus la discrimination de la polarisation en séparant le rayonnement incident en deux faisceaux polarisés à  $90^\circ$  l'un de l'autre.

L'intérêt d'un tel interféromètre est de pouvoir bénéficier d'un bon contrôle des effets systématiques (variation de l'atmosphère...) tout en proposant une excellente sensibilité, comparable à celle des imageurs [Ham08].

Les excellentes caractéristiques pour l'observation astronomique ont fait du Dôme C en Antarctique l'endroit logique pour l'installation finale de l'instrument QUBIC. Durant l'été austral 2006-2007, trois campagnes de test du site ont eu lieu avec l'instrument Brain Pathfinder. Trois semaines d'observation du ciel avec deux bolomètres refroidis à 170 mK ont été réalisées permettant de conclure que le site a des caractéristiques tout à fait satisfaisantes avec une profondeur optique de l'atmosphère inférieure à 0.05 [Mar12].

QUBIC n'est évidemment pas l'unique projet dont la finalité est la détection des modes B. Bon nombre d'équipes à travers le monde se sont déjà joint à la "quête des modes B". Beaucoup d'entre eux se sont basés sur le concept expérimental de l'imageur tels que (CORe, Planck, BICEP) [Tak08], Polar Bear [Err10] ou encore le projet SPIDER [Cri08]. Les imageurs utilisés ont prouvé leur capacité à donner d'excellents résultats dans la mesure des anisotropies en température et en polarisation du Fond Diffus Cosmologique, grâce notamment à la haute sensibilité des détecteurs bolométriques. L'utilisation des interféromètres bolométriques reste alors une alternative originale et intéressante par ses avantages dans le contrôle des effets systématiques.

# Chapitre 2

## Principe des bolomètres

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>29</b>
2.1.1	Domaines d'application des bolomètres	29
2.1.2	Détecteurs thermiques : de la thermopile au bolomètre	30
<b>2.2</b>	<b>Principe physique de la bolométrie</b>	<b>32</b>
2.2.1	Modèle thermique du bolomètre idéal	32
2.2.2	Caractérisation thermique d'un bolomètre	34
2.2.3	Senseurs thermiques	38
2.2.4	Signal sur un bolomètre	48
<b>2.3</b>	<b>Optimisation et température de fonctionnement</b>	<b>54</b>
2.3.1	Objectif	54
2.3.2	Influence des paramètres	54
2.3.3	Bilan des paramètres	57
2.3.4	Matrices de détecteurs	58
<b>2.4</b>	<b>Interférométrie bolométrique</b>	<b>60</b>
2.4.1	Contexte	60
2.4.2	Interférométrie multiplicative	61
2.4.3	Interférométrie bolométrique	63
2.4.4	Difficultés	64

---

## 2.1 Introduction

### 2.1.1 Domaines d'application des bolomètres

De nombreux domaines d'application montrent un intérêt croissant pour les bolomètres. A température suffisamment basse (10 mK - 1K) les bolomètres ont des per-

formances en termes de résolution et de seuil en énergie qui peuvent être supérieures aux autres types de détecteurs et notamment aux détecteurs semi-conducteurs. En théorie ces performances ne rencontrent pas de limites pourvu que l'on puisse abaisser suffisamment leur température de fonctionnement. Dans la pratique pour l'étude du Fond Diffus Cosmologique, abaisser la température en dessous d'une certaine valeur n'est pas utile car la résolution sera, comme nous le verrons, limitée par le bruit de photons en dessous de 360 mK (section 2.3.2).

Les bolomètres peuvent couvrir l'intégralité du spectre électromagnétique mais les technologies mises en oeuvre spécialisent chaque type de bolomètre à un domaine de longueur d'onde défini et à une utilisation particulière, imposant une température de fonctionnement et une sensibilité qu'il sera nécessaire d'atteindre pour la mesure.

Il existe un grand nombre de types de bolomètres. On peut citer les bolomètres massifs, utilisés pour la détection d'évènements rares utilisés par exemple par l'expérience Edelweiss pour la recherche des WIMPS [Ben02], les bolomètres scintillants utilisés entre autre pour l'étude du double  $\beta$  [Ale98], les bolomètres à jonction tunnel (travaillant jusqu'à 1 THz [Cla74]), à électrons chauds (permettant de travailler au-delà du THz [Sem07]). Dans le cadre de cette thèse, le rayonnement du fond diffus cosmologique se trouvant entre 10 GHz et 1 THz, une géométrie se présentant sous la forme de membrane suspendue sera très intéressante afin de capturer le rayonnement correspondant à une longueur d'onde millimétrique et de diminuer la masse de l'absorbeur et donc la capacité calorifique. Nous utiliserons un détecteur se présentant sous la forme d'une matrice de bolomètres suspendus permettant d'augmenter la sensibilité du détecteur ainsi que d'optimiser le remplissage du plan focal.

### 2.1.2 Détecteurs thermiques : de la thermopile au bolomètre

Le premier bolomètre fut inventé en 1880 par l'ingénieur Samuel Pierpont Langley dans le but d'étudier la distribution de chaleur au sein du spectre solaire [Lan81]. Avant cette invention, la méthode des spectroscopistes permettant de mesurer l'élévation de température associée à chacune des longueurs d'onde du rayonnement solaire consistait en l'utilisation de prismes en verre pour réfracter la lumière du Soleil, cette réfraction étant fortement dépendante dans l'infra-rouge des propriétés physiques du matériau utilisé.

Avant 1880, Langley mesurait l'énergie du flux infra-rouge réfracté par le prisme avec une thermopile qui consistait en une association en série de thermocouples utilisant l'effet Seebeck pour générer une différence de potentiel à partir d'un gradient de température le long d'un couple de deux matériaux conducteurs. Cependant, la

précision de ce genre de détecteurs s'avérait insuffisante pour l'étude du spectre solaire. Toujours dans le même article de l'ingénieur sont contenus trois illustrations du premier bolomètre :

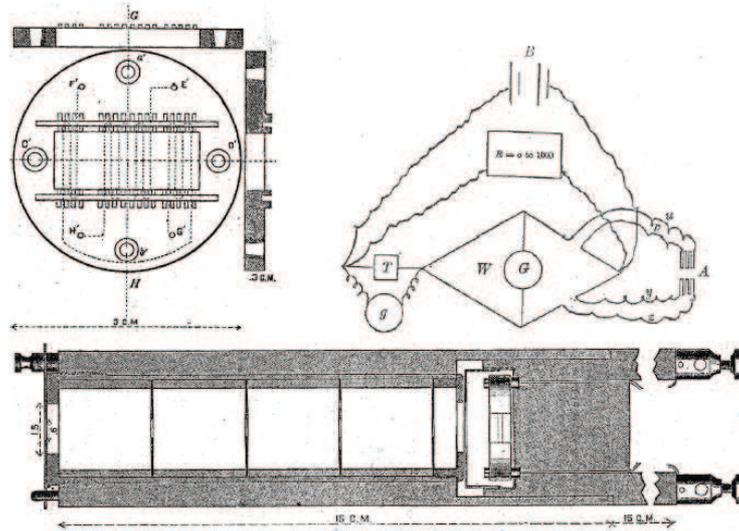


Figure 2.1 – Schémas du bolomètre de Langley [Lan81].

Le bolomètre, dont le schéma est présenté figure 2.1, consiste en un pont de Wheatstone<sup>1</sup> dont l'une des branches est reliée à de fines lamelles de platine, permettant de lire le signal au bord de la résistance. Quand elle est soumise à un échauffement, la résistance des lamelles est modifiée et la variation est mesurée par un galvanomètre. Dans l'expérience de Langley, la partie sensible du détecteur (schéma en haut à droite), nommée A, comporte une résistance exposée à la radiation thermique du Soleil et une autre qui ne l'est pas. Le changement de température dû au flux incident change l'impédance de la résistance exposée et déséquilibre le pont de Wheatstone et le galvanomètre (nommé G sur le schéma électrique) mesure la variation de courant dans le bolomètre et détecte alors l'énergie absorbée.

Les bandelettes de platines de  $2 \mu\text{m}$  à  $10 \mu\text{m}$  d'épaisseur, de 1 cm de long et de 1 mm de large ont une impédance de quelques Ohms et l'exposition à la lumière solaire induit des variations typiques de l'ordre de  $7^\circ\text{C}$ . D'après son article de 1881, ce premier bolomètre est capable de mesurer un échauffement de la résistance extrêmement faible, inférieure à  $\frac{1}{10000}$  de degrés Celsius, ce qui est bien meilleur que la sensibilité des thermopiles les plus performantes.

1. Un pont de Wheatstone est un instrument de mesure inventé par Samuel G. Christie en 1833 permettant de mesurer une résistance électrique inconnue par équilibrage de 2 branches d'un circuit en pont, avec une branche contenant le composant de résistance inconnue.

## 2.2 Principe physique de la bolométrie

Les bolomètres font actuellement partis des moyens de détection les plus sensibles aux variations de température. Contrairement aux détecteurs semiconducteur (du type CCD) qui ont pour finalité de transformer directement la lumière en un signal mesurable (effet photoélectrique), un bolomètre mesurera l'énergie d'un rayonnement en la convertissant en chaleur dans un absorbeur adéquat.

Notons que le bolomètre se trouve à la croisée de plusieurs domaines de la physique. Pour étudier de façon exhaustive son fonctionnement, il est nécessaire de faire appel à la thermodynamique, à l'électronique, à la physique du vide et des basses températures, aux technologies des couches minces etc... Malgré l'apparente simplicité du fonctionnement d'un bolomètre, sa conception nécessite donc une vaste étude des domaines physiques qui lui sont rattachés.

### 2.2.1 Modèle thermique du bolomètre idéal

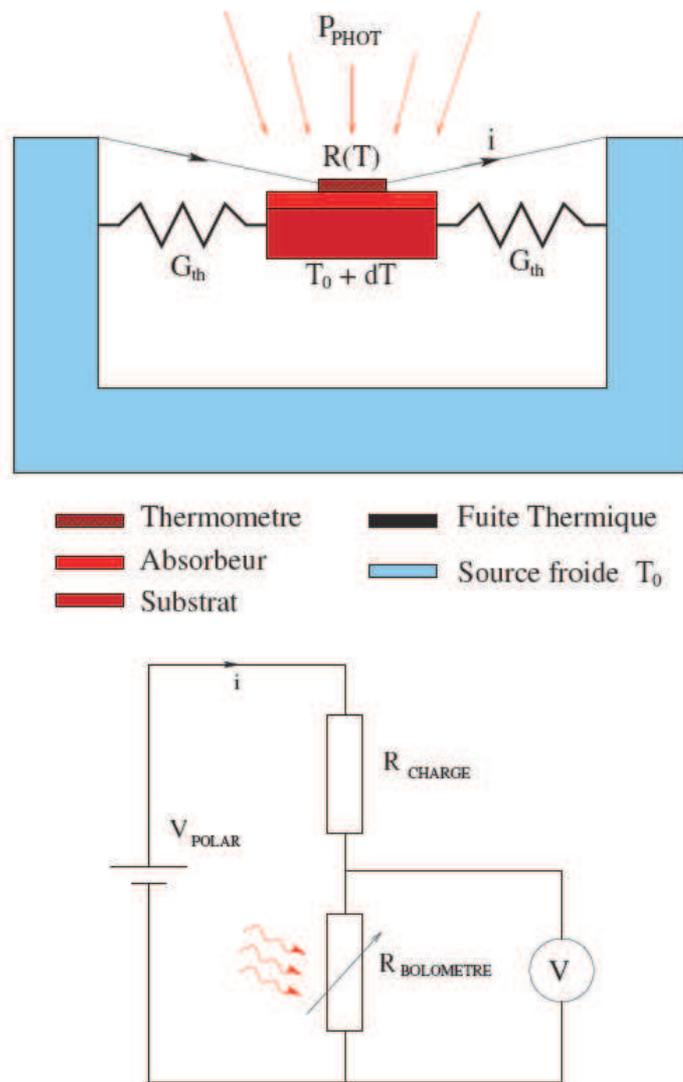
Depuis le développement des bolomètres, bon nombre d'auteurs ont discuté de leurs comportements électriques et thermiques [Mat82], [Jon53]. Il est généralement possible de décrire un bolomètre comme étant l'association de trois éléments de base bien distincts : un absorbeur de rayonnement, un senseur thermique et une fuite thermique qui relie l'absorbeur thermique à une source froide (figure 2.2).

Historiquement, les premiers bolomètres, appelés bolomètres monolithiques ne distinguaient pas l'absorbeur du senseur thermique. Le bolomètre décrit par Low [Low61] était composé d'une résistance de germanium recouverte de peinture noire, cette peinture jouant le rôle d'absorbeur de rayonnement. La résistance était uniquement reliée au bain froid thermique par ses deux fils connecteurs.

Aujourd'hui, il est plus commode de distinguer ces deux éléments en les séparant afin de pouvoir optimiser les performances de chacun d'entre eux. Ces bolomètres, où l'absorbeur et le senseur thermique sont dissociés, se nomment "bolomètres composites".

Nous pouvons ainsi décrire de façon simpliste les principales caractéristiques du bolomètre dit "idéal" en nous basant sur trois hypothèses :

- L'absorbeur et le senseur thermique sont isothermes à la température  $T$ .
- On néglige les effets non-ohmiques sur la résistance : cette dernière ne dépend que de la température  $T$ .



**Figure 2.2** – Le schéma du haut présente un bolomètre [Buz99] suspendu par de fines poutres servant de liens thermiques entre la source froide (à la température  $T_0$ ) et l'absorbeur (à la température  $T_0 + dT$ ). Le schéma du bas montre le montage électrique utilisé pour mesurer le signal aux bornes de la thermistance. L'impédance varie fortement avec la température. Il s'agit ni plus ni moins que d'un diviseur de tension.

- On néglige les effets dynamiques : la puissance thermique entre l'absorbeur et le bain (à la température  $T_0$ ) ne dépend que des températures  $T$  et  $T_0$ .

En se basant sur le modèle présenté figure 2.2, nous pouvons détailler plus finement les différents éléments du bolomètre. Une manière simple de comprendre son mode de fonctionnement est de décrire, étape par étape, les différentes opérations l'amenant à la détection d'un rayonnement [Jon53] :

- Le rayonnement incident que l'on souhaite détecter est absorbé par l'absor-

beur. Comme celui-ci est découplé du bain thermique par une fuite thermique calibrée  $G$ , la température globale du bolomètre augmente.

- Le senseur thermique, isotherme de l'absorbeur, mesure l'élévation de température correspondante, à travers la modification de sa résistance électrique.
- L'énergie accumulée dans l'absorbeur de capacité calorifique  $C$  est ensuite progressivement évacuée vers le bain froid via la fuite thermique.

Notons également que, pour permettre la lecture du senseur thermique, nous devons envoyer une puissance électrique  $P_{Joule}$  qui va contribuer au bilan thermique global du bolomètre.

L'évolution de la température du bolomètre idéal peut ainsi être décrite par le bilan énergétique suivant [Cam02] :

$$\frac{dE}{dt} = C \frac{dT}{dt} = P_{ray} + P_{Joule} - P_{fuite}$$

Où  $C$  est la capacité calorifique totale (c'est-à-dire la capacité calorifique du système absorbeur + senseur),  $P_{ray}$  est la puissance totale incidente provenant du rayonnement électromagnétique incident,  $P_{Joule} = UI$  est la puissance électrique dissipée dans le senseur et  $P_{fuite}$  est la puissance transmise entre l'absorbeur et le bain.

Nous traitons le terme  $P_{ray}$  comme le cas de l'absorption d'une particule d'énergie  $E$ . Cette particule correspondra à un pic de Dirac d'absorption d'énergie dans le temps dont nous pourrions étudier la réponse :

$$P_{ray} = E\delta(t - t_0)$$

De même, nous pouvons écrire :

$$P_{fuite} = G(T^{\beta+1} - T_0^{\beta+1})$$

Où  $\beta$  est une valeur caractéristique du matériau.

Nous pouvons d'ores et déjà noter qu'une faible valeur de la capacité calorifique totale  $C$  maximise le facteur  $\frac{dT}{dt}$  et donc le temps de réponse du bolomètre lors de l'absorption d'une puissance incidente  $P_{ray}$ .

## 2.2.2 Caractérisation thermique d'un bolomètre

Nous pouvons utiliser un bolomètre en mode "calorimètre" pour mesurer le temps de réponse d'un bolomètre de puissance  $\tau_{reponse} = \tau_{fall}$  (figure 2.3) . Ces deux types de détecteurs diffèrent au niveau de ce qu'ils mesureront. Tandis qu'un calorimètre

mesurera un signal constitué de particules (ou photons), le bolomètre de puissance sera sensible à un flux d'énergie constitué de particules. Qui plus est, les calorimètres ne seront pas sensibles à des événements dont l'énergie est inférieure à l'eV et seront plus adaptés à la mesure d'une particule dont l'énergie est de l'ordre du keV. Actuellement les calorimètres ne peuvent pas détecter des particules ayant des énergies inférieures à l'eV. La détection du rayonnement du CMB ( $E_{photons} = 10^{-4}$  eV) se fait par conséquent uniquement par une mesure de flux lumineux avec des détecteurs bolométriques.

Considérons une quantité donnée d'énergie absorbée qui échauffera le bolomètre d'une quantité  $\delta Q$ . La sensibilité de ce dernier sera d'autant plus grande que l'élévation de température  $\delta T$  consécutive à cette absorption sera grande. Ces deux quantités sont reliées par la capacité calorifique  $C$  du bolomètre par l'équation suivante [Djo95] :

$$\delta T = \frac{\delta Q}{C}$$

Qui plus est, la capacité calorifique de l'absorbeur est le produit de la chaleur spécifique massique du matériau constituant l'absorbeur  $c_{abs}$  et de sa masse  $m$  :

$$C = m \cdot c_{abs}$$

Nous pouvons alors déduire de ces deux équations qu'un bolomètre sensible aura une capacité calorifique très faible. Par conséquent, un calorimètre constitué d'un absorbeur de faible chaleur spécifique et de faible masse  $m$  sera plus sensible. Le bain froid doit posséder une grande capacité calorifique afin que sa température  $T_0$  reste constante quelque soit l'énergie déposée sur l'absorbeur.

L'énergie absorbée va échauffer le senseur avant d'être écoulee vers le bain froid via la fuite thermique. Dans notre cas, celle-ci sera constituée d'une membrane suspendue à ses quatre extrémités par des poutres en  $Si_3N_4$  de conductivité thermique  $G$ . La conductivité thermique des poutres est un paramètre critique dans la conception du bolomètre et est contrôlée par leur dimension. Nous pouvons écrire la diffusion de chaleur, pour une fluctuation de température  $\Delta T \ll T_0$ , le long des poutres comme [Cam02] :

$$\frac{dQ}{dt} = P_{fuite} = G(T - T_0)$$

Où  $dQ$  est l'énergie propagée le long des poutres pendant un temps  $dt$ ,  $G$  la conductivité thermique ([W/K]),  $T_0$  est la température du bain froid et  $T$  est la température de l'absorbeur.

Nous retrouvons le bilan énergétique du bolomètre en prenant en compte les sources d'énergie présentes au niveau de l'absorbeur : la puissance photonique absorbée due au rayonnement et la puissance Joule dissipée que nous regrouperons sous le terme  $P$  ainsi que la puissance  $P_{fuite}$  provenant de la fuite thermique. Nous pouvons donc écrire que la variation d'énergie contenue dans l'absorbeur est égale à la puissance entrant dans le système moins la puissance sortante :

$$\frac{dE}{dt} = C \frac{dT}{dt} = P - G(T - T_0)$$

En notant que :

$$\Delta T = \frac{E}{C}$$

À l'équilibre thermique, la température de l'absorbeur est constante, c'est-à-dire que la variation de température  $dT$  ne varie pas durant l'intervalle de temps  $dt$ . Finalement,

$$T = T_0 + \frac{P}{G}$$

Il vient alors :

$$\frac{dT}{dP} = \frac{1}{G}$$

Le terme  $\frac{dT}{dP}$  représente la réponse thermique du détecteur : pour un flux incident donné, les variations en température seront d'autant plus grandes que la conductivité thermique est petite. Isoler thermiquement le bolomètre permet finalement de gagner en sensibilité.

De plus, si le détecteur absorbant l'énergie du rayonnement incident est en équilibre thermique à la température  $T_1$  et que le rayonnement s'arrête brutalement, le bolomètre relaxera la chaleur accumulée vers le bain froid. Il verra alors sa température chuter jusqu'à  $T_0$  en suivant l'équation suivante [Mar12] :

$$C \frac{dT}{dt} = -G(T_1 - T_0)$$

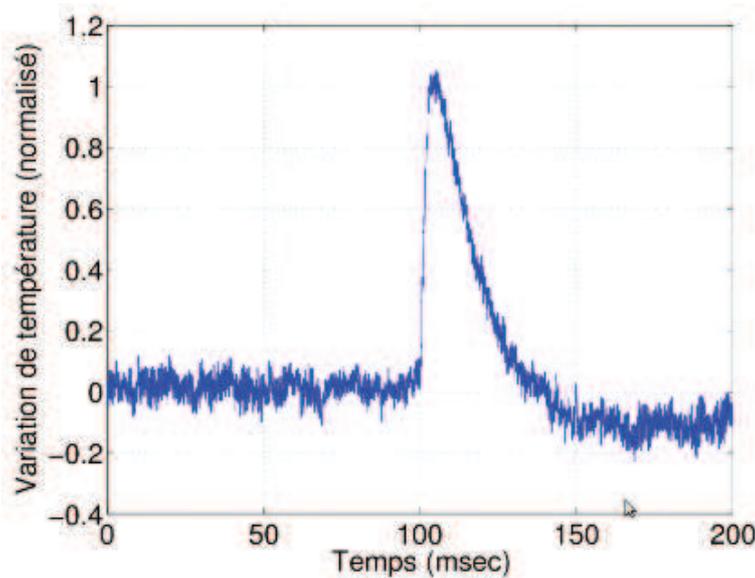
La solution de cette équation différentielle du premier ordre donne :

$$T = T_0 + (T_1 - T_0) \exp\left(\frac{-t}{\tau_{fall}}\right)$$

Il vient, dans le cas de l'absorption d'une particule d'énergie  $E$  :

$$T = T_0 + \frac{E}{C} \exp\left(\frac{-t}{\tau_{fall}}\right)$$

Où  $C$  est la chaleur spécifique du bolomètre,  $\tau_{fall} = \frac{C}{G}$  représente la constante de temps thermique du bolomètre, c'est-à-dire le temps que mettra ce dernier à évacuer la chaleur du rayonnement absorbé vers la source froide. Finalement, plus la conductivité thermique est grande, plus la chaleur contenue dans l'absorbeur est évacuée rapidement. De même que plus la capacité calorifique est grande, plus la quantité de chaleur stockée dans l'absorbeur est grande, plus longtemps il faudra attendre pour retourner à l'équilibre thermique. La figure 2.3 représente l'allure de l'impulsion de chaleur due à l'élévation de température et son retour à la température du bain froid. Le temps de montée ( $\tau_{Risetime} < 1ms$ ) provient de l'électronique de mesure tandis que le temps de retour à la température du bain froid correspond à la constante de temps de la fuite thermique et est définie par le rapport entre la capacité calorifique totale du détecteur et la conductivité thermique ( $\tau_{fall} = C/G$ ).  $\tau_{fall}$  sera typiquement de l'ordre de la dizaine de milliseconde dans notre cas.



**Figure 2.3** – Élévation de température caractéristique produite par une impulsion de chaleur d'après [Dom11]. Le temps de montée  $\tau_{Risetime}$  provenant de l'électronique de mesure n'excède pas 1 ms. Le temps de retour à la température  $T_0$  ( $\tau_{fall} = C/G$ ) est de l'ordre de la dizaine de ms.

Un choix est donc à faire pour optimiser un bolomètre. D'une part nous voulons isoler thermiquement le bolomètre et donc minimiser  $G$ . D'autre part, nous souhaitons évacuer rapidement la chaleur du rayonnement absorbée, ce qui nous impose une constante de temps  $\tau_{fall}$  raisonnable. Or si nous minimisons  $G$ , nous

devons minimiser d'autant plus la capacité calorifique de l'absorbeur. Pour obtenir une constante de temps assez courte il est alors important de minimiser la capacité calorifique du pixel (c'est-à-dire de l'ensemble senseur + absorbeur + membrane).

### 2.2.3 Senseurs thermiques

Dans le dispositif du bolomètre l'échauffement du senseur thermique doit faire varier sa résistance de façon très importante pour qu'une faible élévation de température puisse amener à une variation de résistance facilement mesurable.

#### 2.2.3.1 Senseur semiconducteur

##### - VARIATION DE LA RÉSISTANCE

Avant que ne soient bien répandus les bolomètres à transition normal-supraconductrice, de nombreux bolomètres utilisaient comme thermomètre des matériaux proches de la transition métal-isolant tels que les semi-conducteurs dopés. En effet, un isolant, proche de la transition métal-isolant (TMI), présente une variation de la résistivité avec la température donnée par la loi d'Efros et Shklovskii [Efr75] ou celle de Mott [Mot68]. Suivant la gamme de température considérée :

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^n$$

Où  $n$  est un exposant dépendant du taux de dopage, de la distance à la TMI et de la gamme de température ( $n = 1/4$  à haute température; et  $n = 1/2$  dans le cas des températures plus basses).

La figure 2.4 montre la variation typique de résistance en fonction de la température dans un semi-conducteur. La loi ne suit donc pas une exponentielle simplement activée de type Arrhénius mais une loi moins divergente.

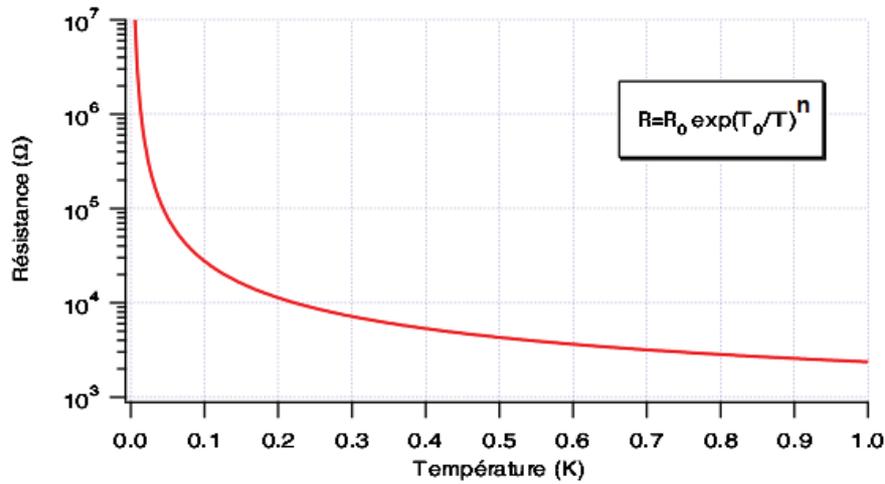
Nous définissons un coefficient de sensibilité  $\alpha$  sans dimension permettant de rendre compte de l'importance de la variation de résistance avec la température. Ce coefficient est exprimé par :

$$\alpha = \frac{T}{R} \cdot \frac{dR}{dT}$$

Ainsi, dans le cas d'un semi-conducteur,

$$\alpha = -\frac{1}{n} \left(\frac{T_0}{T}\right)^n$$

Entre 20 mK et 300 mK, les valeurs typiques obtenues pour  $\alpha$  varient de 6 à 15.



**Figure 2.4** – Variation de la résistance en fonction de la température dans un matériau semi-conducteur à basse température, d’après [Mar98]. Nous pouvons distinguer deux régimes pour des échantillons proches de la transition métal-isolant. En effet, à haute température, nous pouvons modéliser la variation de résistance par la loi de Mott à trois dimension ( $\rho(T) = \rho_0 \exp(\frac{T_E}{T})^{\frac{1}{4}}$ ) alors qu’à basse température, elle sera décrit par la théorie d’Efros et Shklovski ( $\rho(T) = \rho_0 \exp(\frac{T_M}{T})^{\frac{1}{2}}$ ). Le paramètre numérique  $n$  prend donc les valeurs de  $1/2$  et  $1/4$  selon la gamme de température appliquée au régime semi-conducteur.

- CHALEUR SPÉCIFIQUE D’UN SEMI-CONDUCTEUR CRISTALLIN NON DOPÉ :

La capacité calorifique d’un semi-conducteur suit une loi en  $T^3$  à basse température ( $T \ll \theta_D$ ) pour saturer au-dessus de  $\theta_D$ . Dans la limite des très basses températures ( $T$  très inférieure à la température de Debye), la variation de la capacité calorifique en fonction de la température est gouvernée par la loi de Debye pour les isolants et les semi-conducteurs. Á basse température, les semi-conducteurs, comme les isolants, ne possèdent pas ou très peu d’électrons dans la bande de conduction. La capacité calorifique provient essentiellement des vibrations du réseau. On peut calculer l’expression de l’énergie totale des phonons en utilisant la statistique de Bose-Einstein, donnant la distribution des énergies dans l’ensemble des phonons, à la température  $T$ . On obtient [Deb12] :

$$U = 9N_A k_B T \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3 \int_0^{\theta_D/T} \frac{x^3}{e^x - 1} dx$$

Où  $N_A$  est le nombre d’Avogadro et  $k_B$  est la constante de Boltzmann. Notons par ailleurs que la température de Debye est donnée par  $\theta_D = (\hbar\omega_D)/k_B$ , où  $\omega_D$  est la fréquence maximale des phonons acoustiques.

La capacité calorifique étant par définition la dérivée de  $U$  par rapport à  $T$ , il vient dans la limite où  $T \ll \theta_D$  :

$$C = 9N_A k_B \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3 \int_0^\infty \frac{x^3}{(e^x - 1)^2} dx$$

Finalement, la capacité calorifique d'un semi-conducteur dans le régime des très basses températures s'écrit :

$$C = \frac{12\pi^4}{5} N_A k_B \left(\frac{T}{\theta_D}\right)^3$$

On voit par conséquent que travailler à basse température minimise grandement la chaleur spécifique. La conséquence directe est que la constante de temps  $\tau_{fall}$  sera plus petite et la chaleur absorbée sera évacuée vers le bain froid via la fuite thermique d'autant plus rapidement.

Dans le cas d'un semi-conducteur dopé ou d'un isolant de Mott-Anderson, la chaleur spécifique aura le même comportement que celle d'un métal et sera décrite par l'équation :

$$C = \gamma T$$

Où  $\gamma$  définit le coefficient de Sommerfeld.

### 2.2.3.2 Senseurs à transition supraconductrice

Une meilleure compréhension de la supraconductivité a amené à l'émergence de senseurs basés sur la transition normal-supraconducteur dès 1940 [And46]. La variation rapide de la résistance d'un film mince à la transition supraconductrice peut alors être mise à profit pour atteindre des valeurs élevées de sensibilité au voisinage de la température critique supraconductrice  $T_c$ . Les films peuvent être fabriqués à partir d'une couche supraconductrice seule, d'une superposition de deux métaux pour ajuster la valeur de la température de transition (bicouches telles que *AuMo* ou *AlAg*) ou d'un alliage de matériaux tel que l'alliage niobium-silicium utilisé au cours de cette thèse pour la mise au point du senseur supraconducteur. Cet alliage, qui a été très étudié au sein du CSNSM, a l'avantage de présenter différents comportements en fonction de sa concentration en niobium [Mar98].

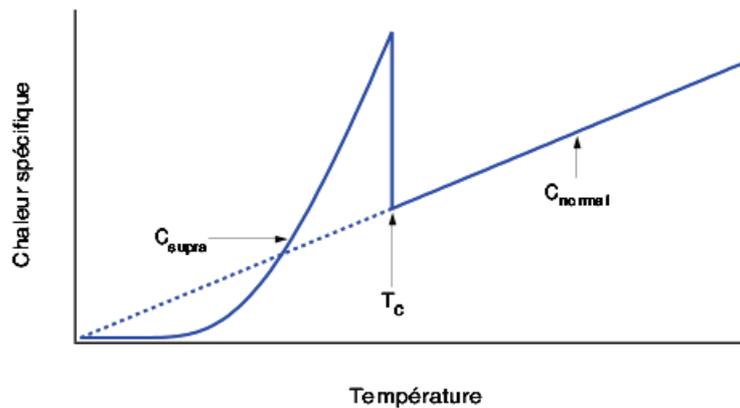
#### - CHALEUR SPÉCIFIQUE D'UN SUPRACONDUCTEUR

En dessous de la température de transition  $T_C$ , la chaleur spécifique des supraconducteurs présente un comportement dissemblable de celle des métaux normaux.

En champ magnétique nul<sup>2</sup>, la transition de phase supraconductrice est du second ordre. Il y a donc une discontinuité de la chaleur spécifique sans présence de chaleur latente. Dans l'état supraconducteur, il existe un gap  $\Delta$  dans le spectre d'énergie séparant les états excités de l'état fondamental [Man13]. Les excitations du système, décrites par la théorie BCS (Bardeen-Cooper-Schrieffer), résultent du passage de deux électrons appariés au-dessus du gap, induisant une chaleur spécifique variant exponentiellement avec la température [Phi64] :

$$C_{S,Th} = \alpha \exp\left(-\frac{\Delta}{k_B T}\right)$$

La figure 2.5 montre l'allure de la chaleur spécifique en fonction de la température. On remarque une "anomalie" de la chaleur spécifique à la température critique  $T_C$  du supraconducteur au-dessus de laquelle la chaleur spécifique est celle d'un métal :  $C_{MTh} = \gamma T$ , avec  $\gamma$  la constante de Sommerfeld.



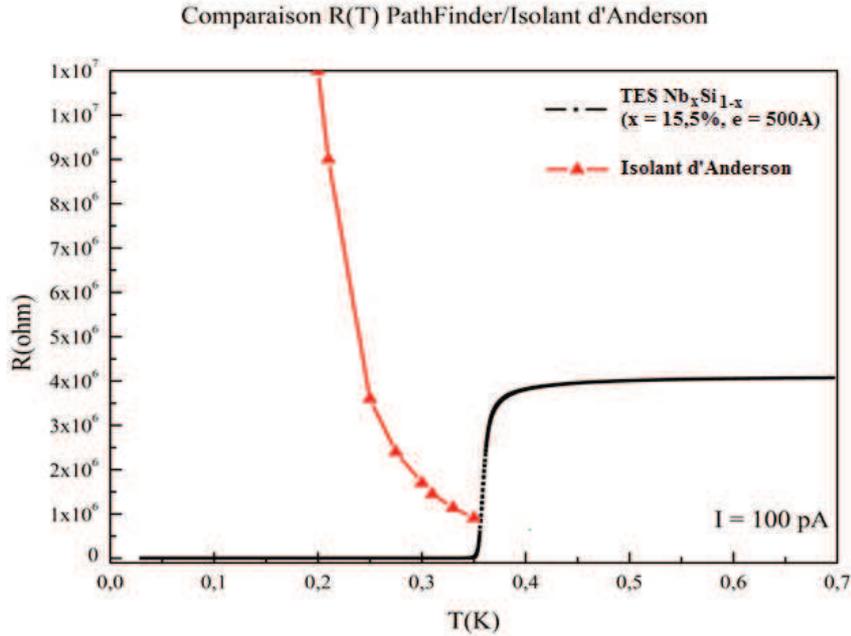
**Figure 2.5** – Chaleur spécifique d'un supraconducteur, inspiré de [Phi64].

Comme dans le cas d'un semi-conducteur, travailler à basse température permet de réduire fortement la chaleur spécifique du matériau supraconducteur. Il est intéressant de mettre ce phénomène à profit dans le cas d'un bolomètre composite où le senseur et l'absorbeur sont séparés. En effet, utiliser un absorbeur supraconducteur dont la température critique est beaucoup plus élevée que la température typique d'utilisation du détecteur, permettra d'obtenir une très faible capacité calorifique et d'optimiser le temps de réponse  $\tau_{fall} = \frac{C}{G}$ .

#### - COMPARAISON DE LA SENSIBILITÉ ENTRE SEMI-CONDUCTEUR ET SUPRACONDUCTEUR

2. L'application d'un champ magnétique va modifier le coefficient de Sommerfeld  $\gamma$  et donc la valeur de la chaleur spécifique dans l'état normal du supraconducteur.

La figure 2.6 présente une comparaison entre les courbes  $R(T)$  d'un isolant d'Anderson et d'un supraconducteur.

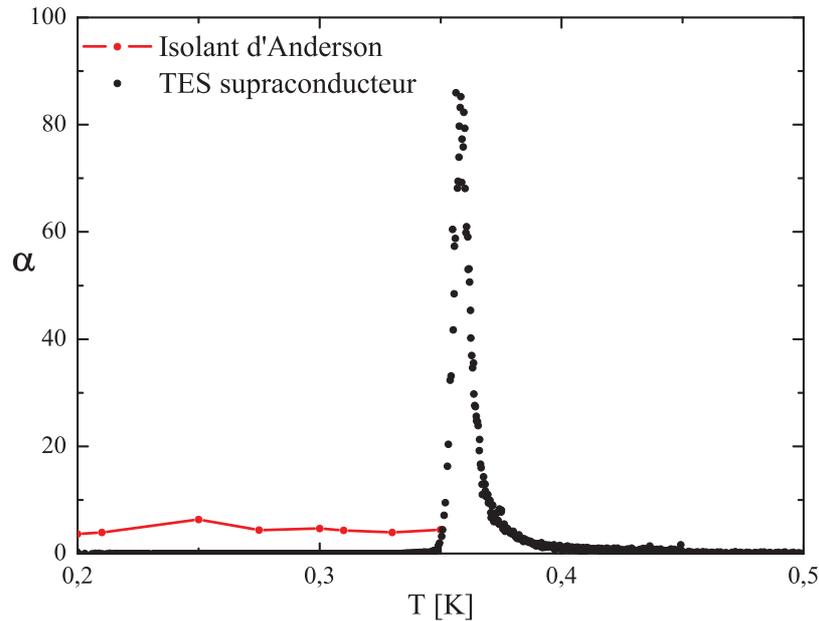


**Figure 2.6** – Variation de la résistance en fonction de la température dans les températures inférieures à 700mK pour un isolant d'Anderson (en rouge) et un TES supraconducteur de  $Nb_xSi_{1-x}$  d'épaisseur 500 Å, composé à  $x = 15,5\%$  de niobium (en noir).

Il est notable de remarquer que la sensibilité du supraconducteur à  $1M\Omega$  est approximativement  $\alpha = 140$  alors que celle du semi-conducteur n'est que de  $\alpha = 5$  au maximum de sensibilité. Cette valeur correspond bien à celles trouvées dans la littérature [Jui99]. L'intérêt d'utiliser un senseur supraconducteur est donc réel car il y a un gain énorme sur la sensibilité. Néanmoins, la figure 2.7, présentant les sensibilités sans dimension respectives d'un isolant d'Anderson et d'un TES supraconducteur avec la température nous apprend que les sensibilités intéressantes du TES se situent sur une plage de températures relativement restreinte. La sensibilité de l'isolant d'Anderson, bien faible, est utilisable sur une plage de température bien plus large.

Nous reviendrons dans la partie 2.2.4.2 sur la comparaison des niveaux de bruit entre ces deux types de senseurs. Cela nous permettra de montrer que l'avantage des supraconducteurs à base de  $NbSi$  sur les isolants d'Anderson ne se limite pas qu'à leur sensibilité.

Finalement, dans le cadre de cette thèse et plus globalement du projet QUBIC, le choix s'est porté sur la réalisation d'un senseur supraconducteur ainsi que sur la



**Figure 2.7** – Sensibilité sans dimension en fonction de la température dans le cas d’un isolant d’Anderson et d’un TES supraconducteur, chacun constitués de  $Nb_xSi_{1-x}$ .

mise au point d’un absorbeur lui aussi supraconducteur. L’utilisation des senseurs supraconducteurs permet d’améliorer fortement la sensibilité du détecteur. De plus la très faible chaleur spécifique d’un supraconducteur très en dessous de sa température critique nous permet d’envisager des absorbeurs de rayonnement très performants en termes de temps de réponse.

### 2.2.3.3 Polarisation du détecteur

Mesurer la réponse d’un bolomètre nécessite de le polariser en courant ou en tension et d’essayer d’obtenir un rapport signal sur bruit le plus grand possible. Les effets de polarisation sont cruciaux dans l’optimisation des performances d’un bolomètre. Admettons que l’absorption d’un rayonnement électromagnétique provoque une élévation de température  $\Delta T$  du bolomètre se traduisant par une augmentation  $\Delta R$  de la résistance du thermomètre. Nous pouvons écrire que :

$$\Delta R = \alpha \frac{R}{T} \Delta T$$

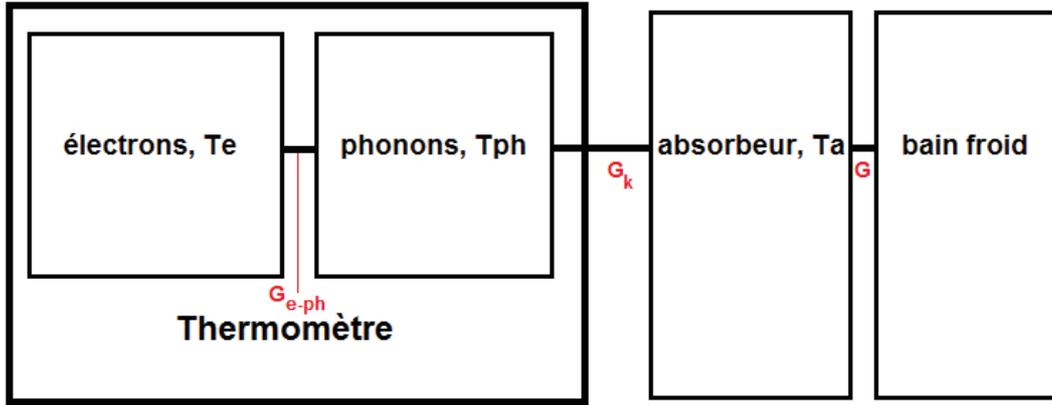
Où  $\alpha = \frac{R}{T} \frac{\Delta R}{\Delta T}$  représente la sensibilité sans dimension du thermomètre.

La variation de résistance est mesurée en polarisant le thermomètre. À courant  $I$  constant, nous obtenons :

$$\Delta V = \Delta R.I = \alpha \frac{R}{T} \Delta T.I$$

Intuitivement, il vient de cette relation la nécessité de polariser fortement le thermomètre afin d'augmenter la variation du potentiel. Cependant, l'augmentation du courant de polarisation conduira à échauffer le thermomètre par effet Joule  $P_J = RI^2$ .

À très basse température, le courant électrique de mesure élève principalement la température des électrons. La polarisation du thermomètre va alors établir un écart de température entre les électrons et les phonons du senseur due à la résistance thermique entre le bain constitué d'électrons et le bain constitué de phonons (figure 2.8).



**Figure 2.8** – Modélisation d'un bolomètre en présence d'un découplage électron-phonon. L'existence d'une constante de couplage électron-phonon  $g_{e-ph}$  entraîne un écart de température d'autant plus élevé que la température est basse et le courant de mesure fort. À plus haute température, c'est  $G_k$  (due à la résistance Kapitza entre le thermomètre et l'absorbeur) ou  $G$  (la conductivité du lien thermique) qui deviennent prédominants.

Un modèle établi pour les métaux mais également fréquemment utilisé pour les supraconducteurs à basse température critique permet d'écrire la relation entre la polarisation du détecteur  $P = V.I$  et les températures d'électrons et de phonons  $T_e$  et  $T_{ph}$  sous la forme suivante ([Hoe06], [Kar07]) :

$$\frac{P}{\Omega} = g_{e-ph}(T_e^\beta - T_{ph}^\beta)$$

Où  $g_{e-ph}$  est une constante de couplage électron-phonon indépendante de la température,  $\beta$  est une constante dépendante du matériau et  $\Omega$  le volume du film mince.

La valeur de  $\beta$  peut être prise égale à 5 dans le cas des métaux usuels (Cu, Ag, Au...) ([Rou85], [Wel94]) et de l'alliage Niobium-Silicium étudiée au cours de cette thèse.

De plus, nous pouvons, en dérivant cette dernière expression, et en faisant l'hypothèse que les phonons sont à la température de l'absorbeur, calculer la variation  $\Delta T_e$  de la température électronique du thermomètre liée à un dépôt d'énergie dans l'absorbeur du détecteur :

$$\Delta T_e = \left(\frac{T_{ph}}{T_e}\right)^{\beta-1} \Delta T_{ph} = \left(\frac{T_a}{T_e}\right)^{\beta-1} \Delta T_a$$

Où  $\Delta T_a$  est la variation de la température de l'absorbeur.

Finalement, l'équation écrite plus haut devient :

$$\Delta R = \alpha \frac{R}{T_e} \Delta T_e = \alpha \frac{R}{T_e} \left(\frac{T_a}{T_e}\right)^{\beta-1} \Delta T_a$$

Augmenter la polarisation de mesure revient donc à découpler les électrons des phonons tout en rendant la résistance du thermomètre moins sensible aux variations de température de l'absorbeur.

Notons de plus que l'existence d'un courant électrique engendre nécessairement un champ magnétique. Or, ce champ magnétique sera susceptible de détruire la supraconductivité d'un matériau s'il est assez intense. Cette propriété amène à l'existence d'un courant critique  $I_c$  à partir duquel le champ magnétique associé fera passer le supraconducteur dans un état normal. Il faut donc veiller à ne pas polariser trop fortement le senseur thermique afin de ne pas perdre les propriétés supraconductrices du matériau le constituant. Néanmoins, nous n'avons jamais observé cet effet dans nos mesures, les échantillons étant polarisés avec un courant généralement très faible (typiquement inférieure au  $\mu A$ ).

