

50376
1994
241

N° d'ordre: 1365

20102587
50376
1994
241

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité: ELECTRONIQUE

par

Fariba MEHRI

ETUDE D'UNE METHODE DE MESURE DE LA CONDUCTIVITE COMPLEXE EN MICROONDES DE FILMS MINCES SUPRACONDUCTEURS A HAUTE TEMPERATURE CRITIQUE

Soutenue le 19 Septembre 1994 devant la Commission d'Examen

Membres du jury: MM.

E. CONSTANT	Président
J.C. CARRU	Directeur de thèse
A. PERRIN	Rapporteur
M. PYEE	Rapporteur
C. BELOUET	Examineur
M. CHAUBET	Examineur
Y. CROSNIER	Examineur
A. KREISLER	Examineur
E. PLAYEZ	Examineur
J.M. WACRENIER	Examineur

SOMMAIRE

INTRODUCTION

Première partie: Mise au point des mesures hyperfréquences

<u>CHAPITRE I: Introduction aux mesures hyperfréquences</u>	1
I 1- les paramètres de répartition et le graphe de fluence d'un quadripôle en transmission	1
I 2- analyseur de réseaux	2
I 3- erreurs de mesure à l'analyseur de réseaux	3
I 3 a- erreurs systématiques	4
I 3 b- erreurs de type aléatoire	9
I 3 c- erreurs de dérive	9
I 4- calibrage à l'analyseur de réseaux	10
I 5- validation d'un calibrage	12
<u>CHAPITRE II: Cellule de mesure</u>	15
II 1- la structure guide rectangulaire métallique	15
II 2- la bande de fréquences 18-26.5 GHz	16
II 3- les transitions de type guide rectangulaire-coaxial - description mécanique	16
II 4- les problèmes posés au niveau de l'échantillon	18
II 4 a- la position de l'échantillon dans la cellule	18
II 4 b- le choix de l'épaisseur de la feuille d'indium et l'importance du contact film-guide d'onde	20
II 4 c- les dimensions de la surface de l'échantillon	24
<u>CHAPITRE III: Dispositifs de mesure</u>	26
III 1- le banc de mesure	26
III 1 a- la canne cryogénique	26

III 1 b- l'ensemble des dispositifs de mesure	26
III 2- la configuration de mesure	30
III 3- étude du plancher de bruit de l'analyseur de réseaux	30
III 4- caractéristiques hyperfréquences de l'environnement de l'échantillon à 300K et en basses températures	34
III 4 a- les transitions type guide rectangulaire-coaxial	34
III 4 b- les câbles et les connecteurs	37
<u>CHAPITRE IV: Calibrage en fonction de la température</u>	42
IV 1- choix de la méthode de calibrage	42
IV 2- nécessité d'un calibrage en fonction de la température	46
IV 3- le déroulement d'un calibrage en basses températures	46
<u>CHAPITRE V: Etude de la précision de la mesure</u>	51
V 1- erreurs systématiques résiduelles	51
V 2- erreurs de type aléatoire	54
V 3- erreurs de dérive thermique	58
V 4- précision de mesure	59
<i><u>Seconde partie: Etude des films minces supraconducteurs à haute température critique</u></i>	
<u>CHAPITRE VI: Propriétés électriques des supraconducteurs</u>	65
VI 1- rappel sur les matériaux supraconducteurs	65
VI 2- modèles théoriques de la supraconductivité	67
VI 2 a- les supraconducteurs à basse température critique	67
VI 2 b- les supraconducteurs à haute température critique	68
VI 3- propriétés électromagnétiques des supraconducteurs	68
VI 3 a- profondeur de pénétration	68

VI 3 b- conductivité complexe	70
VI 3 c- impédance de surface	73
VI 4- méthodes de caractérisation en hyperfréquences des films supraconducteurs	75
VI 4 a- cavité résonante	75
VI 4 b- résonateur à plans parallèles	77
VI 4 c- résonateur diélectrique	79
VI 4 d- réflectomètre confocal	80
VI 4 e- lignes de transmission	81
VI 4 f- méthode de la transmission de puissance	81
<u>CHAPIRE VII: Etude théorique de la méthode de transmission</u>	87
VII 1 - l'expression du coefficient de transmission S_{21} en fonction de la conductivité complexe	87
VII 1 a- l'expression de S_{21} dans le cas général	88
VII 1 b- l'expression de S_{21} dans le cas où l'épaisseur du film est très faible vis-à-vis de la profondeur de pénétration	89
VII 1 c- la validité des relations	90
VII 2 - l'expression des grandeurs électriques déduites de la conductivité complexe	92
VII 2 a- l'impédance de surface	92
VII 2 b- la profondeur de pénétration	93
<u>CHAPITRE VIII: Etude expérimentale de la méthode de transmission</u>	96
VIII 1 - Présentation des échantillons caractérisés	96
VIII 2 - Résultats de mesure	98
VIII 2 a - échantillon L392Y	99
VIII 2 b - échantillon F13362	110
VIII 2 c - échantillon F18361	124

VIII 3 - discussion sur la méthode de caractérisation	129
VIII 3 a - précision des grandeurs électriques mesurées	129
VIII 3 b - limites d'application de la méthode de transmission	133
VIII 3 c - suggestions pour améliorer les mesures	135
<u>CHAPITRE IX: Les applications de la mesure de la conductivité complexe</u>	138
IX 1 - Etude des matériaux: corrélations entre les propriétés physiques, cristallographiques et hyperfréquences des films SHTC	138
IX 2 - Etude appliquée: C.A.O. des composants hyperfréquences à base de films SHTC	145
IX 3 - Etude théorique: compréhension du mécanisme de conduction dans les SHTC	150
<i>CONCLUSION</i>	155
<u>ANNEXES</u>	
<u>ANNEXES 1:</u> Calcul de l'expression du coefficient de transmission en fonction de la conductivité complexe	157
<u>ANNEXE 2:</u> Calcul de la profondeur de pénétration	167
<u>ANNEXE 3:</u> Notation des grandeurs physiques	169
<u>ANNEXE 4:</u> Liste des échantillons cités dans le texte	171

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Depuis leur découverte en 1986 par J.Bednorz et K.A.Müller, les Supraconducteurs à Haute Température Critique (SHTC) ont suscité un énorme effort de recherche dans le monde pour comprendre l'origine de cette nouvelle supraconductivité, pour mettre au point les techniques d'élaboration de ces matériaux et pour concevoir et réaliser des composants électroniques de hautes performances. Il est reconnu que les premières applications de films minces SHTC sont apparues dans le domaine des circuits microondes. Etant donné leur nouveauté, le premier pas pour réaliser de tels circuits, est de caractériser ces films dans le domaine des hyperfréquences.

Une des caractéristiques électriques des supraconducteurs est qu'en hautes fréquences, leur conductivité est un nombre complexe $\sigma^ = \sigma_1 + j\sigma_2$. On peut aussi exprimer cette propriété par une impédance de surface $Z_s = R_s + jX_s$ pour laquelle R_s et X_s ne sont pas égaux comme c'est le cas des conducteurs normaux. Si la valeur de l'un de ces deux couples (σ_1, σ_2) ou (R_s, X_s) est connue en fonction de la fréquence et de la température, le matériau est complètement caractérisé. Il faut noter que rares sont les méthodes de caractérisation qui permettent de déterminer à la fois les deux éléments de ces couples.*

Le but de cette thèse est de mettre au point une méthode non destructive de détermination de la conductivité complexe $\sigma^ = \sigma_1 + j\sigma_2$ des films SHTC. Après une étude bibliographique sur les différentes méthodes possibles, nous avons arrêté notre choix sur la méthode de mesure en transmission utilisée auparavant par plusieurs équipes pour la caractérisation des anciens supraconducteurs et à partir de 1988 pour les SHTC. Le principe de cette méthode consiste à mesurer le module et la phase du coefficient de transmission à travers le film supraconducteur et d'en déduire les parties réelle σ_1 et imaginaire σ_2 de la conductivité complexe.*

En développant cette méthode de caractérisation, nous avons été confrontés aux problèmes expérimentaux suivants:

- Le choix adéquat de la cellule de mesure et de sa mise au point.*
- La mesure du module et de la phase d'un coefficient de transmission pouvant être plus faible que -60 dB. Ceci demande de bien connaître la limite des appareils et la précision que l'on peut atteindre.*
- Les mesures hyperfréquences en basses températures nécessitant notamment des calibrages précis effectués en fonction de la température.*

Pour des raisons de clarté, ce mémoire est divisé en deux parties distinctes.

La première partie est uniquement consacrée à la résolution des problèmes de mesure, en faisant abstraction de la nature du matériau auquel nous avons affaire. Elle comprend cinq chapitres. Le premier chapitre est une introduction aux notions utilisées

en hyperfréquences dans la suite de l'étude. Le deuxième chapitre traite de la mise au point de la cellule de mesure. Le troisième décrit les caractéristiques des éléments du banc de mesure. Le quatrième chapitre explique le déroulement du calibrage en basses températures. Enfin le dernier chapitre porte sur la précision de la mesure du module et de la phase du coefficient de transmission.

La seconde partie de cette thèse est entièrement consacrée à l'étude des films minces SHTC. Elle est partagée en quatre chapitres. Le premier chapitre est une étude bibliographique concise sur les propriétés électriques des supraconducteurs et les principales méthodes de caractérisation des films SHTC en hyperfréquences. Le deuxième donne accès aux expressions théoriques reliant le coefficient de transmission à la conductivité complexe et aux expressions d'autres grandeurs électriques. Le troisième chapitre fournit les résultats expérimentaux sur différents échantillons supraconducteurs caractérisés et discute sur la précision et les limites de la méthode. Finalement dans le dernier chapitre nous indiquons l'intérêt potentiel de la mesure de la conductivité complexe dans l'étude des matériaux, dans la C.A.O. des composants hyperfréquences et dans l'étude du mécanisme de la conduction dans les SHTC.

Ce travail se situe dans le cadre d'une activité plus générale sur les supraconducteurs qui englobe différentes équipes de recherche de l'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord (IEMN).

- L'équipe "Physique théorique" qui travaille principalement sur la théorie de la supraconductivité et notamment dans les fullerènes.

- L'équipe "Electromagnétisme des circuits hyperfréquences" qui met au point des outils de CAO adaptés aux caractères spécifiques des composants supraconducteurs.

- L'équipe "Composants à effet de champ de puissance" qui a conçu et réalisé des résonateurs micro rubans à base de supraconducteur. Ces composants ont été ensuite utilisés avec succès pour réaliser un oscillateur fonctionnant à 12 GHz.

- Enfin, l'équipe "Caractérisation des matériaux" dans laquelle s'est déroulé ce travail a comme objectif de mettre au point deux méthodes non destructives de caractérisation de films SHTC et de développer des composants hyperfréquences supraconducteurs.

Il faut mentionner que ce travail s'est déroulé en partie dans le cadre du contrat européen ESPRIT III Basic Research intitulé "X Band SRO" dans lequel notre institut est impliqué (juin 1992 à juin 1995).

PREMIERE PARTIE

*Mise au point des mesures
hyperfréquences*

CHAPITRE I: Introduction aux mesures hyperfréquences

I 1- les paramètres de répartition et le graphe de fluence d'un quadripôle en transmission

I 2- analyseur de réseaux

I 3- erreurs de mesure à l'analyseur de réseaux

I 3 a- erreurs systématiques

I 3 b- erreurs de type aléatoire

I 3 c- erreurs de dérive

I 4- calibrage à l'analyseur de réseaux

I 5- validation d'un calibrage

Les notions dont nous ferons un court rappel sont traitées en détail dans nombre d'ouvrages de base sur les hyperfréquences [1 - 2]. Aussi nous n'avons pas traité les cas généraux mais seulement le cas spécifique qui nous intéresse à savoir celui d'un quadripôle étudié en transmission.

I 1- les paramètres de répartition et le graphe de fluence

L'onde hyperfréquence se comporte comme la lumière: l'onde incidente est soit réfléchié sur soit transmise à travers le composant sous test. En mesurant les rapports d'amplitude et les différences de phase entre l'onde incidente et les deux nouvelles ondes, nous pouvons déterminer les caractéristiques en réflexion et en transmission du composant.