#### - CAS PARTICULIER D'UN MÉANDRE SUPRACONDUCTEUR À HAUTE IMPÉDANCE

Nous avons dans notre cas effectué les tests sur un senseur thermique de haute impédance (typiquement 100 k $\Omega$  à 10 M $\Omega$ ), en utilisant du  $Nb_xSi_{1-x}$  supraconducteur sous la forme de méandre. L'électronique de mesure que nous avons utilisé est très bien adapté à une lecture à courant  $I$  constant susceptible de générer l'apparition d'une instabilité thermique au-delà d'une certaine limite.

En effet, la polarisation du senseur thermique implique la dissipation d'une puissance Joule  $P_J = I^2 R$  qui a tendance à augmenter la température du senseur. A courant constant dans un supraconducteur, quand  $T$  augmente, la résistance du senseur augmente et l'effet Joule devient plus important (contre-réaction positive). Le

couplage thermique entre les électrons et les phonons aura quant à lui tendance à stabiliser le système et à refroidir les électrons du supraconducteur vers la température des phonons.

Quand la contre-réaction thermique positive devient plus importante que l'effet de couplage électron-phonon une instabilité apparaît dans le senseur. Cette instabilité provient de la création de domaines supraconducteurs ( $R = 0$ ) et normaux ( $R = R_n$ ) le long du méandre.

Nous déterminons  $\Delta P_J$  et  $\Delta P$  comme étant égaux à :

$$\Delta P_J = I^2 \Delta R$$

$$\Delta P = 5g_{e-ph}T_e^4\Delta T_e$$

En égalisant ces deux derniers termes, nous déterminons le courant  $I_{max}$  au-dessus duquel l'instabilité thermique sera établie :

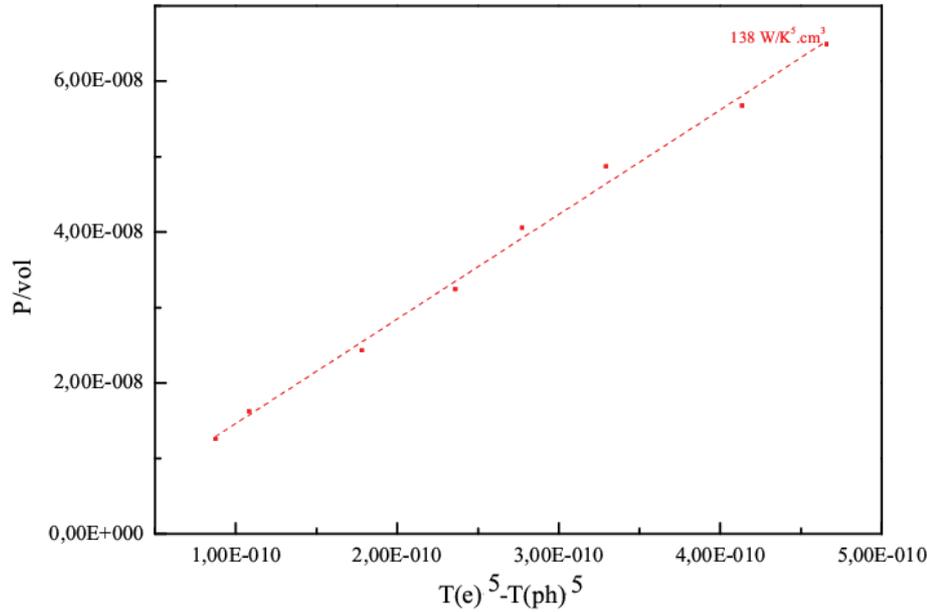
$$I_{max} = \sqrt{\frac{5g_{e-ph}T_e^4\Delta T_e}{\Delta R}}$$

La figure 2.10, représentant les courbes  $R(T)$  pour un senseur de  $Nb_xSi_{1-x}$  mesuré sous des polarisations s'étalant de 40 pA à 200 pA illustre bien ce comportement.

La mesure de la polarisation en fonction du terme  $(T_e^5 - T_{ph}^5)$  nous permet d'évaluer la valeur de la constante de couplage  $g_{e-ph}$  (figure 2.9). Pour cela, nous polarisons notre échantillons afin de découpler les électrons des phonons et d'être en mesure de déterminer la température des électrons. Il est ainsi possible de mesurer expérimentalement la valeur de la constante de couplage  $g_{e-ph}$ . Nous obtenons une intensité maximale théorique  $I_{max} = 167pA$ . Cette valeur semble concorder avec l'allure des courbes obtenues. Les trois plus faibles polarisations (40 pA, 80 pA et 100 pA) ne présentent pas d'instabilité thermique contrairement à la courbe tracée sous un courant  $I = 200 pA > I_{max}$ .

Nous pouvons conclure que la polarisation du détecteur conditionnera fortement ses performances et son optimisation viendra en partie du besoin de maximiser la puissance de polarisation, afin de recueillir un signal fort en sortie, sans dépasser un courant maximal, à partir duquel le système deviendra thermiquement instable.

Répetons que ce phénomène intervient dans le cas de méandre de haute impédance caractéristique ( $k\Omega - M\Omega$ ) mesuré à courant constant.



**Figure 2.9** – Mesure à 30 mK du couplage électron-phonon d’un échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  d’épaisseur 2000 Å composé à 13,5% de Niobium. L’unité en abscisse est  $K^5$  et celle en ordonnée est  $W/cm^3$ .

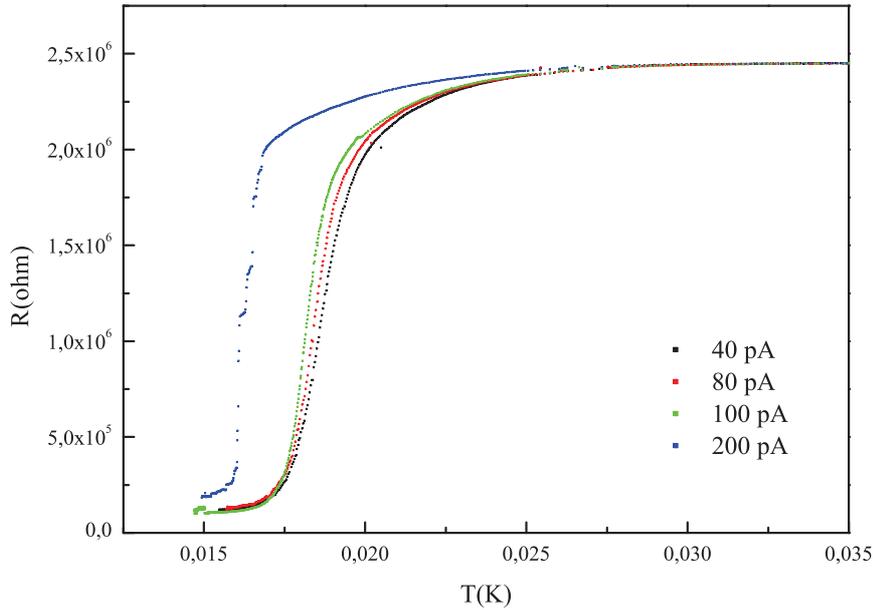
#### 2.2.3.4 Contre-réaction électro-thermique

Même si lors de nos tests nous travaillons avec des senseurs de haute impédance, dans le cadre de QUBIC, les mesures se feront à tension constante en utilisant une géométrie avec des électrodes interdigités donnant des impédances de l’ordre de l’Ohm.

Dans le cadre d’un senseur supraconducteur, la variation  $\frac{dR}{dT}$  est positive. Polariser le bolomètre à tension constante revient à fixer la puissance dissipée par effet Joule à :

$$P_J = \frac{V^2}{R}$$

L’élévation de température du bolomètre consécutive à un rayonnement incident va entraîner une augmentation de la résistance. Il en résulte une baisse de la puissance électrique  $P_J$ . Or, la puissance totale du détecteur étant la somme de la puissance de rayonnement et de la puissance électrique, les fluctuations de la première seront compensées par une variation opposée de la seconde. La conséquence sera une stabilisation de la température.



**Figure 2.10** – Courbes  $R(T)$  d'un senseur de  $Nb_xSi_{1-x}$  en forme de méandre (haute impédance) mesuré sous 4 polarisations différentes : 40 pA, 80 pA, 100 pA et 200 pA. Le calcul théorique de l'intensité maximale  $I_{max}$  au-delà de laquelle s'installera une instabilité thermique nous donne une valeur de  $I_{max} = 167$  pA. Nous voyons que l'allure de la courbe se dégrade quand nous appliquons un courant  $I=200$  pA : c'est le signe d'une instabilité thermique.

## 2.2.4 Signal sur un bolomètre

### 2.2.4.1 Les bruits fondamentaux

Dans cette section nous allons étudier les différentes sources de bruit qui limitent les performances des détecteurs bolométriques. Leur détail est étroitement lié aux caractéristiques propres du détecteur utilisé et de sa technologie [Mat84]. Citons par exemple le lien entre le bain et le senseur dont les fluctuations thermiques sont à l'origine du bruit de phonons. Le bruit Johnson puise quant à lui son origine dans des fluctuations de tension aux bornes d'un senseur résistif. L'optimisation d'un bolomètre nécessite que la totalité des bruits générés par celui-ci ne dépasse pas le bruit de photons. Ce dernier étant dû à la nature quantique du rayonnement, il n'est pas réductible.

Pour étudier le bruit, nous allons nous intéresser à la densité spectrale de bruit  $NEV$  (Noise Equivalent Voltage) qui peut se calculer de manière très similaire à la

NEP (Noise Equivalent Power). Cette dernière est définie comme étant la puissance donnant un rapport signal sur bruit (SNR) de un pour une bande passante de sortie de un hertz. La NEP est donnée en  $W/(Hz^{1/2})$  et est définie comme étant la densité spectrale de la somme quadratique de bruit total sur la sensibilité du détecteur. Il est parfois utile d'exprimer le bruit du détecteur en introduisant la NET (Noise Equivalent Temperature), donnée en  $K/(Hz^{1/2})$ . Dans le cas d'un spectre de bruit blanc, elle détermine la plus petite variation de température détectable dans une bande passante de 1 Hz [Sik03]. La NET est une grandeur caractéristique du thermomètre et est définie comme :

$$NET = \sqrt{\frac{4k_B T^2}{G}}$$

### LE BRUIT DE PHOTON

Le bruit de photon provient de la nature corpusculaire des photons du rayonnement arrivant sur le détecteur. Celui-ci ne peut être supprimé et la seule manière de le réduire est d'intégrer plus longuement le signal. La valeur de ce bruit de photon dépend principalement de la puissance du rayonnement incident et de la fréquence d'observation.

L'utilisation de la statistique de Bose-Einstein permet de retrouver l'expression du bruit de photon [Lam86] :

$$NEP_{photon} = \sqrt{2h\nu P_{ray}}$$

Où  $\nu$  et  $P_{ray}$  représentent respectivement la fréquence et la puissance du rayonnement incident et où  $h$  est la constante de Planck.

Typiquement, à une fréquence d'observation de 220 GHz (une des trois fréquences observation de QUBIC), et une puissance absorbée par un pixel de l'ordre du pW, on obtient :

$$NEP_{photon} = 5.10^{-18} W.Hz^{-1/2}$$

Optimiser le détecteur nécessite donc de ramener l'intégralité des autres bruits en dessous de cette valeur. Remarquons également que le choix du site d'observation trouve ici toute son importance. L'émission de l'atmosphère contribuant fortement au bruit de photons et il est possible de le limiter en fonction de son site d'opération. A titre d'exemple, voici ci-dessous différentes valeurs de la NEP pour l'étude du Fond Diffus Cosmologique en fonction des différents types d'observations, et donc

d'environnement :

- QUBIC (télescope au sol, Dôme C, Antarctique) :  $NEP = 2.10^{-17}W/Hz^{-1/2}$  [Bat11].
- Ballon atmosphérique :  $NEP = 1.10^{-17}W/Hz^{-1/2}$  [Oxl04].
- Satellite :  $NEP = 10^{-21}W/Hz^{-1/2}$  [Mar09].

Travailler en s'affranchissant des perturbations atmosphériques limitera fortement le bruit de photon et par conséquent, permettra d'abaisser le niveau idéal de bruit de l'expérience. Il est toutefois évident qu'il est bien plus contraignant technologiquement de mettre au point une expérience satellite.

### LE BRUIT DE PHONON

Le bruit de phonon est dû aux fluctuations d'énergie le long du lien thermique entre le détecteur et le cryostat. Si le détecteur est à l'équilibre thermodynamique, la physique statistique permet de remonter à une valeur de la NEP à partir de la moyenne quadratique des fluctuations d'énergie [Mat82] :

$$NEP_{phonon} = \sqrt{4Gk_B T^2}$$

Notons que la réalité est plus complexe ; le bolomètre est en réalité à une température supérieure à celle  $T_0$  du cryostat. La puissance incidente venant du rayonnement ainsi que la polarisation du thermomètre entraîne un échauffement de tout le bolomètre. L'introduction d'un facteur correctif  $\gamma$  dans l'article de Mather permet de prendre en compte ce phénomène établissant qu'il menait à une surestimation de l'ordre de 30% dans la contribution du bruit de phonon [Mat84] :

$$NEP'_{phonon} = \sqrt{\gamma 4Gk_B T^2}$$

Avec,

$$\gamma = \frac{\int_{T_0}^T \left(\frac{T'k(T')}{Tk(T)}\right)^2 dT'}{\int_{T_0}^T \frac{k(T')}{k(T)} dT'}$$

Où  $T'$  représente la température du lien thermique,  $k$  sa conductivité thermique,  $T$  est la température du bolomètre et  $T_0$  celle du bain thermique.

Ce facteur sans dimension représente en somme la température moyenne le long du lien thermique entre le bain froid et le bolomètre pondéré par la conductivité thermique. Il permet de prendre en compte les écarts à la température  $T_0$  lors de l'échauffement du bolomètre et de la dissipation de la chaleur produite le long du

lien thermique.

Nous remarquons qu'il est possible de diminuer la contribution du bruit de phonon en travaillant à des températures plus basses. Cependant il n'est pas toujours possible de diminuer la température de fonctionnement et il est parfois plus facile d'agir sur la conductivité thermique du lien entre l'ensemble absorbeur-thermomètre et le bain froid. Dans le cadre de cette thèse, le lien thermique est modélisé par des poutres en  $Si_3N_4$  qui permettent d'évacuer la chaleur due à l'échauffement du détecteur. Réduire la section ou augmenter la longueur de ces poutres permettrait de diminuer la valeur de la conductivité thermique  $G$ . Cependant il ne faut pas oublier que la réponse thermique du détecteur est donnée par le rapport entre la capacité calorifique de l'absorbeur et la conductivité du lien thermique. Trop abaisser sa valeur signifie diminuer le bruit de phonon mais également augmenter le temps de réponse  $\tau_{fall}$ .

$G$  est également limité par la valeur de la puissance de rayonnement reçue par le bolomètre. Cette puissance doit être évacuée sans trop augmenter la température de la membrane. En effet, la conductivité thermique obéit à l'équation :

$$G = \frac{P}{\Delta T} = \frac{P}{T_{bolometre} - T_0}$$

$T_0$  étant constant, diminuer  $G$ , et par conséquent réduire le bruit de phonon implique d'augmenter la température du bolomètre ce qui peut devenir problématique si elle surpasse la température limite à partir de laquelle le bruit du bolomètre n'est plus limité par le bruit de photon (section 2.3).

## LE BRUIT JOHNSON

Le senseur du détecteur entraîne également un bruit thermique appelé bruit Johnson en hommage au physicien John B. Johnson qui l'a mesuré pour la première fois en 1927 [Joh28]. Johnson explique dans son article que des fluctuations statistiques se produisent dans tous les conducteurs électriques, produisant une variation aléatoire de potentiel à leur borne. L'agitation thermique des électrons entraîne une fluctuation de tension aux bornes de la résistance du bolomètre qui s'étendent jusqu'à des fréquences bien supérieures à la bande passante du bolomètre (typiquement 150 GHz à 300 K). Le bruit Johnson apparaît alors comme un bruit blanc, constant dans toute la gamme de fréquences observées. On exprime la NEP du bruit Johnson en  $W/Hz^{-1/2}$  :

$$NEP_{Johnson} = \sqrt{4k_B T_0 R}$$

Où  $T_0$  et  $R$  expriment respectivement la température et la résistance au point de fonctionnement du bolomètre.

Le bruit de phonon et le bruit Johnson sont les deux principales contributions au bruit total du détecteur et il conviendra de les limiter afin que leur sommation soit inférieure au bruit de photon. Pourtant, il existe d'autres sources de bruit tel que le bruit d'amplification provenant des fluctuations thermodynamiques à l'intérieur des composants électroniques. La stabilité du bain cryogénique, les vibrations mécaniques de l'instrument ou des perturbations électromagnétiques doivent également être envisagées mais ces bruits peuvent généralement être suffisamment minimisés pour les négliger [Cam02]. Néanmoins, ils sont susceptible de devenir prédominants sur un montage expérimental non optimisé

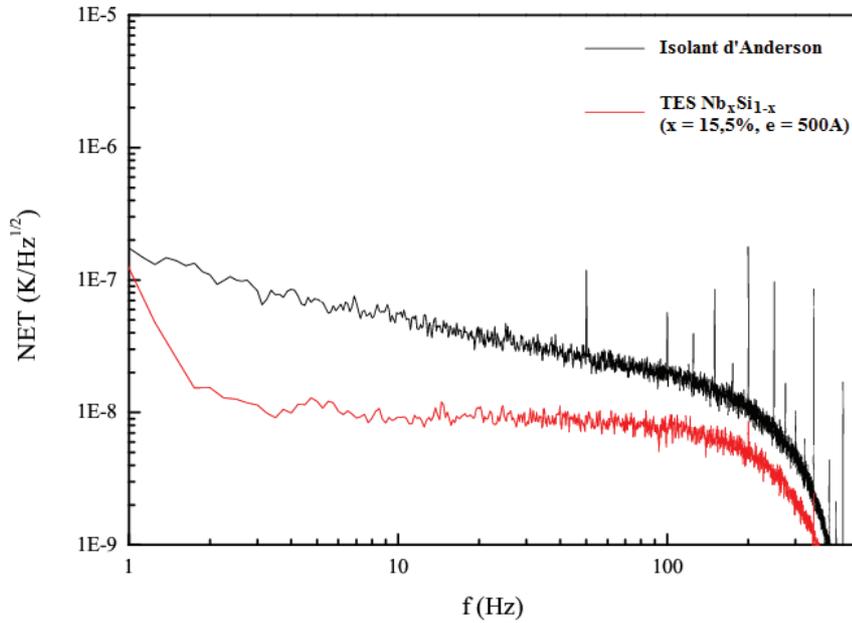
#### LE BRUIT EN $1/f$ DU SENSEUR

Le bruit en  $1/f$ , aussi appelé bruit de scintillation, est un cas un peu particulier. Il se présente comme une augmentation du bruit aux basses fréquences et est intrinsèque aux propriétés du matériau utilisé pour le senseur thermique. Son origine est encore mal connue. Ce bruit limite les performances du détecteur à basse fréquence. Nous ne nous étendrons pas ici sur les possibles explications du phénomène qui sont encore aujourd'hui sujettes à controverse. Il semblerait cependant que l'origine du bruit en  $1/f$  soit liée aux fluctuations de résistance du senseur puisqu'il n'apparaît que lors du passage d'un courant [Yan05].

La figure 2.11 présente une comparaison entre le bruit issu d'un échantillon type isolant d'Anderson et un supraconducteur. La remontée du bruit en  $1/f$  est nettement présente sur l'isolant d'Anderson alors qu'elle est absente sur le senseur supraconducteur. Il est possible que ce phénomène puise son origine dans la nature différente du transport électronique entre un matériau supraconducteur et un matériau semi-conducteur cristallin (variable range hopping). Nous n'avons pas pour le moment d'explication satisfaisante pour cet effet. Néanmoins, notons que les matériaux supraconducteurs utilisés dans le cadre de cette thèse ne semblent pas présenter de bruit en  $1/f$  contrairement aux isolants d'Anderson.

#### 2.2.4.2 Lecture du signal

La lecture du signal dans un bolomètre peut se faire via l'utilisation de transistors à effet de champ FET (Field Effect Transistor), de HEMT (High Electron Mobility Transistor) ou de SQUID (Superconducting QUantum Interference Device). En réalité, l'utilisation de tel ou tel système dépendra de l'impédance du matériau consti-



**Figure 2.11** – Comparaison entre le bruit total d’un échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  du côté isolant d’Anderson (en noir) et d’un senseur supraconducteur de  $Nb_xSi_{1-x}$  composé à 15,5% de niobium et d’épaisseur  $e = 500$  (en rouge). Nous remarquons que l’isolant d’Anderson possède un bruit en  $1/f$  sur une gamme de fréquence s’étendant jusqu’à 100 Hz. Une brusque augmentation du bruit du TES (en rouge) apparaît à des fréquences inférieures à 2 Hz. Cependant, cette remontée n’est pas intrinsèque au TES mais serait plutôt liée aux fluctuations de températures du cryostat.

tuant le thermomètre. Pour des gammes d’impédances élevées ( $> 1M\Omega$ ), l’utilisation de transistors JFET ou HEMT sera particulièrement adaptée tandis qu’à plus basse impédance, les SQUID seront plus adaptés pour la lecture du signal [Non12].

Dans le cadre du projet QUBIC, les senseurs  $Nb_xSi_{1-x}$  à basse impédance (géométrie des électrodes en forme de ”peigne”) nécessitent l’utilisation de SQUID pour la lecture. Au cours de cette thèse, nous avons utilisé des TES  $Nb_xSi_{1-x}$  sous forme de méandre (haute impédance), adaptée à notre électronique de lecture grâce à des transistors FET mais incompatible avec le choix d’une électronique de lecture multiplexée à l’aide de SQUID choisie par la collaboration QUBIC, nécessitant de travailler avec des senseurs thermiques de basses impédances.

## 2.3 Optimisation et température de fonctionnement

### 2.3.1 Objectif

D'après ce que nous avons vu plus haut, optimiser un bolomètre revient à limiter au maximum la contribution des différents bruits en jouant sur les différents paramètres auxquels ils sont astreints. Remarquons par exemple que le bruit de phonon sera dépendant de la température de fonctionnement du bolomètre ainsi que de la conductivité thermique du lien reliant le système absorbeur/senseur au bain froid. Il est alors intéressant de travailler à une température la plus basse possible afin de limiter le bruit de phonon.

Du point de vue du bruit de photon qui est irréductible pour un temps d'intégration donné, il serait également intéressant de pouvoir agir sur les paramètres susmentionnés afin qu'il soit supérieur à la totalité des autres bruits. Nous dirons dans ce cas que notre bolomètre est limité par le bruit de photon, c'est à dire qu'il ne produit pas de bruit supplémentaire et que la valeur du bruit de photon est une limite physique qui ne sera pas dépassée.

### 2.3.2 Influence des paramètres

Reprenons l'objectif du bruit total du bolomètre de n'être limité que par le bruit de photon en ne considérant comme sources de bruit que le bruit de phonon et le bruit Johnson :

$$NEP^2 = NEP_{phonon}^2 + NEP_{Johnson}^2 \approx NEP_{photon}^2$$

Selon le formalisme de Mather [Mat82], la NEP peut se réécrire comme :

$$NEP^2 = 4k_B T^2 G + 4k_B T \frac{G^2}{\alpha P_{el}}$$

Où  $P_{el}$  est la puissance de polarisation,  $\alpha = T/R.dR/dT$  est la sensibilité du senseur thermique et  $G$  la conductivité thermique de la fuite thermique.

Nous pouvons modifier cette expression en utilisant le bruit équivalent en température [Ben08] :

$$NET = \sqrt{\frac{4k_B T}{\alpha^2 P_{el}}}$$

$$NEP^2 = 4k_B T^2 G + G^2 NET^2$$

Nous remarquons premièrement que l'augmentation de la puissance de polarisation permettra de recueillir un signal plus fort en sortie et aura pour conséquence de diminuer la NET. La fuite thermique  $G$  pourra être choisie la plus faible possible mais restera limitée par l'échauffement résultant de la puissance incidente. En effet, si l'on augmente la puissance de polarisation  $P_{el}$ , nous devons augmenter la conductivité thermique afin de dissiper la chaleur vers le bain froid, ce qui impliquera l'augmentation de la NEP. Notons que dans le cadre de QUBIC, nous travaillons à tension  $V = constante$  ce qui écarte le phénomène d'instabilité thermique. La puissance de polarisation pourra être prise égale à la puissance optique due aux photons du Fond Diffus Cosmologique impactant l'absorbeur :  $P_{el} = P_{optique}$ . De plus, n'oublions pas que le temps de réponse du détecteur est déterminé par l'inverse de la conductivité de la fuite thermique. Diminuer  $G$  ne doit donc pas se faire au détriment du temps de réponse du détecteur qui devra être suffisamment court (de l'ordre de la dizaine de ms).

À partir des hypothèses sur la nature sur de la fuite thermique, nous pouvons exprimer la NEP totale du bolomètre [Ben03] :

$$P_{el} \approx P_{optique}$$

$$G_{Th} \approx \frac{P_{Ray}}{T_0}$$

A. Benoit développe dans son article les calculs menant à l'expression de la NEP totale en introduisant la sensibilité  $\alpha$  et  $\beta$ , la puissance de variation de la fuite thermique regroupés dans le facteur correctif  $A$  :

$$P_{el} = g(T^\beta - T_0^\beta)$$

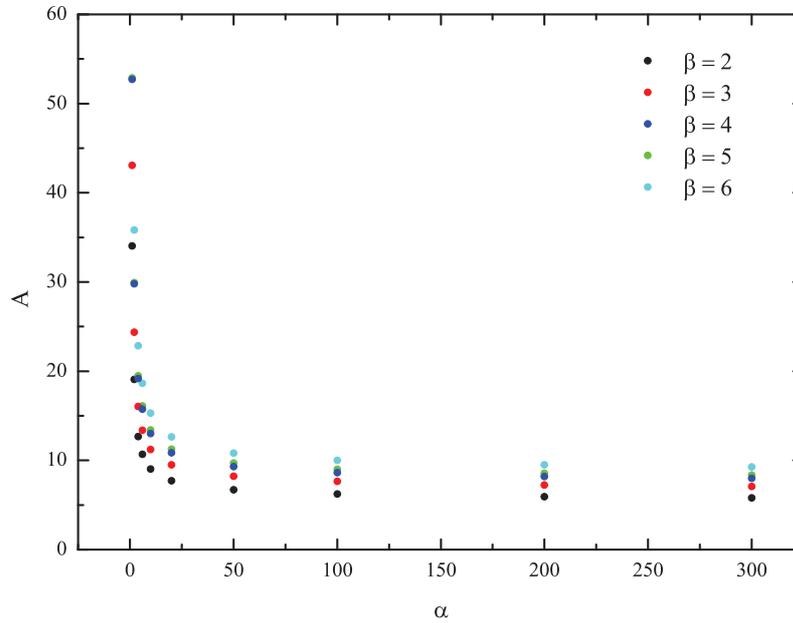
$$NEP = \sqrt{A} \sqrt{4k_B T_0 P_{Ray}}$$

$$A = \sqrt[3]{\left(1 + \frac{\beta}{\alpha \sqrt{\alpha + \beta}}\right) (1 + \beta) (1 + \beta) \left(1 + \frac{2\sqrt{\alpha + \beta}}{\alpha}\right)}$$

Avec  $g$ , la constante de couplage électrons-phonons et  $\alpha = T/RdR/dT$  la sensibilité du thermomètre.

La figure 2.12 montre l'évolution du paramètre  $A$  en fonction de la sensibilité du

bolomètre pour  $\beta = 2$  et  $\beta = 6$ .



**Figure 2.12** – Évolution du paramètre  $A$  en fonction de la sensibilité  $\alpha$  pour des valeurs de la puissance de variation de la fuite thermique entre  $\beta = 2$  et  $\beta = 6$ , inspiré de [Ben03]. Pour des poutres en  $Si_3N_4$ ,  $\beta$  est égal à 2 ou 3.

Nous voyons que  $A$  varie très peu au delà de  $A = 25$ , ce qui correspond aux sensibilités obtenues avec les bolomètres supraconducteurs.

Optimiser le bolomètre revient à diminuer la NEP totale du détecteur en dessous du bruit de photon :

$$NEP_{photon} > NEP$$

$$\sqrt{2h\nu P_{Ray}} > \sqrt{10} \sqrt{4k_B T_0 P_{Ray}}$$

Il vient :

$$T_0 < 720 \text{ mK} \frac{1 \text{ mm}}{\lambda}$$

Sous condition que son bruit total soit uniquement limité par le bruit de photon, l'optimisation du bolomètre impose une condition sur la température de fonctionnement  $T_0$  du cryostat. En fonction de la longueur d'onde observée, cette température

ne sera pas le même. Dans le cadre de cette étude, et de l'observation du fond diffus cosmologique dans le domaine millimétrique, cette condition nous impose de travailler à une température inférieure à 360 mK pour l'observation des longueurs d'onde de 2 mm dans le cas du module de QUBIC travaillant à 150 GHz.

### 2.3.3 Bilan des paramètres

Le bolomètre est soumis à un certain nombre de paramètres qu'il nous faut optimiser afin qu'il soit adapté à l'étude du Fond Diffus Cosmologique dans le domaine millimétrique. L'ajustement de chacun d'entre eux est à l'origine de compromis qu'il nous faut faire dans le cadre de notre étude. En particulier, répondre aux différentes contraintes nous impose d'ajuster les paramètres du bolomètre d'une certaine manière :

- Le temps de réponse  $\tau_{fall}$  nous force à un compromis sur la conductivité de la fuite thermique afin d'obtenir un bruit de phonon le plus bas possible tout en gardant un temps de réponse raisonnable, de l'ordre de la dizaine de *ms*.
- Nous devons travailler au plus près de la température critique du senseur thermique supraconducteur afin que la sensibilité sans dimension du bolomètre soit la plus grande possible. Il convient donc d'être suffisamment précis sur la température de fonctionnement du bolomètre.
- Les performances du bolomètre doivent être limitées uniquement par le bruit de photon. Cette condition requiert de travailler à une température inférieure à 360 mK. QUBIC prévoit une utilisation de la matrice de bolomètre vers 300 mK.

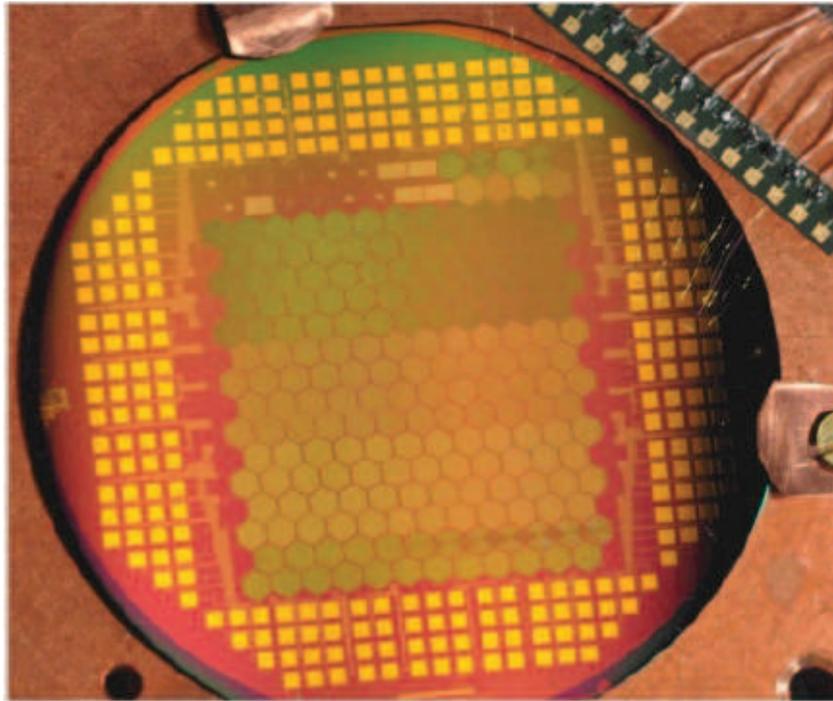
L'objectif de ce travail consistera principalement à rechercher les matériaux adéquats permettant d'atteindre ces objectifs. Cela nécessite un bon contrôle sur les différents paramètres du bolomètre.

- Les propriétés du  $Nb_xSi_{1-x}$  constituant le senseur thermique nous permettent d'ajuster sa température critique de façon très fine. En fonction de son épaisseur, de sa température de recuit et de sa concentration en niobium (chapitre 5), nous pouvons ajuster sa température de supraconductivité et la cibler sur 300 mK. Ainsi nous ne devrions plus être limités que par le bruit de photon.
- La température critique de l'absorbeur de rayonnement en TiV peut également être ajustée en fonction de sa concentration en vanadium. Nous devons la fixer correctement afin que le vanadium soit supraconducteur à une température de l'ordre de 1,5 K. De cette façon, nous réduirons significativement la chaleur spécifique de l'absorbeur.

## 2.3.4 Matrices de détecteurs

### 2.3.4.1 Objectifs et réalisations

L'optimisation du détecteur de bolomètre est lié au nombre de pixels le constituant. Nous désignons sous le terme de pixel l'association de l'absorbeur et du senseur thermique reliés par le lien thermique, le but étant d'en faire travailler un grand nombre simultanément afin de gagner en sensibilité et de couvrir un plan focal plus vaste. La figure 2.13 montre une matrice de 204 pixels de  $Nb_xSi_{1-x}$  [Non12].



**Figure 2.13** – Photo d'une matrice 204 pixels de  $Nb_xSi_{1-x}$  avec une structure de méandre (voir figure 2.14) [Non12]. La surface de chaque pixels est de l'ordre de  $4 \text{ mm}^2$ .

Le détecteur pour le projet QUBIC comportera environ 1000 pixels (assemblage de 4 matrices de 250 pixels). Le but de la membrane sera de pouvoir dissocier thermiquement l'ensemble senseur-absorbeur du substrat qui sera à la température du bain thermique.

La réalisation d'un tel détecteur représente en lui-même un défi technologique. Sa fabrication nécessite une bonne reproductibilité dans les performances des différents pixels dont la dimension devra avoisiner la longueur d'onde du rayonnement observé.

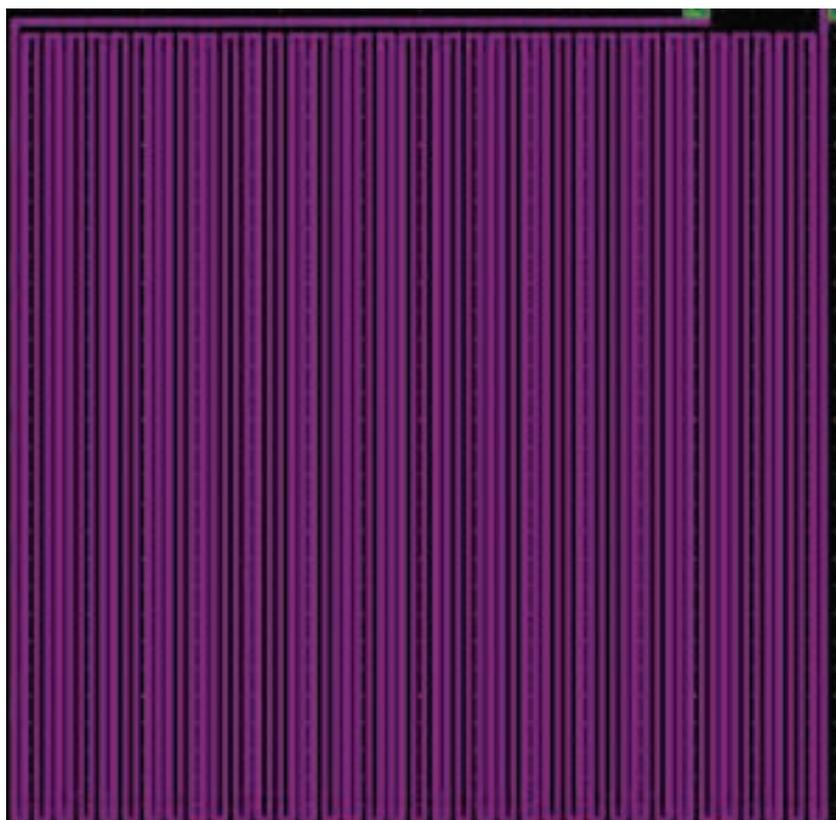
Concernant la fabrication de l'absorbeur de rayonnement, deux choix sont possibles : l'utilisation d'antennes collectant la lumière, ou la mise en place d'une grille d'absorption. Cette dernière a été développée dans le cadre des bolomètres "Spider-

web” à Caltech [Lan00] et a été utilisé dans des nombreuses expériences de mesure du CMB, tel que la mission spatiale Planck [Mau97]. L’absorbeur, à la base constitué d’un film mince continu, est usiné par attaque chimique afin de réaliser une grille dont le pas doit être petit devant la longueur d’onde du rayonnement afin qu’elle se comporte comme une couche résistive continue. La grille doit être adaptée à l’impédance du vide afin de maximiser l’absorption de l’onde électromagnétique (chapitre 3).

Pour terminer, une des difficultés dans la réalisation d’une matrice de bolomètres se situe dans le fonctionnement collectif des différents pixels constituant la matrice.

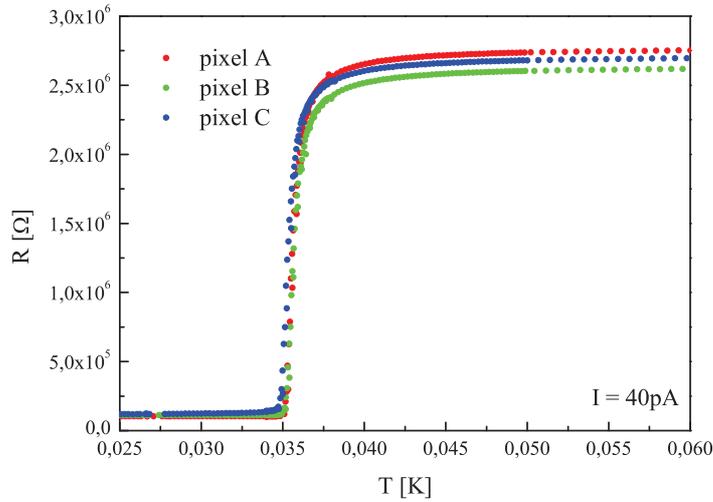
#### 2.3.4.2 Senseurs TES de haute impédance

Les bolomètres développés au cours de cette thèse utilisent des TES ayant une géométrie permettant d’augmenter leur résistance à l’état normal à des valeurs de l’ordre du  $M\Omega$  (figure 2.15).



**Figure 2.14** – Méandre de  $Nb_xSi_{1-x}$ . La largeur typique du méandre est de  $3\mu\text{m}$  et sa longueur est de l’ordre de 4 cm.

Cette haute impédance permet d’utiliser une électronique de lecture à base de transistors JFET et de travailler avec une bonne sensibilité (de l’ordre du  $G\Omega/K$ )



**Figure 2.15** – Courbes de résistance pour 3 pixels de la matrice présentée figure 2.13. Les pixels ont une géométrie sous forme de méandre, ce qui leur permet d’atteindre des valeurs de résistance normale de l’ordre du  $M\Omega$  du au grand rapport longueur/largeur.

et un bruit faible.

Travailler à haute impédance est ce qui permet de relâcher les contraintes au niveau du câblage du cryostat (pas de câblage supraconducteur).

## 2.4 Interférométrie bolométrique

Nous allons, pour terminer ce chapitre concernant les bolomètres, introduire la notion d’interférométrie bolométrique. C’est une architecture sur laquelle se base l’expérience QUBIC et qui possède l’avantage sur les imageurs d’être moins sensible aux effets systématiques.

### 2.4.1 Contexte

Nous avons vu précédemment (section 1.6) qu’un grand nombre d’expériences de détection des modes B de polarisation du fond diffus cosmologique sont basés sur un concept de détecteur imageur. Contrairement aux imageurs qui établissent directement une carte du ciel, les interféromètres mesurent les composantes de Fourier des paramètres de Stokes. Ne nécessitant pas de télescope, ils s’affranchissent de tout effet systématique dû à l’optique. Les détecteurs observent directement le ciel, sans

le jeu de miroirs nécessaire aux imageurs qui introduisent une contamination par du rayonnement venant de l'environnement de l'instrument. Notons par ailleurs que les premières mesures de la polarisation du fond diffus cosmologique étaient basées sur le concept d'interféromètre (DASI [Kov02] et CBI [Rea04]).

Les imageurs sont cependant souvent privilégiés en raison de leur avantage en terme de sensibilité et grâce à la possibilité de faire de grand détecteurs, c'est-à-dire de multiplier le nombre de détecteurs afin d'augmenter la sensibilité de l'instrument. Cependant il s'avère extrêmement compliqué de réduire les effets systématiques.

Il semblerait également que l'interférométrie dite hétérodyne ait atteint ses limites en terme de sensibilité. Il est alors intéressant de chercher à combiner l'avantage de l'interférométrie pour le contrôle des effets systématiques, et de la bolométrie en termes de sensibilité [Ham08]. Notons que l'expérience QUBIC sera la première à être basée sur ce type d'architecture.

### 2.4.2 Interférométrie multiplicative

Le principe de l'interférométrie est simple et repose sur l'utilisation de la nature ondulatoire de la lumière et des franges d'interférences pour faire une transformée de Fourier du ciel<sup>3</sup>. Le développement de l'interférométrie a permis par la suite d'atteindre des résolutions angulaires extrêmement fines [Ryl46].

Considérons le cas simple de deux canaux d'entrée (deux cornets dans le cadre de l'expérience QUBIC). Ces deux canaux forment une *ligne de base*. L'idée de l'interférométrie est d'utiliser la différence de marche entre deux ondes électromagnétiques issues de la même source arrivant au niveau des deux canaux de la ligne de base (figure 2.16).

La ligne de base fournie par les 2 cornets est définie par :

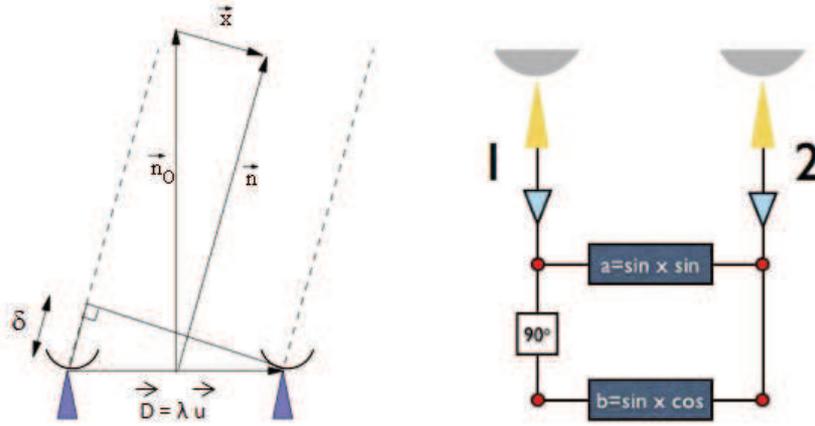
$$\vec{u} = \frac{\vec{D}}{\lambda}$$

Où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement électromagnétique arrivant sur la ligne de base et  $|D|$  la distance séparant les deux cornets. Ces derniers regardent la même direction  $\vec{n}_0$  du ciel.

Le signal électromagnétique provenant de la direction  $\vec{n}$  arrive sur les deux cornets d'entrée avec un déphasage de  $\delta = 2\pi\vec{u}\cdot\vec{n}$ . Si l'on définit  $x$  comme le vecteur différence

---

3. Michelson est le premier à avoir utilisé ce principe pour des observations astronomiques. L'interférométrie lui a permis de mesurer le diamètre d'étoiles proches en combinant avec un système de miroirs la lumière provenant d'une étoile à travers deux ouvertures. En faisant varier la distance entre ces deux ouvertures, Michelson a pu observer la transformée de Fourier de la distribution radiale de la lumière dans des étoiles proches comme Bételgeuse et Arcturus et ainsi mesurer leur diamètre.



**Figure 2.16** – Principe de fonctionnement d'un interféromètre hétérodyne, inspiré de [Ryl46].

avec le centre du champ  $\vec{n} = \vec{n}_0 + \vec{x}$ , nous pouvons récrire la différence de marche :

$$\delta = 2\pi\vec{u} \cdot \vec{x}$$

Nous désignons  $A(\vec{n} - \vec{n}_0) = A(\vec{x})$  le lobe en champ électrique du cornet et nous supposons les lobes identiques pour les deux cornets. Le champ électrique est alors exprimé par  $\vec{E}_1$  et  $\vec{E}_2$  correspondant respectivement au cornet 1 et 2.

Dans ce type d'architecture, généralement utilisé pour l'observation des ondes radio et millimétrique, un corrélateur complexe effectue le produit des champs électriques reçus par les deux cornets. Cet interféromètre est dit multiplicatif ou "hétérodyne", en opposition aux interféromètres additifs utilisés dans le projet QUBIC. Le signal est amplifié avant d'être séparé en deux. L'une des deux parties du signal est envoyée vers un multiplicateur qui va simplement multiplier les signaux électriques des voies 1 et 2, correspondant aux cornets 1 et 2, alors que dans le cas de l'autre partie, un déphaseur de 90 degrés sur la voie 1 est intercalé. Les signaux des voies 1 et 2 sont déphasés de :

$$\delta = 2\pi\nu\tau = 2\pi\vec{u} \cdot \vec{x}$$

Donc,

$$E_1(\vec{x}, t) = E_0(\vec{x})\sin(2\pi\nu t)$$

$$E_2(\vec{x}, t) = E_1(\vec{x}, t - \tau)$$

En considérant les voies 1 et 2 correspondant respectivement au multiplicateur non déphasé et déphasé, les détecteurs voient alors [Ghr09] au niveau de la voie 1 respectivement les signaux  $V_1$  et  $V_2$  :

$$V_1 = \frac{1}{2} \int B(\vec{x}) E_0^2(\vec{x}) \cos(2\pi \vec{u} \cdot \vec{x}) dx$$

Au niveau de la voie 2 :

$$V_2 = \frac{1}{2} \int B(\vec{x}) E_0^2(\vec{x}) \sin(2\pi \vec{u} \cdot \vec{x}) dx$$

Où  $B(\vec{x}) = A^2(\vec{x})$  est le lobe en puissance observée. On définit alors la *visibilité complexe* comme :

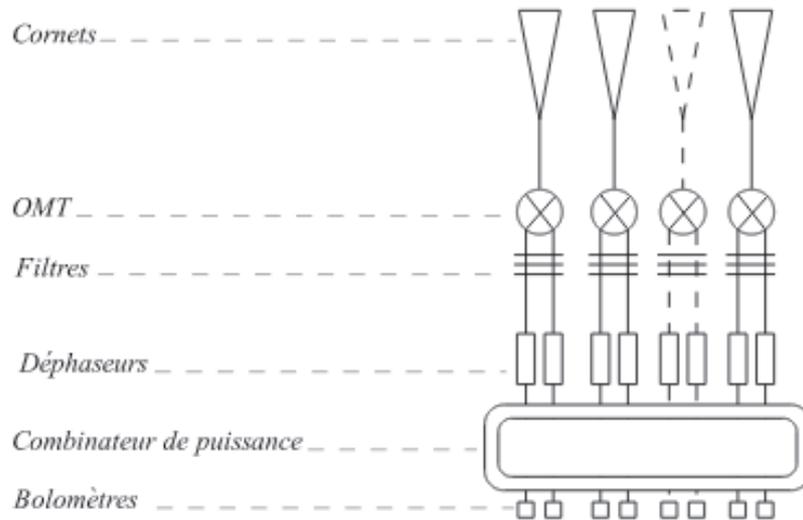
$$V_{\vec{u}} = 2(V_1 + iV_2) = \int B(\vec{x}) E_0^2(\vec{x}) \exp(2i\pi \vec{u} \cdot \vec{x}) dx$$

Finalement, cette relation (ou théorème de Van Cittert-Zernik [Tom01] n'est rien d'autre que la transformée de Fourier de la puissance provenant du champ observé. Un interféromètre permet donc d'avoir directement accès aux modes de Fourier du ciel observé correspondant à la fréquence spatiale donnée par la séparation entre ses récepteurs. Le ciel observé est simplement le ciel réel multiplié par le lobe décrivant le champ de vue des récepteurs. On va donc observer un large champ de vue et, grâce aux franges d'interférence, reconstruire les modes de Fourier dans ce champ de vue. C'est l'idée de base de l'interférométrie. C'est de cette façon que nous pouvons jouir des avantages des interféromètres concernant le contrôle des effets systématiques et de ceux des bolomètres concernant la sensibilité.

### 2.4.3 Interférométrie bolométrique

À la différence des interféromètres hétérodynes, les interféromètres bolométriques, dont le schéma est présenté figure 2.17, sont basés sur l'interférométrie additive. Nous n'avons dans ce cas plus besoin d'amplificateurs ni de corrélateurs complexes. Les signaux provenant des différents cornets sont combinés par couplage additif avant d'être détectés par des bolomètres qui mesurent la somme quadratique de toutes les entrées.

Les cornets observent le ciel et acheminent les signaux électromagnétiques à travers des discriminateurs de polarisation (OMT) qui séparent les deux polarisations linéaires de l'onde incidente. Des filtres définissent ensuite la bande spectrale de l'instrument puis des déphaseurs contrôlables introduisent un retard de phase. Finalement, les signaux sont combinés à l'aide d'un combineur de puissance (inter-



**Figure 2.17** – Architecture de détection d'un interféromètre bolométrique d'après [Ghr09].

férométrie additive) avant d'être détectés par des bolomètres. Ces derniers mesurent alors la somme quadratique des champs entrants.

Pour une ligne de base, la puissance reçue par les bolomètres est [Ghr09] :

$$P = \langle (E_1 + E_2)^2 \rangle = \langle E_1^2 \rangle + \langle E_2^2 \rangle + 2\langle E_1 E_2^* \rangle$$

Où  $E_1 E_2^*$  représente le terme d'interférence entre les champs électriques  $E_1$  et  $E_2$  dû à l'onde incidente.

#### 2.4.4 Difficultés

L'interférométrie bolométrique étant une interférométrie additive, les visibilités, les transformées de Fourier du signal du ciel, doivent être isolées dans le signal total de sortie des bolomètres. C'est le but de la modulation des déphasages. La difficulté est de séparer les  $2N(N-1)$  visibilités complexes correspondant aux 2 polarisations pour toutes les paires de  $N$  cornets. Un des problèmes de l'interférométrie concerne également la sensibilité. L'interférométrie bolométrique est en effet deux fois moins sensible qu'un imageur disposant du même nombre de cornets [Cha10]. Cependant, la réduction drastique des effets systématiques vaut bien ce désagrément.

L'interférométrie bolométrique fait face aux mêmes défis que les imageurs : les matrices de détecteurs. En effet, afin d'atteindre la sensibilité requise, il est nécessaire de développer des larges matrices de détecteurs et leur électronique de lecture

multiplexée.

# Chapitre 3

## Absorption électromagnétique

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Généralités</b>	<b>66</b>
<b>3.2</b>	<b>Impédance du vide</b>	<b>67</b>
<b>3.3</b>	<b>Optimisation de l'absorption électromagnétique</b>	<b>68</b>
3.3.1	Absorption d'un film mince continue	68
3.3.2	Lame quart d'onde	71

---

### 3.1 Généralités

Considérons un modèle simple : une onde plane électromagnétique polarisée suivant  $\vec{u}_x$  arrive selon  $\vec{u}_z$ , orthogonalement à une surface de conductivité  $\sigma$ . En utilisant le fait qu'un conducteur possède une densité volumique de charge nulle en régime quasi-stationnaire, et en résolvant les équations de Maxwell dans cette approximation, nous obtenons l'équation de propagation :

$$\Delta \vec{E} - \mu_0 \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} = 0$$

Dans le cas d'un film mince conducteur supposé globalement neutre ( $\text{div} \vec{E} = 0$  à l'intérieur de ce dernier), le champ s'amenuise avec l'épaisseur. À l'intérieur du conducteur :

$$\vec{E} = E(x) e^{j\omega t} \vec{e}_z$$

Puis l'expression du champ électrique :

$$\vec{E} = E_0 e^{-\frac{z}{\delta}} \cos\left(\frac{z}{\delta} - \omega t\right) \vec{u}_x$$

Où  $\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \sigma \omega}}$  est l'épaisseur de peau, caractéristique du matériau et de la fréquence de l'onde incidente. Elle caractérise l'épaisseur dans laquelle sont confinés les champs et les courants. Dans la limite d'un conducteur parfait ( $\sigma \rightarrow \infty$ ,  $\delta \rightarrow 0$  et  $\vec{E} \rightarrow 0$  dans tout le conducteur), le champ ne pénètre plus dans le conducteur qui se comporte alors comme un miroir parfaitement réfléchissant.

## 3.2 Impédance du vide

L'impédance caractéristique d'une onde électromagnétique est une grandeur caractérisant sa propagation dans un milieu donné. Dans le cas du vide, les équations de Maxwell permettent de retrouver facilement la valeur de l'impédance caractéristique du vide, notée  $Z_0$ . En effet, considérons une onde plane progressive de vecteur d'onde  $\vec{k}$  et de pulsation  $\omega$ . Les champs électrique  $\vec{E}$  et magnétique  $\vec{B}$  correspondants s'écrivent :

$$\vec{E} = \vec{E}_0 \exp(i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r}))$$

$$\vec{B} = \vec{B}_0 \exp(i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r}))$$

Les équations de Maxwell en notation complexes sont de la forme :

$$\text{div} \vec{E} = -i \vec{k} \cdot \vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon_0}$$

$$\text{div} \vec{B} = -i \vec{k} \cdot \vec{B} = 0$$

$$\text{rot} \vec{E} = -i \vec{k} \wedge \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = -i \omega \vec{B}$$

$$\text{rot} \vec{B} = -i \vec{k} \wedge \vec{B}$$

Il vient :

$$\vec{B} = \frac{\vec{k} \wedge \vec{E}}{\omega}$$

Dans le vide, la relation de dispersion impose :  $k/\omega = 1/c$ , d'où :

$$|\vec{B}| = \frac{|\vec{E}|}{c}$$

Par analogie avec l'électrocinétique, l'impédance associée au champ électromagnétique évoluant dans un milieu quelconque s'écrit :

$$Z = \mu_0 \frac{E}{B}$$

Nous retrouvons la valeur de l'impédance du vide :

$$Z_{vide} = Z_0 = \mu_0 c = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 376,81 \Omega$$

Une onde électromagnétique arrivant à l'interface entre le vide et un milieu d'impédance caractéristique  $Z$  subit une réflexion déterminée par le coefficient de réflexion :

$$r = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} = \frac{E_{refl}}{E_{inc}}$$

Ainsi, avec ce modèle simple, nous voyons que, dans le cas des bolomètres, nous avons tout intérêt à ce que l'absorbeur, qui collecte l'onde électromagnétique incidente, ait une impédance la plus proche possible de  $Z_0$  afin de minimiser la réflexion de l'onde et ainsi permettre son absorption dans le détecteur.

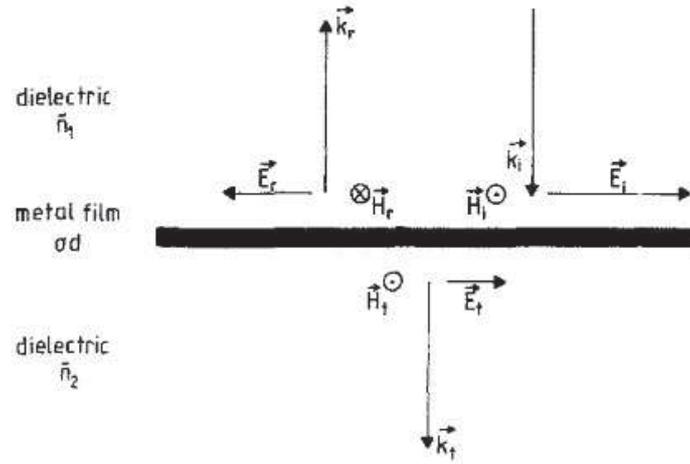
### 3.3 Optimisation de l'absorption électromagnétique

Ayant établi les principes généraux guidant l'absorption d'une onde électromagnétique par un matériau, nous allons à présent considérer le cas spécifique qui s'applique à notre problématique : l'absorption d'une onde par un film mince métallique et les paramètres permettant d'optimiser celle-ci.

#### 3.3.1 Absorption d'un film mince continue

Pour calculer la puissance d'absorption d'un film mince, considérons une couche mince continue de conductivité électrique  $\sigma = \sigma(\omega)$  et d'épaisseur  $d$ . Nous faisons en outre l'hypothèse que l'épaisseur du film métallique est inférieure à la longueur d'onde du rayonnement et à l'épaisseur de peau  $\delta$ . Cette hypothèse est bien vérifiée dans le cas du fond diffus cosmologique où la longueur d'onde observée est de l'ordre du millimètre et les épaisseurs typiques des films minces constituant les absorbeurs de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. L'absorption  $A$  est donnée en considérant que la puissance de l'onde est soit transmise, soit réfléchi, soit absorbée :

$$A = 1 - |r|^2 - |t|^2$$



**Figure 3.1** – Représentation des champs électriques incident, réfléchi et transmis dans un film métallique inséré entre deux milieux diélectriques et de leur champ magnétique associés [Bau92]

L'amplitude des coefficients de transmission et de réflexion aux deux interfaces métal - diélectrique imposent les équations ci-dessous pour les champs électriques incident  $E_i$ , transmis  $E_t$  et réfléchi  $E_r$  [Mck87] :

$$E_i - E_r = E_t$$

$$H_r - H_i = H_t + 2\sigma d E_t$$

Où  $H_i = n\epsilon_0 c E_i$  représente le champ magnétique associé aux champs électrique  $E_i$  et  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide.

Dans son article de 1992, Bauer détaille les calculs aboutissant aux paramètres de réflexion et de transmission :

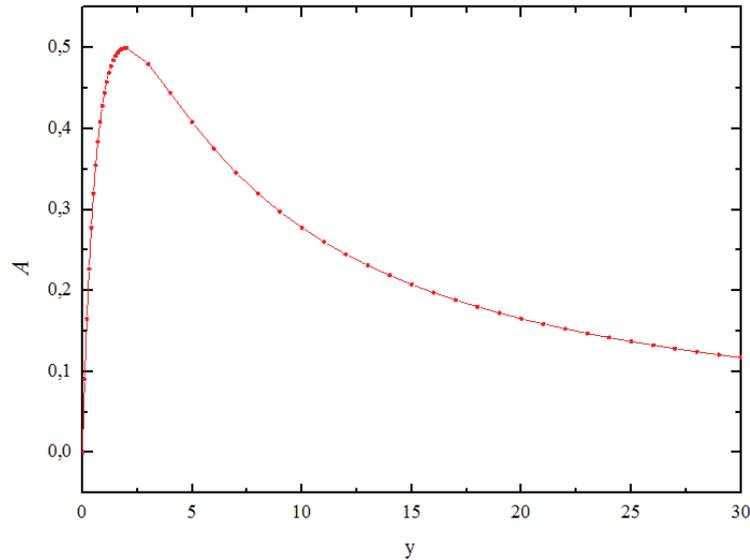
$$r = -\frac{n_2 - n_1 + y}{n_2 + n_1 + y}$$

$$t = \frac{2n_1}{n_2 + n_1 + y}$$

$$y = \frac{\sigma d}{\epsilon_0 c}$$

Où  $n_1$  et  $n_2$  représentent respectivement l'indice du milieu (1) et (2). Pour simplifier le problème, nous plongeons le film mince dans le vide. Les valeurs de  $n_1$  et  $n_2$  sont donc égales à 1. Dans ce cas, la puissance absorbée par le film mince s'écrit :

$$A = \frac{4y}{(2+y)^2}$$



**Figure 3.2** – Courbe d’absorption d’un rayonnement incident en fonction du paramètre  $y$ , dépendant de la conductivité électrique et de l’épaisseur du film.

La figure 3.2 représente la courbe de la puissance d’absorption en fonction du paramètre  $y$ . Ce dernier dépend de la conductivité électrique du film mince et de son épaisseur. Cette variation de l’absorption nous amène à deux conclusions :

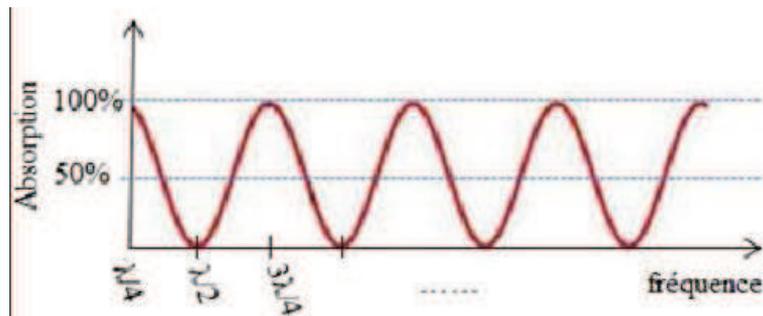
- Seule 50% de la puissance incidente pourra être absorbée par le film mince métallique.

- L’absorption sera maximale lorsque  $y = 2$ . En posant  $R_{\square} = \frac{1}{\sigma d}$ , cela équivaut à un film mince de résistance carrée  $R_{\square} = 188\Omega$ . Cette valeur diffère de  $Z_0$  telle que définie dans le paragraphe précédent, du fait que l’on considère un film mince. En effet, dans ce cas, la puissance de l’onde incidente peut être transmise au milieu 2 et donc perdue.

Afin de maximiser la puissance absorbée par le film mince, il sera nécessaire d’adapter son impédance à la moitié de celle du vide. Malgré tout, le pouvoir d’absorption reste limité et des solutions existent permettant d’augmenter la fraction de puissance absorbée jusqu’à atteindre des valeurs de  $A$  proches de 1.

### 3.3.2 lame quart d'onde

Il est possible d'optimiser la puissance absorbée par le film mince en disposant d'une surface réfléchissante située derrière le film mince. Il s'agit en réalité d'une surface réfléchissante située à une distance  $d = \frac{\lambda}{4}$  du film mince absorbeur. Le taux d'absorption pourra atteindre 100% mais, contrairement à un film mince continu sans lame quart d'onde, il y aura une dépendance de l'absorption à la fréquence suite à l'existence d'interférences constructives  $((2n+1)\lambda/4)$  ou destructives  $(2n\lambda/4)$  susceptible de le faire chuter (figure 3.3).



**Figure 3.3** – Taux d'absorption de l'onde incidente en fonction de la fréquence dans le cas d'une lame quart d'onde.

# Chapitre 4

## Protocole experimental : du matériau au détecteur

### Sommaire

---

<b>4.1 Synthèse des échantillons tests</b> . . . . .	<b>73</b>
4.1.1 Cas des absorbeurs métalliques . . . . .	73
4.1.2 Cas des couches thermométriques en $Nb_xSi_{1-x}$ . . . . .	75
4.1.3 Homogénéité et qualité des dépôts . . . . .	76
<b>4.2 Mesures à très basses température</b> . . . . .	<b>79</b>
4.2.1 Fonctionnement du cryostat à dilution . . . . .	80
4.2.2 Précautions et effets parasites . . . . .	81
4.2.3 Mesures au TRMC2 . . . . .	82
4.2.4 Mesures amplificateur bas bruit . . . . .	82
<b>4.3 Élaboration du détecteur</b> . . . . .	<b>83</b>
4.3.1 Design de QUBIC et fabrication des matrices . . . . .	83
4.3.2 Lithographie . . . . .	84
4.3.3 Ouverture des membranes suspendues . . . . .	86

---

Ce chapitre sera consacré aux techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration du senseur thermique et de l'absorbeur de rayonnement. Nous détaillerons d'une part les méthodes de fabrication des échantillons "tests" ainsi que les moyens mis en oeuvre permettant d'en mesurer les caractéristiques. D'autre part, les différentes étapes de l'élaboration du détecteur complet, comprenant le senseur thermique et l'absorbeur, seront décrites.

Les procédés expérimentaux étant fortement sensibles aux conditions de dépôt, ce chapitre abordera également l'étude de la qualité des films minces déposés et des précautions nécessaires aux mesures à très basses températures.

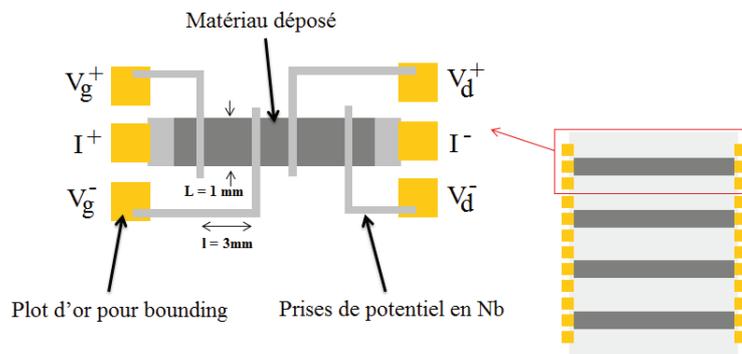
## 4.1 Synthèse des échantillons tests

L'essentiel des résultats de cette thèse sont issus de l'étude de films minces, que ce soit en tant que senseur thermique qu'en tant qu'absorbeur. Ces films ont été synthétisés par évaporation, puis étudiés au CSNSM. Dans cette première section, nous allons décrire les techniques d'élaboration de nos échantillons.

Concernant les senseurs thermiques, nous nous sommes concentrés sur l'étude du matériau thermométrique  $Nb_xSi_{1-x}$ . Pour les absorbeurs, nous avons comparé des films minces de différents métaux ou alliages métalliques (Ti, TiV, Mo, Al). La géométrie et techniques de dépôt diffèrent pour ces deux types d'étude. Nous commencerons donc par les décrire (section 4.1.1 et 4.1.2). Nous finirons cette section par quelques considérations sur la qualité des dépôts qui est cruciale lorsque l'on travaille avec des films minces.

### 4.1.1 Cas des absorbeurs métalliques

L'étude des matériaux candidats à l'élaboration de l'absorbeur de rayonnement a été faite sur des substrats de saphir de 20 mm x 30 mm x 1,2 mm. Plusieurs étapes sont nécessaires à l'élaboration d'une plaquette permettant de mesurer les caractéristiques du matériau déposé. Le schéma d'une plaquette standard est donné figure 4.1. Elle comporte un équipement de pré-contacts et d'électrodes réalisés par série de 4 plaquettes avec les étapes suivantes :



**Figure 4.1** – Schéma d'une plaquette de saphir contenant les quatre motifs rectangulaires permettant de tester les matériaux candidats à l'élaboration d'un absorbeur de rayonnements électromagnétiques.

- Une couche de  $SiO$  (d'une épaisseur de l'ordre de 500 Å) dont l'objectif sera de diminuer la rugosité résiduelle du substrat.
- Les pré-contacts d'or ( $d = 2000$  Å) sur sous-couche de Ti (25 Å) permettant d'effectuer les *bondings*, c'est-à-dire les soudures par ultra-sons en utilisant

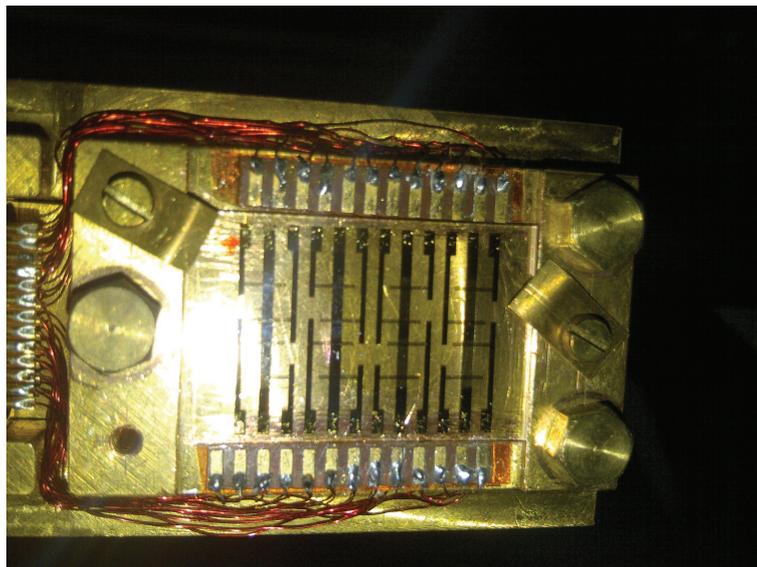
des fils d'or de  $25\ \mu\text{m}$  ou  $50\ \mu\text{m}$  permettant de connecter les échantillons au porte-échantillon.

- Les prises de potentiels en  $Nb$  ( $d = 500\ \text{Å}$ ), ces dernières étant protégées de l'oxydation par une couche d'iridium.

Ces dépôts sont faits au canon à électron sauf pour le  $SiO$  qui est parfois déposé au creuset chauffé par effet Joule. Les motifs nécessaires sont obtenus par des masques mécaniques. Les plaquettes sont conservées sous flux d'azote sec. Néanmoins, la couche d'iridium garantit un bon contact électrique avec tout dépôt ultérieur sans avoir à nettoyer *in-situ* les électrodes de  $Nb$  de leur oxyde.

Tous les évaporateurs utilisés sont munis de masques permettant de sélectionner un motif sur les quatre. Nous avons utilisé une fois un sélecteur ( $Ti$  série 1) permettant d'évaporer séparément chacun des 8 films dont l'étude à quatre points est permise par le jeu d'électrodes dont sont munies les plaquettes. Mais le plus souvent, nous avons élaboré 4 films différents par leur composition ou leur épaisseur et nous avons préféré avoir deux mesures à 4 points sur le même film.

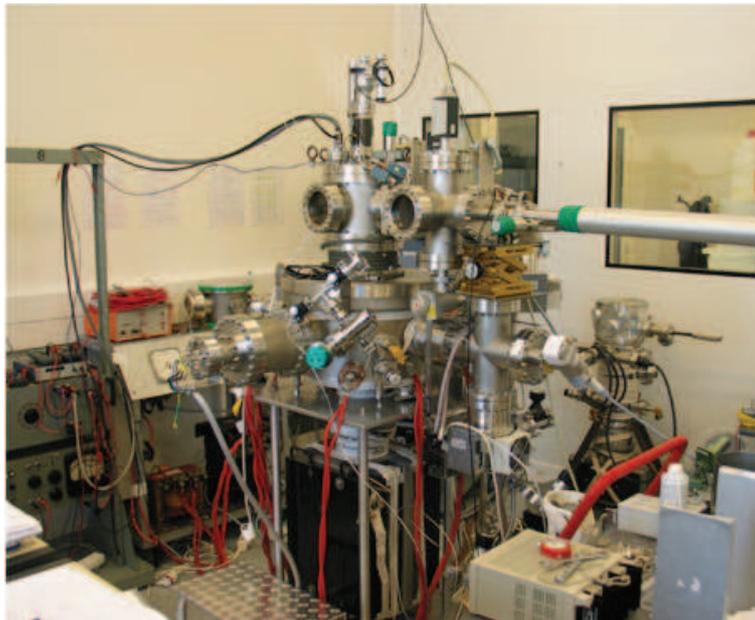
Les plaquettes destinées à l'étude fondamentale de  $Nb_xSi_{1-x}$  sont montées dans l'évaporateur  $NbSi$  équipé pour la co-évaporation contrôlée de  $Nb$  et de  $Si$ . Pour l'étude des matériaux destinés à la réalisation de l'absorbeur, nous avons utilisé deux autres évaporateurs à sources multiples mais séquentielles - c'est-à-dire sans possibilité de co-évaporation.



**Figure 4.2** – Photo de la plaquette présentant les motifs rectangulaires ainsi que les prises de potentiels. La plaquette est fixée sur son porte échantillon en cuivre doré.

Pour le titane-vanadium nous sommes partis d'un creuset rempli d'un alliage ayant la composition souhaité. Nous analyserons les difficultés que cela peut présenter dans le chapitre consacré à ce matériau (chapitre 6.6).

Lorsque les films de matériaux à étudier ont été déposés, ils sont protégés *in-situ* par une sur-couche de  $SiO$  de 125 Å à 250 Å. Celle-ci semble suffisante pour éviter l'oxydation des matériaux lors de leur remise à l'air. Elle garantit ainsi reproductibilité et stabilité dans le temps. En outre, sa contribution à la capacité calorifique est faible.



**Figure 4.3** – Vue d'ensemble de l'évaporateur "pré-contacts" utilisé pour la réalisation de couches minces diverses (telles que celles permettant l'étude des matériaux candidats à l'élaboration de l'absorbeur de rayonnement constituant le détecteur). Il est équipé d'un système de rotation de l'échantillon.

#### 4.1.2 Cas des couches thermométriques en $Nb_xSi_{1-x}$

Contrairement au cas des absorbeurs métalliques réalisés lors de ce travail, l'élaboration du substrat et des motifs dans le cas des couches thermométriques de  $Nb_xSi_{1-x}$  se fait par lithographie, dont le principe est énoncé 4.3.2. Cette technique permet d'élaborer des méandres avec une résolution de l'ordre du micron. Le  $Nb_xSi_{1-x}$  qui constitue le senseur thermique est ensuite déposé par co-évaporation. Cet évaporateur, spécialement conçu, (figure 4.4) permet de déposer via deux sources

(une source de  $Nb$  et une source de  $Si$ ) une quantité contrôlée de chacun des matériaux en maîtrisant leur vitesse de dépôt. Les films sont évaporés sous ultra-vide (quelques  $10^{-8}$  mbar durant l'évaporation) sur le substrat. La composition et l'épaisseur des films sont contrôlés *in situ* par deux quartz piézoélectriques dédiés (figure 4.5).

Le  $Nb_xSi_{1-x}$  est réalisé sous la forme de méandre dont nous faisons varier la géométrie d'un échantillon à un autre afin de pouvoir en moduler l'impédance. Cette forme de méandre permet d'obtenir un très grand rapport géométrique longueur/largeur dans un espace compact. Ceci conduit à des TES de forte impédance à l'état normal permettant une lecture du signal avec une électronique à base de transistors JFET. L'expérience QUBIC a porté son choix sur un design de basse impédance, ce qui, pour la même couche de  $Nb_xSi_{1-x}$  peut-être obtenu par des électrodes en forme de peigne (figure 4.6). La lecture nécessite alors l'usage de SQUIDS.

Notons que la largeur des méandres est soumise à une incertitude de l'ordre de  $0,5 \mu\text{m}$  sur chaque bord du méandre.

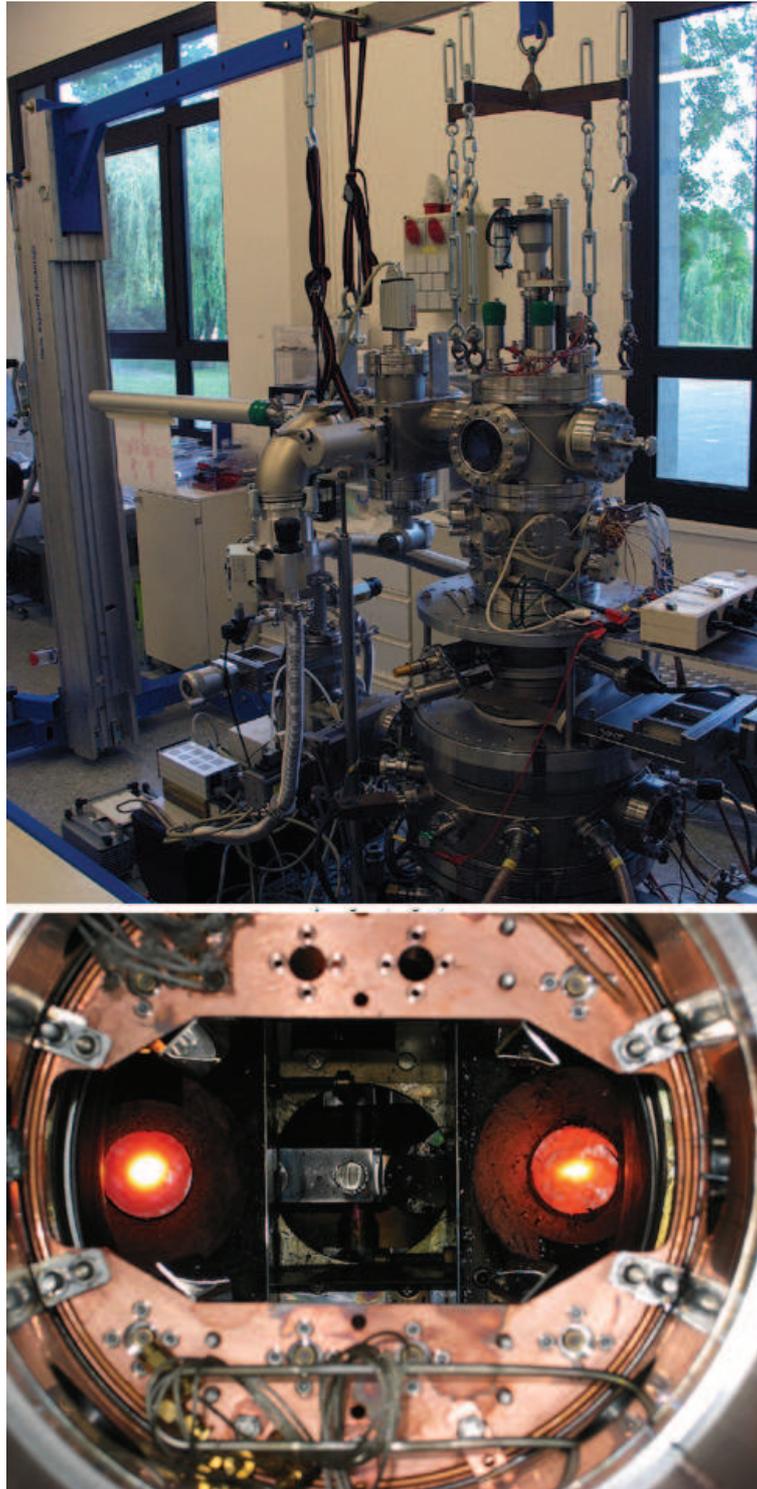
### 4.1.3 Homogénéité et qualité des dépôts

Qu'il s'agisse du  $Nb_xSi_{1-x}$  dans le cas du senseur thermique ou de la recherche et de l'étude des matériaux prometteurs pour la mise en place de l'absorbeur constituant le détecteur, l'élaboration des films minces est susceptible de rencontrer un certain nombre de problèmes.

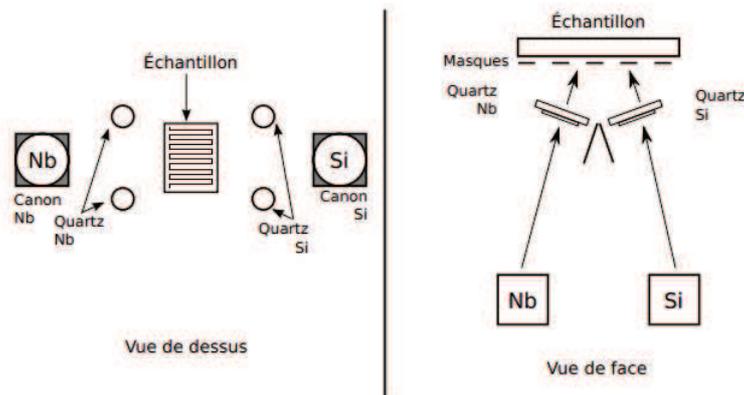
L'un des problèmes à même d'être rencontré durant toute évaporation concerne celui lié aux impuretés. La qualité du vide est un paramètre crucial dans l'élaboration des films minces. Ces derniers pouvant être soumis à toutes sortes de pollution, il est indispensable d'effectuer les dépôts dans un vide aussi poussé que possible<sup>1</sup>. Les vides typiques obtenus sont de l'ordre de  $10^{-8}$  mbar avant dépôt jusqu'à atteindre au maximum  $10^{-7}$  mbar au cours de l'évaporation. Notons qu'un effort a été fait pour les dépôts de titane et de titane-vanadium, pour lesquels nous avons obtenus un vide maximal de  $4.10^{-8}$  mbar durant l'évaporation. Typiquement, nous pouvons considérer qu'une monocouche de gaz résiduel par minute se dépose sur le substrat à ces pressions. Il y a donc une corrélation directe entre cette pollution et la vitesse à laquelle sont déposées les couches de matériaux évaporés. En effet, un taux d'évaporation plus faible aura tendance à augmenter la proportion d'impuretés. Qui plus est, les quartz étant sensibles à la masse de matière qu'ils reçoivent,

---

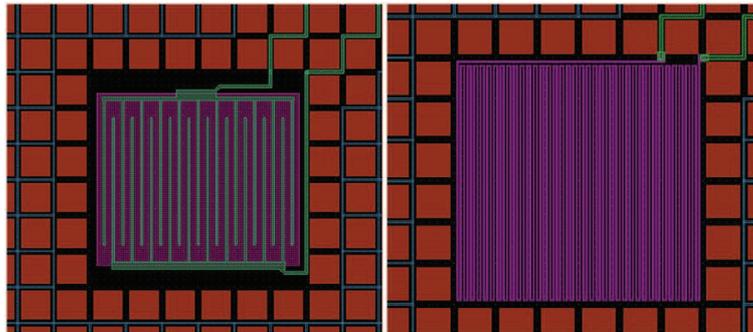
1. Cette remarque est d'autant plus vraie pour les matériaux très sensibles à l'oxydation tel que le titane, susceptibles de former très facilement différents oxydes tels que le  $TiO$ , le  $Ti_2O_3$ , etc...



**Figure 4.4** – **En haut** : vue d'ensemble de l'évaporateur de  $Nb_xSi_{1-x}$ . **En bas** : co-évaporation de  $Nb_xSi_{1-x}$  : le creuset sur la gauche est celui du  $Si$  et sur la droite, celui du  $Nb$ . Au centre se trouve le creuset à effet Joule dans lequel est contenu le  $SiO$  servant de couche de protection.



**Figure 4.5** – Vues schématiques de dessus et de face de l'évaporateur de  $Nb_xSi_{1-x}$ . La co-évaporation se fait via l'utilisation d'un système de deux paires de quartz, chacune d'elles ne recevant que les évaporations issues d'un seul creuset ( $Nb$  ou  $Si$ ).



**Figure 4.6** – Représentation du senseur thermique. À gauche, la couche de  $Nb_xSi_{1-x}$  en violet est parcourue par des électrodes en forme de peigne (en vert), permettant de réduire la résistance à l'état normal de l'alliage à quelques ohms. À droite est représentée le TES "haute impédance" sous forme de méandre utilisé pour les tests.

le gaz résiduel peut apporter une contribution significative conduisant à surestimer la quantité de matériau réellement déposée. Néanmoins, les pressions avec lesquelles nous travaillons lors de processus d'élaboration des films minces amènent à penser que bien que nous ne puissions les écarter, ces pollutions restent négligeables (de l'ordre de 1% atomique).

Nous pouvons également évoquer dans le cas des dépôt de  $Nb_xSi_{1-x}$  le problème de l'homogénéité des méandres due au gradient de concentration sur la longueur du film. Ce problème est une caractéristique de la co-évaporation à partir de deux sources distinctes qui produit un gradient de concentration de l'ordre de 0,2%/mm lorsqu'on s'écarte du centre de l'échantillon. Cette valeur, bien que faible, serait prohibitive

pour de grandes matrices (pour l'homogénéité des propriétés des différents pixels). C'est pourquoi les wafers sont animés d'un mouvement de rotation autour d'un axe vertical à un demi-tour par seconde environ. Pour un taux d'évaporation typique de 1 à 2 Å/s, ce procédé garantit une homogénéité dans le plan du wafer considérablement améliorée. Les effets liés au fait d'utiliser deux sources deviennent du second ordre par rapport aux gradients angulaires des taux d'évaporation. En revanche, il reste un petit effet de gradient d'épaisseur entre le centre et le bord avec une rotation simple d'axe vertical.

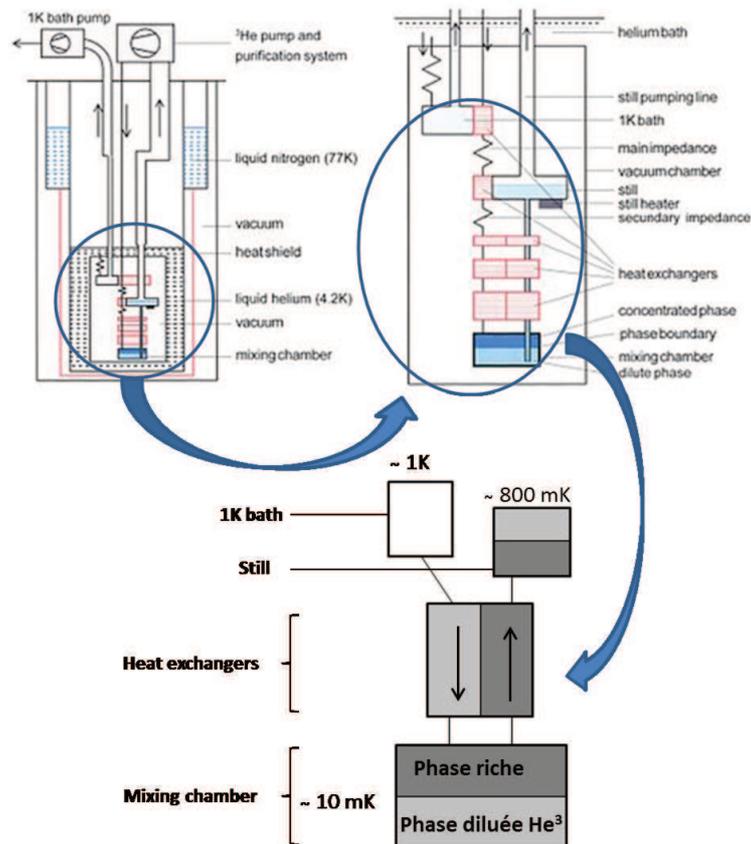
## 4.2 Mesures à très basses température

Tous les échantillons élaborés au cours de cette thèse ont été mesurés dans un cryostat à dilution capable de descendre à 15 - 20 mK.



**Figure 4.7** – Vue d'ensemble du cryostat à dilution utilisé pour la mesure de échantillons à très basse température. Les problèmes de microphonie sont limités par un système d'amortissement et le bruit de fond environnemental du laboratoire est atténué par un blindage en plomb.

Typiquement, les études menées se situent dans des gammes de températures comprises entre 15 mK et 2 K, nécessitant l'utilisation d'un mélange d' $^3\text{He}/^4\text{He}$ . Le cryostat utilisé (figure 4.7) permet en outre de mesurer simultanément plusieurs échantillons.



**Figure 4.8** – Représentation schématique du cryostat à dilution utilisé au cours de cette thèse. Un pré-refroidissement à l’azote permettra la descente en température du cryostat jusqu’à 77K. L’introduction de l’hélium refroidira l’ensemble du cryostat jusqu’à 4,2K. Le pompage de l’hélium dans le pot 1K permet d’atteindre des températures produisant la condensation du mélange  ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$ . Ce dernier se sépare alors en 2 phases distinctes à la base du principe des cryostats à dilution. C’est en effet le passage de l’ ${}^3\text{He}$  de la phase concentrée à la phase diluée en  ${}^3\text{He}$  qui produit le froid dans la chambre de mélange, la phase diluée étant appauvrie en continu par distillation dans le bouilleur et la phase riche enrichie par la re-condensation de l’ ${}^3\text{He}$ .

### 4.2.1 Fonctionnement du cryostat à dilution

Le cryostat à dilution utilisé au cours de cette thèse est d’un schéma classique et est représenté figure 4.8.

Les différents composants de la partie ”dilution” comprennent le pot à 1K, les échangeurs, la chambre de mélange et le bouilleur. Les échantillons sont enfermés dans une enceinte étanche par un joint d’indium. L’ensemble est plongé dans le cryostat externe qui sera rempli d’He liquide. Lors de la mise en froid, l’enceinte dans laquelle s’effectue la dilution est remplie d’ ${}^4\text{He}$  à basse pression qui sert de gaz

d'échange afin de thermaliser rapidement les différentes parties du cryostat ainsi que les échantillons. Ce gaz est ensuite soigneusement re-pompé, y compris par l'usage de charbon actif.

Avant le transfert d'hélium liquide, le cryostat est pré-refroidi à l'azote liquide qu'il faut soigneusement chasser par la suite. Lorsque l'ensemble du cryostat est à 4,2 K et l'espace dilution soigneusement re-pompé peut commencer la phase de condensation du mélange. Ce cryostat est muni d'un pot 1K, ce qui permet la condensation sans compresseur.

Ce procédé, présenté schématiquement figure 4.8, permet en pratique de descendre à des températures de l'ordre de quelques mK. Notons que la puissance frigorifique varie comme  $T^2$ . La température limite est donnée par les pertes du dispositif.

## 4.2.2 Précautions et effets parasites

Effectuer des mesures à très basses températures ne peut s'affranchir de l'inconvénient d'être très sensible à différentes sources de puissances parasites. Ces sources de bruit sont susceptibles d'induire de fortes erreurs sur les mesures des échantillons étudiés. De même, ces parasitages peuvent avoir pour conséquence de mal évaluer les températures des thermomètres. En outre, à très basse température, le phénomène de couplage électron-phonon dans les métaux décroît en  $T^4$ . Cette sensibilité extrême avec la température induira un important découplage entre les phonons et les électrons des matériaux, lorsque ces derniers recevront une puissance parasite quelqu'en soit l'origine. Les phonons étant les vecteurs de l'énergie vers le bain froid, c'est-à-dire vers la chambre de dilution, ce phénomène peut induire de fortes erreurs sur les mesures. Il est donc primordial de réduire au maximum ces effets parasites afin de s'assurer de la bonne mesure de nos échantillons. Pour ce faire, plusieurs précautions sont à prendre :

- **Le câblage** : Le câblage entre les différents étages du cryostat est crucial et doit contribuer le moins possible à l'apport de puissance parasite par conduction thermique. Dans cette optique sont utilisés des câbles de mauvaises conductivité thermique à basse température, tels que des fils en inox, thermalisés aux différents niveaux (étages à 4K, bouilleur, échangeur thermique) via l'utilisation de relais en Kapton. Le câblage des échantillons avec le cryostat est en outre effectué avec soin afin que ces derniers soient couplés au maximum à la boîte à mélange. Pour nos tests nous utilisons autant que possible des substrats en saphir, qui est un bon conducteur thermique, sur lesquels sont évaporés les matériaux. Le substrat est fixée à un porte échantillon en cuivre doré avec de

la graisse à vide permettant de maximiser la surface de contact. Les électrodes sont câblées au porte échantillon par soudure aux ultrasons en utilisant des fils d'or de  $25 \mu\text{m}$  ou de  $50 \mu\text{m}$  permettant de thermaliser correctement les films déposés.