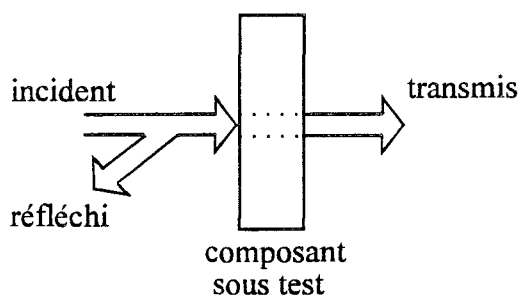


Figure 1-1

En hyperfréquences, un composant est entièrement caractérisé par ses paramètres de répartition ou scattering S_{ij} . Dans le cas d'un quadripôle, ces paramètres sont définis de la façon suivante:

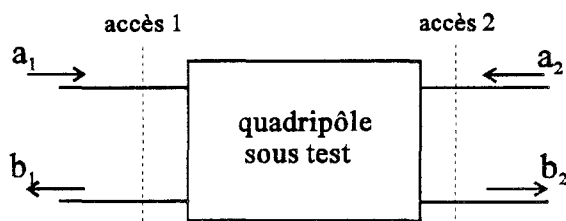


Figure 1-2

a_1 et a_2 sont les ondes de puissance incidentes respectivement sur l'accès 1 et 2 du quadripôle et b_1 et b_2 les ondes de puissance réfléchiées sur les mêmes accès. Ces quatre ondes sont reliées entre elles par les deux relations suivantes:

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2$$

Où S_{11} et S_{22} sont les coefficients de réflexion respectivement en 1 et en 2 et S_{12} et S_{21} sont les coefficients de transmission respectivement de 2 vers 1 et de 1 vers 2.

Pour caractériser le quadripôle, il s'agit donc de mesurer les ondes a_1 , a_2 , b_1 et b_2 et d'en déduire les paramètres S_{ij} dans les conditions que nous rappelons ci-dessous

$S_{11} = (b_1/a_1)$ si $a_2=0$ $S_{21} = (b_2/a_1)$ si $a_2=0$ c'est-à-dire l'accès 2 est fermé sur
une charge non réfléchive
(charge adaptée)

$S_{12} = (b_1/a_2)$ si $a_1=0$ $S_{22} = (b_2/a_2)$ si $a_1=0$ c'est-à-dire l'accès 1 est fermé sur
une charge non réfléchive
(charge adaptée)

La signification physique des éléments de la matrice de répartition peut être mise en évidence par une représentation graphique: le graphe de fluence. Chaque accès est représenté par deux noeuds: l'un où arrive le signal d'entrée a_i , l'autre d'où part le signal de sortie b_i . A chaque terme S_{ij} est associée une flèche joignant le noeud d'entrée j au noeud de sortie i . La représentation d'un quadripôle en graphe de fluence est donnée figure 1-3.

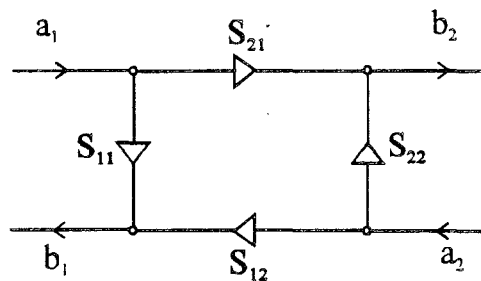


Figure 1-3

I 2- Analyseur de réseaux

Dans notre étude, pour mesurer les grandeurs ci-dessus, nous avons utilisé un analyseur de réseaux vectoriel. Ce système de mesure comporte quatre parties majeures:

- une source qui génère le signal incident
- un système de séparation des signaux incident, réfléchi et transmis
- un récepteur-convertisseur permettant de convertir les signaux hyperfréquences en signaux de fréquences plus basses (FI) qui sont alors plus faciles à mesurer
- un système d'acquisition et de traitement numérique du signal basse fréquence

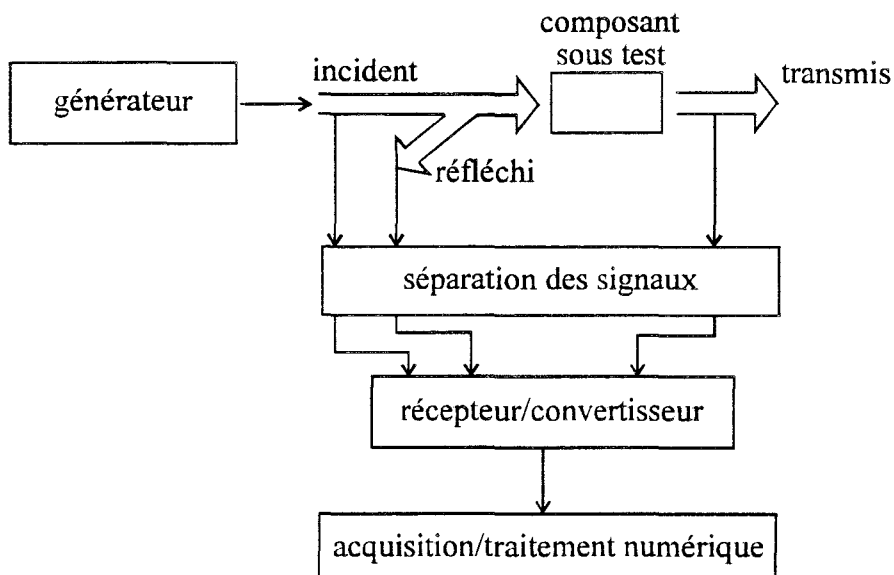


Figure 1-4

Comme le module des signaux FI sont proportionnels aux modules des signaux hyperfréquences et que la phase de ces derniers est conservée, il est plus aisé de mesurer et traiter les signaux basses fréquences. La figure 1-5 représente le synoptique de mesure du rapport du modules du signal provenant du système à caractériser à celui du signal incident.

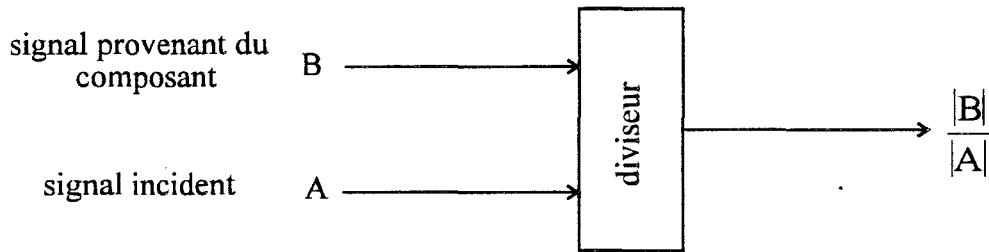


Figure 1-5

La mesure du déphasage entre les mêmes signaux est réalisée par un comparateur de phase. Ce comparateur permet de détecter un écart de phase jusqu'à $\pm 180^\circ$ (figure 1-6).

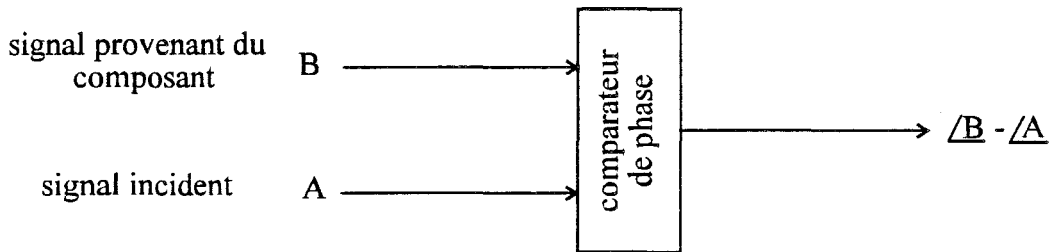


Figure 1-6

I 3- erreurs de mesure sur un analyseur de réseaux

Un analyseur de réseaux, comme tout autre système de mesure a ses imperfections qui limitent sa précision. Il existe trois principaux groupes d'erreurs:

- les erreurs systématiques qui restent invariantes et peuvent être mathématiquement prises en compte lors de la mesure.
- les erreurs aléatoires telles que la reproductibilité de la connectique hautes fréquences.
- les erreurs dues aux dérives d'environnement en fonction du temps (température, pression, humidité,...).

Ces erreurs ne permettent pas aux valeurs mesurées d'être les véritables caractéristiques du composant inconnu. Il y a donc une différence entre les paramètres S_{ij} mesurés (S_{ijm}) et les paramètres S_{ij} effectifs du composant (S_{ijc}) (figure 1-7).

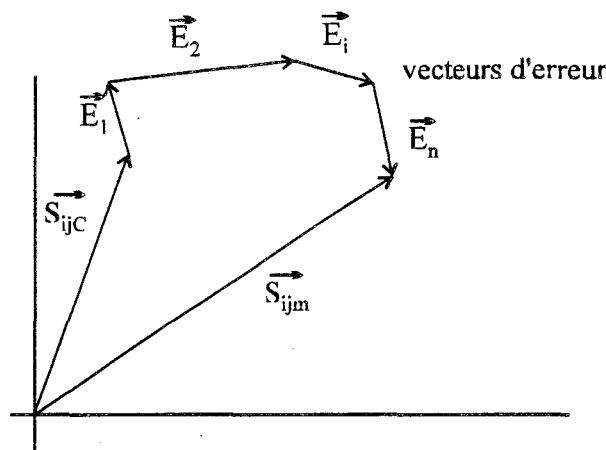
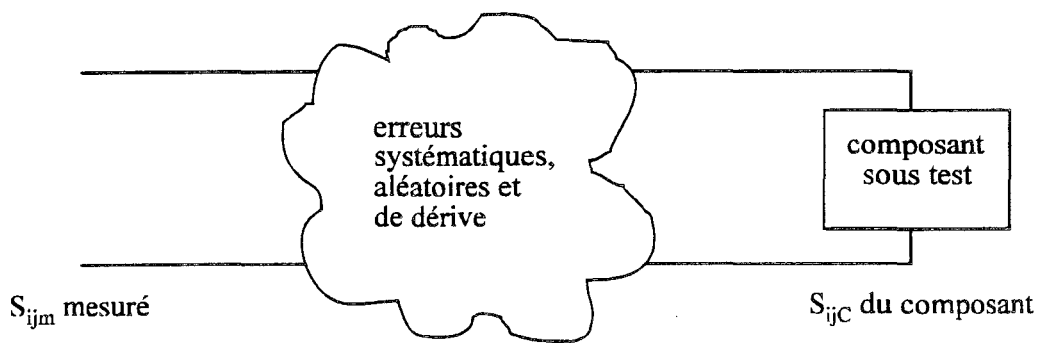


Figure 1-7

Si l'on mesure le module et la phase des S_{ij} , ces derniers sont assimilés à des vecteurs et l'on a :

$$\vec{S}_{ijm} = \vec{S}_{ijC} + \vec{E}_1 + \vec{E}_2 + \dots + \vec{E}_i + \dots + \vec{E}_n \quad \text{avec } \vec{E}_1, \dots, \vec{E}_n \text{ les différents vecteurs d'erreur}$$

la somme de ces vecteurs d'erreur $\Delta\vec{S}_{ij}$ est l'incertitude totale de mesure :

$$\vec{S}_{ijm} = \vec{S}_{ijC} + \Delta\vec{S}_{ij} \quad \text{avec } \Delta\vec{S}_{ij} = \vec{E}_1 + \vec{E}_2 + \dots + \vec{E}_i + \dots + \vec{E}_n$$

Pour obtenir les paramètres \vec{S}_{ijC} du composant, il est donc nécessaire d'identifier et d'évaluer les vecteurs d'erreur \vec{E}_i .

I 3 a- Erreurs systématiques

Etudions en premier lieu les erreurs systématiques liées aux performances hyperfréquences des éléments constituant l'analyseur de réseaux. Pour cela prenons l'exemple d'un simple pont de réflectométrie où l'on utilise trois coupleurs directifs pour séparer et mesurer les ondes incidente a_i , réfléchie a_r et transmise a_t .