- **Sources extérieures** : Diverses sources de puissances extérieures sont à considérer, telles que les rayonnements électromagnétiques susceptibles d'être induits par les pompes à vide. Afin de résoudre ce problème, ces dernières sont éloignées au maximum du cryostat. La protection contre les ondes diverses omniprésentes dans l'environnement est un défi. Le cryostat est en lui-même une cage de Faraday protectrice à condition que les différentes parties soient très soigneusement assemblées mécaniquement. Les fils de mesure entrant dans le cryostat sont filtrés.
- **Microphonie** : Une source importante de bruit parasite peut également apparaître par les vibrations. Ces dernières, susceptibles de limiter la température minimale de fonctionnement, sont limitées grâce à l'utilisation d'un montage du cryostat sur une plateforme à amortisseurs spéciaux permettant de couper les vibrations à haute fréquence ( $> 0,7 \text{ Hz}$ ). Qui plus est, les tuyaux de pompages sont munis de soufflets souples découplant le cryostat des pompes.

### 4.2.3 Mesures au TRMC2

Les mesures de transport électrique ont été réalisées grâce au TRMC2. Développé à l'Institut Néel, cet appareil consiste en un pont de mesure de résistance équipé de plusieurs cartes de grande sensibilité. Chacune des cartes permet la mesure de 4 échantillons à 4 points avec une masse commune aux échantillons. Le fonctionnement du TRMC2 repose sur le principe de détection synchrone de la tension aux bornes d'un échantillon résistif parcouru par un courant alternatif en créneau (40 Hz). Le pont de mesure n'imposant pas une tension mais un courant, il est possible de mesurer un film supraconducteur. L'intérêt de la détection synchrone est qu'elle permet de s'affranchir du bruit à toute autre fréquence que la fréquence de travail, permettant une amélioration notable du rapport signal sur bruit. En outre, le TRMC2 nous permet de polariser les échantillons en courant entre 10 pA et 80  $\mu\text{A}$  et de mesurer une gamme de tensions comprises entre 10  $\mu\text{V}$  et 1,6 mV.

### 4.2.4 Mesures amplificateur bas bruit

Pour les mesures de bruit des nos senseurs à base de TES de haute impédance nous avons utilisé des amplificateurs de tension réalisés au CSNSM. Ils sont basés

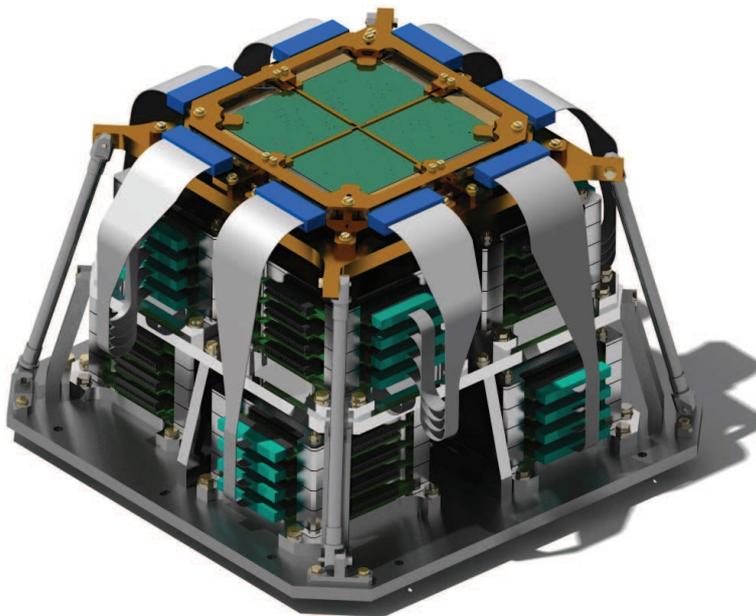
sur un étage d'entrée déporté dans le cryostat, à base de transistors JFETs refroidis à 150K. Cette configuration nous permet de réduire la longueur des câbles ou circulent des signaux de bas niveau. On s'affranchit aussi de la majeure partie du bruit en courant des transistors tout en améliorant leur bruit en tension. Le bruit en tension des amplificateurs utilisés lors de cette thèse est typiquement de  $2 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$  et reste plat dans la gamme 3 Hz -1 MHz.

## 4.3 Élaboration du détecteur

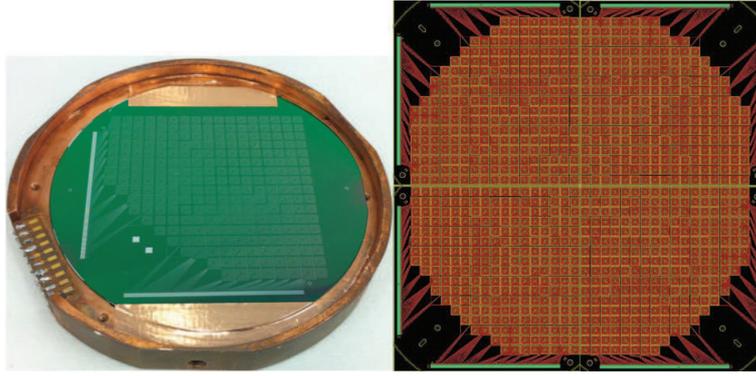
La fabrication de la matrice de bolomètre est une étape cruciale. L'élaboration du détecteur nécessite un grand nombre d'étapes, rendant complexe sa mise au point.

### 4.3.1 Design de QUBIC et fabrication des matrices

Le design de QUBIC s'est porté sur un ensemble de quatre matrices de 248 pixels (figure 4.9 et figure 4.10). La taille caractéristique des pixels est de 3 mm, chacun d'entre eux étant basé sur un TES en  $\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$ . L'impédance à l'état normal des TES est ajustée à quelques  $\Omega$ , ce qui permet la mise en place d'un système de multiplexage à base de SQUIDS. Une grille d'absorption supraconductrice placée devant un réflecteur quart d'onde permet l'absorption de la lumière du fond diffus cosmologique à 150 GHz avec un taux proche de 100% (voir chapitre 2).



**Figure 4.9** – Représentation d'un des deux plans focaux de QUBIC, constitués de quatre matrices et de modules de multiplexage par SQUID.



**Figure 4.10** – À gauche, matrice de 248 pixels sur un wafer de germanium de 3 pouces avant l'étape de réalisation des membranes. À droite, ensemble des 4 matrices de 248 pixels chacun qui formeront le détecteur de QUBIC.

L'ensemble senseur - absorbeur est fabriqué sur une membrane suspendue permettant un fort découplage thermique avec le cryostat. Les matrices sont fabriquées par lithographie au sein de la Centrale Technologique Universitaire Minerve d'Orsay à l'IEF. Les dépôts des couches minces ont quant à eux été réalisés au CSNSM.

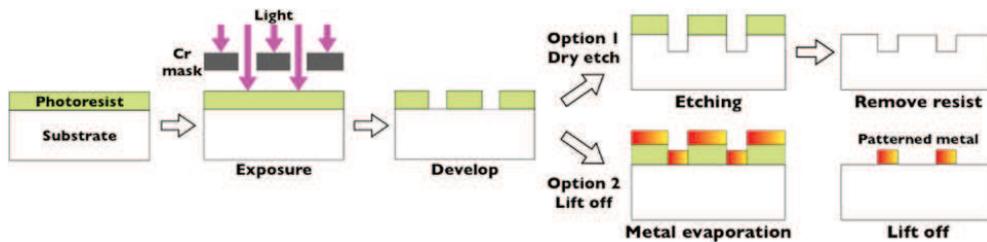
La fabrication s'effectue sur des wafers en silicium de 3 pouces de type SOI (Silicon On Insulator), composés d'une couche mince de  $SiO_2$  placée entre deux wafers de Si. Le silicium devient isolant à très basse température et n'impose pas de contraintes particulières sur ses caractéristiques de conductivités électriques (dopage du Si) à température ambiante. La dimension typique de l'ensemble ( $Si/SiO_2/Si$  :  $5\ \mu\text{m}/1\ \mu\text{m}/500\ \mu\text{m}$ ) correspond à la longueur quart d'onde pour l'absorption de la lumière à 150 GHz.

L'utilisation de ce type de wafer permet d'avoir une couche d'arrêt de  $SiO_2$  durant la gravure profonde (Deep-RIE) du silicium de  $500\ \mu\text{m}$  pour l'ouverture des membranes. Les wafers SOI comportent en outre un dépôt de nitrure de silicium "Super Low Stress" à leur surface de 500 nm réalisé en LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition), nous servant pour la réalisation des membranes. Elle sera gravée sous forme de "toile d'araignée" (spiderweb) et libérée de son substrat en silicium après la réalisation du senseur thermique et de l'absorbeur.

### 4.3.2 Lithographie

Le dépôt des couches minces se fait par lithographie en utilisant la méthode de lift-off, dont le schéma des différentes étapes est présentée figure 4.11. Nous réalisons avant le dépôt de la couche mince un enrésinement du substrat à l'aide d'une tournette dont la vitesse de rotation imposera une épaisseur constante de la résine sur

l'ensemble de la surface du substrat. La résine est alors insolée sur un "aligneur" en illuminant à travers un masque qui comporte des motifs opaques. La résine se dissout de manière sélective après développement. Nous obtenons alors un substrat comportant des zones vierges et des zones enrésinées correspondant au dessin du masque ("patterning"). Nous effectuons alors le dépôt de la couche mince sous vide suivi de la dissolution de la totalité de la résine dans un solvant, entraînant le dépôt qui se trouve dessus. Typiquement, la résolution des motifs obtenus avec la lithographie optique est de l'ordre du  $\mu\text{m}$ .



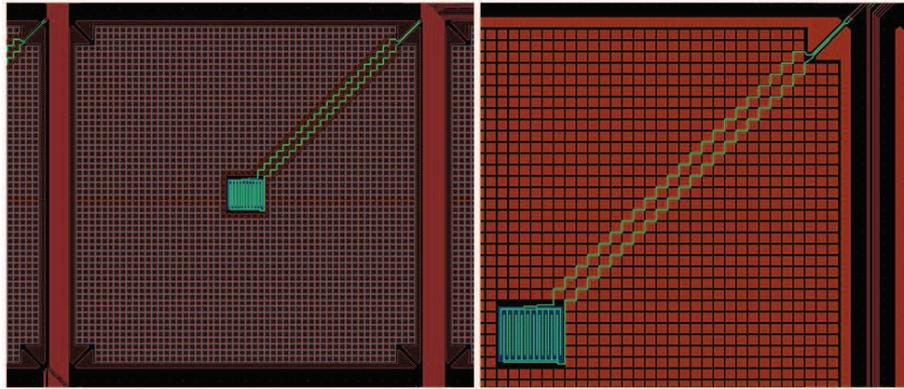
**Figure 4.11** – Méthode de lithographie par deux méthodes différentes : dans le cas du etching, l'enrésinement est effectuée après le dépôt de la couche mince, qui est ensuite gravée chimiquement ou par une gravure plasma (RIE). Dans le cas du lift-off, les motifs sont obtenus après dissolution de la résine dans un solvant.

La gravure chimique ou la gravure dite sèche RIE (Reactive-Ion Etching) est une méthode de lithographie alternative au lift-off permettant également la réalisation des motifs. Cette méthode utilise des résines photosensibles comme le lift-off mais est basée sur une forte sélectivité de l'attaque plasma entre la résine et la couche déposée. L'élaboration des matrices de QUBIC comporte plusieurs étapes :

- Réalisation du routage des signaux par lift-off (ou gravure) d'un dépôt de niobium d'épaisseur 25 nm.
- Lift-off du senseur thermique TES en  $Nb_xSi_{1-x}$  d'épaisseur 50 nm.
- Lift-off de la grille d'absorption en titane-vanadium (dont l'épaisseur est de l'ordre de 15 nm).
- Lift-off des pads en aluminium pour la prise des contacts par soudure ultrasons (200 nm).
- Ouverture des membranes (voir section 4.3.3).

La figure 4.12 présente le design du pixel individuel de la matrice. Le senseur TES  $Nb_xSi_{1-x}$  au centre est entourée par la grille d'absorption en titane-vanadium. Les deux électrodes du TES sortent en diagonal vers le routage en niobium, supraconducteur à la température de fonctionnement. L'impédance d'une couche mince de  $Nb_xSi_{1-x}$  étant de l'ordre de  $300 \Omega/\square$ , nous utilisons des électrodes en forme de

peigne pour réduire sa résistance à l'état normal jusqu'à quelques ohms.



**Figure 4.12** – Design du pixel individuel. Le TES  $Nb_xSi_{1-x}$  au centre (en bleu) est entouré par la grille d'absorption (en blanc). Les quatre poutres (en noir) permettent de suspendre la membrane.

L'étape suivant le dépôt des couches minces, du senseur thermique et de la grille d'absorption concerne l'ouverture des membranes.

### 4.3.3 Ouverture des membranes suspendues

L'ouverture des membranes est une étape particulièrement délicate de l'élaboration de la matrice QUBIC. Leur fragilité mécanique peut facilement entraîner leur destruction et pour palier partiellement à ce problème, nous avons choisi de réaliser les membranes en SiN. Ce composé isolant peut se déposer par LPCVD sur des wafers en silicium avec des contraintes internes très faibles. Nous obtenons de cette façon des membranes dont l'épaisseur peut facilement descendre en dessous de  $1\ \mu\text{m}$ . Dans le cas des wafers type "SOI", les étapes de fabrication sont les suivantes :

- Gravure profonde du silicium par RIE profonde face arrière (c'est à dire du côté silicium épais du wafer SOI).
- Gravure de la couche de  $SiO_2$  en RIE ou chimiquement au BOE (buffered HF).
- Gravure RIE de la couche de SiN face avant permettant de structurer la membrane.
- Gravure au  $XeF_2$  du silicium sous le SiN pour ouvrir les membranes.
- Plasma "stripping" de la résine utilisée pour le  $XeF_2$ .

La gravure profonde des  $500\ \mu\text{m}$  du silicium face arrière par une méthode en ICP (Inductively Coupled Plasma RIE) peut chauffer considérablement l'échantillon. Il est donc important d'effectuer une bonne thermalisation de ce dernier avec le support refroidi de l'ICP. Cette méthode attaque en outre nos échantillons de manière

légèrement inhomogène : les pixels situés en périphérie sont gravés 5 à 10% plus vite que ceux situés au centre du wafer. Qui plus est, la vitesse de gravure varie quelque peu d'un wafer à l'autre. En outre, la vitesse d'attaque peut être influencée par divers paramètres tels que la température du silicium lors de la gravure ou l'état de surface du wafer. La couche de  $SiO_2$  présente dans les wafers de type SOI se grave beaucoup plus lentement par l'ICP, ce qui permet de faire face à ce problème et d'obtenir un wafer dont l'épaisseur de matière sous les membranes est très homogène et reproductible.

L'étape suivant la gravure du silicium et du  $SiO_2$  concerne une autre attaque RIE pour structurer la fine couche de SiN présente sur la surface du wafer en forme de grille. À l'issue de cette étape, le SiN au niveau des pixels est soutenue par les 5  $\mu\text{m}$  du silicium face avant. Entre les pixels subsistent des poutres d'environ 300  $\mu\text{m}$  de largeur qui ont été protégées de l'attaque profonde du silicium et dont l'épaisseur est celle du wafer SOI (500  $\mu\text{m}$ ).

L'ultime étape de fabrication consiste en une gravure sèche de l'échantillon au  $XeF_2$ , sans ôter la résine qui a servie à la structuration du SiN afin de protéger l'ensemble des dépôts des couches minces. Ce type de gravure est isotrope et présente une forte sélectivité d'attaque entre le silicium et le SiN. Elle permet de retirer la totalité des 5  $\mu\text{m}$  de silicium sous les pixels en laissant intact la membrane en SiN. L'échantillon ainsi obtenu reste très fragile et ne doit en aucun cas être de nouveau traité sous peine de casser les membranes suspendues : les forces capillaires consécutives au séchage des produits liquides induisent des fortes contraintes sur les membranes structurées qui risquent alors de les briser. Pour enlever la résine de protection du  $XeF_2$ , nous utilisons une méthode de nettoyage au plasma oxygène ou en utilisant un solvant liquide associé à un séchage supercritique qui évite les contraintes capillaires.

À la fin de la gravure au  $XeF_2$ , le wafer est découpé selon sa forme définitive et est prêt à être testé sur le cryostat.

# Chapitre 5

## Senseur thermique

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Intérêt du <math>Nb_xSi_{1-x}</math></b>	<b>89</b>
<b>5.2</b>	<b>Courbes de résistance du <math>Nb_xSi_{1-x}</math> supraconducteur</b>	<b>92</b>
5.2.1	Mesure de la $T_c$ et de la largeur de transition	92
5.2.2	Contrôle de la $T_c$	94
5.2.3	Haute impédance et effet de polarisation	98
<b>5.3</b>	<b>Cohérence des échantillons</b>	<b>98</b>
5.3.1	Résultats	100
5.3.2	Conclusion	103
<b>5.4</b>	<b>Sensibilité du <math>Nb_xSi_{1-x}</math> dans l'état supraconducteur</b>	<b>104</b>
5.4.1	Mesures des sensibilités $A$	105
5.4.2	Effet du recuit sur la largeur de transition	107
5.4.3	Cas des matrices de bolomètres	109
<b>5.5</b>	<b>Bruit du <math>Nb_xSi_{1-x}</math> à basse température</b>	<b>112</b>
5.5.1	Pixel unique	112
5.5.2	Cas des matrices de bolomètres : dispersion pour différents pixels	119
<b>5.6</b>	<b>Chaleur spécifique du <math>Nb_xSi_{1-x}</math></b>	<b>122</b>
5.6.1	Méthode de mesure	122
5.6.2	Mesure de la chaleur spécifique	124
<b>5.7</b>	<b>Conclusion sur le <math>Nb_xSi_{1-x}</math></b>	<b>126</b>

---

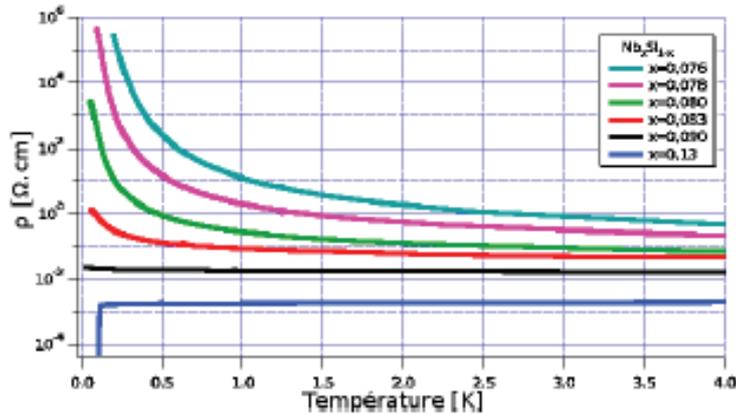
Dans ce chapitre consacré à la mise au point d'un senseur thermique répondant au cahier des charges de l'expérience QUBIC, nous présenterons les résultats obtenus sur l'alliage  $Nb_xSi_{1-x}$ . Nous mettrons en corrélation nos résultats avec ceux des travaux déjà réalisés au cours de la thèse d'O. Crauste et témoignerons de la bonne cohérence

de nos échantillons. Nous mettrons en outre à jour les excellentes performances de ce matériau afin de démontrer qu'il est un bon candidat à la mise au point d'un senseur thermique de haute qualité pour l'expérience QUBIC.

## 5.1 Intérêt du $Nb_xSi_{1-x}$

Le  $Nb_xSi_{1-x}$  est un alliage amorphe dont l'un des intérêts est de pouvoir exister dans l'état supraconducteur, isolant ou métallique suivant sa composition, son épaisseur ainsi que sa température de recuit. De nombreux travaux ont déjà été menés sur l'évolution de son comportement électrique avec sa concentration en niobium [Mar98] et bien que l'étude de la transition du  $Nb_xSi_{1-x}$  avec l'épaisseur soit plus délicate du fait des difficultés expérimentales à élaborer des couches suffisamment minces, elle a été récemment menée [Cra11].

La figure 5.1 montre l'impact de la concentration en niobium du  $Nb_xSi_{1-x}$  sur ses propriétés électriques.



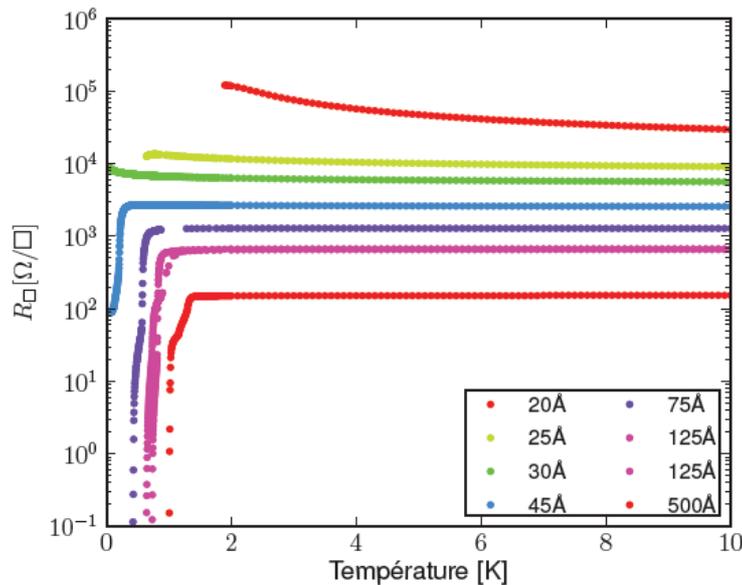
**Figure 5.1** – Évolution de la résistivité avec la concentration  $x$  en niobium pour des échantillons dont l'épaisseur est supérieure à 1000 Å. On remarque qu'un film mince de concentration  $x$  en niobium supérieure à 12% est supraconducteur tandis qu'il sera métallique pour  $9\% < x < 12\%$ . Les couches minces dont la concentration en niobium est inférieure à 9% ont un comportement isolant. D'après [Mar98].

Il apparaît clairement des transitions entre différents états fondamentaux à très basse température induite par une variation de la composition  $x$ . Pour des échantillons 3D<sup>1</sup> ( $d > 300$  Å), tels que ceux présentés figure 5.1, une diminution progres-

1. Nous pouvons considérer un film mince comme étant 3D lorsque l'épaisseur est grande devant les longueurs caractéristiques de l'échantillon comme la longueur de diffusion inélastique ou la

sive de la concentration en niobium fait passer les films d'un état supraconducteur à un état métallique (TSM : Transition Supraconducteur - Métal) avant de transiter vers un état isolant (Transition Métal - Isolant : TMI). Pour des échantillons 2D ( $d < 300 \text{ \AA}$ ), en revanche, la théorie de la localisation [Abr79] relative au comportement électronique de ce type de composé désordonné, interdit l'existence d'un état métallique. Les échantillons bidimensionnels passeront donc directement d'un état supraconducteur à un état isolant lorsque  $x$  augmente. Nous avons alors une transition supraconducteur - isolant.

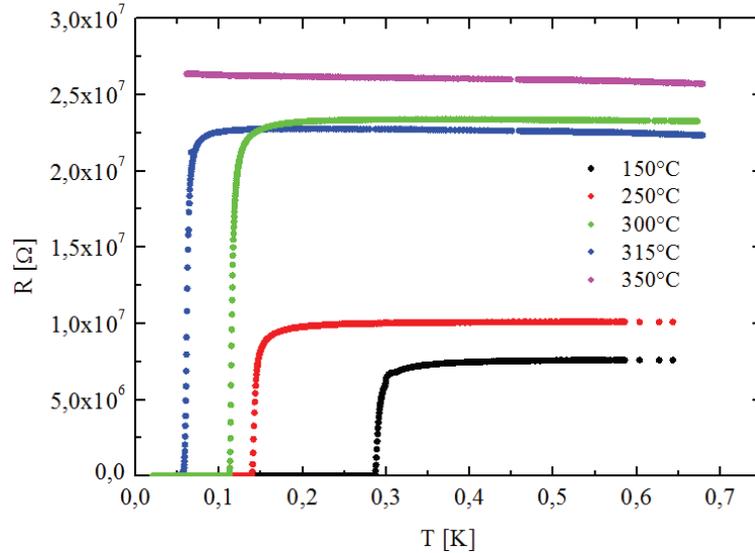
L'épaisseur  $d$  joue également un rôle important dans ce type de système. En effet, une diminution de  $d$  accroît le désordre effectif des films [Cra11] et les fait donc évoluer vers un état plus résistif. C'est ce que nous pouvons observer, figure 5.2, pour des échantillons 2D où une diminution de l'épaisseur entraîne tout d'abord une diminution de la température critique supraconductrice ( $T_c$ ) avant que le système ne présente une TSI.



**Figure 5.2** – Évolution de la résistance carrée avec l'épaisseur pour des échantillons minces ( $< 500 \text{ \AA}$ ) de composition en niobium  $x = 18\%$ . On observe une transition Supraconducteur-Isolant avec l'épaisseur : les films plus épais sont supraconducteurs tandis que les plus minces sont isolants. D'après [Cra11].

Le dernier moteur pouvant introduire une modification de l'état fondamental du  $Nb_xSi_{1-x}$  concerne la température de recuit. La figure 5.3. présente des couches minces de  $Nb_xSi_{1-x}$  de haute impédance d'épaisseur  $500 \text{ \AA}$  et dont la composition en longueur de cohérence supraconductrice.

niobium est de 14.5%. Il apparaît un passage de l'état supraconducteur vers un état isolant au-delà d'une température de recuit  $\theta_{Rec} = 300^\circ\text{C}$ . La température critique de l'échantillon supraconducteur diminue avec la température de recuit. Nous observons en parallèle une augmentation de la résistance à l'état normal. Ceci a été interprété [Cra11] comme étant l'effet d'un désordre accru lorsque l'on augmente la température de recuit dans ce composé.



**Figure 5.3** – Évolution de la résistance avec la température de recuit pour des échantillons de 500 Å et de composition en niobium  $x = 14,5\%$ . On observe une transition Supraconducteur-Métal avec la température de recuit : un comportement isolant apparaît pour  $\theta_{Rec} = 350^\circ\text{C}$ . En dessous de cette température de recuit, les échantillons sont supraconducteurs. En outre, l'impédance à l'état normal des échantillons augmente avec le recuit. Notons cependant que les échantillons recuits à  $300^\circ\text{C}$  et à  $315^\circ\text{C}$  ne semblent pas cohérents à ce niveau. Les deux courbes correspondant à deux échantillons différents, cette incohérence provient vraisemblablement de l'incertitude sur la géométrie des méandres et notamment sur leur largeur. En effet,  $l = 3\mu\text{m} \pm 1\mu\text{m}$  dans cet échantillon une erreur  $\Delta l \approx 20\%$  suffit à expliquer cette anomalie de la résistance à l'état normal. Il est également possible d'effectuer un recuit successif d'un même échantillon, ce qui permet de s'affranchir de ces erreurs sur la largeur des méandres.

Nous pouvons conclure d'après les figures présentées précédemment que les trois moteurs que sont la composition, l'épaisseur ainsi que le recuit, permettent la transition du  $Nb_xSi_{1-x}$  d'un état supraconducteur vers un état métallique ou isolant. Ces transitions d'état s'accompagnent d'une augmentation progressive de la résistance à l'état normal et d'un décalage de la température critique supraconductrice

des échantillons vers des températures plus basses. Cette dernière remarque est l'un des grands avantages de cet alliage, le rendant particulièrement adapté pour la mise au point d'un senseur thermique pour un grand nombre de projets différents. L'observation et l'étude du Fond Diffus Cosmologique dans le domaine millimétrique nécessitant de travailler en dessous de 375 mK (voir chapitre 3) pour des senseurs résistifs afin de réduire le bruit total du détecteur en dessous du bruit de photons (idéalement 100 mK afin de limiter au maximum le bruit thermique), nous devons être à même d'élaborer un senseur supraconducteur pouvant travailler au maximum de sa sensibilité à cette température. Il est alors confortable de disposer d'un matériau dont la température critique peut être ajustée par différents paramètres.

## 5.2 Courbes de résistance du $Nb_xSi_{1-x}$ supraconducteur

Dans cette section nous nous intéresserons exclusivement au  $Nb_xSi_{1-x}$  dans son état supraconducteur, à des compositions supérieures ou égales à 13,5%. En outre, les échantillons étudiés seront de grande épaisseur ( $\geq 500 \text{ \AA}$ ), l'enjeu étant d'étudier l'évolution des températures critiques avec la composition et le recuit avec en vue l'objectif ultime d'optimiser ces couches thermométriques pour les détecteurs de l'expérience QUBIC.

### 5.2.1 Mesure de la $T_c$ et de la largeur de transition

Expérimentalement, la transition entre l'état normal et l'état supraconducteur d'un échantillon se fait sur un intervalle fini en température. Il existe alors différentes manières de définir la température critique de transition supraconductrice ( $T_c$ ). La figure 5.4 présente la courbe typique des échantillons étudiés.

#### - TEMPÉRATURE CRITIQUE

Un certain nombre de méthodes existent pour déterminer la température critique d'un supraconducteur :

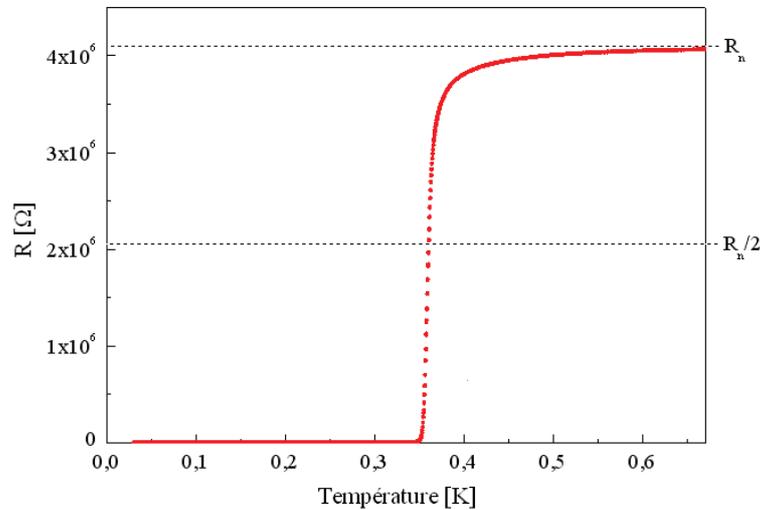
- Un modèle théorique issu de la théorie BCS définit cette température comme étant celle en dessous de laquelle la résistance est nulle. Néanmoins, ce modèle prévoit une transition supraconductrice infiniment raide ce qui n'est évidemment pas le cas dans la réalité.

Méthode	$T_c [mK]$
$\frac{R_N}{2}$	360,3
$(\frac{dR}{dT})_{max}$	358,3
$\frac{T_{R=90\%R_N} + T_{R=10\%R_N}}{2}$	368
$R = 0$	342,3

**Table 5.1** – Comparaison des températures critiques mesurées grâce aux différentes méthodes de détermination.

- Une méthode communément utilisée détermine la température critique comme étant la température à laquelle la dérivée  $dR/dT$  est maximale.
- Il est également possible de déterminer la  $T_c$  en la définissant comme la température correspondant à une résistance dont la valeur vaut la moitié de la résistance à l'état normal  $R_N$ .
- La détermination de la température critique peut également être envisagée en calculant la moyenne entre les températures pour lesquelles la résistance correspondante vaut  $10\%R_N$  et  $90\%R_N$ .

Le tableau 5.1 présente les résultats obtenus pour les mesures de températures critiques en fonction de ces différentes méthodes.



**Figure 5.4** – Courbe typique d'un échantillon non recuit supraconducteur d'épaisseur 500 Å et de concentration en niobium  $x=15,5\%$ . La transition n'est pas infiniment raide comme le prévoit la théorie BCS, ce qui peut entraîner des difficultés pour mesurer la température critique. Notons qu'il s'agit de couche mince de  $Nb_xSi_{1-x}$  de haute impédance. Le prototype du détecteur sera quant à lui muni d'un senseur thermique de basse impédance, permettant une lecture du signal via l'utilisation de SQUIDS.

Il apparaît de faibles différences de l'ordre de quelques millikelvins entre les diverses méthodes de mesure de la température critique. Ces différences ne sont pas très importantes mais existent cependant. Il nous a semblé, au vu des résultats expérimentaux, que le méthode de la dérivée était la plus précise. C'est celle-ci que nous adopterons par la suite.

#### - LARGEUR DE TRANSITION

Expérimentalement, aucune transition supraconductrice n'est parfaitement abrupte. Les inhomogénéités du matériau consécutives au processus de fabrication peuvent par exemple contribuer à la largeur de la transition.

On définit la largeur de transition comme :

$$\Delta T_c = T_2 - T_1 = T_{R=R_{90\%R_N}} - T_{R=R_{10\%R_N}}$$

Nous avons tout intérêt à avoir une largeur de transition la plus réduite possible pour augmenter la sensibilité  $\frac{\Delta R}{\Delta T}$ . En effet, l'échauffement dû au fond diffus cosmologique étant faible, l'avantage de mesurer une variation de résistance la plus élevée possible, à puissance incidente constante, paraît évident.

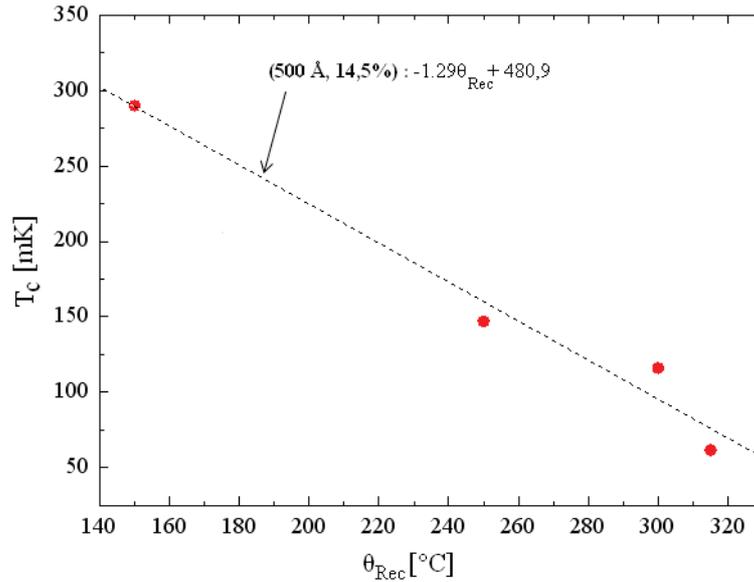
### 5.2.2 Contrôle de la $T_c$

Comme nous avons commencé à l'introduire au début de ce chapitre, l'alliage amorphe  $Nb_xSi_{1-x}$  supraconducteur présente l'avantage d'avoir une température critique aisément ajustable en fonction des différents paramètres que sont sa température de recuit, sa concentration en niobium et son épaisseur.

#### •Variation de la $T_c$ avec la température de recuit

Le premier paramètre que nous pouvons faire varier pour ajuster la température critique du  $Nb_xSi_{1-x}$  est la température  $\theta_{Rec}$  à laquelle il est recuit. L'interprétation donnée à ce paramètre [Cra11] est que le recuit modifie le désordre effectif et joue alors sur le libre parcours moyen des électrons de conduction. Il a été montré par Béal et Friedel [Bea64] que dans un alliage binaire (tel que le  $Nb_xSi_{1-x}$ ), les mouvements atomiques qui relaxent l'énergie induisent une augmentation de la résistivité, amenant le système à un état plus isolant, et donc, à un abaissement de la température critique.

La figure 5.5, tracée à partir des valeurs tirée de la figure 5.3, représente cette variation et montre clairement une dépendance linéaire de la température critique avec

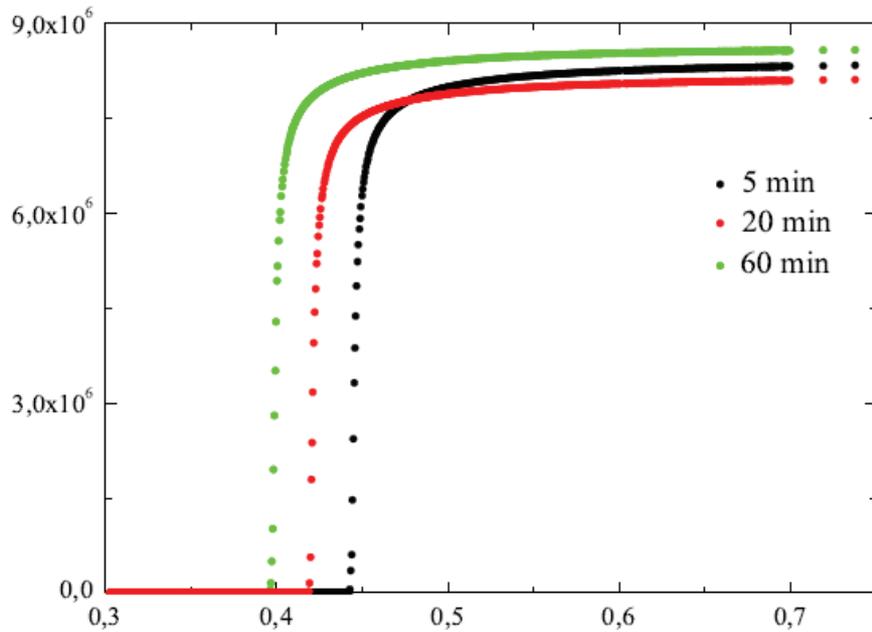


**Figure 5.5** – Variation de la température critique avec la température de recuit  $\theta_{Rec}$  pour des échantillons d'épaisseur 500 Å et de composition en niobium  $x = 14,5\%$ . Le temps de recuit est de 60 minutes.

$\theta_{Rec}$ . La  $T_c$  diminue avec l'augmentation de la température de recuit. Remarquons que la fabrication de l'échantillon induit un recuit "effectif" de l'ordre de 70°C pour le cas d'une co-évaporation sans refroidissement du substrat et que l'extrapolation de l'équation de la figure nous amène à déduire qu'un tel film aurait une température critique de 480 mK s'il était fabriqué à 0 K. Notons que la loi de variation est uniquement valable pour un échantillon d'épaisseur 500 Å et de composition en niobium de 14,5%. Il apparaît clairement la possibilité d'ajuster très finement la température critique du  $Nb_xSi_{1-x}$  en jouant sur la température de recuit.

Nous pouvons également nous demander si le temps de recuit de l'échantillon influe d'une quelconque manière sur ses caractéristiques. Le recuit pourrait modifier la structure microscopique du matériau, augmentant son niveau de désordre d'autant plus fortement que sa durée est importante. La figure 5.6 présente les résultats obtenus pour 3 films de  $Nb_xSi_{1-x}$  d'épaisseur 500 Å, recuits à 250°C durant 5 min, 20 min et 60 min.

Le temps de recuit semble agir de la même façon que la température de recuit en décalant la température critique vers des températures plus basses. Cependant, il est difficile de conclure quant à l'évolution de la résistance à l'état normal des échantillons avec le temps de recuit, les faibles différences pouvant provenir des incertitudes sur leur géométrie. Le décalage de la température critique est également plus réduit que celui induit par l'augmentation de la température de recuit : nous



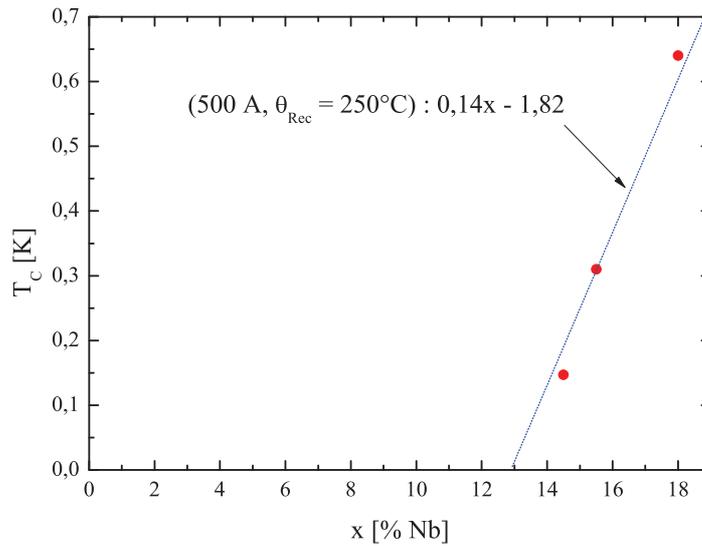
**Figure 5.6** – Courbes de résistance pour 3 films de  $Nb_xSi_{1-x}$  recuit à  $250^\circ\text{C}$  pendant 5 min, 20 min et 60 min. Les échantillons sont de mêmes dimensions. Néanmoins, ayant été élaborés indépendamment, une incertitude sur la géométrie pourrait expliquer les différences de leur résistance à l'état normal.

passons d'une  $T_c$  de 445 mK pour l'échantillon recuit 5 min à une  $T_c$  de 398 mK pour un échantillon recuit 60 min. Notons qu'en principe,  $\Delta T_c$  varie avec le  $\log$  du temps par analogie avec les études qui ont été faites sur les verres. Après 1 heure de recuit, le temps de recuit ne devrait plus avoir d'effet sensible.

- Variation de la  $T_c$  avec la concentration  $x$  en niobium

Les échantillons étudiés ont également permis de décrire l'évolution de la température critique avec la concentration en niobium sur du  $Nb_xSi_{1-x}$  d'épaisseur  $500 \text{ \AA}$  et recuit à  $250^\circ\text{C}$  (figure 5.7). Bien que l'étude se soit limitée à peu d'échantillons, une augmentation linéaire de la  $T_c$  avec la concentration  $x$  en niobium apparaît. Cette linéarité est, entre autres, une manifestation du très bon contrôle de la concentration et de l'épaisseur lors de l'évaporation. Un grand effort a été réalisé au CSNSM au niveau de la fabrication des films minces par co-évaporation afin d'obtenir une concentration  $x$  du  $Nb_xSi_{1-x}$  reproductible d'un échantillon à l'autre. Le dépôt est très stable entre le début et la fin de l'élaboration de nos couches minces afin de limiter au maximum le gradient de concentration en épaisseur.

Notons également que la variation de  $T_c$  est importante lorsque  $x$  varie. En effet,

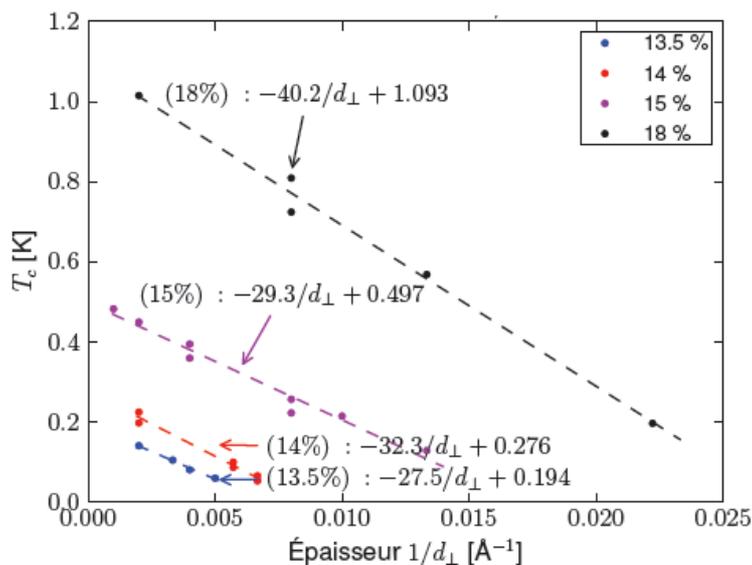


**Figure 5.7** – Variation de la température critique avec la concentration  $x$  en niobium pour des échantillons d'épaisseur 500 Å et recuits à 250° C.

la figure nous apprend également qu'entre une composition en niobium de 14.5% et de 18%, la variation de la température critique est très sensible, passant de 150 mK pour l'échantillon de plus faible composition, à 630 mK pour celui de plus forte composition en niobium.

- Variation de la  $T_c$  avec l'épaisseur

L'épaisseur est un paramètre de modification des propriétés électroniques du  $Nb_xSi_{1-x}$  qui a un rôle distinct de celui de la température de recuit ou de la composition. En effet, les études menées par O. Crauste durant sa thèse ont montré que ce paramètre avait une importance capitale dans la détermination de la température critique du  $Nb_xSi_{1-x}$  (figure 5.8) [Cra11]. Cette dernière diminue alors comme l'inverse de l'épaisseur quelque soit la composition en niobium des échantillons. Cependant, ces études se sont bornées à des échantillons d'épaisseurs inférieures à 500 Å. Nous n'avons pas fait d'étude systématique du  $Nb_xSi_{1-x}$  pour des films épais et nos résultats n'ont pas permis de comparer plusieurs films dont seule l'épaisseur variait. Il ressort néanmoins des études antérieures à ce travail que la température critique varie peu pour  $d > 500$  Å. Malgré tout, il est intéressant de noter que ce paramètre pourrait, à l'avenir, être exploité pour ajuster la  $T_c$  d'un film de  $Nb_xSi_{1-x}$ .



**Figure 5.8** – Évolution de la température critique avec l'inverse de l'épaisseur pour des échantillons de différentes compositions. D'après [Cra11].

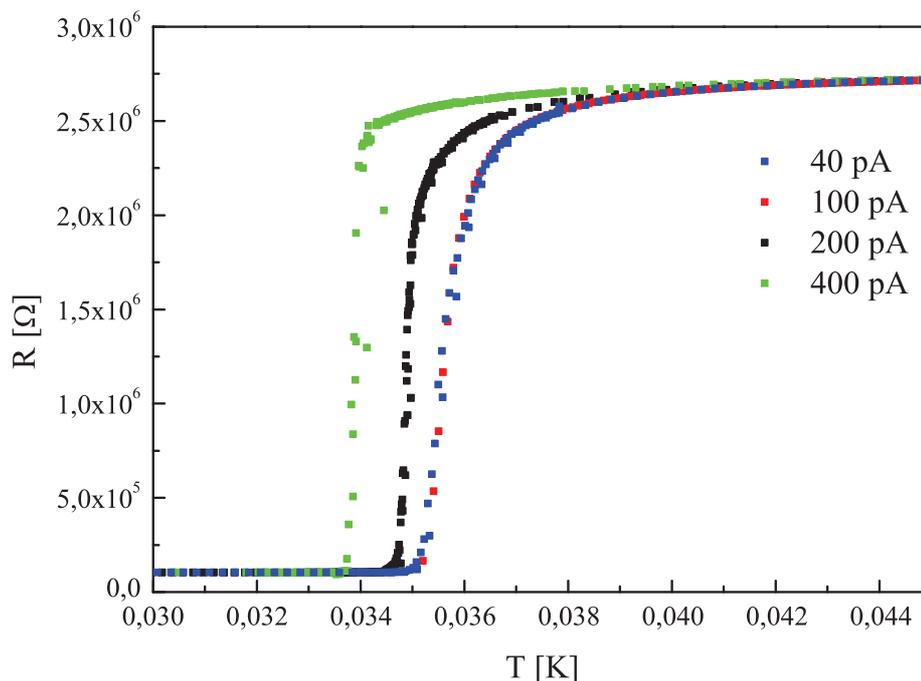
### 5.2.3 Haute impédance et effet de polarisation

Dans le cas particulier des échantillons TES mesurés à courant constant, l'effet de la polarisation influe sur la température critique. Bien évidemment, ce n'est pas un paramètre permettant un ajustement de la  $T_c$  mais un effet qui résulte du couplage entre les électrons et les phonons du  $Nb_xSi_{1-x}$  et des propriétés de la supraconductivité (cf. chap. 2).

La figure 5.9 représente les courbes de résistance d'un échantillon de type "méandres" de haute impédance (dont la géométrie est présentée figure 5.26c) de concentration en niobium  $x = 13,5\%$ , d'épaisseurs  $1100 \text{ \AA}$  et dont la largeur est respectivement  $15 \mu\text{m}$  et  $10 \mu\text{m}$ . Les courbes présentées ici montrent l'effet de la polarisation à courant  $I$  constant sur la courbe de résistance et l'apparition d'une instabilité thermique à fort courant. Cet effet nous limite sur l'intensité de la polarisation qu'il est possible d'appliquer sur nos couches minces. Au-delà d'une certaine valeur de l'ordre de la centaine de pA dans le cas des échantillons présentés ici, le système devient thermiquement instable. L'intensité maximale pouvant être appliquée sans qu'une telle instabilité thermique apparaisse a été calculée dans le chapitre 2.

## 5.3 Cohérence des échantillons

Cette partie a pour but de mettre en évidence la cohérence des échantillons étudiés et de montrer la bonne reproductibilité du  $Nb_xSi_{1-x}$  élaboré au CSNSM.



**Figure 5.9** – Effet de la polarisation sur la température critique d'un échantillon de 1100 Å.

Nos échantillons seront mis en parallèle avec ceux étudiés par O. Crauste au cours de sa thèse. Nous procéderons alors à une comparaison de différents paramètres ( $T_c$ ,  $R_{\square}$ ,  $\sigma_{4K}$ ) en fonction de la température de recuit  $\theta_{Rec}$ , de la composition  $x$  et de l'épaisseur  $d$ .

Le tableau 5.2 présente la liste des échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$  étudiés au cours de cette thèse. Ils seront comparés dans cette section aux résultats d'O. Crauste afin de s'assurer de leur cohérence<sup>2</sup>. La température de recuit a été le paramètre que nous avons principalement fait varier. Pouvant être réglé, *ex situ*, finement pour ajuster au mieux la température critique de la supraconductivité pour un échantillon donné, il permet de mettre en place un senseur thermique dont la  $T_c$  correspond précisément aux exigences de l'expérience QUBIC.

2. Il conviendra de comparer les résultats en prenant garde à la géométrie : les films de  $Nb_xSi_{1-x}$  d'O. Crauste ne se présente pas sous forme de méandres. Il a étudié des échantillons de basse impédance évaporés sur un substrat de saphir dont la géométrie est la même que celle utilisée lors de nos tests sur les matériaux candidats à l'absorbeur de rayonnement (voir chapitre 4)

Nom	épaisseur [Å]	$\theta_{Rec}[C]$	concentration $x$ [%Nb]	$l$ [ $\mu m$ ]	L [cm]	$T_c[mK]$
OR1	1100	175	13,5%	15	15,4	35
OR2	500	125	13,5%	5	2,25	73
OR6	500	150	14,5%	35	225	290
OR7	500	250	14,5%	35	225	150
OR8	500	300	14,5%	35	225	120
OR9	500	315	14,5%	35	225	62
OR10	500	330	14,5%	35	225	X
OR11	500	350	14,5%	35	225	X
OR12	500	NR	15,5%	9	1,52	410
OR13	500	NR	15,5%	5	2,24	555
OR14	500	250	15,5%	3	3,67	300

**Table 5.2** – Récapitulatif des échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$  supraconducteurs étudiés et qui seront par la suite comparés avec les résultats obtenus par O. Crauste au cours de sa thèse (NR = non recuit).

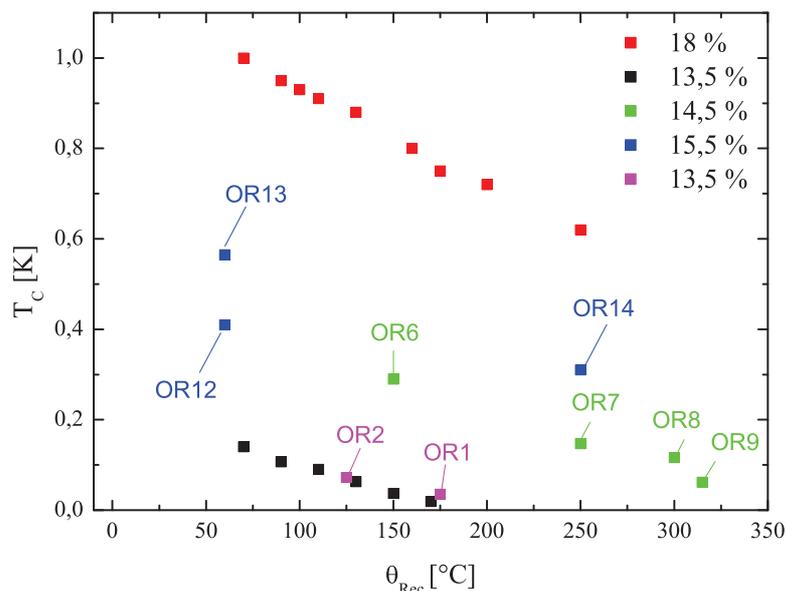
### 5.3.1 Résultats

#### 5.3.1.1 Évolution avec la température de recuit

La figure 5.10 présente l'évolution de la  $T_c$  avec la température de recuit  $\theta_{Rec}$ . Comme expliqué en 5.2.2, ce paramètre a pour conséquence d'amplifier le niveau de désordre microscopique du  $Nb_xSi_{1-x}$ . On observe en premier lieu une bonne corrélation pour les films dont la concentration en niobium est de 13,5%. Nos échantillons (OR1 et OR2) suivent la tendance déjà mise en relief par O. Crauste. Une petite différence toutefois concernant l'échantillon OR1 peut être relevée. Contrairement aux autres échantillons dont l'épaisseur est de 500 Å, l'épaisseur de ce dernier est de 1100 Å, ce qui pourrait expliquer la  $T_c$  légèrement supérieure aux films de 500 Å et de même composition. Cet écart de  $T_c$  pourrait montrer l'influence des épaisseurs supérieures à 500 Å sur la température critique.

Nos échantillons de composition  $x = 14,5\%$  paraissent cohérents avec l'ensemble des résultats, leur température critique se situant dans l'encadrement des échantillons de composition  $13,5 < x < 18,5\%$  et suivent une décroissance linéaire avec la température de recuit semblable aux compositions extrêmes.

Concernant les échantillons de composition  $x = 15,5\%$ , OR13 et OR14 suivent la même tendance, ce qui nous conforte sur leur bonne cohérence. Cependant, l'échantillon OR12 présente une température critique inférieure de 150 mK à la valeur attendue. Néanmoins, il existe une différence entre les échantillons OR12 et OR13 : bien qu'ils soient de même composition, de même épaisseur (500 Å) et non recuit, leur procédé de fabrication est différent : si l'échantillon OR13 est de même nature que les autres échantillons étudiés (c'est-à-dire un senseur sur substrat épais),

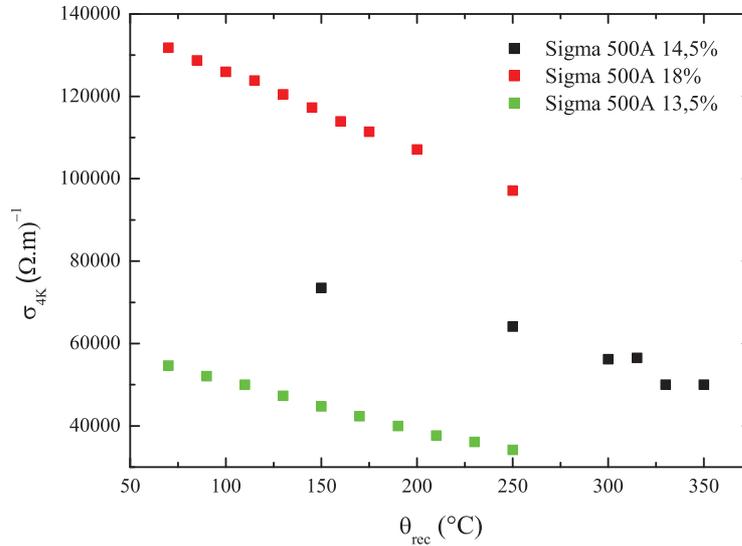


**Figure 5.10** – Évolution de la  $T_c$  en fonction de la température de recuit pour des échantillons de 500 Å (hormis OR1) et pour différentes concentrations (la valeur un peu haute de la  $T_c$  pour l'échantillon OR1 vient vraisemblablement du fait que son épaisseur est de 1100 Å au lieu de 500 Å). Notons que les échantillons OR13 et OR12 ne sont pas recuits à proprement parler. Cependant, le processus de dépôt induit une température effective de l'ordre de 70°C.

l'échantillon OR12 est un film de  $Nb_xSi_{1-x}$  sur membrane ce qui pourrait expliquer la différence dans les résultats obtenus. En effet, la thermalisation d'un tel échantillon est alors plus délicate. Ainsi, un mauvais couplage thermique entre la membrane et le bain froid pourrait nous avoir conduit à une sous-estimation de la  $T_c$ .

L'effet de la température de recuit ayant pour conséquence de faire évoluer le  $Nb_xSi_{1-x}$  vers un état plus isolant, nous devrions observer une diminution de la conductivité à l'état normal parallèlement à la réduction de la  $T_c$ . La figure 5.11 confirme cette tendance en présentant une diminution linéaire de la conductivité électrique avec  $\theta_{Rec}$  pour nos échantillons ( $x = 14,5\%$ ) et les échantillons de O. Crauste ( $x = 13,5\%$  et  $x = 18\%$ ). Qui plus est, les valeurs de  $\sigma_{4K}$  pour nos films minces complètent bien celles obtenues pour les échantillons de compositions  $x = 13,5\%$  et  $x = 18\%$ . Nous voyons donc que le temps de recuit permet de faire varier le désordre microscopique des films entraînant une diminution de la conductivité à

l'état normal.



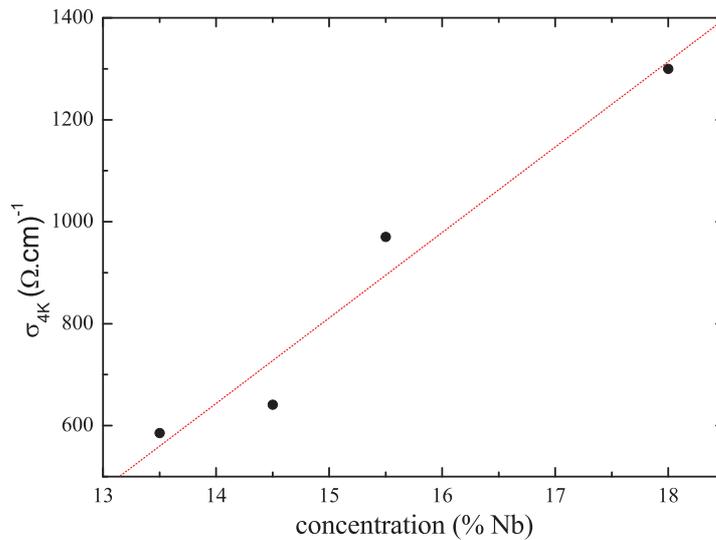
**Figure 5.11** – Évolution de la conductivité en fonction de  $\theta_{Rec}$  pour des échantillons de 500 Å et de compositions  $x = 13.5\%$ ,  $x = 14.5\%$  (OR6, OR7, OR8, OR9, OR10, OR11) et  $x = 18\%$ . Nos échantillons de compositions 14,5% sont encadrés par les échantillons d'O. Crauste.

### 5.3.1.2 Évolution avec la composition

La figure 5.12 présente l'évolution de la conductivité électrique à 4 K avec la concentration en niobium de nos échantillons ( $x = 13.5\%$ ,  $x = 14.5\%$ ,  $x = 15.5\%$ ) d'épaisseur 500 Å. Les échantillons considérés ici sont donc tridimensionnels.

L'augmentation linéaire de la conductivité avec la concentration traduit le caractère de plus en plus métallique des films qui, au-delà d'une concentration en niobium supérieure à 9%, adoptent un comportement métallique. Une étude similaire avait déjà été menée par Hertel et al. [Her83] qui ont mis en évidence l'augmentation de la conductivité avec la composition (figure 5.13) caractéristique d'une composition proche de la transition métal - isolant de Mott-Anderson (cf. 5.1).

La comparaison avec les films minces d'O. Crauste reste très limitée faute d'échantillons d'épaisseur et de recuit similaires. Néanmoins, nous pouvons d'ores et déjà remarquer que nos échantillons et celui d'O. Crauste ( $x = 18\%$ ) sont cohérents.



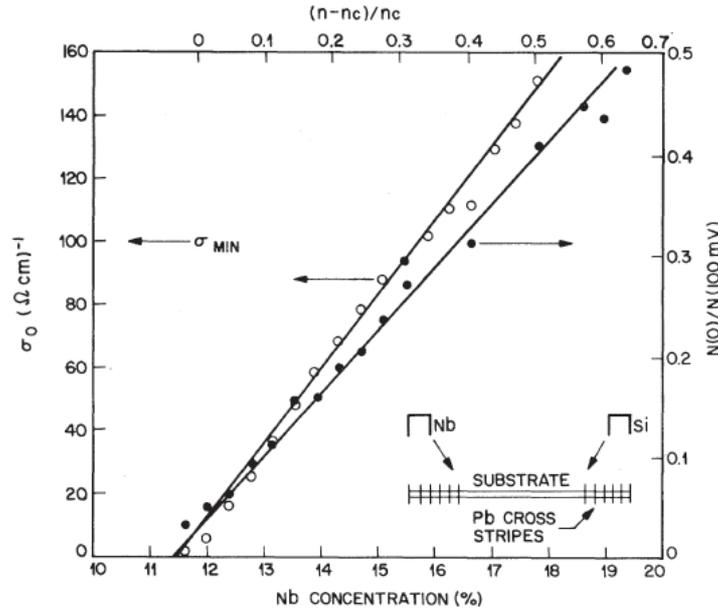
**Figure 5.12** – Évolution de la conductivité électrique à 4 K avec la concentration pour des échantillons d'épaisseur 500 Å non recuits. Nos résultats concernent les films minces de concentrations en niobium  $x = 14,5\%$  et  $15,5\%$ . Ils sont compatibles avec l'échantillon d'O. Crauste, de même épaisseur, non recuit et de concentration en niobium  $x = 18\%$ .

### 5.3.1.3 Évolution avec l'épaisseur

Nous avons vu en 5.2.2 que l'épaisseur permettait, elle aussi, d'ajuster le niveau de désordre dans les films. Pour pouvoir comparer nos résultats sur des échantillons 3D à ceux obtenus dans le cadre de la thèse d'O. Crauste sur les films minces (2D), nous avons représenté figure 5.14 la résistance carrée ( $R_{\square,4K} = \rho_{4K}/d = \frac{1}{\sigma_{4K}d}$ ) en fonction de  $1/d$ . En effet,  $R_{\square}$  est le paramètre caractérisant le désordre microscopique qui est usuellement utilisé pour les films 2D. Nos échantillons étant à la limite 2D/3D, nous pensons que cette comparaison a un sens. Notons que nos échantillons ont subi un recuit quasi identique à ceux d'O. Crauste ( $175^{\circ}\text{C}$  contre  $170^{\circ}\text{C}$ ) et leur résistance carrée à l'état normal s'ajuste bien à l'évolution constatée pour les échantillons moins épais déjà étudiés.

## 5.3.2 Conclusion

L'alliage amorphe  $Nb_xSi_{1-x}$  présente donc des propriétés particulièrement intéressantes pour des applications en tant que senseur thermique. En effet, les caractéristiques électroniques à basse température (à  $T(4K)$  et à  $T_c$ ) peuvent être ajustées d'échantillon en échantillon en variant leur composition et leur épaisseur.



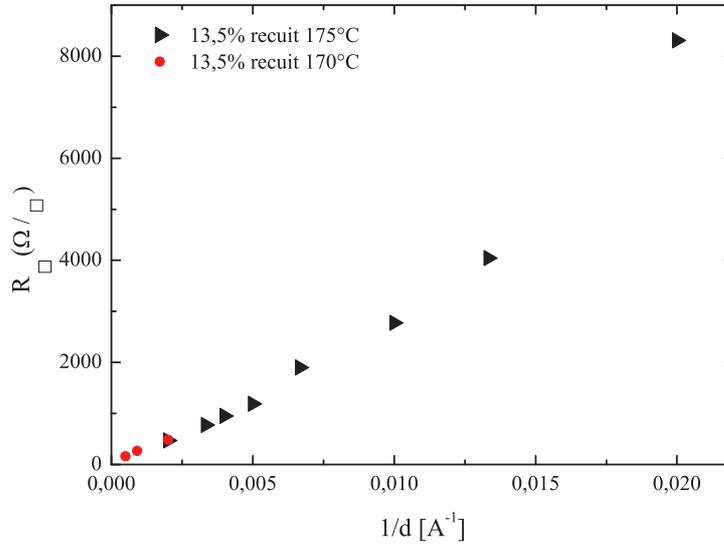
**Figure 5.13** – Évolution de la conductivité électrique (points blancs) avec la concentration et observation de la transition métal-isolant pour un échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  possédant un gradient de composition allant de  $x = 4\%$  à  $x = 18\%$ , synthétisé par sputtering [Her83]. Remarquons que la conductivité  $\sigma_0$  représente la conductivité à  $T = 0$  et a été extrapolée à partir de la dépendance de la conductivité avec la température. La conductivité à température nulle a ensuite été obtenue en extrapolant la loi obtenue. Les différences dans nos valeurs de conductivité (figure 5.12) pourraient provenir de la différence dans la technique de synthèse des échantillons : les nôtres ayant été élaborés par co-évaporation, il est vraisemblable que la synthèse par sputtering présente des caractéristiques de désordre différentes influençant les valeurs de conductivité mesurées.

Elles peuvent ensuite être finement ajustées, pour un même échantillon, via une température de recuit ajustée.

Par ailleurs, la comparaison avec les échantillons étudiés par O. Crauste démontre la bonne reproductibilité des évaporations de ce matériau au CSNSM, et donc leur qualité.

## 5.4 Sensibilité du $Nb_xSi_{1-x}$ dans l'état supraconducteur

Cette section sera consacrée à la détermination de la sensibilité sans dimension des échantillons cités dans le tableau 5.2 ainsi qu'à leur largeur de transition supra-



**Figure 5.14** – Résistance carrée en fonction de l'inverse de l'épaisseur pour les échantillons d'O. Crauste de faibles épaisseurs ( $d < 500 \text{ \AA}$ , (en noir)) et nos échantillons ( $d \geq 500 \text{ \AA}$ , (en rouge)).

conductrice  $\Delta T_c$ . Nous allons aussi montrer l'impact du recuit des échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$  sur  $\Delta T_c$ .

Nous avons estimé les sensibilités de ces échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$  au plus raide de leur transition supraconductrice (c'est-à-dire à  $T = T_c$ ) et nous montrerons que leur valeur reste toujours bien supérieure à celle des bolomètres semi-conducteurs notamment.

#### 5.4.1 Mesures des sensibilités $A$

Rappelons que la sensibilité sans dimension d'un senseur résistif s'exprime comme :

$$\alpha = \frac{T}{R_N} \frac{dR}{dT}$$

Pour estimer les sensibilités de nos échantillons, nous avons déterminé la pente au milieu de la transition (c'est-à-dire lorsque  $T = T_c$ ). Cependant, cette expression donne des résultats difficilement comparables pour des échantillons de compositions, d'épaisseurs et de températures de recuit, et donc de températures critiques différentes. Nous prendrons donc comme expression de la sensibilité :

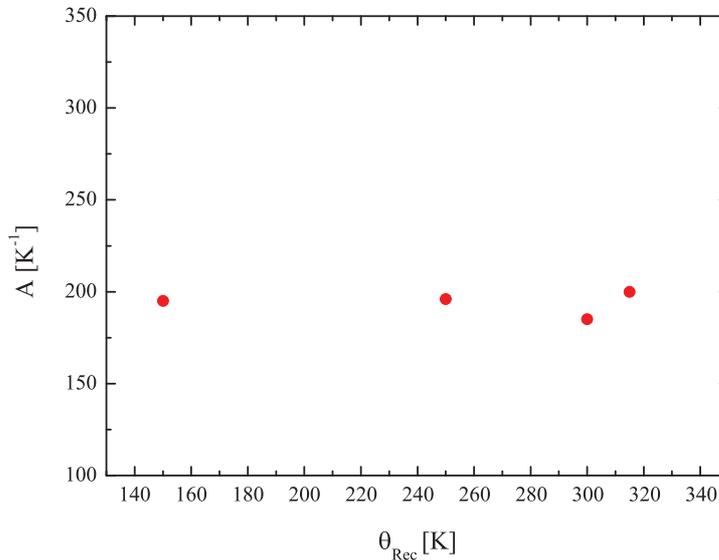
Nom	$R_N[\Omega]$	$\theta_{Rec}[mK]$	$T_c[mK]$	$A[K^{-1}]$
OR1	$2,6 \cdot 10^6$	175	35	850
OR2	$4,06 \cdot 10^6$	125	73	100
OR6	$7,61 \cdot 10^6$	150	290	195
OR7	$1,10^7$	250	150	196
OR8	$2,33 \cdot 10^7$	300	120	185
OR9	$2,26 \cdot 10^7$	315	62	200
OR12	$6,34 \cdot 10^5$	NR	410	100
OR13	$1,7 \cdot 10^6$	NR	555	115
OR14	$2,56 \cdot 10^6$	250	300	140

**Table 5.3** – Sensibilités maximales  $A_{max}$  des échantillons supraconducteurs étudiés.

$$A = \frac{1}{R_N} \frac{dR}{dT}$$

Cette quantité nous permettra de comparer les pentes des transitions et donc les variations de résistances induites par un faible changement de température au milieu de la transition supraconductrice.

Le tableau 5.3 donne les valeurs de sensibilité  $A$  obtenues pour les différents échantillons.



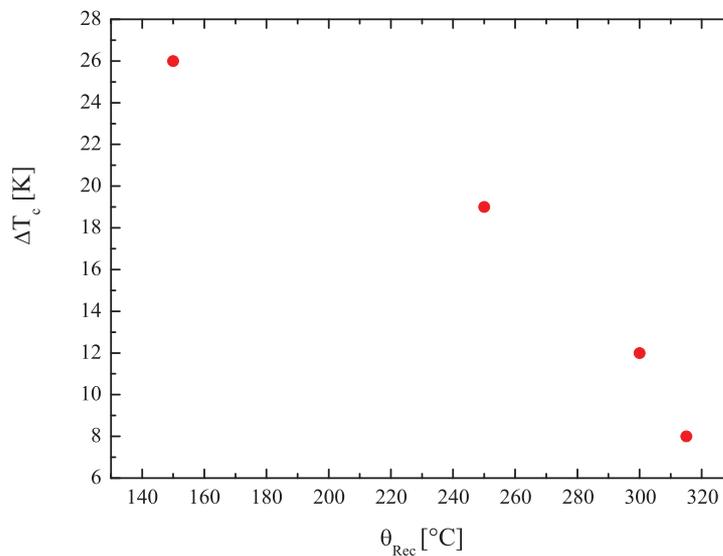
**Figure 5.15** – Sensibilité pour les échantillons OR6 à OR9, recuits de 150°C à 315°C.

Nous remarquons que les valeurs de sensibilités typiques de nos échantillons varient entre 100 et 200. La valeur de sensibilité de l'échantillon OR1 est exceptionnelle et nous n'avons pour le moment pas d'explication à une telle valeur. Quoiqu'il en

soit, ces valeurs restent bien supérieures à celles des senseurs semi-conducteurs qui ne dépassent généralement pas des  $A > 10$  [Ben96].

Dans le cas du  $Nb_xSi_{1-x}$  nous voyons que les paramètres tels que l'épaisseur ou la composition ne semblent pas avoir d'influences particulières sur la sensibilité. De plus, la figure 5.15 montre que cette dernière n'est pas - aux incertitudes près - modifiée par la température de recuit.

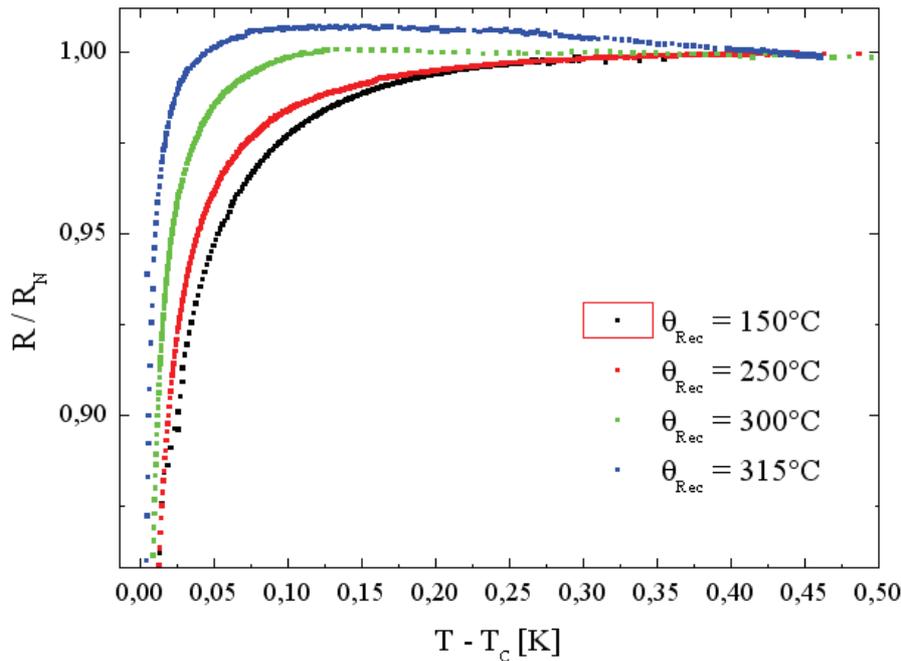
#### 5.4.2 Effet du recuit sur la largeur de transition



**Figure 5.16** – Variation de la largeur de la transition supraconductrice  $\Delta T_c$  en fonction de la température de recuit pour des échantillons d'épaisseurs 500 Å et de concentration en niobium  $x = 14,5\%$ . Rappelons que  $\Delta T_c$  est déterminée comme la différence entre la température lorsque la résistance vaut 90% de  $R_N$  et la température quand  $R$  vaut 10% de  $R_N$ .

Nous pouvons caractériser une transition supraconductrice par sa largeur. Il est intéressant, pour des applications thermométriques, de faire en sorte que cette dernière soit la plus faible possible (c'est-à-dire la transition la plus abrupte possible). Nos échantillons nous ont permis d'étudier l'influence du recuit sur la largeur de transition (figure 5.16) en mesurant  $\Delta T_c$  sur les échantillons OR6 à OR9. Ces valeurs ont été mesurées en calculant la différence entre les températures correspondant à 90% et 10% de la résistance normale.

Nous remarquons que la température de recuit semble diminuer la largeur de

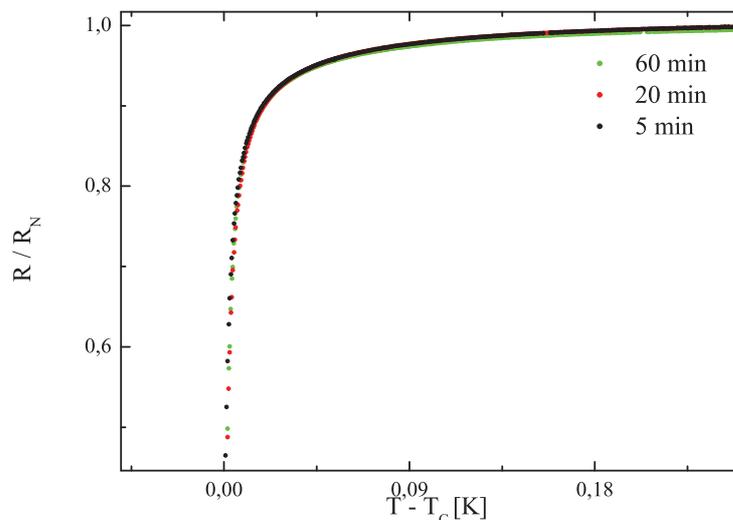


**Figure 5.17** – Comparaison des domaines de paraconductivité pour les films minces supraconducteurs de la figure 5.16. On remarque que la diminution de la largeur de transition supraconductrice  $\Delta T_c$  avec la température de recuit provient d'un début de transition plus brusque pour des échantillons recuit à plus haute température. La sensibilité maximale, c'est-à-dire la sensibilité  $A_{max}$  mesurée au milieu de la transition (à  $T = T_c$ ) ne varie pas avec la température de recuit.

transition en la faisant passer de 26 mK pour un échantillon recuit à 150°C à 8 mK pour l'échantillon recuit à 315°C. Cependant, comme le montre la figure 5.15, la sensibilité  $A$  ne paraît pas être significativement influencée par le recuit. En revanche, il apparaît une modification des domaines de paraconductivité<sup>3</sup> avec la température de recuit : le début de la transition supraconductrice paraît être de plus en plus raide à mesure que  $\theta_{Rec}$  est grand (figure 5.17). Cet effet pourrait venir de l'interprétation que nous faisons du recuit : ce paramètre désordonnant les échantillons induit une amplification de l'effet de localisation faible, cet effet étant d'autant plus marqué que la température de recuit est importante. Ceci expliquerait l'augmentation de résistance des films les plus recuits ( $\theta_{rec} = 300^\circ\text{C}$  et  $\theta_{Rec} = 315^\circ\text{C}$ ) ainsi que la diminution de la largeur de la  $T_c$ .

3. La paraconductivité correspond à la diminution de la résistance pour un régime de températures supérieures à la  $T_c$ , tout en y étant proches. Dans cette gamme de températures, des fluctuations de la conductivité dominent les propriétés électroniques du supraconducteur. Ces fluctuations tirent leur origine de différents phénomènes tels que le temps de vie fini des paires de Cooper, les interactions coulombiennes ou la diminution de la densité d'états électroniques à une particule.

Nous avons également vu dans la section 5.2.2. que le temps de recuit permet, tout comme la température de recuit, de diminuer la  $T_c$  du  $Nb_xSi_{1-x}$ . Il est alors légitime de se demander si le temps pendant lequel les échantillons sont recuits conduit aussi à une augmentation de l'effet de localisation faible et à une diminution de la largeur de transition supraconductrice. Cependant, les résultats présentés figure 5.18 ne montre aucun impact du temps de recuit sur l'allure des courbes de résistance dans le domaine de paraconductivité.



**Figure 5.18** – Comparaison des domaines paraconducteurs pour des films minces de  $Nb_xSi_{1-x}$  de composition en niobium 14,5%, d'épaisseur 500 Å et recuits à 250°C pendant 5 min, 20 min et 60 min.

### 5.4.3 Cas des matrices de bolomètres

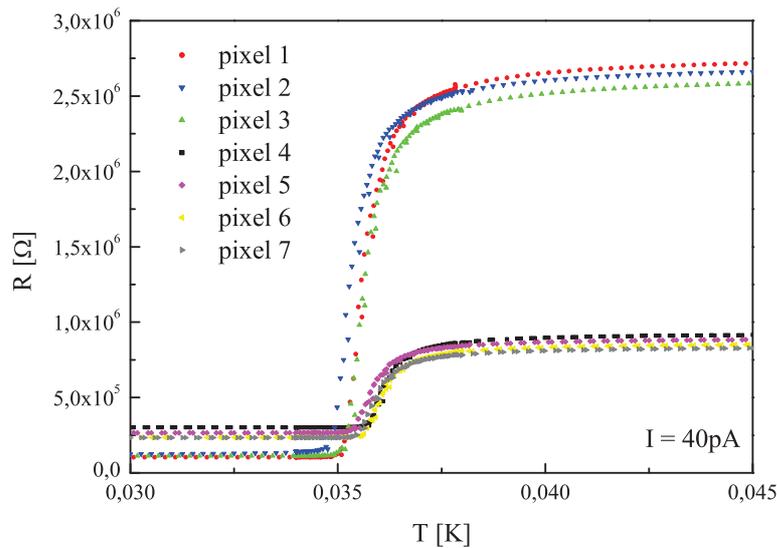
Cette sous-section est dédiée à l'étude des caractéristiques (température critique et sensibilité) des différents pixels (dotés chacun d'un senseur thermique de  $Nb_xSi_{1-x}$  identique) composant une matrice de bolomètre. En particulier, il est important de s'assurer de l'homogénéité des performances de ces senseurs à l'échelle d'objets macroscopiques tels que les matrices. Rappelons que le projet QUBIC est basé sur l'élaboration d'une matrice de bolomètres dont le design basse impédance, multiplexable à l'aide de SQUIDs, comporte 250 pixels de  $Nb_xSi_{1-x}$  montés sur un wafer de 3 pouces de type SOI. L'étude et la comparaison des performances de chacun des pixels a, dans notre cas, été effectuée sur une matrice comprenant 23 senseurs

thermiques de  $Nb_xSi_{1-x}$  supposément identiques (en terme d'épaisseur et de concentration en niobium) placés sur un wafer de 2 pouces. Cette taille de matrice nous a permis d'en mesurer les caractéristiques électriques au sein de notre cryostat à dilution.

- Températures critiques

Le premier paramètre à étudier est la température critique des senseurs thermiques. En effet, si au sein d'une matrice composée de plusieurs dizaines de senseurs thermiques, la température critique de chacun des pixels (celle des senseurs de  $Nb_xSi_{1-x}$ ) est très différente, la réponse des pixels risque d'être inhomogène. Les caractéristiques en termes de  $T_c$  entre les pixels doivent donc être très proches.

La figure 5.19 présente les courbes  $R(T)$  pour 7 pixels issus d'une matrice de 24 pixels, d'épaisseur  $d = 1100 \text{ \AA}$  et de concentration en niobium  $x = 13,5\%$ .



**Figure 5.19** – Courbes de résistance de 7 pixels d'une même matrice. Les pixels sont constitués de  $Nb_xSi_{1-x}$  d'épaisseur  $d = 1100 \text{ \AA}$  et de composition en niobium  $x = 13,5\%$ . La haute impédance des pixels est due à la géométrie. Le NbSi est déposé sous forme de méandre selon 2 géométries : une géométrie "fine" (la largeur  $l$  des méandres valant  $1 \mu m$  : pixels 1, 2 et 3) et une géométrie "large" ( $l = 5 \mu m$  : pixels 4, 5, 6 et 7).

Le tableau 5.4 regroupe les valeurs de températures critiques et de sensibilités mesurées pour chacun des pixels et permet de montrer la bonne reproductibilité des performances entre eux : la température critique varie très peu d'un pixel à l'autre

Nom	$T_c$ [mK]	$R_N$ [ $\Omega$ ]	$A$ [ $K^{-1}$ ]
Pixel 1	35,6	$2,7 \cdot 10^6$	940
Pixel 2	35,3	$2,7 \cdot 10^6$	960
Pixel 3	35,7	$2,6 \cdot 10^6$	855
Pixel 4	36,1	$9,2 \cdot 10^5$	720
Pixel 5	35,8	$8,9 \cdot 10^5$	680
Pixel 6	36,2	$8,6 \cdot 10^5$	780
Pixel 7	36	$8,3 \cdot 10^5$	790

**Table 5.4** – Température critique, résistance à l'état normal et sensibilités de 7 pixels de  $Nb_xSi_{1-x}$  d'une même matrice. Les largeurs de transition sont similaires pour tous les pixels et sont de l'ordre de  $\Delta T_c \approx 2$  mK.

quelque soit sa position au sein de la matrice, en passant de  $T_c = 35,3$  mK pour le pixel 1 à  $T_c = 36,2$  mK pour le pixel 7. Dans le même temps, la largeur de transition  $\Delta T_c$  est très similaire d'un pixel à l'autre et est comprise entre  $\Delta T_c = 1,7$  mK et  $\Delta T_c = 2$  mK. La variation de température critique est donc très faible puisque nous obtenons une variation de la température critique inférieure à 1 mK.

- Résistance à l'état normal

La résistance à l'état normal varie très peu entre chaque pixel de même géométrie, ce qui nous laisse à penser que l'élaboration des méandres de  $Nb_xSi_{1-x}$  est très reproductible. Notons cependant qu'en-dessous de la température critique, dans le domaine supraconducteur, la résistance ne chute pas à 0. Il reste une résistance résiduelle relativement importante dont l'origine n'est pas connue. Il est possible qu'une résistance parasite due au câblage de l'échantillon en soit la cause, bien que l'on ne puisse exclure catégoriquement la possibilité d'une origine purement physique.

- Sensibilités

Les valeurs de sensibilités ( $A = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT}$ ) des différents pixels de la matrice sont regroupées dans le tableau 5.4. Ces valeurs sont très proches pour une même géométrie : les échantillons pourvus des méandres les plus fins (pixels 1, 2 et 3) possèdent une sensibilité comprise entre  $A = 960$  et  $A = 855$ . Les échantillons aux méandres plus larges (pixels 4, 5, 6 et 7) ont, eux, une sensibilité plus faibles comprise entre  $A = 790$  et  $A = 680$ .

La géométrie des pixels paraît donc légèrement influencer sur la sensibilité du  $Nb_xSi_{1-x}$ . Néanmoins, ces valeurs sont assez proches et nous ne remarquons pas d'anomalies

Nom	$d[\text{Å}]$	$A$	$R_N[\Omega]$	$T_c[mK]$	$G[W/K]$	$Largeur[\mu m]$	$x[\%Nb]$
R1	500	240	$1,25 \cdot 10^6$	400	$2 \cdot 10^{-8}$	5	15,5
R2	1100	850	$2,6 \cdot 10^6$	35	$1,5 \cdot 10^{-11}$	15	13,5
R3	500	100	$0,63 \cdot 10^6$	410	$\approx 2 \cdot 10^{-11}$	9	15,5

**Table 5.5** – Caractéristiques des échantillons dont nous avons mesuré le bruit. R3 est une matrice avec des membranes. La constante  $G$  pour R1 et R2 est dominée par le couplage électron-phonon du  $Nb_xSi_{1-x}$  tandis que  $G$  est fixée par le découplage thermique de la membrane dans le cas de la matrice R3.

concernant la sensibilité des pixels d'une même matrice.

## 5.5 Bruit du $Nb_xSi_{1-x}$ à basse température

L'étude des performances du  $Nb_xSi_{1-x}$  en termes de bruit est un point crucial de ce travail. Rappelons que dans le cadre de l'expérience QUBIC, il est nécessaire de s'assurer que le bruit total du senseur thermique ne soit limité que par le bruit de photon du Fond Diffus Cosmologique. Cette section sera donc destinée aux résultats obtenus sur les mesures de bruit de 3 échantillons individuels de  $Nb_xSi_{1-x}$  ainsi que sur la mesure du bruit de différents pixels composant une matrice de bolomètre.

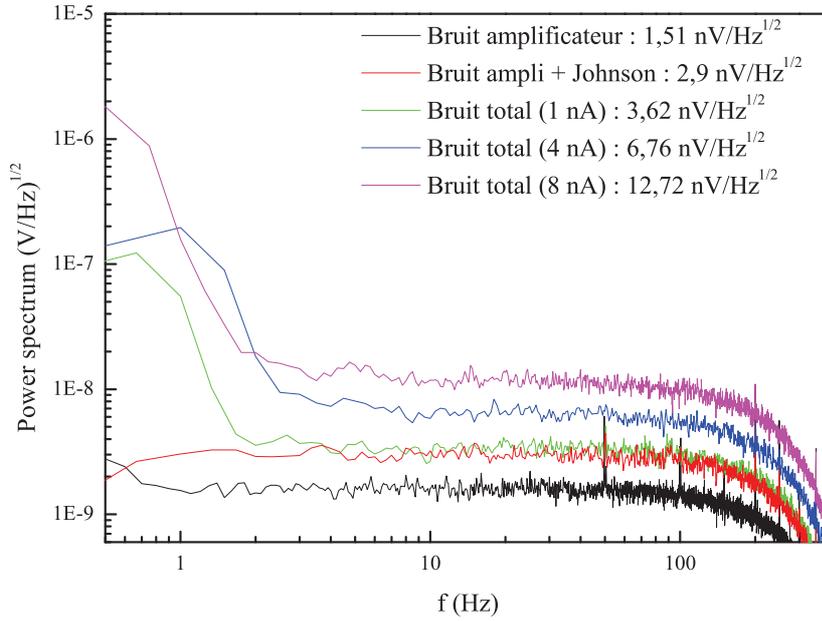
### 5.5.1 Pixel unique

Nous avons effectué des mesures de bruit pour trois échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$ , permettant de mettre en valeur leurs bonnes performances. Le tableau 5.5 présente les caractéristiques de ces films minces.

Nous avons précédemment évoqué dans la section 2.2.4 le bilan des sources principales de bruit que nous étions susceptible de rencontrer. Le bruit Johnson et le bruit de phonon en particulier sont les deux contributions les plus importantes qu'il est nécessaire d'évaluer pour s'assurer que leur niveau soit inférieur au bruit de photon.

Pour cela, il est judicieux de mesurer le bruit de l'amplificateur. L'utilisation d'amplificateurs bas bruit doit permettre de restreindre leur contribution dans la NEP totale à un niveau très bas. La figure 5.20 présente les différentes contributions au spectre de bruit (exprimées en  $nV/Hz^{1/2}$ ) pour l'échantillon R2 de  $Nb_xSi_{1-x}$  de concentration en niobium  $x = 13,5\%$  et d'épaisseur  $d = 1100 \text{ Å}$ .

Le bruit d'amplification vaut environ  $1,5 nV/Hz^{1/2}$  et est du même ordre que le bruit Johnson dont le calcul théorique nous amène à une valeur d'environ  $1,3 nV/Hz^{1/2}$ . Sa contribution au bruit total du  $Nb_xSi_{1-x}$  est donc bien réelle mais reste suffisamment limitée pour ne pas devenir problématique dans l'optimisation



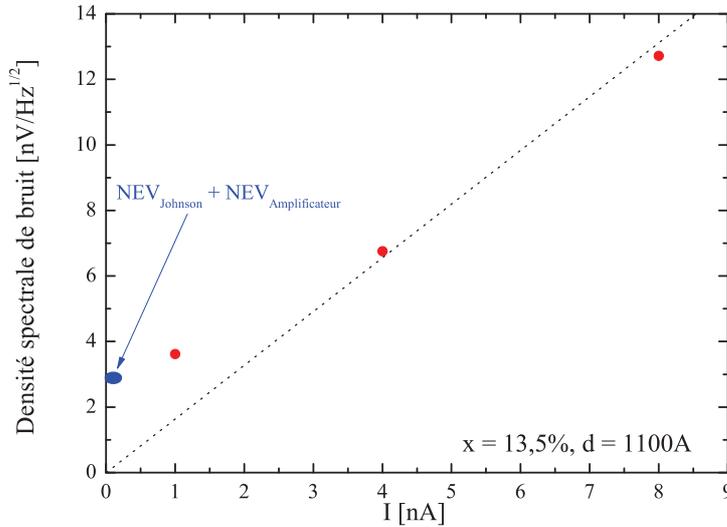
**Figure 5.20** – Spectre de puissance de l'échantillon R2 (table 5.5). Cette figure présente les différentes contributions au spectre de puissance : la contribution du bruit de l'amplificateur (en noir), de l'association du bruit Johnson et du bruit de l'amplificateur à  $I = 0$  (en rouge) ainsi que du bruit total pour différentes polarisations en courant  $I$ . Ce spectre de bruit a été mesuré à 30 mK et les valeurs relevées dans la légende ont été mesurées pour des fréquences comprises entre 10 Hz et 50 Hz.

du détecteur. La figure 5.21 est tirée de la figure 5.20 et présente l'évolution de la densité spectrale de bruit totale  $NEV$  ( $NEV_{amplificateur} + NEV_{Johnson} + NEV_{phonon}$ ) avec la polarisation en courant  $I$ . Cette évolution est linéaire avec le courant pour des courants suffisamment forts. En effet, le bruit total en tension peut s'exprimer comme :

$$NEV = \sqrt{NEV_{Johnson}^2 + NEV_{Ampli}^2 + NEV_{phonon}^2} = \sqrt{Cte + \alpha I^2}$$

À fort courant de polarisation, le bruit Johnson, ne dépendant pas de  $I$ , devient négligeable vis-à-vis du bruit de phonon et l'évolution de la densité spectrale du bruit total est linéaire avec  $I$ . Pour de faibles courants, elle tend vers la valeur de la densité de bruit  $NEV_{Johnson} + NEV_{Amplificateur}$ .