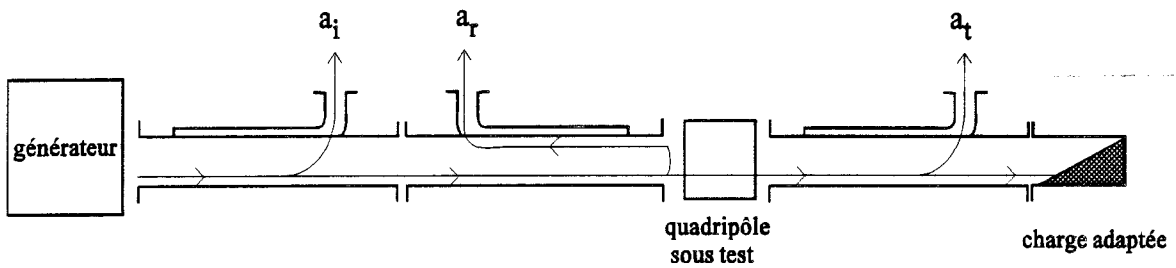


Figure 1-8

Si tous les composants du montage ci-dessus étaient parfaits (une directivité infinie pour les coupleurs, un Taux d'Ondes Stationnaires (TOS) égal à 1 pour la charge adaptée,...) et s'ils étaient tous adaptés les uns aux autres (adaptation coté source et coté charge) alors ce que l'on mesurerait aux sorties des coupleurs serait exactement les valeurs recherchées. Mais nous savons que la réalité n'est pas ainsi et qu'il y a d'autres ondes qui s'ajoutent à celles indiquées sur la figure 1-8.

Le générateur n'étant pas parfaitement adapté, une partie du signal réfléchi par le quadripôle à tester est à son tour réfléchi par la source. Cette erreur est appelée *désadaptation de source*. De même, comme le TOS de la charge adaptée n'est pas exactement égal à 1, une partie du signal est réfléchi par cette charge et à son tour réfléchi par le quadripôle. Cette erreur est appelée *désadaptation de charge*. Les ondes correspondantes à ces erreurs sont représentées en pointillé sur la figure 1-9.

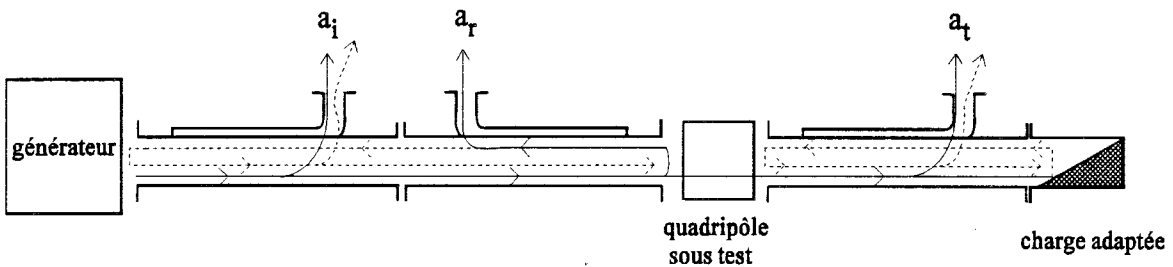


Figure 1-9

Les coupleurs directifs ne sont pas parfaits et ne séparent pas d'une façon idéale les ondes incidente et réfléchi. D'où l'apparition des ondes parasites montrées sur la figure 1-10 en pointillé. Cette erreur est appelée *erreur de directivité*.

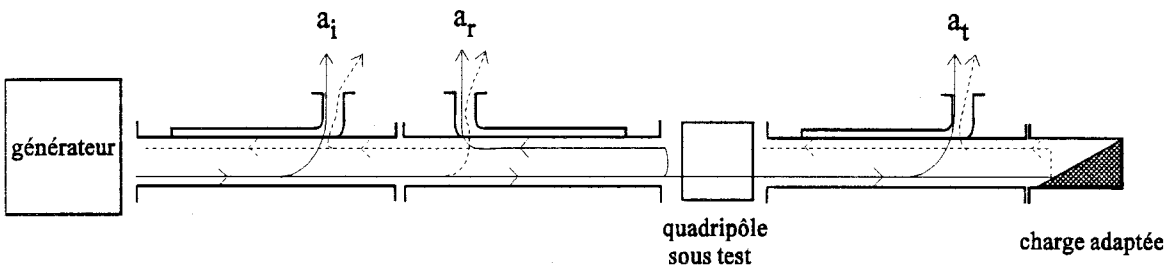


Figure 1-10

La fuite de puissance entre différents composants de ce pont est présentée sur la figure 1-11. Cette erreur est appelée *l'isolation*.

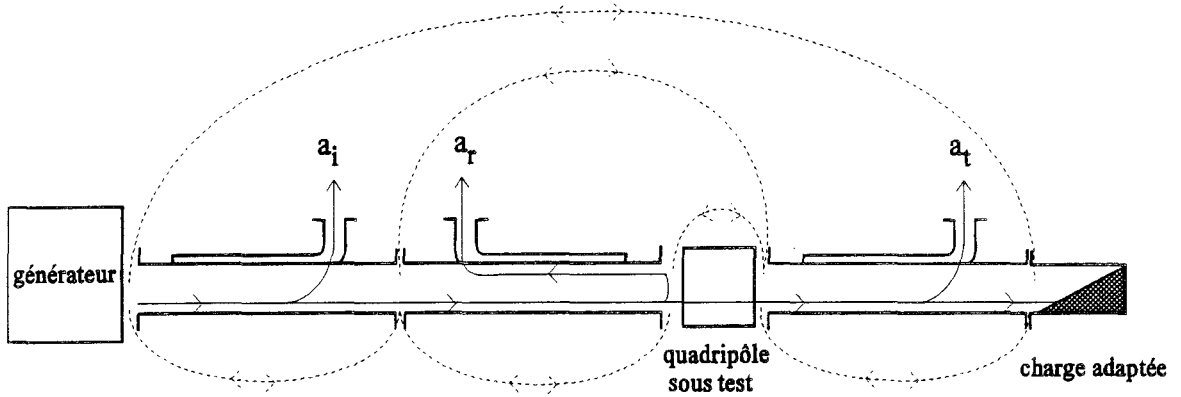


Figure 1-11

Une dernière erreur, provient de la *réponse fréquentielle* des éléments du banc. Prenons le cas de l'un des coupleurs du pont de réflectométrie:

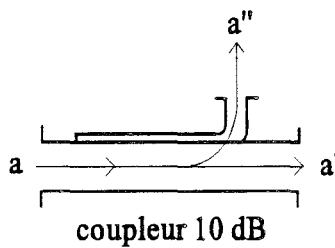


Figure 1-12

Si l'on applique le signal "a" à l'entrée d'un coupleur directif 10 dB, le comportement de celui-ci n'est pas exactement identique pour 2 fréquences différentes F_1 et F_2 :

par exemple on peut avoir	pour F_1 ,	$a'=0.9 a$	et	$a''=0.1 a$
tandis que	pour F_2 ,	$a'=0.91 a$	et	$a''=0.09 a$

Cette erreur due à la réponse fréquentielle existe pour tous les appareils et composants aussi bien pour les mesures en réflexion qu'en transmission.

Etant données les erreurs énumérées ci-dessus, nous ne mesurons pas les ondes transmises a_t et réfléchies a_r effectivement par le quadrupôle. Une partie seulement des ondes mesurées à la sortie des coupleurs est due aux caractéristiques du quadrupôle sous test.

Dans le cas de la mesure en transmission d'un quadrupôle, la figure 1-13 représente le graphe de fluence de l'ensemble des ondes, les unes dues au quadrupôle et les autres aux imperfections du système de mesure:

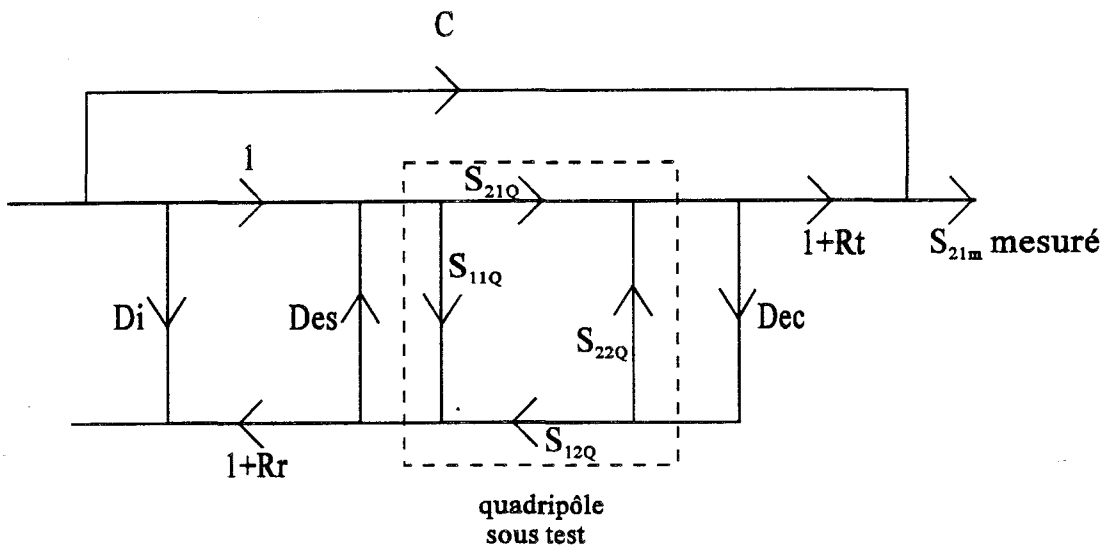


Figure 1-13

- où
- D_i = directivité
 - D_{es} = désadaptation de source
 - D_{ec} = désadaptation de charge
 - C = isolation
 - R_r = réponse fréquentielle en réflexion
 - R_t = réponse fréquentielle en transmission

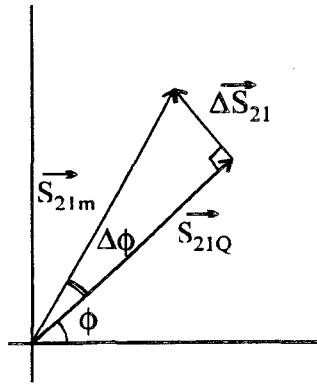
A partir des règles de Mason [3], nous pouvons déduire de ce graphe le coefficient de transmission mesuré S_{21m} en fonction des paramètres S_{ijQ} du quadripôle.

$$S_{21m} = C + \frac{S_{21Q} \cdot (1 + R_t)}{1 - D_{es} \cdot S_{11Q} - D_{ec} \cdot S_{22Q} - D_{es} \cdot D_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{12Q}} \quad (1-1)$$

Nous remarquons dans cette relation, l'interaction des termes D_{es} avec S_{11Q} , D_{ec} avec S_{22Q} , de la réponse fréquentielle R_t et de l'isolation C . En plus, ce modèle indique que pour connaître précisément le coefficient S_{21Q} , nous devons non seulement déterminer S_{21} mais les autres paramètres S_{11Q} , S_{12Q} et S_{22Q} . Nous pouvons alors déduire le module et la phase du vecteur d'erreur $\Delta \bar{S}_{21}$ pour les erreurs systématiques. L'erreur maximale sur le module du terme de transmission est obtenu à partir de l'équation (1):

$$\Delta |S_{21}| = |S_{21m} - S_{21Q}| \approx |C + R_t \cdot S_{21Q} + D_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + D_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q}| \quad (1-2)$$

L'erreur maximale sur la phase ϕ du facteur de transmission a lieu lorsque le module du vecteur d'erreur $\Delta \bar{S}_{21}$ est maximal et lorsque ce vecteur d'erreur est perpendiculaire au vecteur \bar{S}_{21Q} :



$$\Delta\phi = \text{Arc sin.} \left(\frac{\Delta|S_{21}|}{|S_{21m}|} \right) \quad (1-3)$$

Figure 1-14

Nous nous sommes intéressés essentiellement aux erreurs systématiques provenant du système de séparation des signaux microondes et aussi provenant des câbles, connexions et transitions. De plus il existe une dernière source d'erreur liée à la dynamique de l'ensemble de détection et d'amplification des fréquences intermédiaires (FI). Généralement, on exprime cette erreur à l'aide d'un coefficient sans dimension noté E_d dont on donne figure 1-15 l'évolution en fonction de l'atténuation [4].

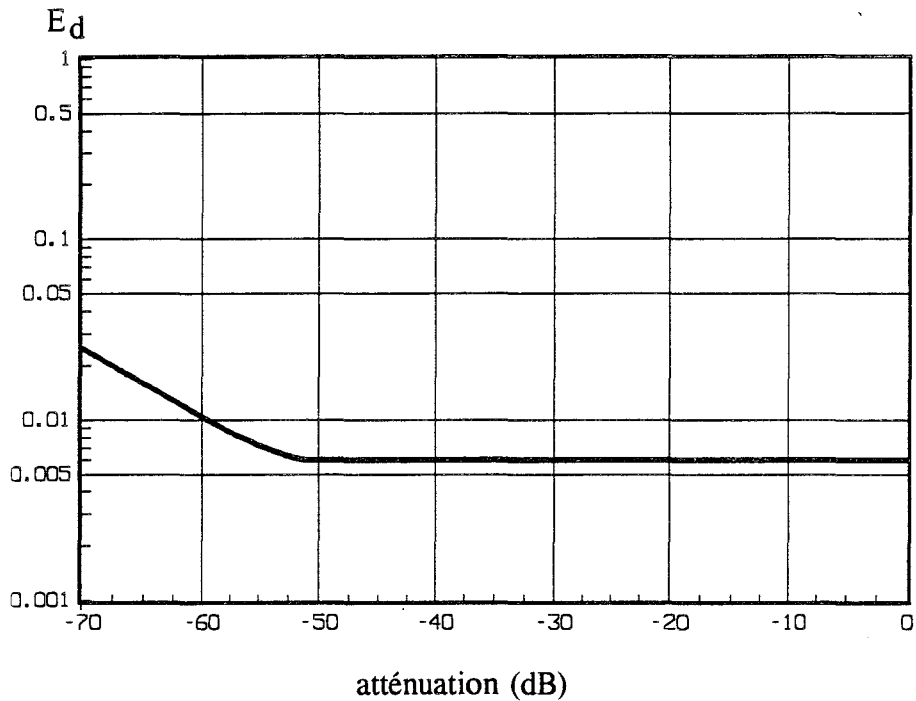


Figure 1-15

Connaissant cette erreur E_d pour une atténuation donnée, nous pouvons donc en tenir compte dans le modèle d'erreur:

$$\Delta|S_{21}| = |S_{21m} - S_{21Q}| \approx |C + R_t \cdot S_{21Q} + D_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + D_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q} + E_d \cdot S_{21Q}| \quad (1-4)$$

I 3 b-Erreurs de type aléatoire

De part leur nature, ces erreurs ne sont pas répétables donc difficiles à modéliser. Les deux principales sources d'erreurs aléatoires proviennent du bruit du système de mesure et de la non reproductibilité de la connectique.

Il existe le bruit à faible niveau (plancher de bruit); il correspond au niveau de bruit large bande de l'ensemble récepteur et vaut -85 à -110 dBm. Le bruit à haut niveau (typiquement de l'ordre de ± 0.004 dB) est généré essentiellement par la source hyperfréquence. Ce niveau de bruit dépend donc du type de source utilisée.

La présence des connexions crée une autre erreur de type aléatoire car l'opérateur ne peut jamais serrer les connecteurs au même couple. Pour pallier au mieux ce problème, les analyseurs de réseaux possèdent des connecteurs de qualité métrologique, tels que les connecteurs de précision APC7 et APC3.5. De plus on peut se servir d'une clé dynamométrique pour serrer les connecteurs.

L'erreur due à la non reproductibilité de la connexion peut être estimée de la façon suivante: on mesure plusieurs fois les paramètres S d'un élément dont la réponse est connue en refaisant les connexions entre deux mesures successives. Ainsi avec un nombre suffisant d'essais, on peut déduire une valeur moyenne pour l'erreur due à la dispersion des connexions.

I 3 c-Erreurs de dérive

Enfin, le dernier type d'erreurs concerne celles liées aux dérives d'environnement et dans notre cas principalement la température. Ces dérives thermiques agissent à la fois sur la source hyperfréquence et sur l'instrumentation. La dérive thermique s'exprime par une somme de termes soit indépendants (sur les modules), soit dépendants (sur les phases) de la fréquence [4]:

$$\text{erreur de dérive sur les modules} \approx 0.15 \% / ^\circ\text{C}$$

$$\text{erreur de dérive sur les phases} \approx 0.1^\circ / \text{degré C} + 0.05^\circ / \text{GHz} / ^\circ\text{C}$$

En plus les câbles qui relient le quadripôle sous test à l'analyseur de réseaux peuvent changer de longueur en fonction de la température et introduire ainsi une erreur de phase supplémentaire.

$$\text{élongation de} \approx 10 \mu\text{m} / \text{mètre de câble} / ^\circ\text{C}$$

Nous venons d'énumérer les trois groupes d'erreurs qui interviennent lors d'une mesure à l'analyseur de réseaux. C'est leur somme qui donne l'erreur totale:

$\text{erreur de mesure totale} = \text{erreurs systématiques} + \text{erreurs aléatoires} + \text{erreurs de dérive}$
--

I 4- calibrage

Nous venons de voir que tout système de mesure hyperfréquence, en l'occurrence l'analyseur de réseaux, présente un certain nombre d'imperfections systématiques, aléatoires et celles dues aux dérives thermiques. Ci-dessus nous avons expliqué comment les erreurs aléatoires et de dérive peuvent être prises en compte. Nous pouvons aussi augmenter considérablement les performances du système de mesure, en connaissant précisément et à chaque point de fréquence, toutes les erreurs systématiques décrites précédemment.

Un calibrage consiste à caractériser ces imperfections systématiques. Pour un modèle d'erreur donné, nous connaissons les relations entre les paramètres \bar{S}_{ijC} du composant, les paramètres \bar{S}_{ijm} mesurés et les paramètres d'erreur \bar{E}_i :

$$\bar{S}_{ijC} = f(\bar{S}_{ijm}, \bar{E}_i)$$

Nous prenons des éléments particuliers dont les paramètres \bar{S}_{ijC} sont connus d'une façon précise (ce sont des étalons ou standards de calibrage comme le court-circuit, le circuit ouvert, la charge adaptée, des tronçons de ligne,...). Nous mesurons leurs paramètres \bar{S}_{ijm} , connaissant \bar{S}_{ijC} et \bar{S}_{ijm} nous déduisons les \bar{E}_i .

Après le calibrage, lorsque nous caractérisons un composant inconnu, nous faisons la démarche inverse: nous mesurons les paramètres \bar{S}_{ijm} et connaissant d'après le calibrage les \bar{E}_i , nous calculons alors les paramètres \bar{S}_{ijC} propres au composant. Avec un analyseur de réseaux vectoriel, ces corrections mathématiques se font automatiquement et en temps réel.

Il faut noter que la notion de calibrage est liée à celle de plan(s) de référence ou plan(s) de mesure. En effet avant calibrage, les mesures sont effectuées au niveau des instruments internes de l'analyseur de réseaux tandis qu'après un calibrage au niveau des plans bien définis, les mesures traduisent uniquement le comportement du composant qui est connecté au niveau de ces plans.

Il existe un nombre important de méthodes de calibrage. C'est à l'expérimentateur de choisir la méthode la plus adaptée à la structure de propagation du dispositif, aux éléments d'étalonnage dont il dispose et aux performances qu'il souhaite atteindre.

Les trois types de calibrage que nous avons utilisés le long de cette étude sont:

- calibrage de la réponse fréquentielle en transmission

Ce calibrage consiste à mesurer le coefficient de transmission en reliant les deux plans de mesures. Cette méthode est la plus simple mais aussi la moins précise puisque l'on suppose que les paramètres d'erreur D_i , D_{es} et D_{ec} sont nuls.

- calibrage "Open-Short-Load-Thru" (OSLT):

Cette technique [5] utilise deux charges ayant chacune un coefficient de réflexion très élevé (un circuit ouvert et un court-circuit) et une charge adaptée fixe ou coulissante suivant la bande de fréquence de travail. Avec cette méthode on obtient une précision beaucoup plus élevée.

- calibrage "Thru-Reflect-Line" (TRL) :

C'est également une méthode précise à 12 termes d'erreur très bien adaptée aux structures de propagation dispersives (guides d'onde rectangulaires, structures microruban et coplanaire,...) [6].

Lors de cet étalonnage on utilise les trois éléments standards suivants: (figure 1-16)

- Transmission directe ou Thru (T): les deux accès sont reliés directement entre eux

- charge Réflective (R): chaque accès est terminée par une charge réflective (court-circuit dans notre cas)

- Ligne de transmission (L): un tronçon de ligne de longueur connue relie les deux accès (dans notre cas cette longueur est égale au quart de la longueur d'onde guidée à la fréquence centrale de travail)

Les trois étapes du calibrage TRL

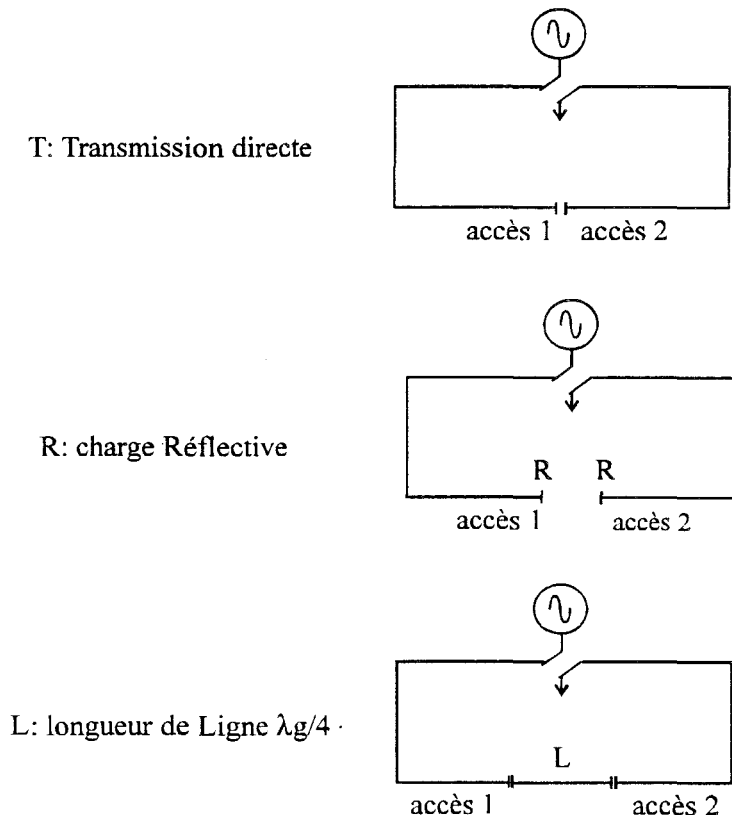


Figure 1-16

I 4- validation du calibrage

Chaque fois qu'un calibrage est effectué, il est primordial de s'assurer de la fiabilité et de la validité de celui-ci. Il est donc nécessaire de mesurer des éléments dont on connaît la réponse.

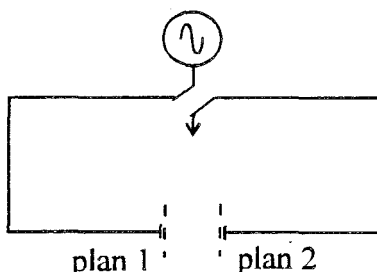
Une des conditions nécessaires est qu'après le calibrage, la réponse des éléments étalons utilisés soit parfaite. Cela permet de vérifier la reproductibilité de la mesure.

Par exemple, dans un calibrage TRL, pour la ligne de transmission de longueur $\lambda_g/4$ et à la fréquence centrale, la phase du coefficient S_{21} doit être égale à 90° et le module égal à 0 dB.

Mais cette condition n'est pas suffisante et pour une validation définitive, il faut aussi vérifier la réponse d'un élément non utilisé lors du calibrage. Dans notre étude, cet élément est une longueur de ligne de $\lambda_g/3$.