•Échantillon R1



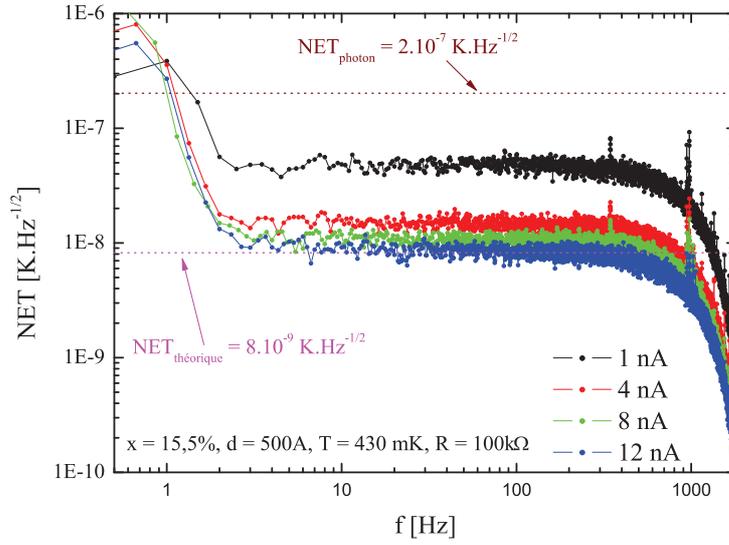
**Figure 5.21** – Évolution de la densité spectrale de bruit (en  $nV/Hz^{1/2}$ ) pour l'échantillon R1 en fonction de  $I$ . On remarque une évolution linéaire du bruit total avec le courant de polarisation  $I$ . À fort courant, les mesures sont dominées par le bruit de phonon dépendant de  $I$  tandis qu'à bas courant, les mesures convergent vers la valeur du bruit Johnson et du bruit de l'amplificateur.

Les mesures de bruit NET (Noise Equivalent Temperature) de l'échantillon R1 sont présentées figure 5.22 et décrivent l'évolution de la NET totale en fonction du courant  $I$  de polarisation, incluant le bruit de l'amplificateur, le bruit Johnson ainsi que le bruit thermique.

Nous remarquons tout d'abord l'influence du courant de polarisation sur le niveau du bruit. La NET diminue sensiblement pour des courants de polarisation compris entre 1 nA et 4 nA, passant de  $5 \cdot 10^{-8} K \cdot Hz^{-1/2}$  à  $1,5 \cdot 10^{-8} K \cdot Hz^{-1/2}$  avant de rester quasiment stable pour des courants plus élevés ( $NET = 9 \cdot 10^{-9} K \cdot Hz^{-1/2}$  à 12 nA). À faible courant, le bruit NET Johnson est prépondérant tandis qu'il diminue lorsque  $I$  augmente jusqu'à être inférieur au bruit NET de phonon, ce dernier ne dépendant pas du courant de polarisation. Nous pouvons en effet exprimer la  $NET_{Johnson}$  ainsi que la  $NET_{phonon}$  comme :

$$NET_{Johnson} = \frac{1}{I} \frac{\Delta T}{\Delta R} \sqrt{4k_B T R}$$

et, pour du  $Nb_xSi_{1-x}$  n'étant pas sur membrane,



**Figure 5.22** – Noise equivalent temperature (NET) en fonction de la fréquence pour l'échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  R1 à différents courants de polarisation ( $I = 1nA$ ,  $I = 4nA$ ,  $I = 8nA$  et  $I = 12nA$ ). La fréquence de modulation du signal est de 2 kHz. Le bruit théorique  $NET_{théorique}$  correspond au bruit de phonon du  $Nb_xSi_{1-x}$  calculé. La  $NET_{photon}$  correspond au bruit de photon pour un pixel sur membrane de type QUBIC avec un découplage thermique de  $10^{-10}$  W/K beaucoup plus faible que le découplage électron-phonon du  $Nb_xSi_{1-x}$ .

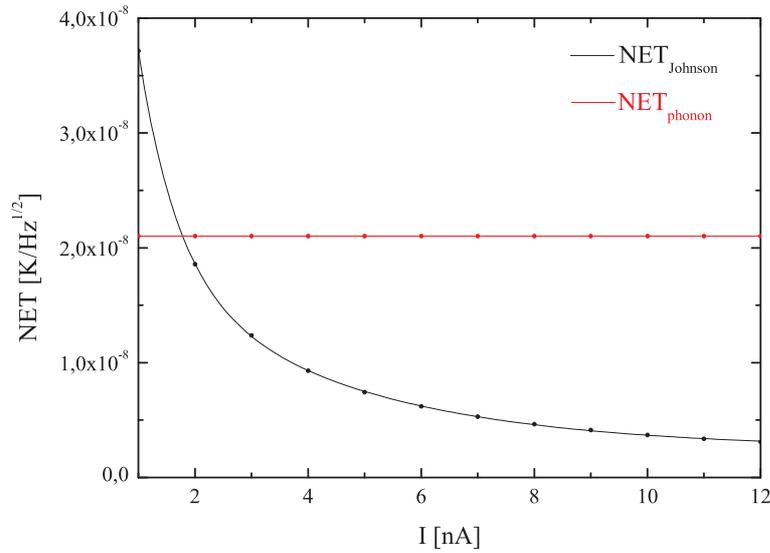
$$NET_{phonon} = \sqrt{\frac{4k_B T^2}{G_{e-ph}}}$$

$$\text{Avec } G = \Omega \cdot 5g_{e-ph} T_e^4$$

Pour une résistance  $R$  donnée, le bruit  $NET_{Johnson}$  ne dépend que du courant de polarisation  $I$  contrairement au bruit de phonon. Pour des courants  $I$  appliqués suffisamment forts, le bruit Johnson sera dépassé par le bruit de phonon qui dominera alors le bruit du  $Nb_xSi_{1-x}$  (figure 5.23).

Une remontée aux très basses fréquences ( $< 2$  Hz) due aux fluctuations de températures du cryostat est toujours présente quelque soit la polarisation tandis qu'à haute fréquence, nous observons une coupure lié au filtre de la démodulation du signal (2 kHz).

Rappelons que l'objectif est que la NEP totale du détecteur soit inférieure à la NEP provenant des fluctuations statistiques du flux de photons incidents au détecteur, cette dernière représentant une limite supérieure de bruit que nous ne devons



**Figure 5.23** – Contribution des bruits Johnson et de phonon avec le courant de polarisation appliqué. Le bruit Johnson diminue en  $1/I$  jusqu'à devenir inférieur au bruit de phonon qui lui est constant avec  $I$ .

pas franchir. De plus, nous avons vu (section 2.2.4.1) que le bruit de photon dépendait du lieu d'observation et que dans le cadre du projet QUBIC, au dôme C en Antarctique, il vaut  $2.10^{-17} \text{ W} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ . Nous exprimons la NET comme :

$$NET = \frac{NEP}{G}$$

En se fiant au cahier des charges QUBIC (chapitre 2) donnant une valeur de la conductivité thermique de l'ordre de  $G = 10^{-10} \text{ W/K}$ , nous pouvons déduire que la  $NET_{photon}$  au point d'observation de l'expérience vaut  $2.10^{-7} \text{ K/Hz}^{-1/2}$ . Notons que les mesures de la figure 5.22 ont été effectuées pour des forts courants ( $1 \text{ nA} < I < 12 \text{ nA}$ ). Le courant de polarisation  $I = 1 \text{ nA}$  correspond à une puissance  $P = 1,25 \text{ pW}$ , ce qui est compatible avec une valeur de  $G = 10^{-10} \text{ W/K}$  (entraînant une variation de température  $\Delta T \approx 10 \text{ mK}$  entre la membrane et le cryostat).

La valeur théorique de la NET (droite rose de la figure 5.22) est en très bon accord avec nos résultats expérimentaux. Elle a été calculée en utilisant une conductivité thermique, issue du couplage électron-phonon  $g_{e-ph} \approx 150 \text{ W/K}^5 \cdot \text{cm}^{-3}$  :

$$NET_{theorique} = \sqrt{\frac{4k_B T^2}{G}}$$

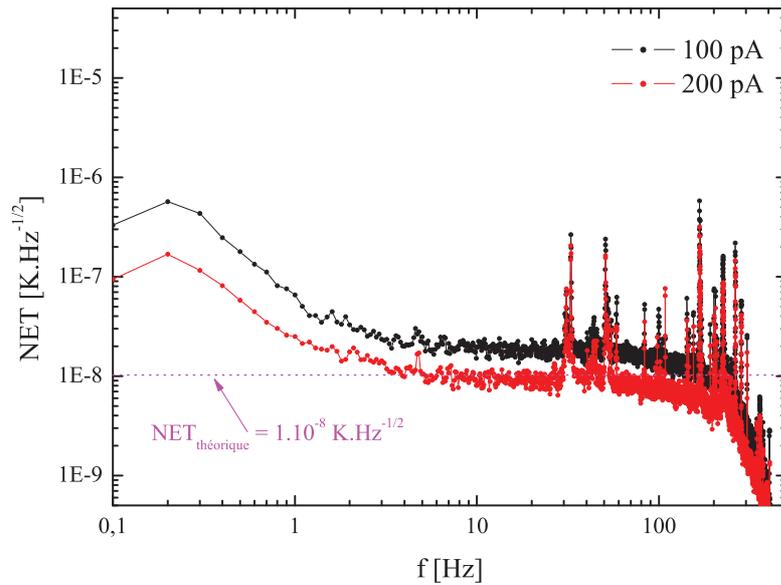
Avec

$$G = 5g_{e-ph}T^4\Omega$$

Où  $\Omega$  représente le volume du  $Nb_xSi_{1-x}$ .

Les mesures de bruit de nos échantillons sont donc conformes à l'objectif fixé. En effet, leur NET totale reste bien en dessous du seuil acceptable défini par le bruit de photon. La marge présente dans ce cas nous permet également de diminuer les dimensions de notre film d'un facteur  $10^2 = 100$  en volume sans dépasser la limite imposée par le bruit de photon. Cela aurait l'avantage de diminuer la chaleur spécifique ainsi que le temps de réponse d'une matrice de type QUBIC.

•Échantillon R2



**Figure 5.24** – Noise equivalent temperature (NET) à 35 mK en fonction de la fréquence pour l'échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  R2, d'épaisseur  $d=1100$  Å et de concentration en niobium  $x = 13,5\%$  pour deux courants de polarisation ( $I=100$  pA et  $I=200$  pA).

D'autres mesures sur l'échantillon R2, d'épaisseur  $d=1100$  Å, sont présentées figure 5.24 sous un courant de polarisation plus faible que pour l'échantillon R1 ( $I=100$  pA et  $I=200$  pA) étant donné que la température critique de cet échantillon, correspondant à la température de mesure, est bien plus faible ( $T = 35$  mK).

Le niveau de bruit varie et passe de  $2.10^{-8} \text{ K/Hz}^{1/2}$  à  $1.10^{-8} \text{ K/Hz}^{1/2}$  pour des polarisations en courant respectivement de 100 pA et 200 pA. La droite rose présente sur la courbe trace la valeur théorique de la  $NET$  définie précédemment. Cette limite se situe à une valeur de  $NET_{theorique} = 1.10^{-8} \text{ W/Hz}^{1/2}$ , ce qui est identique à la valeur de la mesure effectuée à  $I = 200 \text{ pA}$ . La  $NET_{theorique}$  a été calculée en utilisant  $G = 1,5.10^{-11} \text{ W/K}$  (tableau 5.5), mesurée grâce à la détermination du couplage électron-phonon  $g_{e-ph}$  de cet échantillon.

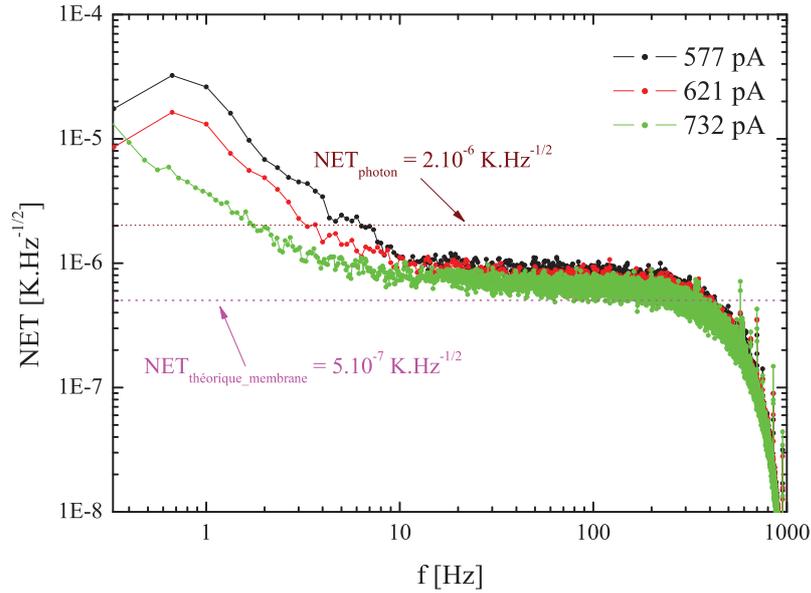
### •Échantillon R3

Les dernières mesures de bruit présentées figure 5.25 et ont été effectuées pour trois polarisations différentes (577 pA, 621 pA et 732 pA) à 400 mK sur l'échantillon R3 (échantillon sur membrane assez similaire à celui utilisé pour QUBIC).

Ces mesures mettent en évidence que, quel que soit le courant de polarisation, les valeurs de la  $NET$  sont identiques et sont égales à  $6.10^{-7} \text{ K/Hz}^{1/2}$ . Cette valeur est plus élevée que celles des échantillons R1 et R2, la différence provenant du fait que cet échantillon est sur membrane. La  $NET_{theorique}$  déterminée à partir des mesures de la conductivité thermique de la membrane ( $G_{membrane} = 2.10^{-11} \text{ W/K}$ ) est proche de la  $NET$  mesurée sous une polarisation en courant de  $I = 732 \text{ pA}$ . Il existe néanmoins expérimentalement un léger excès de bruit comparé à la valeur théorique. Il est possible que le bruit Johnson prédomine sur le bruit de phonon pour cette intensité et apporte ce surplus de bruit.

De plus, nous observons sur cet échantillon en dessous de 10 Hz une remontée en  $1/f$  qui n'est présente sur les autres échantillons qu'à des fréquences plus faibles ( $< 2 \text{ Hz}$ ). Nous pensons qu'il pourrait s'agir des fluctuations de température du cryostat qui induiraient cet effet. Cependant, ce dernier est marqué à de plus hautes fréquences ce qui nous empêche d'exclure l'hypothèse d'un bruit en  $1/f$  intrinsèque au  $Nb_xSi_{1-x}$ . Quoiqu'il en soit, nous remarquons que cette remontée du bruit à basse fréquence vient apporter une contribution qui relève le bruit  $NET$  total au-dessus du bruit de photon pour des fréquences inférieures à 10 Hz. Il conviendra donc de faire attention aux fluctuations de température du cryostat aux basses fréquences et de travailler si possible à des fréquences supérieures à 10 Hz.

La conductivité thermique  $G_{membrane}$  de l'échantillon R3 est un peu trop faible (20 pW/K) pour le "background" du Dôme C néanmoins, cet échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  sur membrane montre qu'il n'y a pas d'excès de bruit du TES pour des fréquences supérieures à 10 Hz.

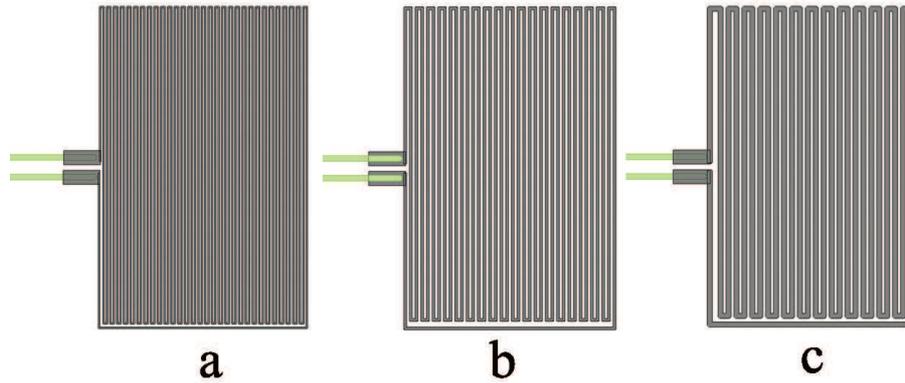


**Figure 5.25** – Noise equivalent temperature (NET) à 405 mK en fonction de la fréquence pour l'échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  R3, d'épaisseur  $d=500$  Å et de concentration en niobium  $x = 15,5\%$ , sur membrane, pour trois courants de polarisation ( $I=577$  pA,  $I=621$  pA et  $I = 732$  pA). La conductivité de la membrane vaut  $G = 2.10^{-11} W/K$  sous une polarisation en courant de 700 pA, donnant une  $NET_{membrane}$  théorique dont la valeur est presque celle de nos mesures de bruit. La résistance au point de fonctionnement vaut  $R_{NbSi} = 400k\Omega$ .

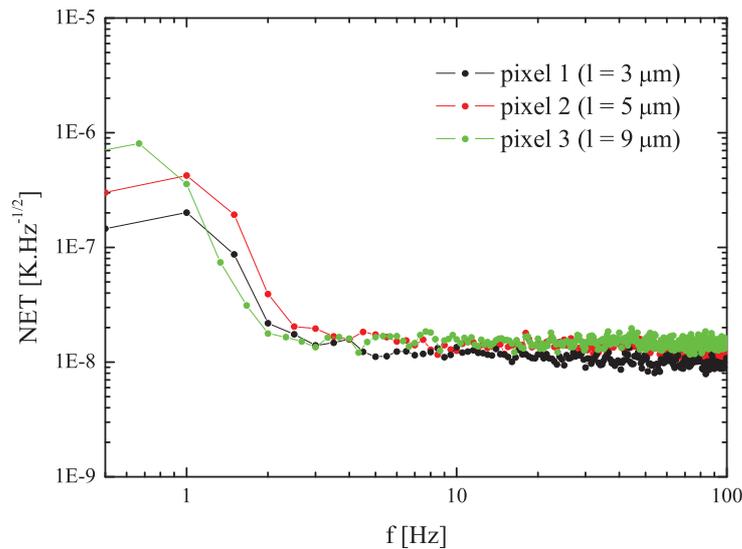
### 5.5.2 Cas des matrices de bolomètres : dispersion pour différents pixels

Il est judicieux d'étudier la dispersion en bruit total du  $Nb_xSi_{1-x}$  dans le cas de différents pixels composant une matrice de bolomètre. Nous avons procédé à des mesures sur l'échantillon R1 pour 3 pixels dont la géométrie des méandres est différente (figure 5.26), à un courant de polarisation  $I = 4$  nA et à une température  $T$  comprise entre 350 mK et 400 mK. Les caractéristiques des pixels sont détaillées dans le tableau 5.6.

La figure 5.27 présente les courbes de bruit de chacun de ces pixels et montre un niveau de bruit  $NET$  de  $1.10^{-8} K/Hz^{1/2}$  à  $1,5.10^{-8} K/Hz^{1/2}$ . Cette faible différence pourrait être due à l'incertitude sur la mesure de la sensibilité  $\Delta R/\Delta T$  néanmoins, ces variations sont minimales et la géométrie ne semble pas influencer sur le bruit des pixels. Qui plus est, ce graphique témoigne de la bonne reproductibilité des pixels



**Figure 5.26** – Géométrie des méandres de la matrice dont nous avons mesuré le bruit. La largeur de ces méandres est de : (a) :  $3\mu m$ , (b) :  $5\mu m$  et (c) :  $9\mu m$ .

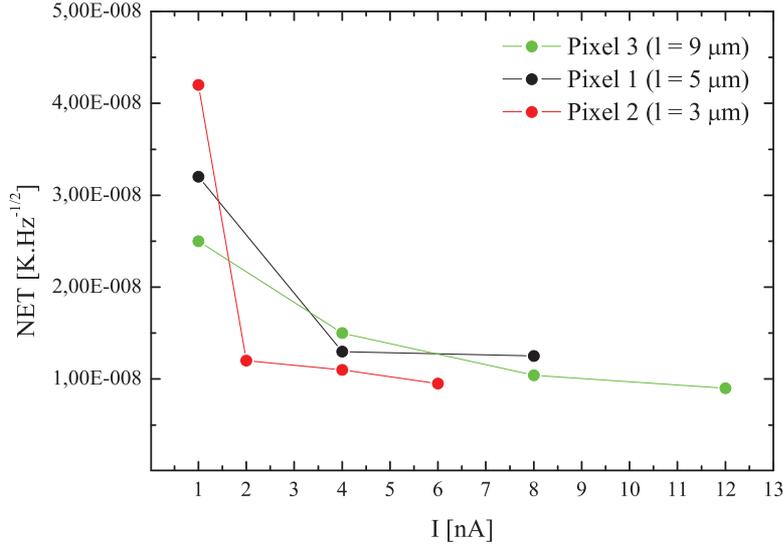


**Figure 5.27** – NET de 3 pixels composant une matrice de bolomètre (échantillon R1). Les pixels ont une épaisseur de  $500 \text{ \AA}$ , une composition en niobium  $x = 15,5\%$  et des largeurs de méandres  $l = 3\mu m$ ,  $l = 5\mu m$  et  $l = 9\mu m$ . Les mesures de bruit ont été effectuées entre  $T = 350 \text{ mK}$  et  $T = 450 \text{ mK}$  avec un courant de polarisation  $I = 4 \text{ nA}$ .

d'une même matrice en termes de bruit.

La figure 5.28 présente l'évolution de la  $NET$  en fonction du courant de polarisation  $I$  pour les 3 pixels. Rappelons que, comme noté dans le tableau 5.6, ces pixels ont tous la même épaisseur ( $d=500 \text{ \AA}$ ), la même concentration en niobium ( $x = 15,5\%$ ) et que seul leur géométrie diffère.

Nom	$d$ [Å]	Largeur [ $\mu\text{m}$ ]	Volume [ $\text{cm}^{-3}$ ]
Pixel 1	500	3	$5,3 \cdot 10^{-9}$
Pixel 2	500	5	$5,6 \cdot 10^{-9}$
Pixel 3	500	9	$6,9 \cdot 10^{-9}$

**Table 5.6** – Géométrie des pixels de la matrice étudiée.**Figure 5.28** – Évolution de la NET en fonction du courant de polarisation  $I$  pour 3 pixels d'une même matrice. Les pixels ont une épaisseur de 500 Å et une composition en niobium de 15,5%. Le bruit a été mesuré à 400 mK.

Nous pouvons d'ores et déjà remarquer qu'à faible courant de polarisation, les densités spectrales de bruit entre les pixels 1, 2 et 3 sont fortement différentes : pour  $I = 1 \text{ nA}$ , la densité spectrale de bruit passe de  $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ K/Hz}^{1/2}$  pour le pixel 3 à  $4,2 \cdot 10^{-8} \text{ K/Hz}^{1/2}$  pour le pixel 2. Cet effet est dû au fait que les pixels ont une géométrie et donc une résistance normale différente et que dans ces gammes de polarisation, le bruit Johnson prédomine sur le bruit de phonon. Un échantillon plus résistif possèdera donc un bruit Johnson plus important. Néanmoins, pour des courants de polarisation plus élevés (supérieur à 1 nA), le bruit de phonon domine le bruit Johnson et la différence entre les  $NET$  mesurées pour chacun des pixels s'amoindrit et les niveaux de bruit s'approchent d'une même valeur. Pour  $I = 4 \text{ nA}$ , nous retrouvons les valeurs mesurées sur la figure 5.27, ces dernières étant globalement identiques d'un pixel à l'autre. Les faibles différences proviennent probablement de l'incertitude sur la détermination de la pente  $\Delta R/\Delta T$ . Néanmoins, elles pourraient

également s'expliquer sur la différence dans les volumes respectifs des 3 pixels, la  $NET$  dépendant de ce dernier paramètre, bien que les variations en volumes soient très faibles.

Les mesures de bruit réalisées sur 3 pixels d'une même matrice permettent de conclure à la bonne reproductibilité des échantillons de  $Nb_xSi_{1-x}$  présents au sein d'une matrice, les mesures révélant des caractéristiques en termes de  $NET$  quasi-similaires d'un pixel à l'autre. En particulier, la géométrie des pixels et notamment la largeur des pistes du méandre et son rapport longueur/largeur ne semble pas influencer sur le bruit de phonon  $NET_{phonon}$ . Les mesures de bruit à bas courant sont dominées par le bruit Johnson comme prédit par la théorie.

## 5.6 Chaleur spécifique du $Nb_xSi_{1-x}$

Nous nous intéressons dans cette section à la chaleur spécifique du senseur thermique uniquement. C'est un paramètre crucial dans l'élaboration d'une matrice pour l'expérience QUBIC car elle déterminera directement le temps de réponse  $\tau_{fall}$  du détecteur. Notons que la chaleur spécifique dans notre cas n'a pas la même influence que dans le cas d'un calorimètre. Dans ce dernier, la chaleur spécifique jouera sur la sensibilité en température  $\Delta T$  en plus d'intervenir dans le temps de réponse.

### 5.6.1 Méthode de mesure

La chaleur spécifique d'un matériau est définie comme :

$$C = \frac{\Delta E}{\Delta T}$$

Il est possible de la déterminer expérimentalement en mesurant la variation de température produite par l'apport d'une quantité d'énergie déterminée, par exemple par l'interaction du matériau avec une particule  $\alpha$ . La mesure de la chaleur spécifique peut également se faire par modulation de la puissance dissipée. Cette dernière méthode est celle que nous avons utilisée pour déterminer la chaleur spécifique du  $Nb_xSi_{1-x}$  à 40 mK. Cette méthode consiste à mesurer le rapport entre la puissance fournie au système et la dérivée de sa température par rapport au temps. En admettant que la puissance dissipée dans l'échantillon varie comme  $P(t) = P_0 \cos(\omega t)$ , sa chaleur spécifique peut être déterminée en mesurant l'amplitude de l'oscillation thermique  $\delta T$ .

Considérons un film mince de  $Nb_xSi_{1-x}$  de résistance  $R$ . Nous appliquons un courant alternatif  $I$  à un chauffage en or disposé sur le même substrat que le film de  $Nb_xSi_{1-x}$  :

$$I = I_0 \cos\left(\frac{\omega}{2}t\right)$$

Ainsi, la puissance dissipée dans l'échantillon s'exprime comme :

$$P = RI^2 = P_0(1 + \cos(\omega t))$$

Où  $P_0 = RI_0^2/2$

En admettant que la température  $T(t)$  est uniforme dans l'échantillon, nous écrivons l'équation différentielle suivante :

$$C \frac{dT}{dt} = P(t) - G(T(t) - T_0)$$

avec  $C$  la capacité calorifique de l'échantillon,  $G$  la conductivité thermique du lien avec le bain froid de température  $T_0$ .

La solution de cette équation différentielle s'écrit :

$$T(t) = T_0 + \frac{P_0}{G} + \delta T \cos(\omega t - \phi)$$

$$\text{tg}(\phi) = \omega \cdot \tau_{fall}$$

avec :

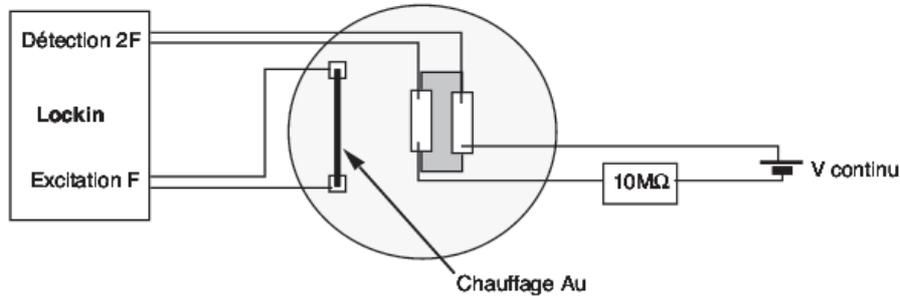
$$\tau_{fall} = \frac{C}{G}$$

,le temps de relaxation thermique.

$$\delta T = \frac{P_0}{\omega C} \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_{fall}^2}}}$$

L'un des inconvénients de cette méthode concerne la conductivité thermique finie du substrat pouvant induire des gradients thermiques. Ces derniers sont à même de modifier l'oscillation de température  $\delta T$  détectée par le thermomètre et d'amener une erreur sur la chaleur spécifique mesurée. La littérature [Man74] permet de calculer la correction à faire pour tenir compte de cet effet, cependant, le calcul se révèle complexe. Néanmoins, travailler à une fréquence de modulation suffisamment basse permet de s'affranchir de cet inconvénient, d'où l'intérêt d'avoir une fuite thermique faible entre le substrat et le bain froid.

La figure 5.29 présente le montage expérimental permettant de mesurer la chaleur spécifique en utilisant la méthode de modulation de la puissance dissipée.



**Figure 5.29** – Montage expérimental permettant de mesurer la chaleur spécifique par modulation de la puissance dissipée.

L'utilisation de l'excitation du Lockin permet de chauffer le film d'Or en polarisation alternative de fréquence  $F$ . Le thermomètre est polarisé à courant  $I$  constant et la détection de modulation de température se fait par le Lockin à  $2F$ .

### 5.6.2 Mesure de la chaleur spécifique

En mesurant l'oscillation thermique induite par une l'excitation Lockin, nous pouvons tracer  $\delta T(f)$  pour différentes fréquences (figure 5.31). L'échantillon dont la chaleur spécifique a été mesurée a une épaisseur  $d=2000 \text{ \AA}$  et une composition en niobium  $x = 13,5\%$ . Sa température critique est de l'ordre de  $T_c = 45mK$  donc, la valeur de la chaleur spécifique mesurée à  $T = 44 \text{ mK}$  se situera dans le saut de chaleur spécifique à  $T = T_c$  pour un film supraconducteur.

En effet, l'évolution de la chaleur spécifique d'un matériau supraconducteur avec la température, schématisée figure 5.30, peut se comprendre de la façon suivant :

- Pour  $T > T_c$ , le matériau se comporte comme un métal normal et suit donc la loi de Sommerfeld :

$$C_v = \gamma T$$

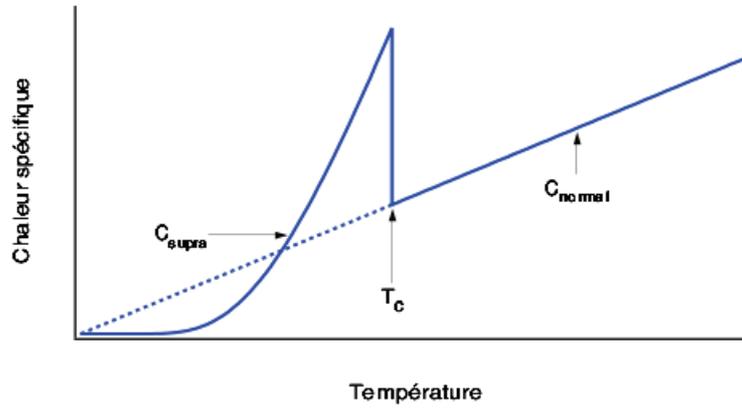
- Á  $T = T_c$ , il existe un saut de chaleur spécifique, caractéristique d'une transition de phase du second ordre, ici entre le métal normal et le supraconducteur, d'une valeur [Ash] :

$$\delta C = -4\mu_0 \frac{H_c^2(T=0)}{T_c} \approx 1,43C_v(T=T_c)$$

où  $H_c$  est le champ critique détruisant la supraconductivité, et  $\mu_0$  la perméabilité du vide.

- En-dessous de la température critique ( $T < T_c$ ), nous pouvons montrer que [Ash] :

$$\frac{C_s}{\gamma T_c} = 1.34 \left( \frac{\Delta(0)}{T} \right)^{3/2} e^{-\Delta(0)/T}$$



**Figure 5.30** – Chaleur spécifique d'un supraconducteur, inspiré de [Phi64]. Nous observons un saut de chaleur spécifique à  $T = T_c$ , caractéristique de la transition supraconducteur-métal (voir également 6.1.1)

Dans la figure 5.31, nous avons ajusté les valeurs expérimentales par la courbe d'équation :

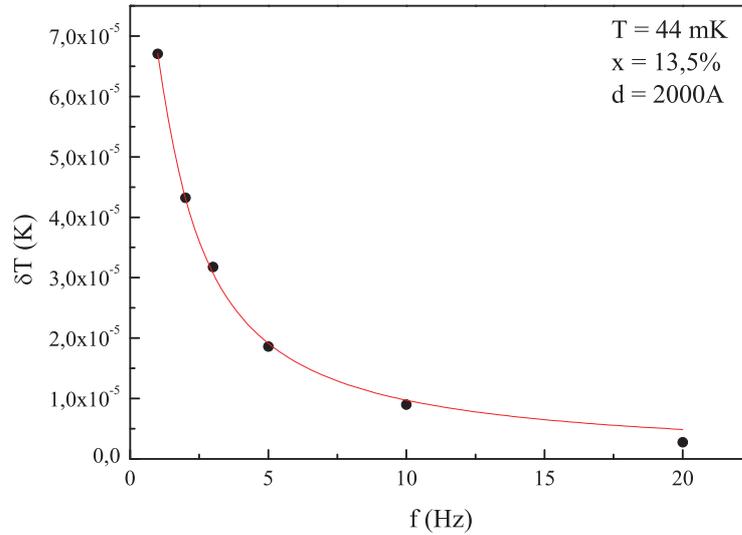
$$\delta T = \frac{P_0}{\omega C} \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{1}{\omega^2 \tau_{fall}^2}}}$$

Nous pouvons ainsi extraire les paramètres correspondant à la chaleur spécifique  $C$  et au temps de relaxation thermique  $\tau_{fall}$ . Notons que nous n'avons mesuré qu'une seule valeur de  $C$ . Comme nous comptons utiliser le film de  $Nb_xSi_{1-x}$  dans la transition supraconductrice, la valeur la plus intéressante dans notre cas se situe sur l'anomalie de chaleur spécifique ( $T = T_c$ ). Notons néanmoins qu'au-delà de la  $T_c$ , la chaleur spécifique suit la même loi que pour celle d'un métal, et est donc linéaire avec la température. Finalement, à une température  $T = T_c = 44$  mK, nous trouvons :

$$C = 4,8 \cdot 10^{-5} J/K.cm^3$$

$$\tau_{fall} \approx 150ms$$

La capacité calorifique mesurée est ici dominée par le  $Nb_xSi_{1-x}$ . Ces valeurs sont très proches de celles trouvées par S. Marnieros dans sa thèse [Mar98] pour



**Figure 5.31** – Amplitude de l’oscillation thermique  $\delta T$  en fonction de la fréquence d’excitation Lockin pour un échantillon de  $Nb_xSi_{1-x}$  d’épaisseur  $d = 2000 \text{ \AA}$  et de concentration en niobium  $x = 13,5\%$ . Les points sont ajustés par la courbe rouge dont l’équation permet d’extraire les paramètres  $\tau_{fall}$  et  $C$ .

des couches minces de  $Nb_xSi_{1-x}$  de type isolant d’Anderson ( $x = 8,5\%$ ). La chaleur spécifique du  $Nb_xSi_{1-x}$  par unité de volume est environ 10 fois supérieure à celle de l’or (cette dernière étant de  $C_{gold} = 3,1 \cdot 10^{-6} J/K.cm^3$  à  $T = 44 \text{ mK}$ ).

Le temps de relaxation thermique  $\tau_{fall}$  est relativement long comparé à celui nécessaire dans le cadre de QUBIC (de l’ordre de 10 ms) à cause d’une fuite thermique  $G$  qui est choisie petite. Ceci nous permet de travailler avec une fréquence d’excitation très faible et d’obtenir un fonctionnement homogène en température.

La forte chaleur spécifique du  $Nb_xSi_{1-x}$  nous oblige à travailler avec des couches de petites dimensions afin d’éviter un temps de réponse trop long pour les matrices de bolomètres de QUBIC (typiquement  $300\mu m \times 300\mu m \times 500 \text{ \AA}$ ).

## 5.7 Conclusion sur le $Nb_xSi_{1-x}$

Le  $Nb_xSi_{1-x}$  paraît être un très bon candidat à l’élaboration des senseurs thermiques de type TES pour les détecteurs bolométriques.

Les différents moteurs nous permettent d'ajuster sa température critique à des températures de travail différentes de façon très fine afin d'être en mesure de l'utiliser pour différentes applications. Citons par exemple la possibilité de l'employer pour l'élaboration de bolomètres avec des absorbeurs massifs travaillant à des températures inférieures à 30 mK ou, bien évidemment, pour l'observation du Fond Diffus Cosmologique, où les températures d'utilisation sont de l'ordre de la centaine de millikelvins. Notons également la possibilité d'utiliser le  $Nb_xSi_{1-x}$  pour la détection des rayons X nécessitant de travailler avec une température critique de l'ordre de  $T_c \approx 50 - 100$  mK.

L'autre avantage de cet alliage et qu'il ne semble pas présenter de bruit anormal. Ses performances ultimes sont limitées par le bruit thermodynamique qui est inférieur au bruit de photon dans le cas du projet QUBIC. De plus, le bruit en 1/f semble être très faible voir absent des échantillons si les fluctuations de température du cryostat sont correctement amorties.

La possibilité d'ajuster finement la température critique ainsi que ses performances en termes de bruit ne sont pas les seuls atouts du  $Nb_xSi_{1-x}$ . Dans l'état supraconducteur il dispose de la grande sensibilité des TES performants tels que le MoAu, bien supérieure aux matériaux semi-conducteurs. Nous avons mesuré la sensibilité de nos différents échantillons, révélant les valeurs typiques des matériaux supraconducteurs. Ces sensibilités représentent un avantage certain dans la fabrication de bolomètres.

De plus, les comparaisons effectuées dans ce chapitre montrent une bonne cohérence dans l'élaboration du  $Nb_xSi_{1-x}$  et témoignent de la haute reproductibilité de l'alliage.

Néanmoins, la chaleur spécifique du  $Nb_xSi_{1-x}$  reste assez élevée à très basse température (10 fois celle de l'or à  $T = 44$  mK). Mais la capacité calorifique totale du film pourrait être optimisée en jouant sur la géométrie de l'échantillon.

# Chapitre 6

## Mise au point de l'absorbeur

### Sommaire

---

<b>6.1 Objectifs</b> . . . . .	<b>129</b>
6.1.1 Température critique . . . . .	129
6.1.2 Impédance dans le cas des grilles d'absorption . . . . .	130
<b>6.2 Résumé des matériaux testés</b> . . . . .	<b>131</b>
<b>6.3 Aluminium petit grain</b> . . . . .	<b>133</b>
6.3.1 Procédé de fabrication . . . . .	133
6.3.2 Résultats . . . . .	134
<b>6.4 Molybdène</b> . . . . .	<b>140</b>
6.4.1 Résultats . . . . .	141
<b>6.5 Titane</b> . . . . .	<b>143</b>
6.5.1 Intérêt et processus de fabrication . . . . .	143
6.5.2 Résultats . . . . .	143
<b>6.6 Titane-Vanadium</b> . . . . .	<b>148</b>
6.6.1 Procédé d'élaboration . . . . .	149
6.6.2 Résultats . . . . .	150
<b>6.7 Conclusion</b> . . . . .	<b>156</b>

---

La mise en place d'un absorbeur adéquat constitue le second élément clé du détecteur pour QUBIC. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons aux différents paramètres à optimiser à la recherche du matériau idéal permettant de répondre à ces objectifs.

## 6.1 Objectifs

Avant de présenter les résultats obtenus sur la recherche du matériau le mieux adapté, il est essentiel de rappeler les objectifs que nous cherchons à atteindre : un absorbeur de photons à haut rendement optique et de faible capacité calorifique afin d'obtenir une constante de temps de la matrice la plus courte possible. Typiquement, l'exigence sur le temps de réponse dans le cadre de l'expérience QUBIC est  $\tau < 10$  ms. Ces objectifs nous ont conduits au choix d'un absorbeur supraconducteur dont les propriétés en termes de température de transition supraconductrice et d'impédance doivent être optimisées.

### 6.1.1 Température critique

Nous avons déjà évoqué dans la section 2.2.3.2 l'importance de la température critique de l'absorbeur supraconducteur sur la chaleur spécifique et donc sur le temps de réponse du détecteur. Ainsi, il serait extrêmement avantageux de tirer parti des propriétés de chaleur spécifique des matériaux supraconducteurs en utilisant, pour la mise au point de l'absorbeur, un matériau dont la température critique se situe à une température plusieurs fois supérieure à la température d'utilisation du détecteur. La chaleur spécifique serait alors très faible et la constante de temps optimisée.

Ainsi, la température de fonctionnement du détecteur dans le cadre de QUBIC se situant entre 100 mK et 300 mK, l'absorbeur serait optimisé moyennant l'utilisation d'un matériau supraconducteur dont la température critique serait de l'ordre du degré Kelvin. Pour garder une bonne efficacité d'absorption optique, il faut néanmoins que le gap supraconducteur reste inférieur à l'énergie des photons du fond diffus cosmologique<sup>1</sup>.

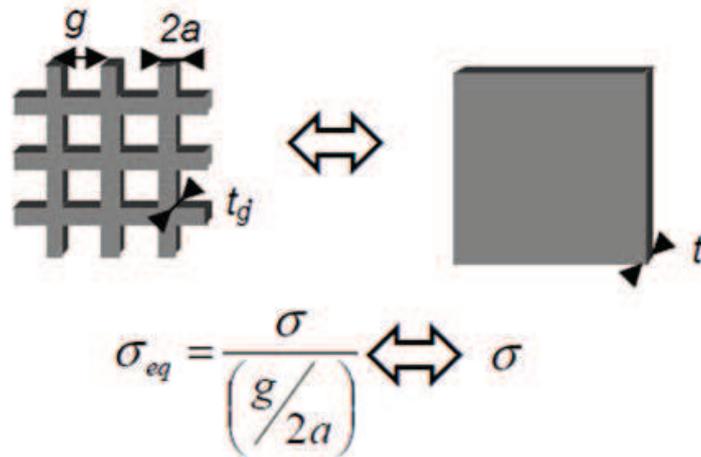
En outre, il serait intéressant d'être en mesure de posséder un matériau dont la température critique pourrait être ajustée, à l'instar de l'alliage amorphe de  $Nb_xSi_{1-x}$ , afin d'être en mesure de cibler de la façon la plus précise possible. De cette façon, nous pourrions répondre aux exigences du cahier des charges de QUBIC en anticipant s'il le faut les modifications dans la température de fonctionnement du détecteur (citons l'exemple des difficultés de cryogénie qui ont incité à revoir à la hausse la température de fonctionnement du détecteur de QUBIC en la passant de 100 mK à 300 mK).

---

1. D'une manière générale,  $T_c < h\nu_{CMB}$  sans quoi l'impédance vue par les photons sera nulle et l'absorption ne sera pas efficace

### 6.1.2 Impédance dans le cas des grilles d'absorption

Nous avons abordé dans le chapitre 3 le problème de l'absorption électromagnétique par une couche mince et avons vu qu'elle est proche de 100% pour un absorbeur ayant l'impédance du vide dans une cavité quart d'onde. Dans notre cas, l'absorbeur n'est pas formé d'une couche mince continue mais d'une grille d'absorption, nous permettant de ne pas être confronté à la nécessité d'élaborer des films trop minces mais nécessitant de calculer la valeur de l'impédance du vide associée à son taux de remplissage. La figure 6.1 présente la relation entre la conductivité électrique  $\sigma$  d'une couche mince métallique et la conductivité électrique équivalente  $\sigma_{eq}$  d'une grille métallique [Mba09].



**Figure 6.1** – Relation entre la conductivité électrique d'une couche métallique continue et d'une grille métallique [Mba09].

Nous voyons qu'il est possible de jouer sur le pas  $g$  de la grille, la largeur  $2a$  des barreaux la constituant ainsi que sur l'épaisseur de matériau  $t_g$  déposée afin de modifier sa résistance électrique. Évidemment, les limites technologiques ainsi que l'objectif consistant à mettre en place une matrice de détecteurs d'une certaine dimension nous impose un pas de grille limité et une largeur de barreaux à ne pas dépasser. Les limites technologiques, et notamment les procédés de lithographie, nous contraignent à des largeurs de barreaux qui ne sont pas plus petites que  $2\mu\text{m}$ . De plus, l'épaisseur de matériau déposé ne doit pas être trop fine afin que le film déposé soit continu. Cependant, il est possible de modifier la valeur de ces paramètres dans une certaine mesure.

Nous prenons les valeurs des différents paramètres dans le cas de notre grille

d'absorption :

$$\left\{ \begin{array}{l} g = 50\mu m \\ 2a = 5\mu m \\ t_g = 15nm \end{array} \right.$$

Le paramètre  $g$  est choisi de façon à ce que la longueur d'onde des photons du fond diffus cosmologique ( $\approx 2\text{mm}$  dans le cas de l'expérience QUBIC) lui soit très supérieure. Cette contrainte nous impose de travailler avec un pas de grille de  $200\mu m$  au maximum. Ces valeurs nous amènent à une résistance carrée optimale du dépôt de l'ordre  $37,7\Omega$ .