Les erreurs systématiques ne s'annulent pas parfaitement après le calibrage. En effet l'évaluation des paramètres comme R_t , D_{es} , D_{ec} , ... ne se fait pas de façon idéale. Il existe donc, après calibrage, des erreurs systématiques résiduelles qui peuvent être connues si l'on effectue un second calibrage dans les mêmes plans de référence que lors du premier calibrage.

Prenons l'exemple du calibrage TRL avec des valeurs typiques que nous avons obtenues lors de nos mesures:



Après le premier calibrage au niveau des plan $P_1 - P_2$ on trouve les valeurs suivantes pour les paramètres qui interviennent dans les erreurs systématiques:

$$C = -80 \text{ dB}$$

$$R_t = \pm 0.75 \text{ dB}$$

$$D_{es} = D_{ec} = -15 \text{ dB}$$

de sorte que l'on peut calculer l'erreur systématique sur la mesure du paramètre S_{21} que l'on aurait si on n'effectuait pas de calibrage:

$$\Delta|S_{21}|_{\text{sans calibrage}} = \left| C + R_t \cdot S_{21Q} + D_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + D_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q} + E_d \cdot S_{21Q} \right|$$

Avec le système calibré, on recalibre une seconde fois dans les mêmes plans de référence pour évaluer les paramètres résiduels (notés avec des lettres minuscules) et on obtient:

$$\begin{aligned}
c &= -90 \text{ dB} \\
r_t &= \pm 0.06 \text{ dB} \\
d_{es} &= -37 \text{ dB} \\
d_{ec} &= -40 \text{ dB}
\end{aligned}$$

c'est ainsi que l'on peut déduire l'erreur systématique sur la mesure de S_{21} après le calibrage:

$$\Delta|S_{21}|_{\text{avec calibrage}} = |c + r_t \cdot S_{21Q} + d_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + d_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q} + E_d \cdot S_{21Q}|$$

Alors, si l'on désire mesurer un quadripôle de caractéristiques suivants:

$$\begin{aligned}
|S_{11}| &= 0.89 \text{ (-1 dB)} \\
|S_{22}| &= 0.89 \text{ (-1 dB)} \\
|S_{21}| &= 0.1 \text{ (-20 dB)}
\end{aligned}$$

$$\Delta|S_{21}|_{\text{sans calibrage}} = 0.041 \quad \text{et} \quad \Delta|S_{21}|_{\text{avec calibrage}} = 0.0035$$

($E_d = 0.006$ pour une atténuation de 20 dB, d'après la figure 1-15)

D'où sans calibrage $|S_{21}|$ varie de 0.141 à 0.059 soit de -17 à -24.6 dB et après calibrage $|S_{21}|$ varie de 0.1035 à 0.0965 soit de -19.7 à -20.3 dB.

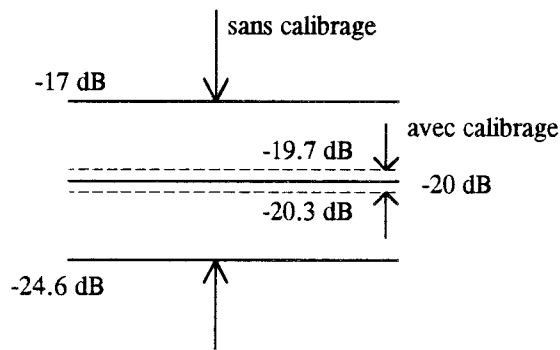


Figure 1-17

Nous remarquons donc que l'erreur systématique sur S_{21} est réduite considérablement après calibrage: dans notre exemple elle passe de 41 % à 3.5 %.

Nous utiliserons ce type de calcul pour déterminer, chapitre V, la précision de mesure du coefficient S_{21} après calibrage.

-
- [1] F.Gardiol, "Hyperfréquences", éditions Georgi, Suisse, 1981.
- [2] P.A.Rizzi, "Microwave engineering", Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1988.
- [3] S.J.Mason, Proc. IRE, V.41, pp.1144-1156, September 1953.
- [4] Hewlett Packard
"Vector measurements of high frequency networks", p.3-17, 1989.
- [5] Hewlett Packard
Automating the HP8410B microwave network analyzer
Application note 221A, Jun 1980.
- [6] G.F.Engen, C.A.Hoer, IEEE MTT-27, n°12, pp. 987-993, December 1979.

CHAPITRE II: Cellule de mesure

II 1- la structure guide rectangulaire métallique

II 2- la bande de fréquences 18-26.5 GHz

II 3- les transitions de type guide rectangulaire-coaxial - description mécanique

II 4- les problèmes posés au niveau de l'échantillon

II 4 a- la position de l'échantillon dans la cellule

II 4 b- le choix de l'épaisseur de la feuille d'indium et l'importance du contact film-guide d'onde

II 4 c- les dimensions de la surface de l'échantillon

Dans le présent chapitre nous allons étudier d'une part la mise au point de la cellule de mesure, d'autre part tous les problèmes qui se posent au niveau de l'échantillon.

II 1- la structure guide rectangulaire métallique

Le choix de la structure de propagation a dû être fait dès le début de notre travail. Tout d'abord nous nous sommes intéressés aux cellules coaxiales et triplaques (figure 2-1 a et b).

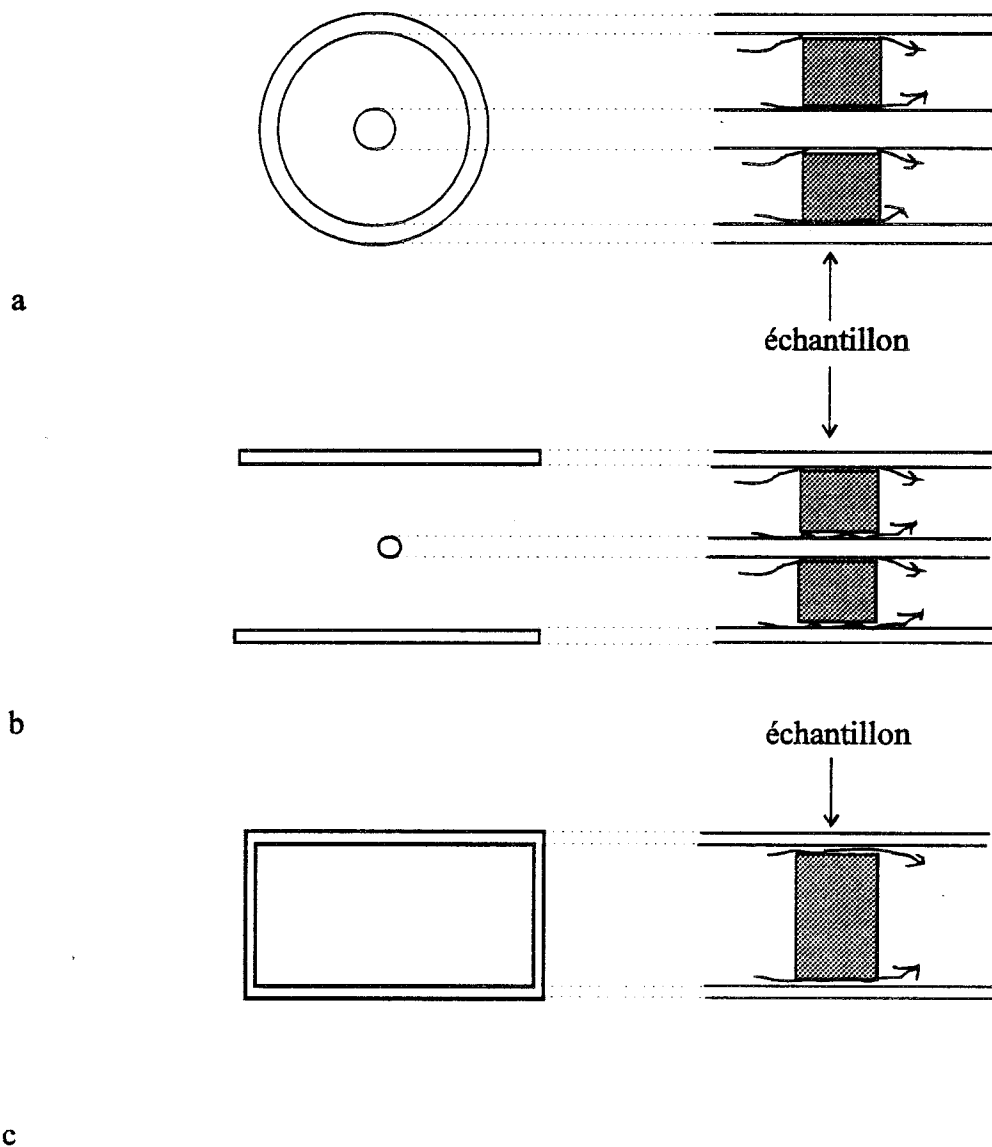


Figure 2-1

L'avantage de telles structures est leur grande largeur de bande. Mais elles présentent deux inconvénients majeurs:

- il faut usiner l'échantillon pour obtenir une rondelle ou un rectangle troué en son centre.

- il faut aussi prévenir toute fuite de puissance entre l'échantillon et les deux conducteurs (voir les flèches sur la figure 2-1).

La structure du guide rectangulaire métallique nous a semblé la plus adéquate (figure 2-1 c) puisque la forme de l'échantillon est plus simple. Nous montrons au paragraphe II 4 comment le problème de fuite de puissance entre l'échantillon et le conducteur est résolu. Bien entendu avec une telle structure la bande de mesure est plus étroite.

II 2- la bande de fréquences 18-26.5 GHz

Actuellement les applications hyperfréquences sur les films supraconducteurs se développent en bande X (8.2 - 12.4 GHz), il est donc intéressant de caractériser ces matériaux dans cette bande de fréquences. Mais la section droite d'un guide rectangulaire fonctionnant dans cette bande est de $22.86 \times 10.16 \text{ mm}^2$. Cela nous pose deux problèmes:

- la surface du film doit être au moins égale à la section droite du guide. Ceci demande donc une grande surface de film qui risque actuellement d'être hétérogène.

- ces dimensions sont trop grandes pour le cryostat à hélium liquide du laboratoire.

Par conséquent nous avons choisi une bande de fréquences plus élevée: la bande K (18-26.5 GHz). La section droite du guide est dans ce cas: $10.67 \times 4.32 \text{ mm}^2$.

II 3- les transitions de type guide rectangulaire-coaxial: description mécanique

Les transitions de type guide rectangulaire-coaxial 18-26.5 GHz utilisées dans ce travail proviennent de chez Maury Microwave. Le tableau ci-dessous résume les caractéristiques mécaniques de ces deux transitions:

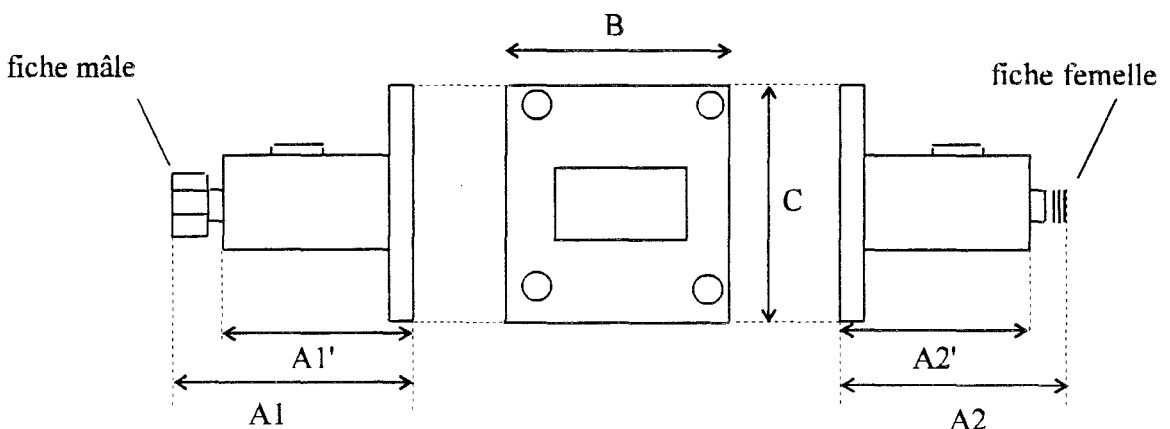


Figure 2-2

dimensions: A1-A1' A2-A2'	36.7-22.5 35.7-22.5
dimensions: B-C	22.3-22.3
section droite du guide	10.67 x 4.32
type de bride	cover (plane) UG 595 /U
type des connecteurs coaxiaux	APC 3.5

(toute les dimensions sont en mm)

Tableau 2-1

Des modifications mécaniques ont été apportées au niveau des brides:

- les 4 sommets des brides ont été arrondis pour que les transitions puissent entrer dans le cryostat. Le diamètre interne de celui-ci est égal à 27mm.

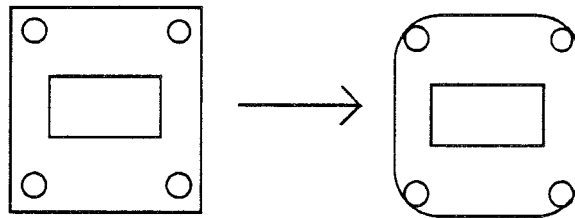


Figure 2-3

- pour assurer la continuité du guide, d'une transition à l'autre et éliminer tout jeu mécanique, quatre trous ont été percés dans les brides: deux trous pour des goupilles de centrage et deux trous pour deux vis supplémentaires.

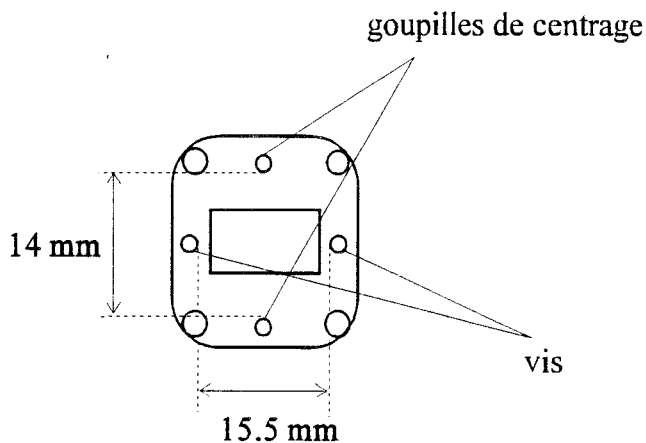


Figure 2-4

Dans le chapitre III, nous montrons que ces modifications n'ont pas altéré les performances micro-ondes de ces composants.

II 4- Les problèmes posés au niveau de l'échantillon

II 4 a- la position de l'échantillon dans la cellule

Le but recherché est d'obtenir un quasi-court-circuit à partir de l'échantillon qui couvre toute la section du guide. Cependant l'épaisseur du film étant choisie inférieure à la profondeur de pénétration de l'onde électromagnétique, une partie de celle-ci traverse l'échantillon (figure 2-5).

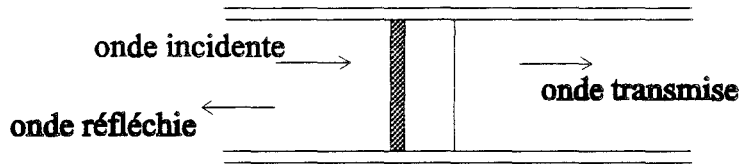


Figure 2-5

Comme le coefficient de transmission peut être très faible (< -50 à -60 dB), il ne faut pas qu'il y ait une fuite de puissance micro-onde autour de l'échantillon. C'est pour cela que nous avons remplacé la configuration a par la configuration b (figure 2-6):

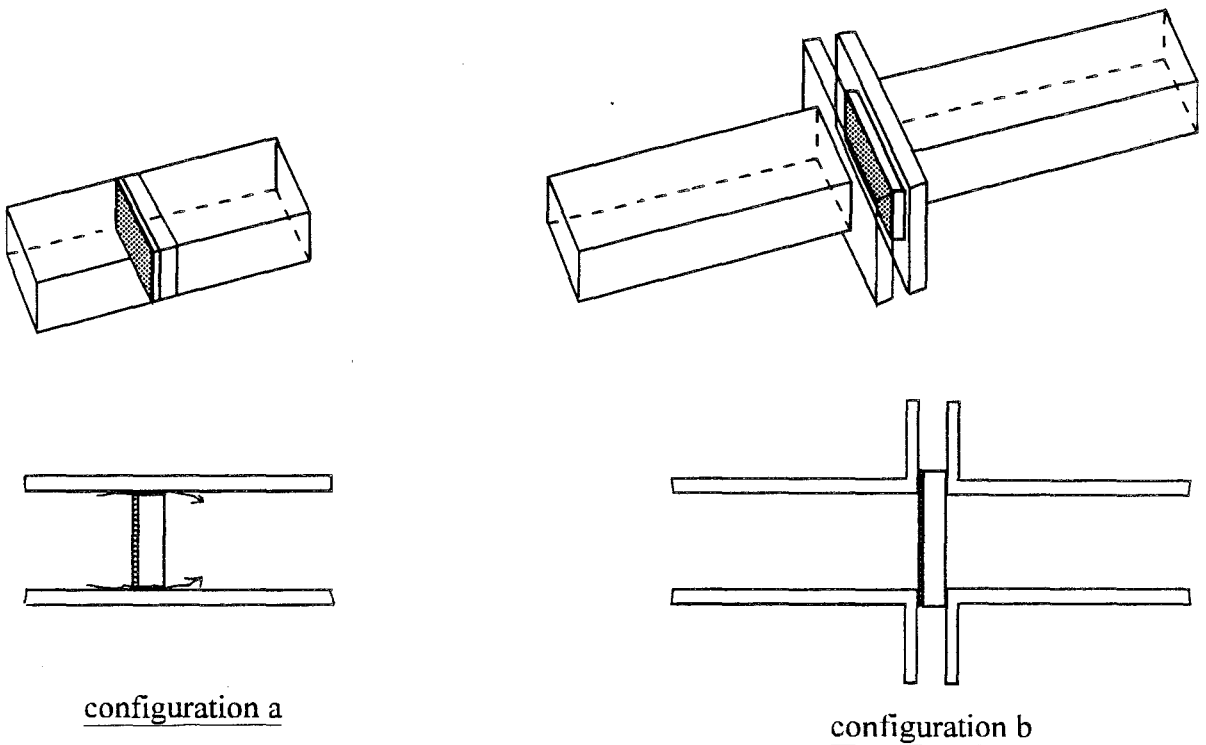


Figure 2-6

Dans la configuration a, il y a une fuite possible de puissance car les dimensions de l'échantillon ne sont jamais exactement égales à celles de la section droite du guide. Tandis qu'avec un échantillon de surface supérieure à la section droite du guide (configuration b), ce risque est beaucoup plus faible.

Mais la structure b présente un autre inconvénient: les lignes de courant sont coupées entre les deux brides et cela peut perturber les mesures. Pour éviter ce problème, nous

remplissons l'espace entre les deux brides par une feuille d'indium (configuration c figure 2-7).

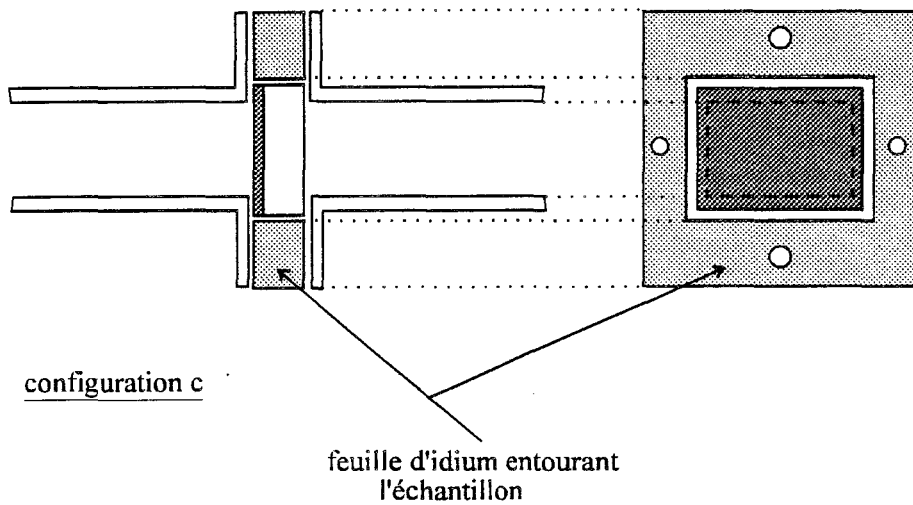


Figure 2-7

L'intérêt d'utiliser une feuille d'indium est qu'elle est malléable et qu'il en existe d'épaisseurs sensiblement égales à celles des substrats utilisés (100, 250, 500 μm). De plus il faut noter que ses conductivités électrique et thermique sont voisines de celles des brides.

Dans cette configuration, il n'y a pas de risque de fuite de puissance. Cela a été vérifié de la façon suivante: nous avons d'abord mesuré le coefficient $|S_{21}|$ d'un court-circuit placé entre les plans P_1 et P_2 . Ensuite nous l'avons remplacé par un film de cuivre déposé sur duroid. Comme l'épaisseur du cuivre est très élevée (17 μm) cet échantillon doit se comporter comme le court-circuit.

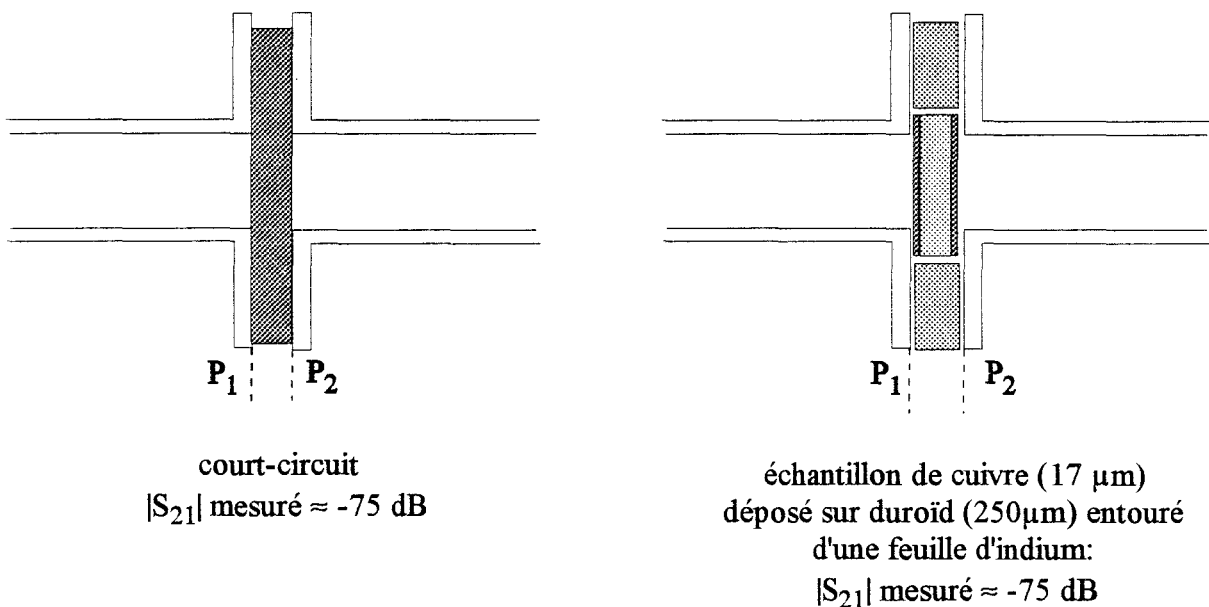


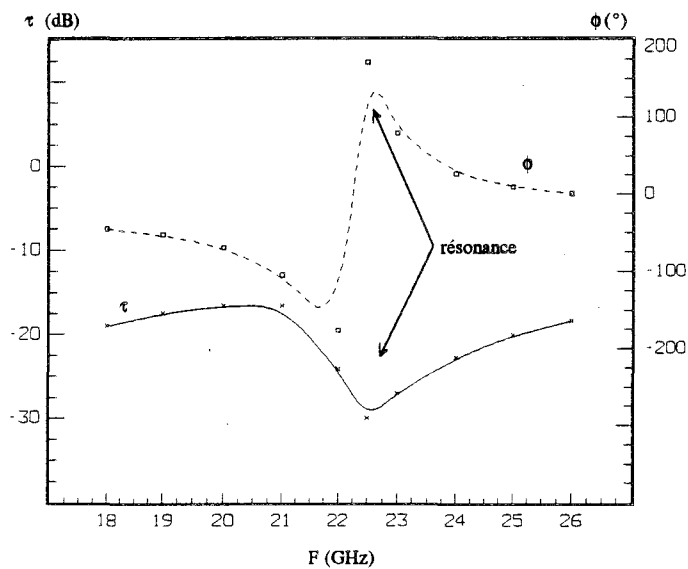
Figure 2-8

Les deux coefficients de transmission étant égaux, nous en avons conclu qu'à la température ambiante il n'y a pas de fuite de puissance autour de l'échantillon.