Rappelons que  $R_{\square} = \rho/d$ . Nous voyons alors l'intérêt d'utiliser une grille : nous pouvons alors travailler avec une épaisseur de matériau déposée plus grande comparativement au cas d'une couche continue d'absorption. Ceci est un avantage dans le cas de matériaux de forte conductivité électrique car cela évite le dépôt de couches extrêmement minces qui ne seraient pas continus ou difficilement reproductibles.

En récapitulant, nous cherchons donc à mettre au point un absorbeur dont le matériau le constituant :

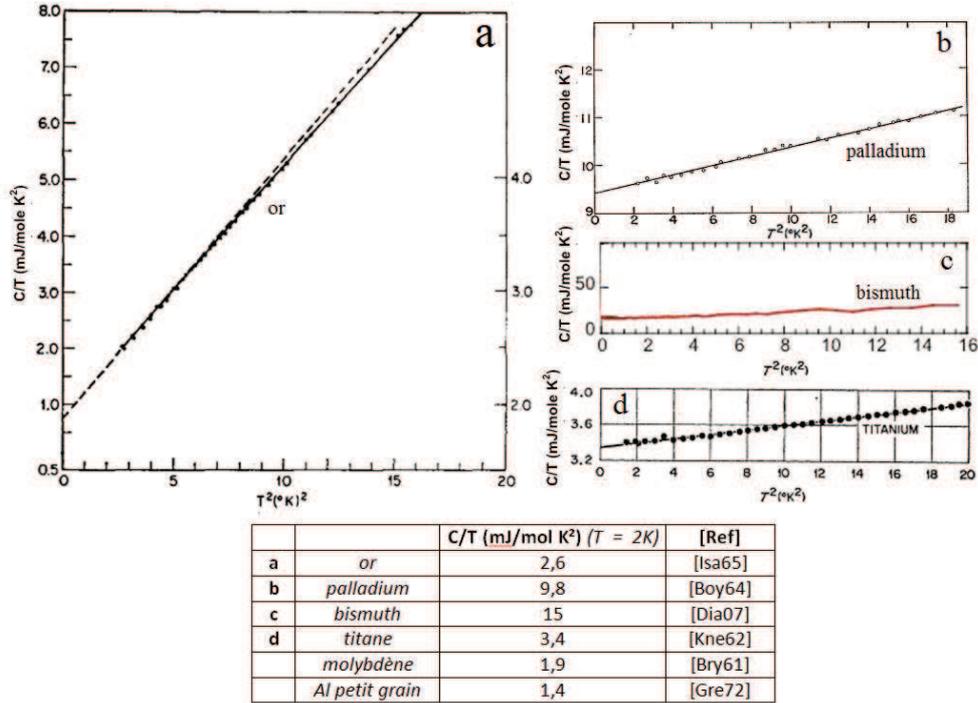
- Possède une température critique se situant aux alentours du degré Kelvin.
- Est adapté à l'impédance du vide dans le cas d'une géométrie de grille, c'est-à-dire dont la valeur de la résistance carrée est de l'ordre de  $38\Omega$ .
- Reste facile à évaporer au sein des évaporateurs à notre disposition.

Comme nous le verrons par la suite, il est loin d'être simple de répondre à ces trois critères.

## 6.2 Résumé des matériaux testés

Le palladium ou le bismuth étaient auparavant couramment utilisés pour la mise au point d'absorbeurs de rayonnement. Cependant, ces deux matériaux ont l'inconvénient de posséder une forte chaleur spécifique (figure 6.2). Nous avons, au cours de cette thèse, procédé à l'étude de différents matériaux qui nous semblaient prometteurs et la suite de ce chapitre détaillera les avantages et inconvénients de chacun d'entre eux. Les matériaux étudiés sont les suivants :

- **l'aluminium petit grain** (*section 6.3*), le premier matériau envisagé possède une température critique susceptible d'être intéressante, bien que, comme nous le verrons, relativement élevée.



**Figure 6.2** – Courbes de chaleur spécifique de l’or (a), du palladium (b), du bismuth (c), et du titane (d). Le tableau présente un comparatif des chaleurs spécifiques à 2K pour différents matériaux.

- **le molybdène** (*section 6.4*) , dont la littérature révèle la possibilité de le rendre supraconducteur à des températures modulables comprises entre 700 mK et 1K [Fab11] pour des couches minces dont l’épaisseur est de l’ordre de la centaine d’angströms.
- **le titane** (*section 6.5*) qui présente à l’état massif une transition supraconductrice à 450 mK, ce qui serait bien adapté aux matrices de QUBIC pour un fonctionnement à 100 mK. Cependant, QUBIC envisage à présent une température de fonctionnement située vers 300 mK, ce qui rend le titane inintéressant en l’état.
- **l’alliage de titane-vanadium** (*section 6.6*) dont la température critique est ajustable entre 450 mK et une température supérieure à 2K en fonction de la concentration en vanadium. Le TiV est un matériau prometteur, relativement facile à évaporer de manière reproductible.

L’intérêt de ces matériaux est qu’ils possèdent une faible chaleur spécifique à l’état normal comparée à celle du bismuth ou du palladium. La figure 6.2 montre les

courbes de chaleur spécifique à basses températures de différents matériaux ainsi que leur valeur à  $T = 2K$ . Dans leur état normal, ces matériaux présentent des chaleurs spécifiques au moins 3 fois inférieures à celle du palladium. De plus, nous pourrions bénéficier de leur supraconductivité si nous savons ajuster la température critique.

Nous allons donc présenter les résultats obtenus sur chacun de ces matériaux afin d'en vérifier les caractéristiques et de démontrer que l'alliage de titane-vanadium est celui dont les performances se rapprochent le plus de celles souhaitées pour la mise en place de l'absorbeur de rayonnement.

## 6.3 Aluminium petit grain

Le premier matériau candidat à être testé fut l'aluminium petit grain. Ce matériau est issu de l'oxydation de l'aluminium lors de son évaporation. Son avantage, en plus d'avoir une faible chaleur spécifique à basse température (section 6.1), concerne sa température critique de l'ordre de 1,4 K, c'est-à-dire dans la gamme de température souhaitée pour l'absorbeur supraconducteur. L'aluminium petit grain possède une résistivité normale supérieure à celle de l'aluminium, ce qui le rend beaucoup plus adapté à la réalisation d'une grille d'absorption. Ce matériau, déjà étudié par Deutscher et al. [Deu00], a en outre l'avantage d'avoir une température critique modulable en fonction de la taille des grains d'aluminiums le composant.

Afin de montrer ce comportement, Deutscher a élaboré des couches minces d'aluminium petits grains d'épaisseur 700 Å- en exposant l'évaporation d'aluminium à un débit d'oxygène modulable (de  $2.10^{-5}$  Torr à  $5.10^{-5}$  Torr), permettant d'obtenir des échantillons d'aluminium dont la taille des grains est contrôlée.

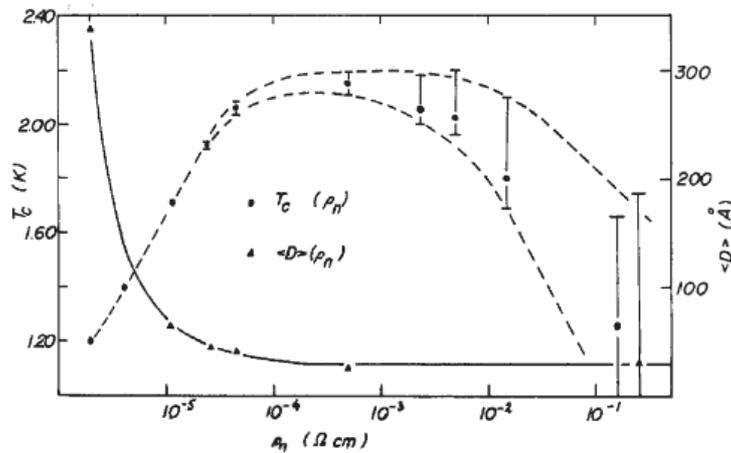
### 6.3.1 Procédé de fabrication

Contrairement à Deutscher et al., nos échantillons ont été réalisés par évaporation d'Al dans un bâti sous vide sans circulation d'oxygène mais dans un creuset en alumine. La consommation du creuset d'alumine induit un dégazage d'oxygène à l'origine de la formation des grains d'aluminium.

Nous avons déposé l'aluminium sur des plaquettes de saphir sous une pression de l'ordre de  $10^{-8}$  mbar en utilisant un canon à électron ( $I = 400$  mA) avec une vitesse de dépôt de l'ordre de 4 Å/s.

### 6.3.2 Résultats

Comme le montre la figure 6.3 [Deu72], la température critique de l'aluminium petit grain devrait augmenter avec la résistivité, du moins dans la limite des grains de grande taille, comme ce que nous supposons être le cas dans nos échantillons. De plus, nous voyons que la réduction de la taille des grains entraîne une élévation de la température critique jusqu'à une résistivité  $\rho \geq 10^{-4} \Omega.cm$ . Il apparaît alors que la tendance s'inverse pour des résistivités plus élevées et nous voyons la  $T_c$  commencer à diminuer à partir de  $\rho \geq 10^{-3} \Omega.cm$ .

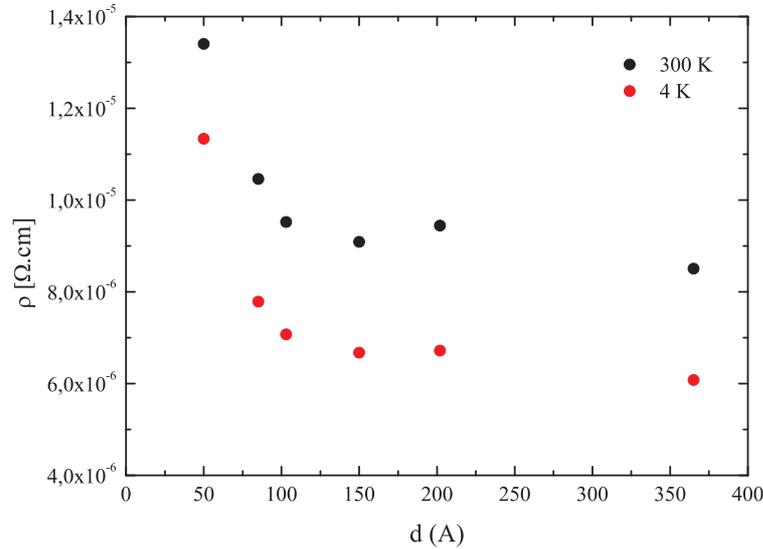


**Figure 6.3** – Évolution de la température critique ainsi que de la taille des grains d'aluminium en fonction de la résistivité  $\rho_n$ . Les films d'aluminium petit grain d'épaisseur  $700 \text{ \AA}$  ont été élaborés dans un évaporateur dans lequel un débit d'oxygène modulable circulait, permettant d'élaborer des couches minces d'aluminium dont la taille des grains a pu être contrôlée [Deu72]. Les barres d'erreurs pour les résistivités supérieures à  $10^{-3} \Omega.cm$  proviennent des courbes de résistances, donnant des transitions supraconductrices très larges dont les  $T_c$  sont difficiles à déterminer avec précision.

Notons que la température critique connaît deux régimes d'après ces mesures : elle augmente avec la résistivité et donc la taille des grains puis se stabilise avant de chuter après une certaine résistivité (de l'ordre de  $10^{-3} \Omega.cm$ ). Ce premier régime pourrait être intéressant dans notre cas car, à dégagement d'oxygène constant, nous pouvons modifier la résistivité du matériau en faisant varier l'épaisseur. Ainsi, une variation de  $d$  pourrait nous permettre de moduler la température critique entre 1,2 K et 2 K, typiquement.

Les résistivités des 6 films d'aluminium petit grains ( $56 \text{ \AA}$ ,  $75 \text{ \AA}$ ,  $103 \text{ \AA}$ ,  $150 \text{ \AA}$ ,  $200 \text{ \AA}$ ,  $365 \text{ \AA}$ ) ont été mesurées en plongeant les échantillons dans une bouteille

d'hélium nous permettant d'effectuer rapidement des mesures à 4 K.



**Figure 6.4** – Evolution de la résistivité à 300 K et à 4 K pour différentes épaisseurs d'aluminium petit grain.

Les résultats sont présentés figure 6.4. À faibles épaisseurs, la résistivité, à 300 K aussi bien qu'à 4 K, est plus importante que dans le matériau bulk. Ceci est usuel pour les films minces et l'effet en est attribué à la diminution du libre parcours moyen électronique. Au-delà d'une épaisseur d'environ 100 Å, la résistivité varie peu et atteint sa valeur bulk : le modèle de Fuchs [Fuc38] nous indique que, sous certaines conditions, la résistivité d'un métal varie comme :

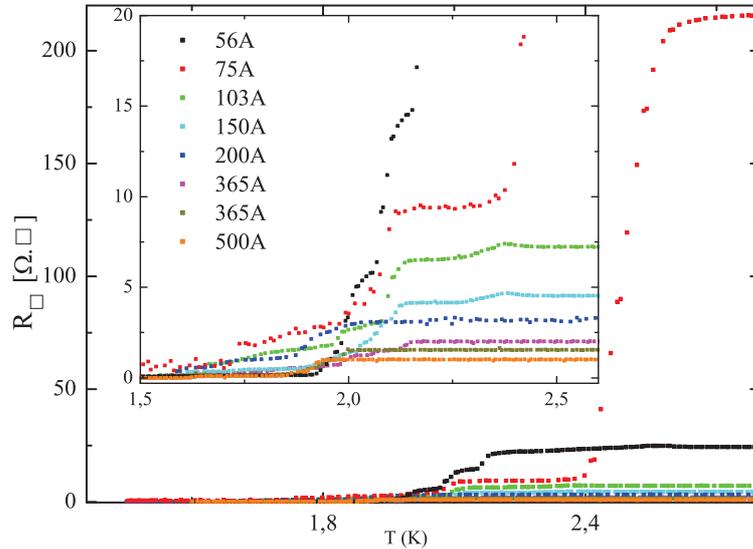
$$\rho \sim \frac{l_{bulk}}{d}$$

Où  $l_{bulk}$  est le libre parcours moyen des électrons dans le métal massif.

Alors que le libre parcours moyen des matériaux amorphes est de l'ordre de quelques Å, celui des métaux est beaucoup plus important. Typiquement, Zhang et al. [Zha04] relèvent, dans le cas de l'aluminium, un libre parcours moyen à 300 K et à l'état massif de l'ordre de 150 Å. Lorsque l'épaisseur du film mince d'aluminium devient inférieure au libre parcours moyen, les surfaces vont ajouter des centres de diffusion et la résistivité augmentera fortement. Nous constatons directement cet effet sur nos mesures : en dessous de 150 Å, la résistivité des films minces s'accroît rapidement.

La figure 6.5 présente les courbes de résistance obtenues sur les films d'aluminium petit grains d'épaisseurs comprises entre 56 Å et 500 Å (épaisseurs nominales

mesurées au quartz de l'évaporateur).



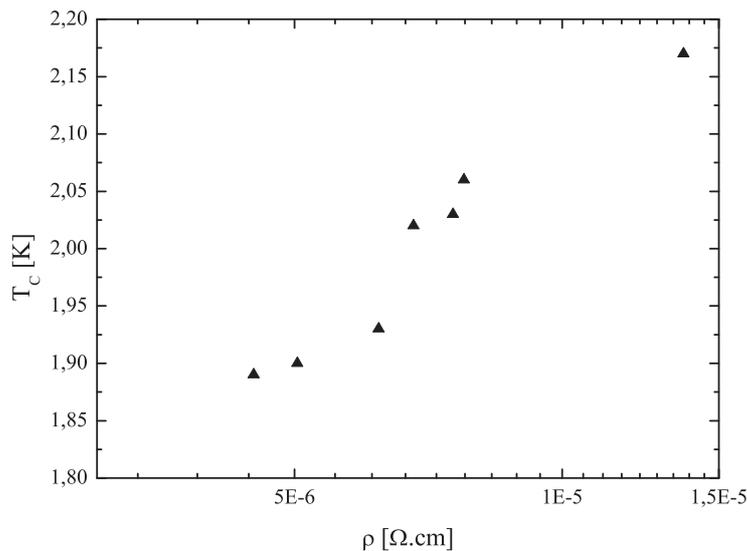
**Figure 6.5** – Courbes de résistance à basse température des différents films minces d'aluminium petits grains étudiés.

Chacun des films présente plusieurs transitions supraconductrices, le tout s'étalant sur une plage de température  $\Delta T_c$  supérieure à 100 mK. Ce phénomène pourrait provenir d'une inhomogénéité dans la taille des grains, ces derniers transitant à des températures d'autant plus élevées qu'ils sont de faible dimension. En effet, nous pouvons envisager que notre procédé de fabrication est inadapté pour pouvoir contrôler la taille des grains et faire en sorte qu'elle soit homogène ; l'évaporation d'aluminium dans des creusets d'alumine ne peut en aucun cas nous permettre de contrôler la quantité d'oxygène relâchée par la consommation des creusets ni de garantir qu'elle soit constante tout au long de l'évaporation. En outre, nous remarquons une différence notable de plus de 400 mK entre nos mesures de températures critique et celles effectuées par Deutscher et al., à résistivité comparable, nous confortant dans l'hypothèse que la différence entre méthodes d'élaboration en soit la cause. Une étude par microscopie électronique pourrait nous permettre d'affirmer cette hypothèse en estimant la taille moyenne des grains d'aluminium.

Notons par ailleurs que le film d'épaisseur 75 Å possède une transition nette commençant à 2,32 K à la valeur de  $R_{\square} = 9,4 \Omega$  jusqu'à atteindre une valeur maximale de  $R_{\square} = 215 \Omega$  à 2.73 K. Ce film étant mesuré à 3 points, la mesure de sa résistance inclue celle de ses électrodes en niobium qui transitent très vraisemblablement vers

2,5 K.

La variation de la température critique en fonction de la résistivité est présentée dans la figure 6.6. La mesure des températures critiques étant extrêmement délicate du fait des multiples transitions observées, les valeurs relevées restent très approximatives. Les valeurs de  $T_c$  sont relevées systématiquement sur la première transition et la tendance déjà observée par Deutscher et al. dans son article. L'épaisseur faisant varier la résistivité de la même façon que le diamètre des grains, il semble cohérent de remarquer que la  $T_c$  est plus faible pour des films épais. Néanmoins, nous ne disposons pas d'échantillons suffisamment résistifs pour montrer la saturation puis la diminution de la température critique observée par Deutscher pour des résistivités plus élevées. Nous n'avons pas élaborés de films suffisamment minces pour atteindre des résistivité supérieures à  $\rho = 10^{-4} \Omega.cm$ .

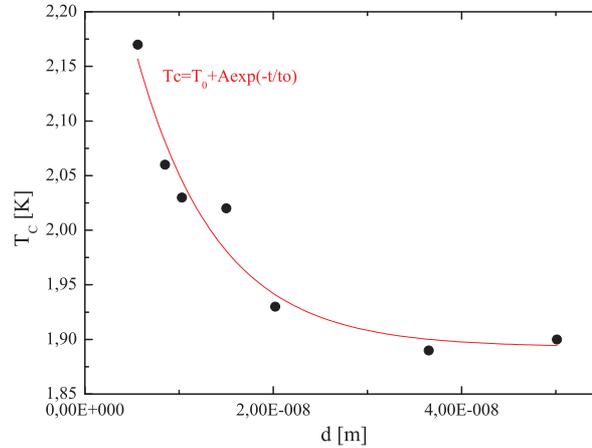


**Figure 6.6** – Température critique des films minces d'aluminium petit grains de 56 Å à 501 Å en fonction de leur résistivité électrique.

Toutefois, en estimant que la résistivité pour des films épais supérieurs à 375 Å varie peu comparé à des films d'épaisseur 700 Å, nous obtenons une certaine cohérence dans les résultats de nos mesures : le film d'épaisseur 375 Å possède une température critique de l'ordre de 1,9 K. Cette température correspond, sur la figure 6.3, à une valeur de  $\rho_n$  obtenue par Deutscher comprise entre  $10 \mu\Omega.cm$  et  $20 \mu\Omega.cm$ . Le film d'épaisseur 375 Å a une résistivité d'environ  $7 \mu\Omega.cm$ , ce qui est très proche malgré les difficultés à mesurer précisément la température critique et une méthode

d'élaboration moins bien contrôlée.

L'évolution de la  $T_c$  est présentée figure 6.7.



**Figure 6.7** – Variation de la température critique de l'aluminium petit grain avec l'épaisseur des films minces. La tendance observée est ajustée par la courbe rouge d'équation :  $T_c = T_0 + A \exp(\frac{-d}{d_0})$ , où  $T_0$  est la température critique de l'aluminium petit grain "bulk".

La température critique de l'aluminium petit grain diminue avec l'épaisseur des films en suivant la loi exponentielle :

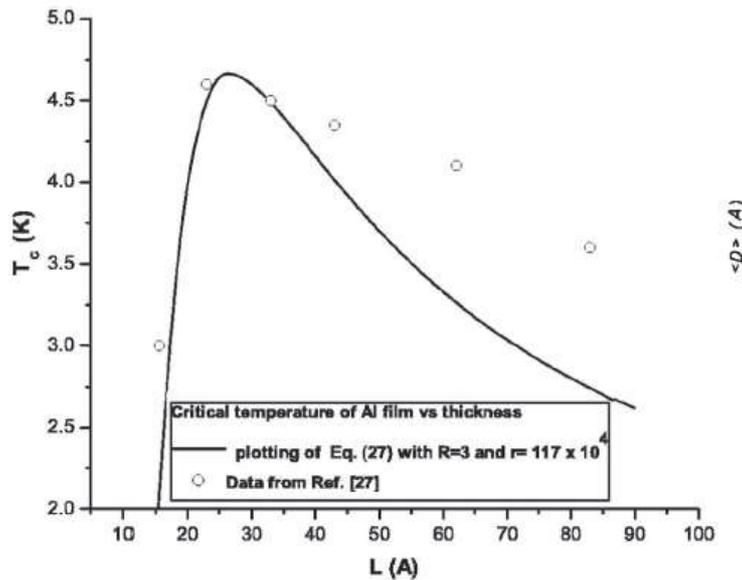
$$T_c = T_0 + A \exp\left(\frac{-d}{d_0}\right)$$

Où  $T_0$  est la température critique de l'aluminium petit grain "bulk",  $d$  l'épaisseur et  $d_0$  l'épaisseur "bulk". Nous obtenons une température bulk de l'aluminium petit grain  $T_0 = 1,9\text{K}$ .

Cette tendance a déjà été démontré par Linhares dans son article [Lin06], dont la courbe est présentée figure 6.8, présentant les températures critiques relevées pour des films minces d'aluminium de différentes épaisseurs. La courbe révèle l'existence de deux régimes dans l'évolution de la  $T_c$  avec l'épaisseur d'aluminium déposée. Dans un premier temps, la température critique augmente brutalement pour les faibles épaisseurs ( $d < 30 \text{ \AA}$ ) avant de décroître pour des épaisseurs plus grandes.

### 6.3.2.1 Évaluation de l'Al petit grain

L'aluminium petit grain aurait pu être un candidat sérieux à l'élaboration de l'absorbeur de nos bolomètres. Cependant, bien que sa température critique soit

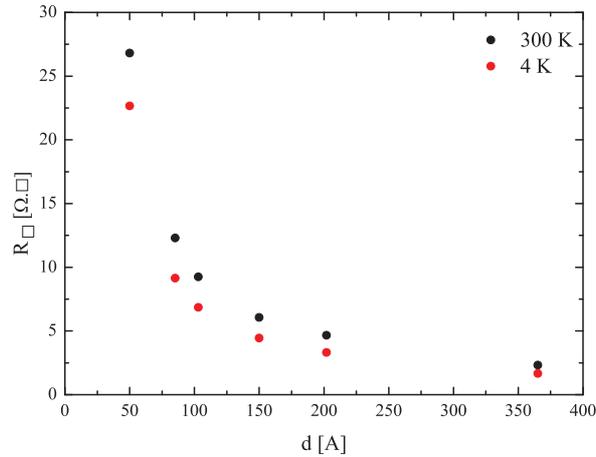


**Figure 6.8** – Variation de la température critique de l’aluminium en fonction de son épaisseur dans l’étude faite par Linhares [Lin06].

ajustable et se situe dans une tranche acceptable pour l’étude du fond diffus cosmologique, la difficulté dans la maîtrise du processus de fabrication, nécessitant de modifier le bâti de notre évaporateur afin de pouvoir évaporer l’aluminium sous une atmosphère d’oxygène contrôlable, nous a incité à chercher un matériau plus facilement frabricable.

De plus, en regardant en détail l’évolution de la résistance carrée en fonction de l’épaisseur déposée (figure 6.9), nous remarquons qu’obtenir des valeurs de résistance carrée adaptées à l’impédance du vide ( $37,7 \Omega$ ) nécessite l’élaboration de films minces inférieurs à  $50 \text{ \AA}$ . Dans ces gammes d’épaisseur, la variation de la résistance carrée est bien trop rapide, nécessitant un contrôle poussé de l’épaisseur déposée pour éviter les problèmes de reproductibilité. Qui plus est, des épaisseurs aussi faibles impliquent des températures critiques trop élevées pour l’étude du fond diffus cosmologique. En effet, la température du corps noir du CMB étant à  $2,7 \text{ K}$ , la  $T_c$  comparable de l’aluminium petits grains aux épaisseurs considérées ne nous permettrait pas d’en étudier son spectre basse fréquence.

Finalement, l’aluminium petit grain ne s’est pas avéré être un bon candidat dans le cadre de notre étude. Outre les difficultés rencontrées dans le processus de fabrication, l’impossibilité de contrôler indépendamment la température critique et la résistance carrée pose un véritable problème : cibler l’épaisseur dont la résistance carrée correspond à l’impédance du vide revient à travailler avec une  $T_c$  supérieure à 2



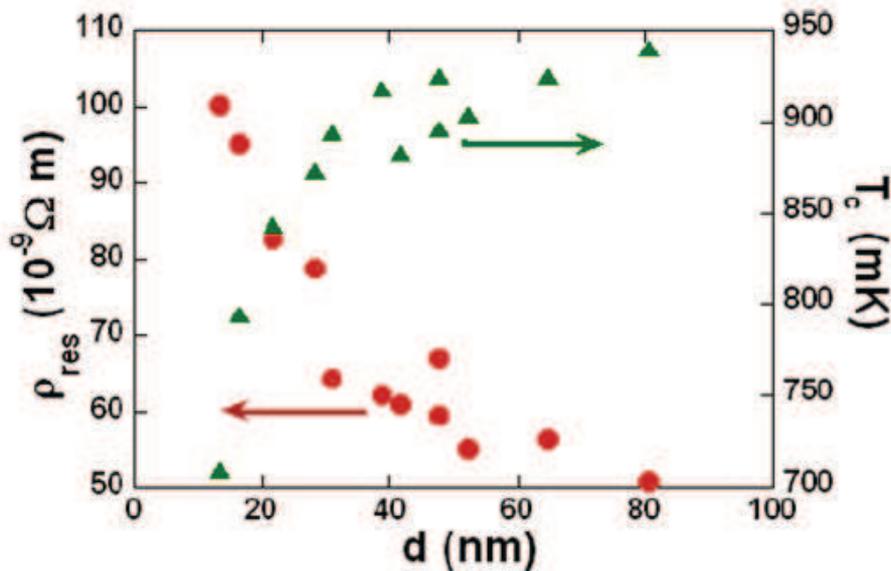
**Figure 6.9** – Variation de la résistance carrée à 300 K et à 4 K en fonction de l'épaisseur  $d$  d'aluminium petit grain déposée.

K qui n'est pas adaptée à l'absorption du rayonnement du fond diffus cosmologique.

## 6.4 Molybdène

L'idée du molybdène comme matériau candidat à l'élaboration d'un absorbeur est venu suite à la lecture d'un article de Fabrega et al. [Fab11] dans lequel est faite une étude sur l'effet de la dimension des films minces de molybdène sur la résistivité et la température critique. Notons tout d'abord que la température critique du molybdène "massif" est très intéressante pour les applications que nous avons en vue, puisqu'elle est de 0,92 K.

Fabrega et al. ont élaboré les films minces de molybdène par pulvérisation RF sous une pression d'Ar de  $10^{-2}$  mbar à la température ambiante. La pression initiale de la chambre de dépôt était de l'ordre de  $10^{-10}$  mbar et la puissance RF de 25 W. Les résultats obtenus sont présentés figure 6.10 et montrent que la température critique du molybdène décroît lorsque l'on diminue l'épaisseur des films. Les valeurs de températures critiques sont comprises entre 700 mK pour les films les moins épais ( $d \approx 15$  nm) à un peu plus de 920 mK pour les films les plus épais ( $d \approx 80$  nm). Ces valeurs de températures critiques sont de primes abords très intéressantes dans le cas d'une température de fonctionnement de l'ordre de 100 mK. Cependant, si nous envisageons une utilisation du détecteur à des températures comprises entre 300 mK et 400 mK, elles restent un peu basses.



**Figure 6.10** – Évolution de la température critique et de la résistivité de films minces de molybdène avec l'épaisseur par Fabrega et al. [Fab11].

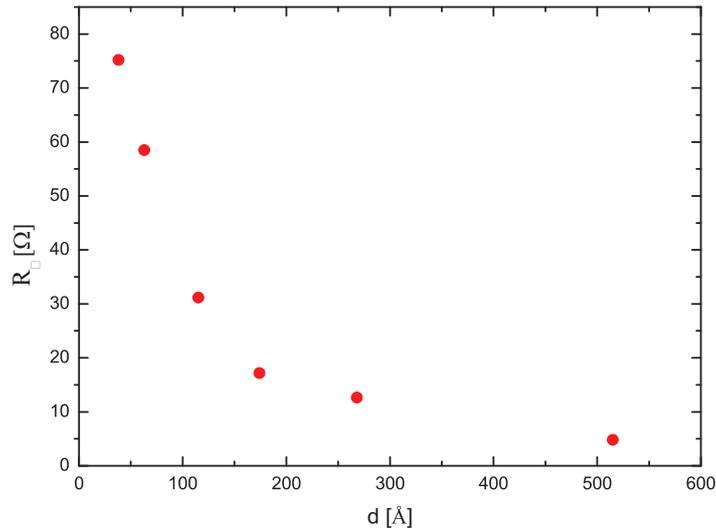
L'autre avantage du molybdène est sa chaleur spécifique faible, comparable à celle de l'or (section 6.2) et de l'ordre de 8 fois inférieure à celle du palladium pour  $T = 2$  K.

Les caractéristiques du molybdène pourraient donc en faire un matériau bien adapté à l'élaboration d'un absorbeur. Nous avons élaboré des films minces de molybdène afin d'étudier ses comportements électriques en nous basant sur une évaporation classique au canon à électron (400 mA), contrairement à Fabrega qui utilisait la pulvérisation cathodique. Les épaisseurs des films minces de molybdène sont comprises entre 40 Å et 515 Å et ont été déposées sur un substrat en saphir sous un vide compris entre  $p = 1.10^{-8}$  mbar et  $p = 8.10^{-8}$  mbar. La vitesse de dépôt quant à elle oscillait entre 2 Å/s et 3 Å/s.

### 6.4.1 Résultats

La variation de la résistance carrée à 4 K des films de molybdène en fonction de l'épaisseur (figure 6.11) nous donne une information intéressante : les valeurs de résistances pourraient correspondre à la valeur de l'impédance du vide dans le cas des futures grilles d'absorption. Néanmoins, les courbes de résistances n'ont pas montré de transitions supraconductrices. Ceci n'est d'ailleurs pas étonnant. Nous avons évaporé le molybdène sur un substrat froid, ce qui pourrait avoir eu pour effet d'effectuer une trempe brutale du matériau. Cette méthode de dépôt s'est avéré

inadéquat à l'obtention de Mo supraconducteur et pour comparer l'impact de la méthode de synthèse sur les propriétés supraconductrices des films de molybdène, il aurait fallu pouvoir synthétiser des échantillons de Mo par sputtering, méthode à laquelle nous n'avons pas immédiatement accès.



**Figure 6.11** – Variation de la résistance carrée à 4 K en fonction de l'épaisseur pour des films minces de molybdène.

N'étant pas en mesure de synthétiser les films minces en chauffant le substrat (pour obtenir de "bons" supraconducteurs de Mo par évaporation il faut chauffer le substrat vers 400°C), nous n'avons pas cherché à pousser plus loin l'étude du molybdène, préférant nous concentrer sur le titane ainsi que le titane vanadium. Le molybdène aurait pu être un matériau très intéressant cependant, nous n'avons pas obtenu les résultats escomptés, ces derniers étant très différents de ceux trouvés dans la littérature. Notons que, afin de cibler une résistance carrée avoisinant les 37 Ω, il nous aurait fallu cibler une épaisseur de 100 Å. Dans cette gamme d'épaisseur, la résistance carrée varie suffisamment rapidement pour qu'il soit délicat de reproduire un film d'épaisseur sans faire varier la résistance carrée au-delà des limites acceptables. Qui plus est, selon l'article de Fabrega et al., les températures critiques à ces épaisseurs sont inférieures à 700 mK, ce qui aurait pu convenir pour une utilisation du détecteur à 100 mK mais aurait été moins adapté pour une température d'utilisation de 300 mK retenues actuellement pour l'expérience QUBIC.

Série	épaisseur [ AA]	évaporateur
1	34, 64, 185, 246, 366, 605	évaporateur 1
2	159, 172, 189, 199	évaporateur 2
3	223, 557	évaporateur 2
3 (Graphite)	186, 486	évaporateur 2

**Table 6.1** – Récapitulatif des différentes séries d'évaporation. La série 3 (Graphite) représente des échantillons évaporés dans un creuset en graphite, contrairement aux autres échantillons dont le titane est évaporé directement au canon à électrons.

## 6.5 Titane

### 6.5.1 Intérêt et processus de fabrication

L'idée de la possible utilisation de l'alliage titane-vanadium provient de l'étude du titane pur comme candidat à l'élaboration de l'absorbeur. En effet, la chaleur spécifique du titane, mesurée par Collings et Ho [Col70] est faible par rapport au palladium utilisé jusqu'alors pour la fabrication des grilles d'absorption (section 6.2). Qui plus est, la température critique du titane pur massif est de 450 mK, ce qui est plus de 4 fois supérieur à la température d'utilisation initialement prévue à 100 mK par QUBIC pour son détecteur.

Il est en outre assez facile d'évaporer du titane. Cependant, sa tendance à s'oxyder nécessite de travailler sous une pression la plus faible possible avec une vitesse de dépôt suffisamment élevée afin de minimiser le nombre de couches d'oxygène qui se déposent également puisque le vide dans lequel se trouve le substrat n'est pas parfait. Nous avons donc élaboré nos films de titane dans un vide poussé ( $\approx 10^{-8}$  mbar) avec une vitesse de dépôt de 5 Å/s et en évaporant le titane par *e-beam*, avec un canon à électrons (200 mA sous 4 kV).

Afin de protéger les films minces de titane de l'oxydation, nous avons recouvert chaque dépôt d'une couche de SiO d'environ 250 Å<sup>2</sup>.

### 6.5.2 Résultats

#### 6.5.2.1 Résumé des échantillons testés

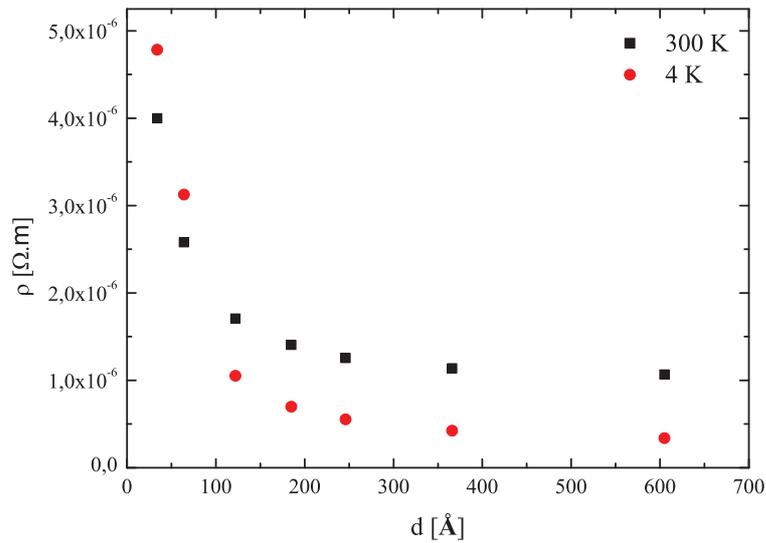
Plusieurs séries d'échantillons de titane ont été testées et sont résumées dans le tableau 6.1.

---

2. Notons que l'épaisseur de SiO déposée n'est pas critique, néanmoins il convient de la limiter afin d'éviter de trop augmenter la chaleur spécifique

Notons que le dépôt des films minces de titane pour la première série d'échantillons s'est effectué dans un évaporateur différent des deux autres séries.

### 6.5.2.2 Série 1

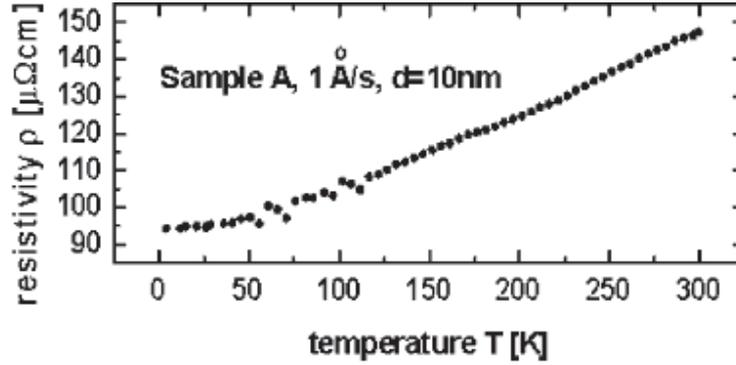


**Figure 6.12** – Résistivité à 300 K et à 4 K des films minces de titane en fonction de l'épaisseur.

Des mesures de résistivités à 300 K et à 4 K (figure 6.12) pour les films minces de la série 1 ont été réalisées en trempant les échantillons dans un bidon d'hélium et nous donnent des valeurs conformes à celles que nous pouvons trouver dans la littérature (figure 6.13) [Hof66]. Nous obtenons en effet une résistivité de l'ordre de  $100 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  à 4 K et un peu moins de  $200 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  à 300 K pour un film mince de titane d'épaisseur  $100 \text{ \AA}$ . Les valeurs mesurées par Hoffman sont assez proches à 300 K : il obtient pour une même épaisseur une résistivité de l'ordre de  $150 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  tandis qu'à 4 K, cette valeur est de  $95 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ .

Notons que Hoffman a élaboré ses films minces de titane sous une pression un peu plus élevée ( $1 \cdot 10^{-7}$  mbar) et une vitesse de dépôt plus lente ( $1 \text{ \AA/s}$ ). Les valeurs de résistivité ne semblent donc pas varier très sensiblement avec la vitesse de dépôt et le vide de la chambre d'évaporation.

Comme dans le cas de l'aluminium, la résistivité à 300 K et à 4 K du titane évolue selon le modèle de Fuchs. Lorsque  $d$  est inférieur au libre parcours moyen des électrons dans le titane massif, les surfaces vont rajouter des mécanismes de diffusion qui vont rapidement contribuer à  $\rho$ .

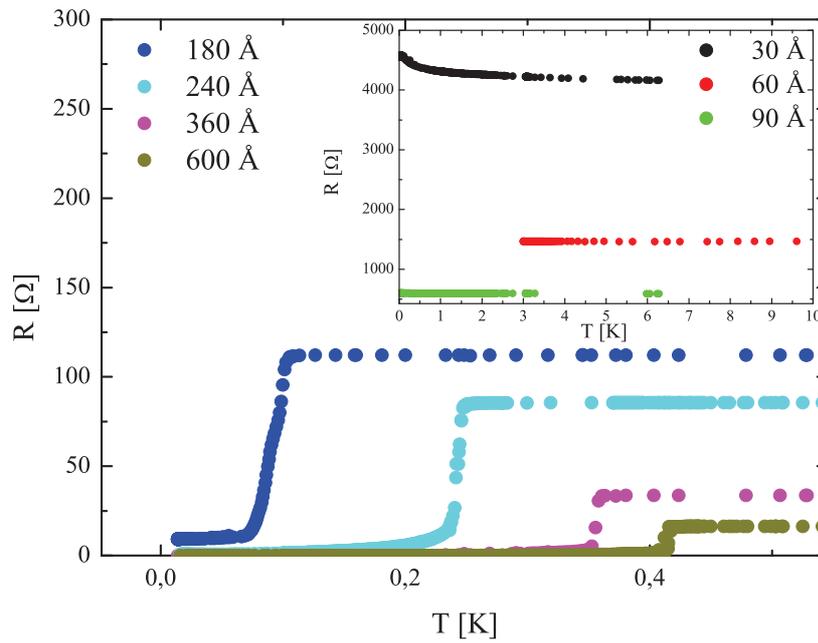


**Figure 6.13** – Résistivité du titane mesuré par Hofman pour un film mince de titane de 100 Å déposé à une vitesse de 1 Å/s [Hof66].

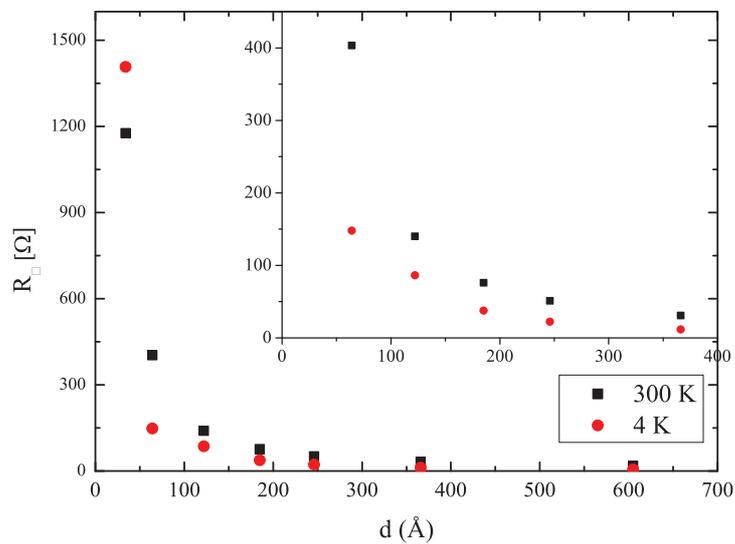
Les courbes de résistance à basse température mesurées grâce au cryostat à dilution montrent quant à elles des températures critiques inférieures ou égales à 420 mK (figure 6.14). Le titane suit la tendance relevée par l’alliage amorphe de  $Nb_xSi_{1-x}$  ainsi que pour de nombreux matériaux étudiés dans le cadre de la transition supraconducteur-isolant. La température critique la plus élevée est celle du film de titane d’épaisseur 600 Å, correspondant à la température critique du titane massif. Les températures critiques diminuent ensuite jusqu’à atteindre environ 100 mK pour le film d’épaisseur  $d = 180$  Å.

Les films plus minces ( $\leq 90$  Å) ne sont plus supraconducteurs mais adoptent un comportement isolant. Cette caractéristique se rapproche de celle obtenue avec le  $Nb_xSi_{1-x}$  : au fur et à mesure que l’on diminue l’épaisseur déposée, la température critique se déplace vers de plus basses températures. Parallèlement, la résistance à l’état normal augmente jusqu’à la transition supraconducteur-isolant, où la supraconductivité est brisée. Il est par ailleurs possible que les films de plus faibles épaisseurs ne soient plus continus.

Les valeurs de résistance carrée correspondantes, présentées figure 6.15 nous permettent d’estimer la gamme d’épaisseur nécessaire pour qu’une grille d’absorption en titane soit adaptée à l’impédance du vide. D’après ces résultats, une couche mince de titane d’épaisseur  $d = 180$  Å serait optimale, la résistance carrée d’un tel film avoisinant les 37 Ω. Néanmoins, cette épaisseur correspond une température critique  $T_c = 100$  mK. Cette température est inférieure à celle du détecteur de QUBIC (300 mK - 400 mK). L’utilisation du titane supraconducteur comme matériau pour l’absorbeur ne nous permettrait pas de profiter des avantages liés à la chute de chaleur spécifique à l’état supraconducteur.



**Figure 6.14** – Courbes de résistance de films minces de titane pour différentes épaisseurs à basse température (série 1).



**Figure 6.15** – Résistance carrée à 300 K et à 4 K de films de titane en fonction de leur épaisseur (série 1).

Cette série est remarquablement cohérente et illustre sur le titane des observations générales faites des effets de l'épaisseur sur la résistance normale et la température critique d'un métal ou d'un alliage ([Cra11]). Une telle cohérence est rarement observée sur ce matériau très sensible aux pollutions ( $O_2$ ,  $H_2$ , etc...) couramment utilisé comme auxiliaire de pompage par effet "getter" dans les enceintes à ultra-vide. La série suivante viendra confirmer cette difficulté. Nous savons néanmoins pouvoir recourir à un dispositif, celui qui a permis la fabrication de cette série 1, dont la qualité permet d'envisager l'utilisation de films de titane.

### 6.5.2.3 Reproductibilité du titane

Bien que la température critique trop basse du titane empêche son utilisation dans le domaine supraconducteur, sa chaleur spécifique dans son état normal reste 3 fois inférieure à celle du palladium (section 6.2). Une épaisseur de 180 Å nous permettrait donc, malgré tout, de profiter de sa faible chaleur spécifique à l'état normal.