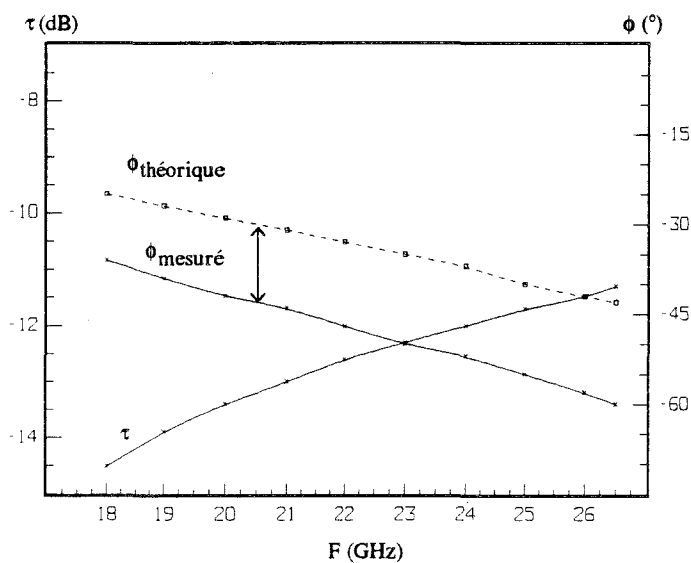
II 4 b- Le choix de l'épaisseur de la feuille d'indium - L'importance du contact film-guide d'onde

Avec la configuration c, nous avons obtenu de nombreux résultats expérimentaux qui n'étaient pas en accord avec les valeurs théoriques attendues. Suivant les échantillons, on observait l'un des deux phénomènes suivants:

- soit les courbes τ et ϕ (: module et phase du coefficient de transmission S_{21}) présentaient un ou plusieurs pics (figure 2-9 a).
- soit les courbes τ et ϕ avaient les allures monotones prévues mais la phase ϕ mesurée présentait un déphasage supplémentaire (figure 2-9 b).



a- échantillon L392Y
épaisseur feuille d'indium 600 μm
épaisseur substrat 550 μm



b- échantillon L285Y6
épaisseur feuille d'indium 720 μm
épaisseur substrat 500 μm

Figures 2-9 a et b

De nombreux essais nous ont permis de déterminer l'origine de ces anomalies: il s'agit de la mauvaise qualité électrique du contact entre le film supraconducteur et le guide d'onde (figure 2-10).

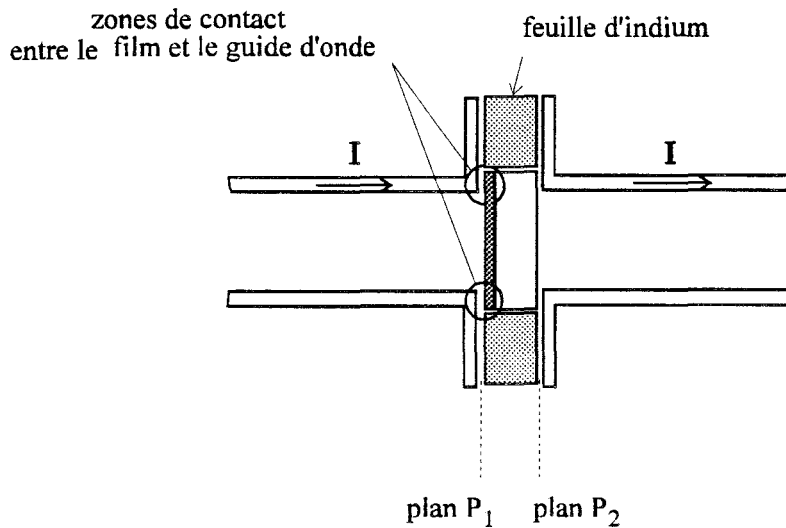


Figure 2-10

En effet dans la méthode de mesure en transmission on suppose que l'échantillon qui couvre toute la section droite du guide est un court-circuit quasi-parfait. Dans ce cas, la plus grande partie du courant I qui arrive au niveau du plan P_1 , rencontre le contact film-guide et passe dans le film. Ainsi la réflexion de l'onde est presque totale. Une infime partie du courant traverse la feuille d'indium et va au-delà du plan P_2 . Cela se traduit par une transmission très faible de l'onde électromagnétique à travers l'échantillon.

Il suffit que le contact film-guide d'onde soit imparfait pour observer les problèmes cités ci-dessus. Le choix de l'épaisseur de la feuille d'indium par rapport à celle du substrat est donc un facteur très important.

L'exemple ci-dessous illustre bien l'influence de l'épaisseur de la feuille d'indium sur les mesures.

L'échantillon F13362 (épaisseur de substrat = 250 μm) a été caractérisé avec différentes épaisseurs de feuille d'indium. Les caractéristiques de cet échantillon sont précisées dans l'annexe 4.

Nous avons obtenu des comportements similaires avec d'autres échantillons et nous avons fait les constatations indiquées dans le tableau 2-2.

Il existe 3 cas de figure suivant l'épaisseur du substrat et de la feuille d'indium.

T=300K

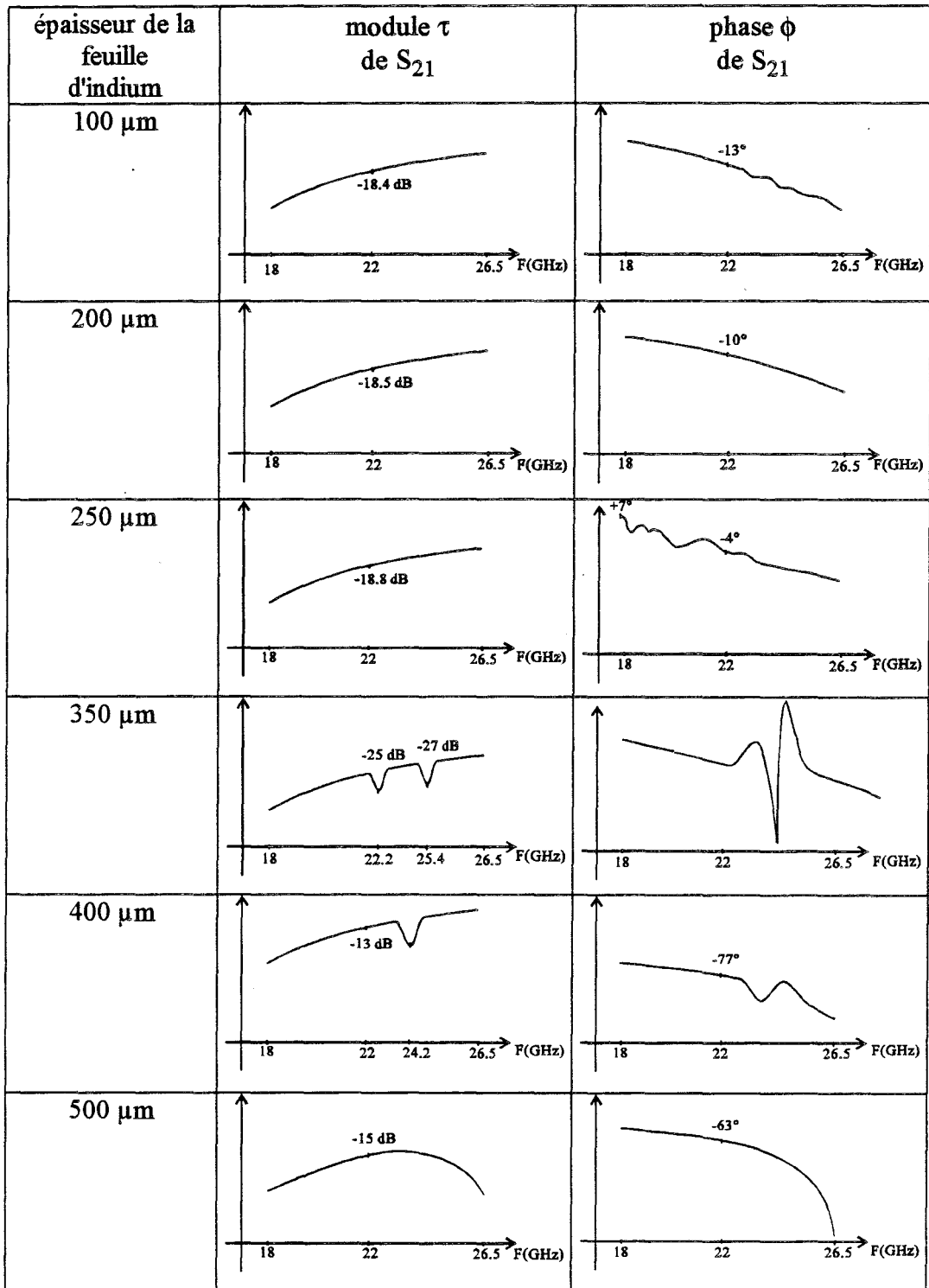


Tableau 2-2

1- épaisseur du substrat < épaisseur de la feuille d'indium:

Dans cette configuration, le contact film supraconducteur-guide d'onde n'est pas bon. On observe, par conséquent, un ou plusieurs pics suivant l'épaisseur de la feuille d'indium (350, 400, 500 μ m).

Pour l'épaisseur d'indium=350 μ m, il existe 2 pics sur la courbe de $\tau(F)$ à 22 et 25 GHz.

Pour l'épaisseur d'indium=400 μ m, le premier pic s'est déplacé à 24 GHz et on peut supposer que le deuxième pic est situé à une fréquence supérieure à 26.5 GHz.

Pour l'épaisseur d'indium=500 μ m, il n'y a plus de pic mais l'allure des courbes de τ et ϕ vers 26.5 GHz nous suggère qu'il en existe un, à une fréquence plus élevée.

Nous constatons donc qu'en changeant l'épaisseur de la feuille d'indium, les pics sont observés à des fréquences différentes.

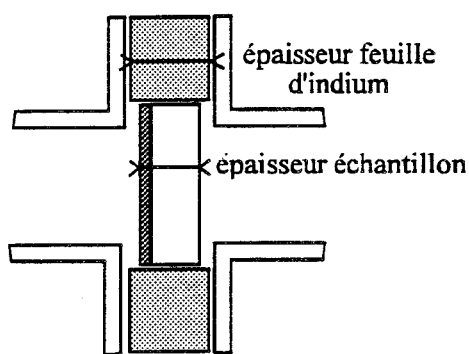


Figure 2-11

2- épaisseur du substrat \approx épaisseur de la feuille d'indium:

Le problème du contact film-guide d'onde se pose aussi dans ce cas. En effet la courbe $\tau(F)$ est correcte entre 18 et 26.5 GHz mais celle de $\phi(F)$ ne l'est pas. Pour trouver une explication à cela, nous avons relevé la courbe de $\tau(F)$ entre 1 et 26.5 GHz (figure 2-12).