Dans ce sens, nous avons effectué des mesures sur deux autres séries d'échantillons en centrant leur épaisseur autour de  $d = 180$  Å afin de s'assurer qu'une faible différence d'épaisseur n'entraîne pas une trop forte variation de la résistivité. Cela pourrait en effet nuire à la bonne reproductibilité de nos films minces de titane, l'épaisseur déposée l'étant avec une incertitude de l'ordre de 5%.

Les dépôts ont été effectués sur un évaporateur différent de celui utilisé pour la première série de films minces de titane ce qui implique l'utilisation d'un système de masques distincts. Les résultats obtenus, et regroupés dans le tableau 6.2, viennent confirmer les problèmes exposés dans la section précédente. Les problèmes de reproductibilité mettent en évidence la grande sensibilité du titane aux conditions de dépôt.

Le problème n'est pas encore compris néanmoins, nous pouvons donner quelques hypothèses permettant d'expliquer ce phénomène :

- Les séries 2 et 3 ayant été déposées dans un évaporateur différent de celui utilisé pour la première série, il est possible que la différence entre les masques nécessaires à l'évaporation ait perturbé les nouvelles séries en entraînant, entre autres, des effets de bord susceptibles de modifier la température critiques des films minces. Ce phénomène est bien connu pour les films d'Al évaporés avec des masques mécaniques non parfaitement plaqués au substrat.
- Les évaporateurs étant utilisés pour des types de dépôts divers, un problème de

$d[\text{Å}]$	$T_c[\text{mK}]$	$\rho[\Omega.m]$	$R_{\square}[\Omega]$	Série
34	x	$4, 2^{-6}$	1407	1
64	x	$8, 9.10^{-7}$	148	1
159	589	$5, 1.10^{-7}$	32,26	2
172	575	$4, 4.10^{-7}$	25,58	2
185	95	$6, 8.10^{-7}$	38	1
186 (graphite)	556	$2, 6.10^{-7}$	14,2	3
189	579	$3, 8.10^{-7}$	20,2	2
199	584	$4, 7.10^{-7}$	23,4	2
223	554	$1, 1.10^{-6}$	86	3
246	249	$5, 4.10^{-7}$	22,5	1
366	348	$4, 2.10^{-7}$	11,2	1
468 (graphite)	553	$1, 5.10^{-7}$	3,15	3
557	559	$2, 1.10^{-7}$	3,8	3
605	434	$3, 3.10^{-7}$	5,5	1

**Table 6.2** – Caractéristiques de l'ensemble des films de Titane étudiés.

pollution au sein de l'évaporateur utilisé dans les deux dernières séries pourrait également entraîner une élévation de la température critique du titane.

- La dernière hypothèse concerne la qualité du vide lors du dépôt des films de titane. Ce dernier étant très sensible aux gaz résiduels, elle pourrait être à l'origine de variations importantes dans les caractéristiques du matériau.

Finalement, nous n'avons pas pu trouver d'intérêt au titane dans le cadre de ce travail. Bien que sa température critique à l'état massif ( $d \geq 500\text{Å}$ ) puisse être intéressante pour l'utilisation d'un détecteur pour QUBIC fonctionnant à 100 mK, sa  $T_c$  trop basse pour les épaisseurs dont la résistance carrée correspond à l'impédance du vide ainsi que les difficultés de fabrication, rendant le titane difficilement reproductible, font de ce matériau un candidat inutilisable en l'état pour la mise au point d'un absorbeur de rayonnement. La littérature elle-même reste peu abondante en ce qui concerne l'étude et l'utilisation de films minces supraconducteurs de titane pur et nous trouvons beaucoup plus facilement l'emploi d'alliages de titane tel que le TiAu [Bey10] ou le nitrure de titane TiN [Had04]. Néanmoins, un meilleur contrôle des paramètres de dépôt pourrait, à l'avenir, faire du titane un matériau intéressant pour la réalisation d'absorbeurs de rayonnement.

## 6.6 Titane-Vanadium

Notre intérêt s'est ensuite porté sur l'alliage de titane-vanadium pour l'élaboration d'un absorbeur de rayonnement. Peu d'exemples concernant cet alliage existent dans la littérature néanmoins, un article de 1964 publié par J. Raub [Rau64] a per-

Série	Nom	Substrat	$x$ [%Va]	$d$ ]	section[cm]	$\rho$ [ $\Omega.cm$ ]	$R_{\square}$ [ $\Omega$ ]	$T_c$ [K]
1	TiVa1	Saphir	2	182	$1,82.10^{-7}$	$3,06.10^{-5}$	16,8	0,73
1	TiVa2	Saphir	2	465	$4,65.10^{-7}$	$1,94.10^{-5}$	4,2	0,79
1	TiVa3	Saphir	5	171	$1,71.10^{-7}$	$4,73.10^{-5}$	28	1,05
1	TiVa4	Saphir	5	462	$4,62.10^{-7}$	$2,62.10^{-5}$	6	1,3
2	TiVa5	Wafer	5	180	$5.10^{-7}$	$2,83.10^{-5}$	6	0,875
3	TiVa6	Saphir	7	162	$1,7.10^{-7}$	$5,33.10^{-5}$	32	1,32
3	TiVa7	Wafer	7	162	$1,7.10^{-7}$	$5,33.10^{-5}$	32	1,29

**Table 6.3** – Caractéristiques des films minces de titane vanadium évaporés sur une plaquette de saphir et sur wafer. Chaque série correspond à une même évaporation.

mis de montrer qu'ajouter une faible concentration de vanadium au titane permet d'augmenter sa température critique. Notons que dans cet article, il ne s'agit pas de films minces mais d'un échantillon massif macroscopique.

Raub allie le titane au vanadium en chauffant les deux composés à 650°C pendant 2 heures dans un cylindre en titane fermé, lui-même placé dans un tube de silicium afin d'empêcher toute contamination par l'oxygène.

Les travaux de Raub montrent qu'une faible concentration en vanadium de l'ordre de 2,5% augmente la température critique de l'alliage jusque 1,4 K. Cette température est très intéressante dans notre cas puisqu'elle est 4 à 5 fois supérieure à la température de fonctionnement du détecteur de l'expérience QUBIC. Néanmoins puisque Raub a porté son étude sur un échantillon macroscopique, nous devons déterminer l'effet des faibles épaisseurs sur la  $T_c$  afin de savoir comment cette dernière évolue.

### 6.6.1 Procédé d'élaboration

Les échantillons de titane-vanadium que nous avons étudiés ont été élaborés par évaporation grâce à un canon à électrons, l'alliage étant contenu dans un creuset de graphite. Le tableau 6.3 résume les caractéristiques des différents films minces étudiés. À titre de comparaison, certains échantillons ont été réalisés sur une plaquette de saphir et d'autre sur un wafer de 3 pouces de Si (TiVa5, TiVa7).

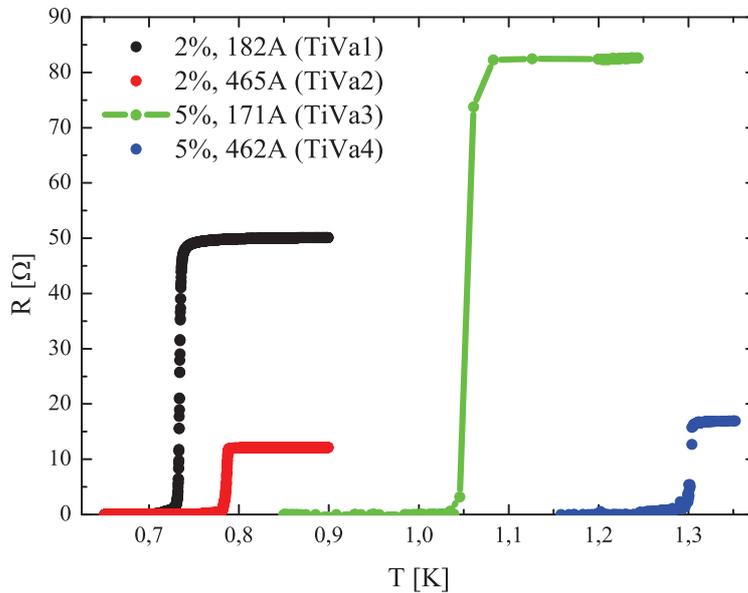
Les différents dépôts ont été réalisés dans des conditions de vide très similaires, compris entre  $p = 1,8.10^{-8}$  mbar et  $p = 2,4.10^{-8}$  mbar, avec une vitesse de dépôt de l'ordre de 2 à 4 Å/s.

Les lingots de titane-vanadium à évaporer sont obtenus en fondant et en solidifiant plusieurs fois, grâce au canon à électron ( $I = 160$  mA), du titane et du vanadium pur dans un creuset en carbone vitreux sous une pression  $p = 5.10^{-8}$  mbar selon un

rapport massique permettant d'ajuster la concentration en vanadium présent dans l'alliage. Les compositions dans les textes et dans les figures sont les compositions nominales massiques de l'alliage de départ sans préjuger de la composition effective obtenue dans les films. Nous reviendrons sur ce point.

## 6.6.2 Résultats

Les premiers tests que nous avons effectués concernent les films minces de TiV de la série 1, dont les épaisseurs sont comprises entre  $d = 171 \text{ \AA}$  et  $d = 465 \text{ \AA}$  dont les compositions nominales en vanadium s'élevaient à  $x = 2\%$  et  $x = 5\%$ . La figure 6.16 présente les courbes de résistances obtenues à très basse température.



**Figure 6.16** – Courbes de résistance pour les films minces de titane-vanadium de la série 1 (TiVa1, TiVa2, TiVa3 et TiVa4).

Les courbes possèdent une transition supraconductrice qui évolue avec l'épaisseur du film et la concentration en vanadium. Ainsi pour des compositions en vanadium de 2%, la température critique du TiV varie de  $T_c = 735 \text{ mK}$  à  $T_c = 790 \text{ mK}$  respectivement pour  $d = 182 \text{ \AA}$  et  $d = 465 \text{ \AA}$ . Concernant les films minces dont la composition initiale en vanadium atteint 5%, ces températures critiques s'élèvent à  $T_c = 1,05 \text{ K}$  pour le film mince d'épaisseur  $171 \text{ \AA}$  et  $T_c = 1,3 \text{ K}$  pour le film de  $462 \text{ \AA}$ .

Bien que ces valeurs soient dans la gamme recherchée pour la mise au point de

	point de fusion [°C]	Tension de vapeur [mbar]		
		$10^{-8}$	$10^{-6}$	$10^{-4}$
Ti	1660	1067	1235	1453
V	1910	1162	1332	1547

**Table 6.4** – Température de fusion du titane.

l'absorbeur de rayonnement, elles sont basses comparées à celles obtenues par Raub. En effet ce dernier avait obtenu une température de transition identique à notre échantillon le plus épais composé à 5% de vanadium pour un échantillon bulk composé à 2,5% de vanadium. Cette différence n'a rien de surprenant si l'on observe les tensions de vapeur du Ti et du V à haute température (voir tableau 6.4).

Au cours de l'évaporation, il n'y a pas d'équilibre entre le liquide et la vapeur. Cependant, la tension de vapeur à une température donnée détermine le taux d'évaporation. C'est la raison pour laquelle il est très difficile d'élaborer un dépôt d'alliage de façon bien contrôlée à partir d'une seule source : il y aura un phénomène de "distillation". Remédier à ce problème nécessite un dépôt effectué par co-évaporation à partir de deux sources séparées asservies (comme pour l'élaboration du  $Nb_xSi_{1-x}$ ) soit utiliser la pulvérisation cathodique.

Il existe cependant une situation favorable lorsque les températures pour une tension de vapeur donnée diffèrent peu et lorsque le composant minoritaire est le moins volatil. Par analogie avec l'élaboration de couches minces de Cu contenant une proportion d'impuretés de l'ordre du % (Fe, Co, Cr) [Dum75], le TiV se compare à CuFe et CuCo : le vanadium étant moins volatil que le titane, la concentration retenue dans le film est de 0,5 et 0,25 fois la concentration nominale. Ceci expliquerait les différences avec les résultats de Raub.

Il est très important que le composant très minoritaire soit le moins volatil. Ainsi, la composition de l'alliage de départ varie lentement au fur et à mesure qu'il est évaporé.

Nous noterons également que le titane a une tension de vapeur très élevée à la température de son point de fusion et à fortiori à celle de la fusion du vanadium. Il est cependant possible de fondre le titane sous vide avec un taux d'évaporation acceptable. Ce point nous a permis d'envisager de produire l'alliage dans un creuset directement dans l'évaporateur. Malgré tout, nous ne pouvons pas être certain d'avoir dissout tout le vanadium dans le titane liquide. Il faudra donc être vigilant si nous utilisons le même creuset pour des évaporations successives. Nous pouvons craindre un enrichissement progressif en vanadium. Mais nous verrons par la suite que cela ne semble pas être le cas.

Nous avons testé la méthode la plus simple pour l'obtention du TiV. Elle peut néanmoins être améliorée pour une meilleur compréhension des résultats et une meilleure reproductibilité.

Cet alliage est majoritairement constitué de titane ( $\%Ti > 90\%$ ) et il faut sans doute, comme lors de l'étude du titane pur, s'attendre à une grande sensibilité des caractéristiques des dépôts avec les conditions d'élaboration. Les résultats obtenus dans cette phase prospective sont cependant assez encourageant pour poursuivre l'étude de ce matériau.

Notons par ailleurs que, l'on observe une augmentation de la résistivité avec la concentration en vanadium de l'alliage. La résistivité  $\rho$  dépend de plusieurs paramètres :

- des défauts (comme les joints de grains).
- des impuretés.
- des phonons.
- des surfaces.

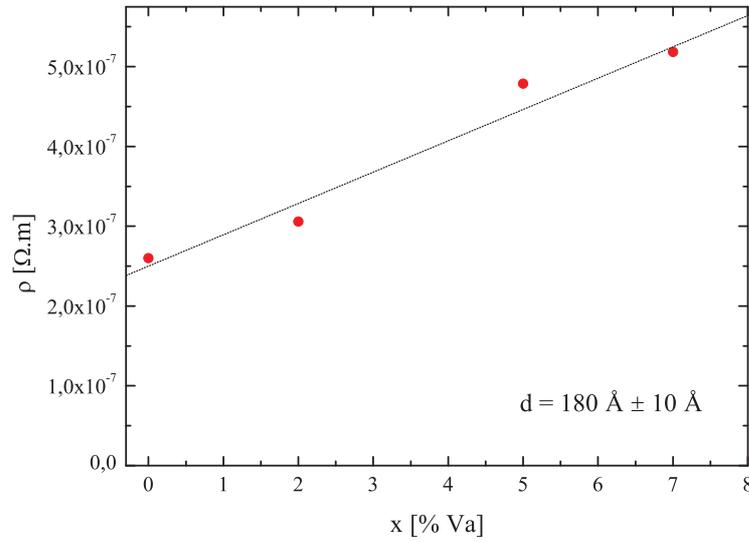
Tant que l'épaisseur du film est supérieur au libre parcours moyen des électrons,  $\rho$  est intrinsèque au matériau et ne dépend pas de la géométrie et donc, ne dépend pas de l'épaisseur. Lorsque l'on évapore sur un substrat à l'ambiante des métaux à bas point de fusion ( $< 1000^\circ\text{C}$ ), ils recristallisent aisément et nous avons peu de résistivité venant des joints de grains (c'est le cas pour certains matériaux tels que l'Au, le Cu, l'Al, etc...).

Aux températures inférieures à la température de Debye  $T_D$ , la résistivité des phonons évolue comme [Nov79] :

$$\rho_{ph} \approx \beta T^5$$

Le titane ayant une température de Debye  $T_D = 420$  K, nous pouvons considérer qu'en dessous de 15 K, les phonons n'apportent que très peu de résistivité. L'ajout d'impuretés au sein d'un matériau accroît sa résistivité. Il est donc normal que la résistivité augmente avec la concentration en vanadium. Cet effet est par ailleurs représenté sur la figure 6.17, présentant la variation de  $\rho$  avec la concentration de l'alliage en vanadium.

L'étude d'un wafer 3 pouces où a été déposé une couche de titane vanadium de 180 Å et de composition en vanadium 5% présente une température critique nettement différente de celle obtenue pour l'échantillon précédent. La courbe de résistance de cet échantillon (TiVa5), présentée figure 6.18, montre une transition

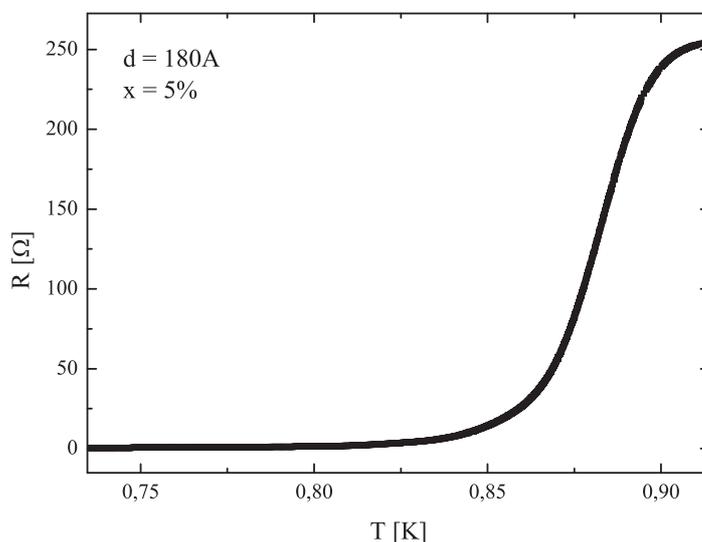


**Figure 6.17** – Evolution de la résistivité à 4 K avec la composition en vanadium pour les échantillons sur plaquette de saphir. L'augmentation de la résistance carrée semble être linéaire avec la composition.

supraconductrice à une température de l'ordre de  $T_c = 875$  mK, ce qui est environ 200 mK inférieur à l'échantillon TiVa1. La différence d'épaisseur ( $\approx 10$  Å) à elle seule est incapable d'expliquer cet écart important de la température critique. En effet, un écart de 250 mK correspond à une variation d'épaisseur de 300 Å si l'on se réfère à la figure 6.16. Il est possible que les étapes de fabrication supplémentaires pour la fabrication du wafer (notamment la lithographie) puissent expliquer cette différence. Il se pourrait également que le creuset joue un rôle. Il serait alors judicieux de tester différents creusets pour déterminer s'ils peuvent apporter une contamination au cours des évaporations successives (nous avons utilisé des creusets en graphite vitreux recommandés pour le titane).

Afin d'établir une comparaison et de déterminer l'impact du processus d'élaboration d'un wafer de TiV comportant plusieurs étapes de fabrication, nous avons élaboré lors de la même évaporation un wafer et une plaquette de TiV d'épaisseur 170 Å (TiVa6, TiVa7) avec un nouvel alliage dont la composition en vanadium est de 7%. Les mesures de résistance présentées figure 6.19 montrent qu'une faible différence existe entre les deux températures critiques mesurées. Dans le cas du wafer, la  $T_c$  est établie à 1,29 K tandis que l'échantillon sur la plaquette de saphir possède une température critique  $T_c = 1.33$  K. Il est vraisemblable que les étapes de

micro-fabrication participent à l'abaissement de la température critique du titane-vanadium.

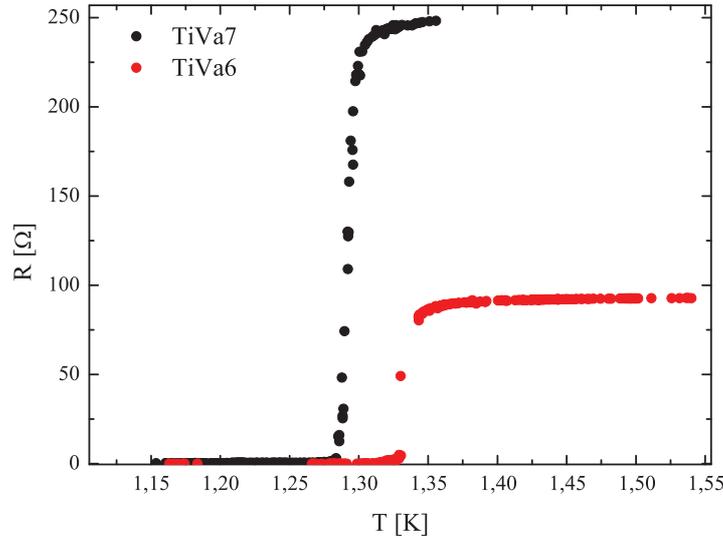


**Figure 6.18** – Courbe de résistance d'un film sur wafer d'une épaisseur de 180 Å de titane-vanadium dont la concentration en vanadium est de 5% (échantillon TiVa5).

La différence de résistance à l'état normal entre les deux échantillons est due à la géométrie, dissemblable dans le cas de l'échantillon sur wafer et du film mince sur plaquette de saphir.

La figure 6.20 présente la température critique d'une série d'alliage de TiV dont l'épaisseur des films est très proche (de l'ordre de 180 Å). Notons que la droite obtenue s'extrapole à la valeur trouvée pour le titane pur des séries 2 et 3. Nous avons utilisé la valeur nominale de la concentration en vanadium dont nous avons expliqué qu'elle devait être différente de la composition effective dans les films. Cette courbe permet à priori d'ajuster la température critique entre 0,5 K et 1,5 K en modifiant la composition nominale. Cela représente un guide pour d'autres expériences. Il reste cependant à tester plus largement la reproductibilité.

Le mécanisme par lequel le vanadium augmente la température critique du titane n'est pas établi. Cependant, c'est un effet qui pourrait s'interpréter comme un effet de valence mais les résultats étonnants des autres éléments de la première série de transition (Mn, Cr, Fe, Ni) dans le titane [Rau67] incitent à être très prudents. Nous pensons que la loi empirique de la figure 6.21 est sans doute limitée aux faibles



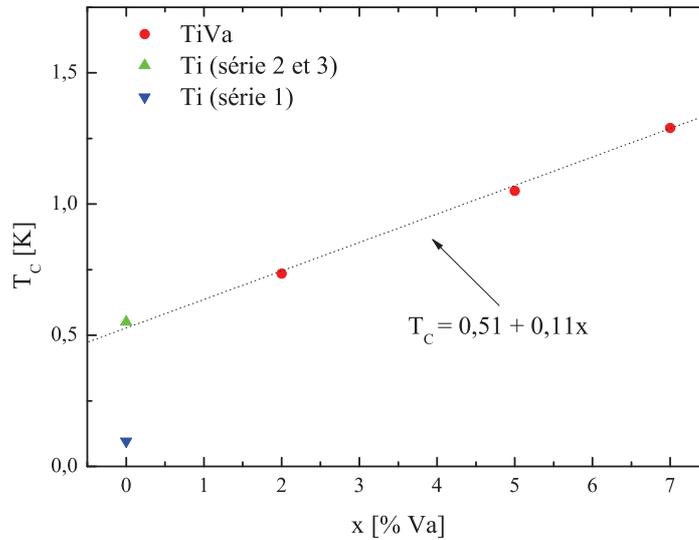
**Figure 6.19** – Comparaison des courbes de résistance de deux échantillons (TiVa 6 et TiVa7) de titane-vanadium d'épaisseur  $d = 162 \text{ \AA}$  et de composition en vanadium  $x = 7\%$  sur plaquette (courbe rouge) et sur wafer après processus de lithographie (courbe noire). Les dépôts de titane-vanadium ont été élaborés lors de la même évaporation, écartant ainsi le facteur de dégradation de l'alliage titane-vanadium dans les différences remarquées.

concentrations. Mais celles-ci permettent de couvrir une gamme très intéressante de températures critiques pour nos applications.

La figure 6.22 montre l'évolution de la résistance carrée à basse température de l'alliage TiV en fonction de sa concentration en vanadium. Dans la gamme de concentration qui nous intéresse ( $0 < x < 7\%$ ), la variation de la résistivité est assez faible pour permettre d'ajuster la température critique et la résistance carrée aux valeurs souhaitées en jouant simultanément sur la composition en vanadium et sur l'épaisseur.

Notons que pour une concentration en vanadium de  $7\%$  et une épaisseur de  $180 \text{ \AA}$  (donnant une température critique  $T_c \approx 1,2 \text{ K}$  et  $R_{\square} = 32 \text{ } \Omega$ ), nous sommes très proche des valeurs souhaitées (rappelons que nous cherchons un matériau dont la température critique est de l'ordre de  $1,5 \text{ K}$  et la résistance carrée avoisine les  $37 \text{ } \Omega$ ).

Nous avons proposé pour les futurs échantillons QUBIC de conserver la composition nominale de  $7\%$  et d'ajuster l'épaisseur afin d'obtenir la résistance carrée voulue. La température critique restera dans la gamme souhaitée actuellement.



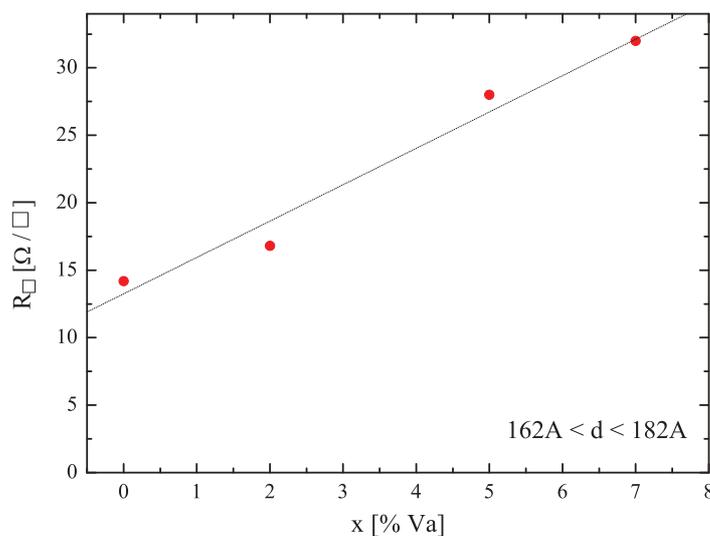
**Figure 6.20** – Evolution de la température critique du TiVa avec la concentration  $x$  en vanadium. Les valeurs obtenues pour le titane pur, considéré comme un alliage TiVa de composition 0% en vanadium montrent que si les valeurs de  $T_c$  de la série 1 ne suivent pas la tendance décrite par la droite, celles de la série 2 la poursuivent. Néanmoins, rien ne nous permet d'affirmer que le titane pur suive la même tendance que l'alliage de TiV et nous ne pouvons exclure le fait que les résultats de la première série soient justes et que l'évolution de la  $T_c$  soit régit par la droite rouge en pointillés.

En conclusion, nous pensons que le l'alliage de titane-vanadium représente une bonne solution pour l'élaboration d'un absorbeur de rayonnement dans le cadre du projet QUBIC. Bien entendu, il faudra éprouver la reproductibilité et éventuellement perfectionner la méthode de préparation de l'alliage et la technique de dépôt qui, dans notre cas, a été choisie la plus simple possible.

Ce matériau dont la  $T_c$  est ajustable et dont la résistivité est relativement élevée, basé sur un supraconducteur à couplage faible, le Ti, peut également s'avérer intéressant pour d'autres applications comme les résonateurs HF et leurs applications aux détecteurs KIDs.

## 6.7 Conclusion

Les différents matériaux étudiés au cours de ce chapitre nous ont montré qu'il n'était pas trivial de répondre aux objectifs que nous nous étions fixés. En effet, il n'est pas facile de trouver un matériau dont la température critique soit de l'ordre



**Figure 6.21** – Evolution de la résistance carrée 4 K avec la composition en vanadium pour les échantillons sur plaquette de saphir. L’augmentation de la résistance carrée semble être linéaire avec la composition.

du degré Kelvin, que cette dernière puisse être modulable afin de répondre au mieux au cahier des charges de l’expérience QUBIC et que le matériau ainsi élaboré soit adapté à l’impédance du vide et suffisamment reproductible.

Cette partie s’est avérée assez critique. En effet, il est apparu que le processus de fabrication paraissait être un paramètre critique dans les performances des matériaux étudiés. L’étude du molybdène notamment a montré de grandes différences avec la littérature, différences que nous avons interprétées comme venant du processus de fabrication lui-même, l’évaporation et la pulvérisation RF semblant engendrer des écarts dans les résultats observés.

Finalement l’aluminium petit grain, prometteur au départ grâce à sa température critique correspondant à celle que nous recherchons, n’a pas été retenu à cause de la difficulté à contrôler la taille des grains d’aluminium par une méthode simple utilisable dans l’évaporateur actuel. De plus, la résistivité recherchée correspondait à des épaisseurs pour lesquelles la résistance variait trop rapidement pour être reproductible d’un dépôt à l’autre.

Contrairement au titane qui possède une température critique trop faible et d’importants problèmes de reproductibilité, l’alliage titane-vanadium s’est avéré être le

candidat le plus prometteur à l'élaboration d'un absorbeur de rayonnement avec une  $T_c$  et une résistance carrée bien adaptées aux matrices de bolomètres pour QUBIC.

# Conclusion

La réalisation d'une matrice de bolomètres pour l'étude de la polarisation du fond diffus cosmologique nécessite une mise au point assez délicate des procédés de fabrication et des matériaux utilisés, notamment pour le senseur thermique et l'absorbeur de rayonnement.

L'étude menée sur l'alliage amorphe de  $Nb_xSi_{1-x}$  en tant que candidat à l'élaboration d'un senseur thermique supraconducteur TES nous a permis de montrer ses bonnes performances et sa souplesse d'utilisation pour l'observation du fond diffus cosmologique. La possibilité d'ajuster la température critique de ce matériau nous a permis notamment de cibler la température de travail du détecteur selon le cahier des charges de l'expérience QUBIC. En effet, nous pouvons facilement et de façon reproductible, obtenir un alliage de  $Nb_xSi_{1-x}$  supraconducteur en dessous de 1 K (350 mK pour QUBIC) en jouant sur son épaisseur, sa composition en niobium et la température à laquelle il est recuit. Ces deux derniers paramètres sont en outre très bien contrôlés grâce aux techniques expérimentales auxquelles nous avons eu accès au CSNSM. De plus, nous avons mesuré des valeurs de sensibilité importantes sur les échantillons tests que nous avons analysés ( $A > 100 K^{-1}$ ), valeurs qui sont similaires aux TES habituellement utilisés pour d'autres expériences. Les mesures effectuées sur les couches de  $Nb_xSi_{1-x}$  ont par ailleurs montré que leur bruit est limité par le bruit de phonon et aucun bruit excédentaire n'a été relevé. Ce point est l'une des exigences à laquelle il nous fallait répondre.

L'importance de la chaleur spécifique des matériaux utilisés pour obtenir un temps de réponse rapide du détecteur nous a poussé à effectuer une étude importante sur l'absorbeur de rayonnement. La possibilité d'utiliser un matériau supraconducteur à une température plusieurs fois supérieure à celle du senseur thermique nous a incité à mener des recherches prospectives sur les matériaux les plus aptes à jouer le rôle d'absorbeur. Un certain nombre de matériaux potentiellement intéressants ont été testés et il est apparu que l'alliage de titane-vanadium était le plus intéressant

dans ce but. La possibilité d'ajuster sa température critique par sa concentration en vanadium, et sa résistance carrée par l'épaisseur de la couche déposée nous a permis d'optimiser l'absorption du rayonnement électromagnétique tout en minimisant sa chaleur spécifique.

Bien évidemment, des tests supplémentaires sont à l'avenir nécessaires : une étude systématique du titane-vanadium permettrait d'estimer sa reproductibilité et de vérifier qu'il n'y a pas d'effet de vieillissement susceptible de provoquer une dégradation des performances avec le temps. Néanmoins, les premiers tests effectués sur cet alliage sont très encourageants et permettent d'ores et déjà d'estimer son haut potentiel dans l'élaboration d'une grille d'absorption pour le détecteur de QUBIC.

La réalisation de la matrice de bolomètre pour QUBIC est actuellement en cours. Son élaboration est très délicate et se heurte à plusieurs difficultés techniques de fabrication. Cette thèse a permis d'optimiser et de valider séparément les éléments clés de la matrice finale. Il faut à présent rassembler toutes les solutions proposées dans ce manuscrit pour réaliser le détecteur complet de QUBIC.

# Bibliographie

[Ade13] : P. A. R. Ade et al., Planck 2013 results. XV. CMB power spectra and likelihood, *Astronomy and Astrophysics* (2013)

[Ale98] : A. Alessandrello et al., *Phys. Let. B*, 420, 109-113 (1998)

[And46] : D.H. Andrews , M. Milton , W. DeSorbo, *J. Opt. Soc. Amer.*, 36, 518 (1946)

[Apc13] : APC, Document préparatoire à la revue INSU IN2P3 du projet QUBIC (2013)

[Arm11] : Armitage-Caplan, C. et al., The CORE Collaboration, CORE (Cosmic Origins Explorer) A White Paper. *ArXiv e-prints*, 73, 187 (2011)

[Bas11] : E. Batistelli et al., Qubic : the QU bolometric interferometer for cosmology, *Astroparticle Physics*, 34, 705-716 (2011)

[Bau92] : S. Bauer et al., *The Physics of Pyroelectric Infrared Devices*, *Appl. Phys. B* 54, 544-551 (1992)

[Bel92] : A. de Bellefon, 2ème école “Détection de rayonnements à très basse température », La Londe les Maures (1992)

[Ben02] : A. Benoit et al., Improved exclusion limits from the EDELWEISS WIMP search, *Physics Letters B*, 545, 43–49 (2002)

[Ben03] : A. Benoit, *Electronique de bolomètre pour la mesure d’une puissance de rayonnement*, DRTBT (2003)

[Ben08] : A. Benoit et al., *J. Low Temp. Phys.*, 151, 940 (2008)

[Ben96] : C. L. Bennett, Four-Year COBE1 DMR Cosmic Microwave Background observations : maps and basic results, *The Astrophysical Journal*, 464 (1996)

[Benn12] : C.L. Bennett et.al., Nine-Year Wilkinson Microwave Anisotropy Probe (WMAP) Observations (2012)

[Bey10] : A. D. Beyer et al., Ultra-sensitive Transition-edge Sensors for Far- Infrared Spectroscopy on SPICA, 21st International Symposium on Space Terahertz Technology, Oxford (2010)

[Boy64] : B. W. Veal et J. A. Rayne, *Phys. Rev.*, 135, 2A (1964)

[Bry61] : C. A. Bryant, P. H. Keesom, *The Journal of Chemical Physics* 35, 1149 (1961)

[Buz99] : Buzzi, C. Développement de bolomètres monolithiques silicium refroidis au 0.3 K pour le satellite FIRST. Ph. D. thesis, Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier (1999).

[Cam02] : P. Camus, *Principes des Bolomètres, Détection de rayonnements à très basse température* 5ème école thématique (2002)

[Cha10] : R. Charlassier, Thèse, Mesure des anisotropies de polarisation du fond diffus cosmologique avec l'interféromètre bolométrique QUBIC (2010)

[Cla74] : J. Clarke et al., *Rev. Phys. Appl.*, 9, 69-71 (1974)

[Col70] : E. W. Collings and J. C. Ho, *Phys. Rev. B*, 2 (1970)

[Cra11] : O. Crauste, Étude des transitions de phases quantiques supraconducteur – isolant, métal – isolant dans des matériaux amorphes désordonnés proches de la dimension 2, thèse de doctorat de l'université Paris-Sud XI (2010)

[Cri08] : B. Crill et al., SPIE Volume 7010, "Space Telescopes and Instrumentation 2008 : Optical, Infrared, and Millimeter" (2008)

[Deb12] : P. Debye, Zur Theorie der spezifischen wärmen. *Annalen der Physik*, 344, p. 789-839 (1912)

[Del02] : J. Delabrouille. Le fond cosmologique micro-ondes. École de détection de rayonnement à très basse température. Oléron (2002)

[Des08] : F.-X. Désert et al., *Astronomy and Astrophysics* (2008)

[Des86] : P. D. Desai, *J. Phys. Chem.*, 16, 91 (1987)

[Deu72] : G. Deutscher et al., *Journal of Low Temperature Physics*, 10 (1973)

[Dev98] : M. J. Devlin, *Astrophysical Journal Letters* (1998)

[Dia07] : L. E. Diaz-Sanchez, *Phys. Rev. Lett.* 99 (2007)

[Djo95] : K. Djotni, Etude et réalisation d'une matrice de détecteurs bolométriques de très haute résolution. Intérêt d'une conception en couche mince, thèse de doctorat de l'université Paris-Sud XI (1995)

[Dom11] : J. Domange, Etude et exploitation de bolomètres de nouvelle génération à électrodes concentriques pour la recherche de la matière noire froide non-baryonique dans l'expérience Edelweiss II, thèse de doctorat à l'université Paris-Sud XI (2011)

[Dum75] : L. Dumoulin, Thèse de doctorat (1975)

[Efr75] : A. L. Efros, B. I. Shklovskii, *J. Phys. C.* 8, p. L49 (1975)

[Err10] : J. Errard et al., *Rencontres de Moriond proceedings* (2010)

[Fab11] : L. Fàbrega et al. *Supercond. Sci. Technol.* 24 (2011)

[Fix02] : D.J. Fixsen et J.C. Mather, The spectral results of the Far-Infrared Absolute Spectrometer Instrument on COBE. *The Astrophysical Journal* (2002)

[Fix94] : D. J. Fixsen, Cosmic microwave background dipole spectrum measured by the COBE FIRAS instrument, *Astrophysical Journal* 420 (1994)

[Fuc38] : K. Fuchs, The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals, *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, 34, pp 100-108 (1938)

[Gam46] : G. Gamow, Expanding universe and the origin of the elements, Phys. Rev. Lett. 70, 572 (1946)

[Gam48] : G. Gamow, The Evolution of the universe, Nature 162, 680 (1948)

[Gam49] : Gamow, Alpher, Herman, Phys. Rev. Lett, 75, 33 (1949)

[Ghr09] : A. Ghribi, thèse de doctorat de l'université Paris Diderot (2009)

[Gre72] : R. L. Greene et al., Phys. Rev. B, 6 (1972)

[Had04] : N. Hadacek et al., Phys. Rev. B, 69 (2004)

[Ham08] : J. Ch. Hamilton et al., Sensitivity of a Bolometric Interferometer to the CMB power spectrum, Astronomy and Astrophysic 491, 923-927 (2008)

[Hoe06] : H. F. C. Hoervers, NIM A, 559, 702 (2006)

[Hof66] : D.W. Hoffman, Phys. Thin Films, 3, 211 - 273 (1966)

[Isa65] : L. L. Isaacs, J. Chem. Phys. 43, 307 (1965);

[Joh28] : J. Johnson, Phys. Rev. 32, 97 (1928)

[Jon53] : R. C. Jones, The General Theory of Bolometer Performance, Journal of the Optical Society of America, 43 (1953)

[Jul99] : A. Julliard, Résolution dans les bolomètres équipés de couches minces d'isolant d'Anderson pour des événements impliquant des reculs de noyaux, thèse de doctorat de l'université Paris-Sud XI (1999)

[Kar07] : B. S. Karasik et al. IEEE Trans., 17, 293 (2007)

[Kne62] : G. D. Kneip et al., Phys. Rev. 130 (1687)

[Kov02] : J. M. Kovac et al., Detection of polarization in the cosmic microwave background using DASI, Nature 420, 772-787 (2002)

[Lac00] : Lachièze-Rey, Initiation à la cosmologie, 5ème edition, p. 85 (2000)

[Lam86] : J. M. Lamarre, Photon noise in photometric instruments at far-infrared and submillimeter wavelengths, *Applied Optics*, 25, 6, pp. 870-876 (1986)

[Lan] : Lange, A. E., *Detectors for Future CMB Observations*, California Institute of Technology

[Lan81] : S. P. Langley, The Bolometer and Radiant Energy, *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences*, 16, 342-358 (1881)

[Lec04] : S. Leclercq, Conception d'une camera bolométrique pour la radioastronomie millimétrique à grand champ (2004)

[Lee99] : A. T. Lee et al., MAXIMA : an experiment to measure temperature anisotropy in the cosmic microwave background, *The Astrophysical Journal* (1999)

[Lin06] : C. A. Linhares, *Phys. Rev.*, 73 (2006)

[Low61] : F. J. Low, Low-Temperature Germanium Bolometer, *Journal of the Optical Society of America*, 51, p. 1300-1304 (1961)

[Mac05] : C. J. MacTavish et al., Cosmological Parameters from the 2003 flight of Boomerang, *App. Phys. J.* (2005)

[Mad02] : K. Madet et al., submitted to *Cryogenics* (2002)

[Mar12] : J. Martino, Développement d'une chaîne de détection bolométrique supraconductrice pour la mesure de la polarisation du Fond Diffus Cosmologique (2012)

[Man13] : P. Mangin, R. Kahn, Introduction à la supraconductivité, p. 199-234 (2013)

[Mar98] : S. Marnieros, Couches minces d'isolant d'Anderson. Application à la bolométrie à très basse température, thèse de doctorat de l'université Paris-Sud XI (1998)

[Mas05] : S. Masi et al, Instrument, method, brightness and polarization maps from the 2003 flight of Boomerang, *Astronomy and Astrophysics* (2005)

[Mat82] : J. C. Mather, Bolometer noise, nonequilibrium theory, *App. Optics*, 21 (1982)

[Mat84] : J. C. Mather, Bolometers : ultimate sensitivity, optimization and amplifier coupling, *Applied Optics*, 23, 4, pp. 584-588 (1984)

[Mat90] : J.C.Mather et al. *App. Phys. J.*, 354, L37 (1990)

[Mau97] : P. D. Mauskopf et al., Composite infrared bolometers with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> micromesh absorbers, *Applied Optics*, 36, 4, pp. 765-771 (1997)

[Mba09] : S.Ben Mbareka et al.,*Procedia Chemistry* 1, 1135–1138 (2009)

[Mck87] : S.W. McKnight, K. P. Stewart, H. D. Drew, K. Moorjani , *Infrared Phys.* 27, 327 (1987)

[Mot68] : N. F. Mott, *Non-Crystal. Solids* 1, p. 1 (1968)

[Non12] : C. Nones et al., High-impedance NbSi TES sensors for studying the cosmic microwave background radiation, *Astronomy and Astrophysic* 548, A17 (2012)

[Nov79] : C. H de Novion, D. Lesueur, *L'état métallique* (1979)

[Oli98] : Angelica de Oliveira-Costa, *The Astrophysical Journal*, 509 ( 1998)

[Oxl04] : P. Oxley et al., The EBEX experiment, *Infrared Spaceborne Remote Sensing XII*, 320 (2004)

[Pen65] : A. Penzias et R. Wilson, A measurement of Excess Antenna Temperature at 4080 Mc/s, *Astrophys, J. Lett.* 142, 419 (1965)

[Per07] : J. F. Macías-Pérez, Archeops in-flight performance, data processing, and map making, *Astronomy and Astrophysic* 467, 1313–1344 (2007)

[Phi64] : N. Phillips, *Phys. Rev.* 134 : 385 (1964)

[Pia00] : M. Piat, PhD thesis univ. Paris XI (2000)

[Pia02] : M. Piat et al., Proc. 9th Workshop on Low Temperature Detectors LTD-9, AIP conference proceeding series, 605, 79-82 (2002)

[Pia08] : M. Piat, De PLANCK à BPOL : Développements instrumentaux pour la caractérisation de la polarisation du Fond Diffus Cosmologique, Habilitation à diriger des recherches (2008)

[Rau64] : Ch. J. Raub, U. Zwicker, Phys. Rev., 137, Issue 1A, 142-143 (1964)

[Rau67] : E. Raub et al., Journal of the Less Common Metals, 12, Issue 1, 36-40 (1967)

[Rea04] : A. C. S. Readhead et al., Polarization Observations with the Cosmic Background Imager, Science, 306, pp. 836-844 (2004)

[Rol66] : P. G Roll et D. T. Wilkinson, Phys. Rev. Lett. 16, 405 (1966)

[Rou85] : M. Roukes et al., Phys. Rev. Lett., 55, 422 (1985)

[Ryl46] : M. Ryle, D. D. Vonberg, Solar radiation on 175 Mc./s, Nature 158, pp. 339-340 (1946)

[Sem07] : A. D. Semenov, Terahertz Performance of Integrated Lens Antennas With a Hot-Electron Bolometer, Microwave Theory and Technics, 55, p. 239-247 (2007)

[Sik03] : J. Sikula et al., Advanced Experimental Methods for Noise Research in Nanoscale Electronic Devices, Mathematics, Physics and Chemistry, 151, pp. 328 (2003)

[Spe03] : D. Spergel et al., First Year Wilkinson Microwave Anisotropy Probe (WMAP) Observations : Determination of Cosmological Parameters, App. Phys. J. (2003)

[Sto03] : R. Stompor et al., The MAXIMA experiment : latest results and consistency tests, C. R. Physique 4, 841-852 (2003)

[Tak08] : Y. Takahashi et al., Proc. SPIE, 7020 (2008)

[Tol34] : R. C. Tolman, in *Relativity Thermodynamics and Cosmology*, Pxford, Clarendon Press (1934)

[Tom01] : A. R. Tomson, J. M. Moran, G. W. Swenson, *Interferometry and Synthesis in Radio Astronomy* (2001)

[Uzo10] : J. P. Uzon, *Cargeses Lecture* (2010)

[Wel94] : F. C. Wellstood, C. Clarke, J., *Phys. Rev. B*, 49, 5942 (1994)

[Yan05] : F. Yang, *Bruit en 1/f de films minces de manganite  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  pour application en bolométrie*, thèse de doctorat de l'université de Caen (2005)

[Zha04] : W. Zhang et al., *Microelectronic Engineering*, 76, Issues 1– 4, 146–152 (2004)