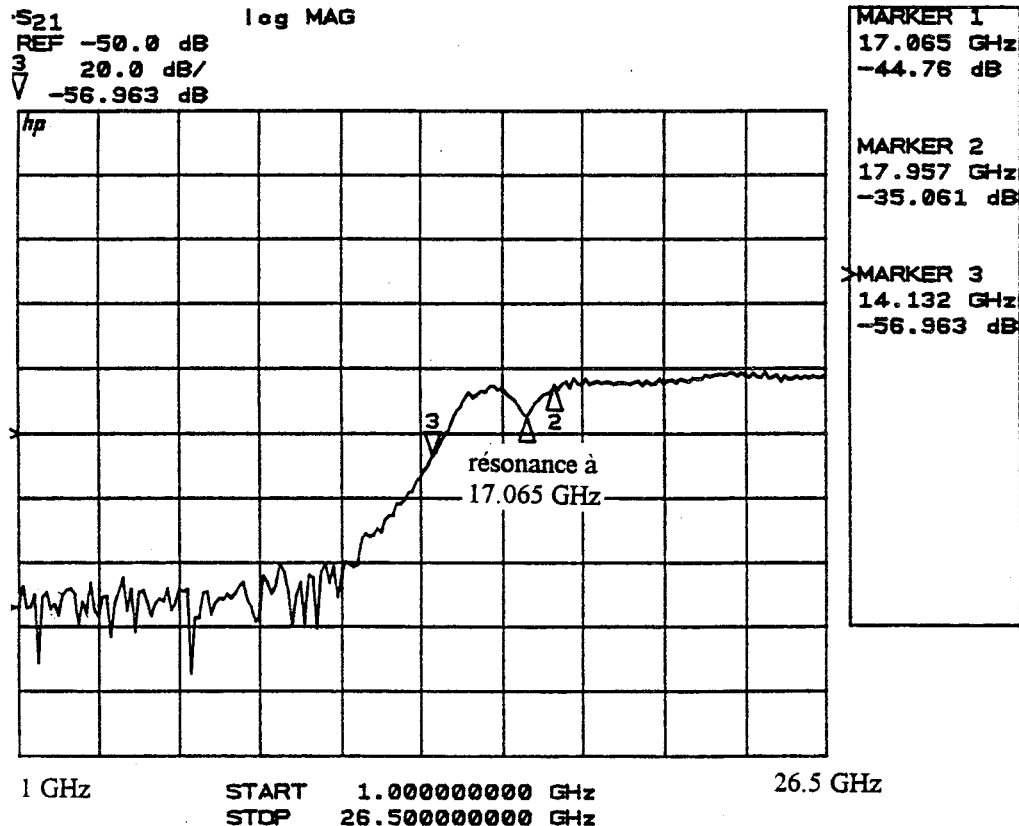


Figure 2-12

Ainsi nous avons mis en évidence un pic situé à 17.06 GHz qui est à l'origine des anomalies de l'évolution de la phase ϕ entre 18 et 26.5 GHz.

3- épaisseur du substrat légèrement supérieure à celle de la feuille d'indium:

Dans ce cas nous n'avons observé aucune anomalie dans la transmission. Cela se comprend par le fait que le contact film supraconducteur-guide d'onde est satisfaisant. Cependant il faut noter que l'on ne peut pas réduire à volonté l'épaisseur de la feuille d'indium et la rendre égale à zéro puisque dans ce cas les lignes de courant seront complètement coupées entre les deux brides.

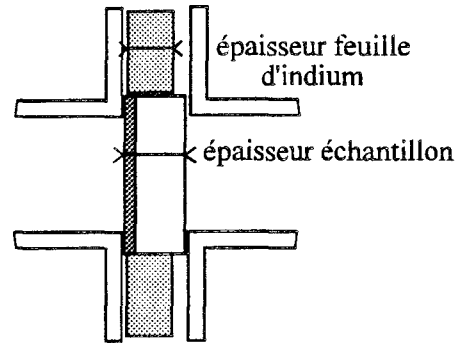


Figure 2-13

Ce travail purement expérimental nous a donné un critère pour le choix de l'épaisseur de la feuille d'indium par rapport à celle du substrat de l'échantillon. Il faut que:

"l'épaisseur de la feuille d'indium" soit légèrement inférieure à "l'épaisseur du substrat"

Ainsi: - le contact film conducteur - guide d'onde est assuré.

- la coupure des lignes de courant est partiellement évitée.

II 4 c- Les dimensions de la surface de l'échantillon

D'après les paragraphes précédents, l'échantillon doit avoir une surface supérieure à celle de la section droite du guide. Cependant cette surface est limitée pour les deux raisons suivantes:

- les dimensions des brides et les positions respectives des vis font que la surface maximale disponible est de $15 \times 13 \text{ mm}^2$ (figure 2-14),

- pour assurer une bonne continuité du courant électrique entre les deux guides, la surface de contact entre les brides doit être suffisante.

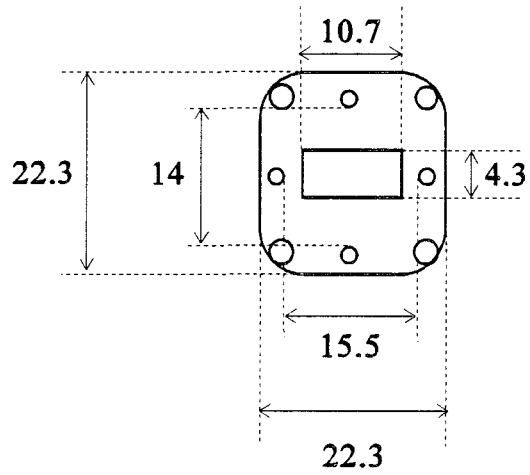


Figure 2-14

Pour remplir ces conditions nous avons opté pour une surface de $13 \times 7 \text{ mm}^2$. Ainsi plus de 85% de la surface de contact des brides est couverte par la feuille d'indium.

CHAPITRE III: Dispositifs de mesure

III 1- le banc de mesure

III 1 a- la canne cryogénique

III 1 b- l'ensemble des dispositifs de mesure

III 2- la configuration de mesure

III 3- étude du plancher de bruit de l'analyseur de réseaux

III 4- caractéristiques hyperfréquences de l'environnement de l'échantillon à 300K et en basses températures

III 4 a- les transitions type guide rectangulaire-coaxial

III 4 b- les câbles et les connecteurs

Dans le chapitre précédent nous avons étudié la cellule de mesure qui est constituée de deux transitions de type guide rectangulaire-coaxial et nous avons vu comment les problèmes posés au niveau de l'échantillon ont été résolus.

Dans ce chapitre c'est l'environnement plus global de mesure qui est étudié: nous examinerons d'abord l'ensemble du dispositif de mesure et en particulier la canne cryogénique sur laquelle la cellule est montée pour les mesures en froid. Nous nous intéresserons ensuite, en ce qui concerne l'analyseur de réseaux, au choix de l'état d'instrument et à la mesure de son plancher de bruit. Finalement nous donnerons les caractéristiques hyperfréquences des éléments d'accès (les câbles, les connecteurs et les transitions) à 300K et en basses températures.

III 1- le banc de mesure

III 1 a- la canne cryogénique

La cellule de mesure est fixée sur une canne cryogénique conçue spécialement pour les études sur les matériaux supraconducteurs [1] (figure 3-1). Les câbles semi-rigides descendant dans le cryostat sont de type ISOCORE 0.086". La longueur totale de ces câbles est de 1.6 mètres. Les connecteurs montés sur les câbles sont de type SMA 2.9

Ces câbles et ces connecteurs sont susceptibles de fonctionner à très basses températures et en hyperfréquences jusqu'à 46 GHz.

Une pièce métallique en laiton est prévue pour fixer la cellule et assurer un meilleur contact thermique entre cette dernière et la canne. Pour une meilleure isolation thermique une gaine de cuivre nickelée entoure toute la partie qui entre dans le cryostat. Une sonde et une résistance chauffante sont situées au niveau inférieur de la canne et permettent une régulation en température.

La figure 3-2 montre les dimensions des différentes parties de la canne.

III 1 b- l'ensemble des dispositifs de mesures

La figure 3-3 montre l'ensemble des appareils utilisés lors d'une caractérisation en basses températures.

Il faut noter que:

- Le cryostat est relié à l'analyseur de réseaux par des câbles semi-rigides Wiltron K118: la longueur de chaque câble est d'environ 1.30m.
- La régulation de température se fait entre 300 et 20K.
- Un ordinateur est utilisé pour piloter certaines catégories de mesures.

La canne cryogénique

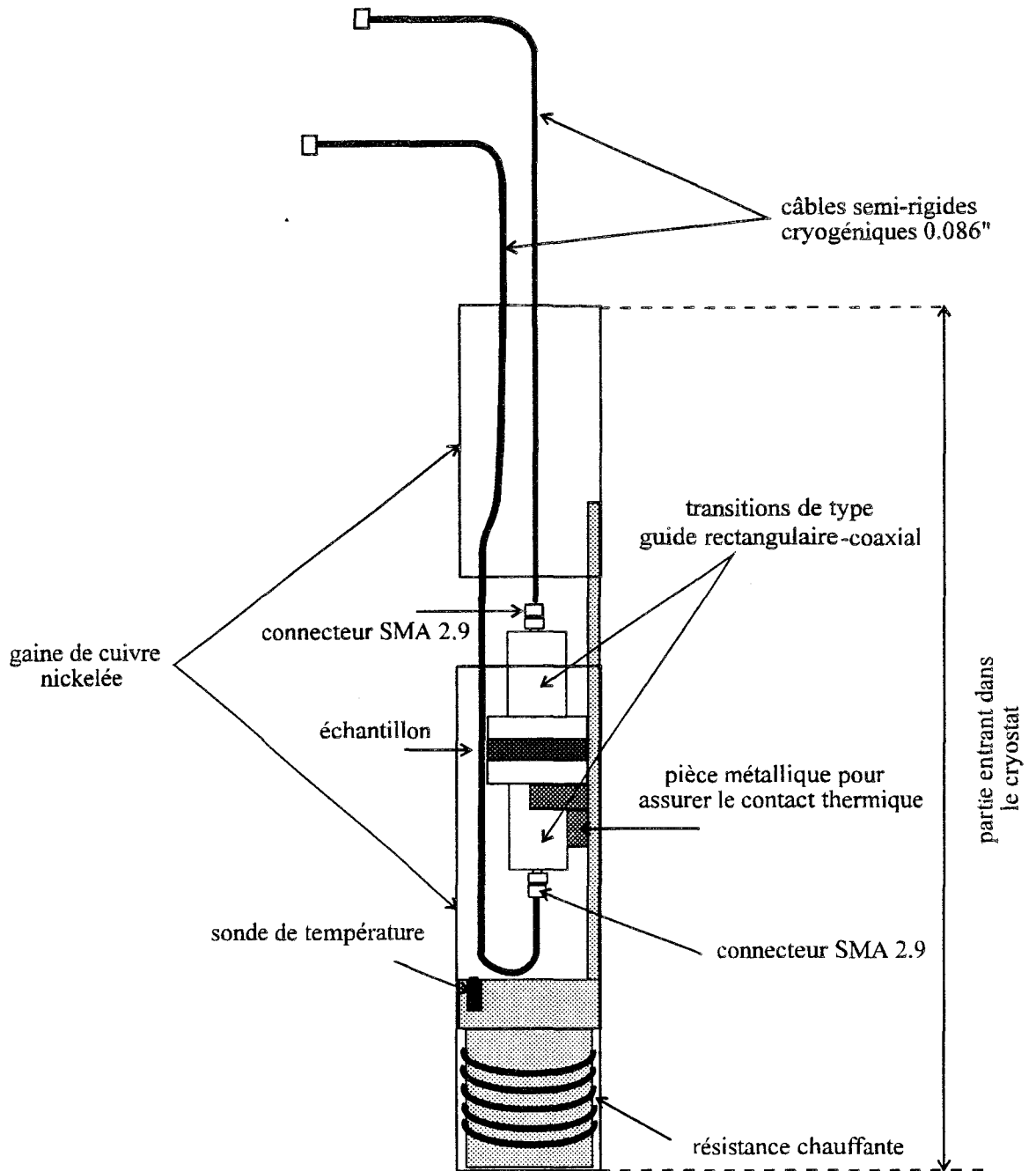
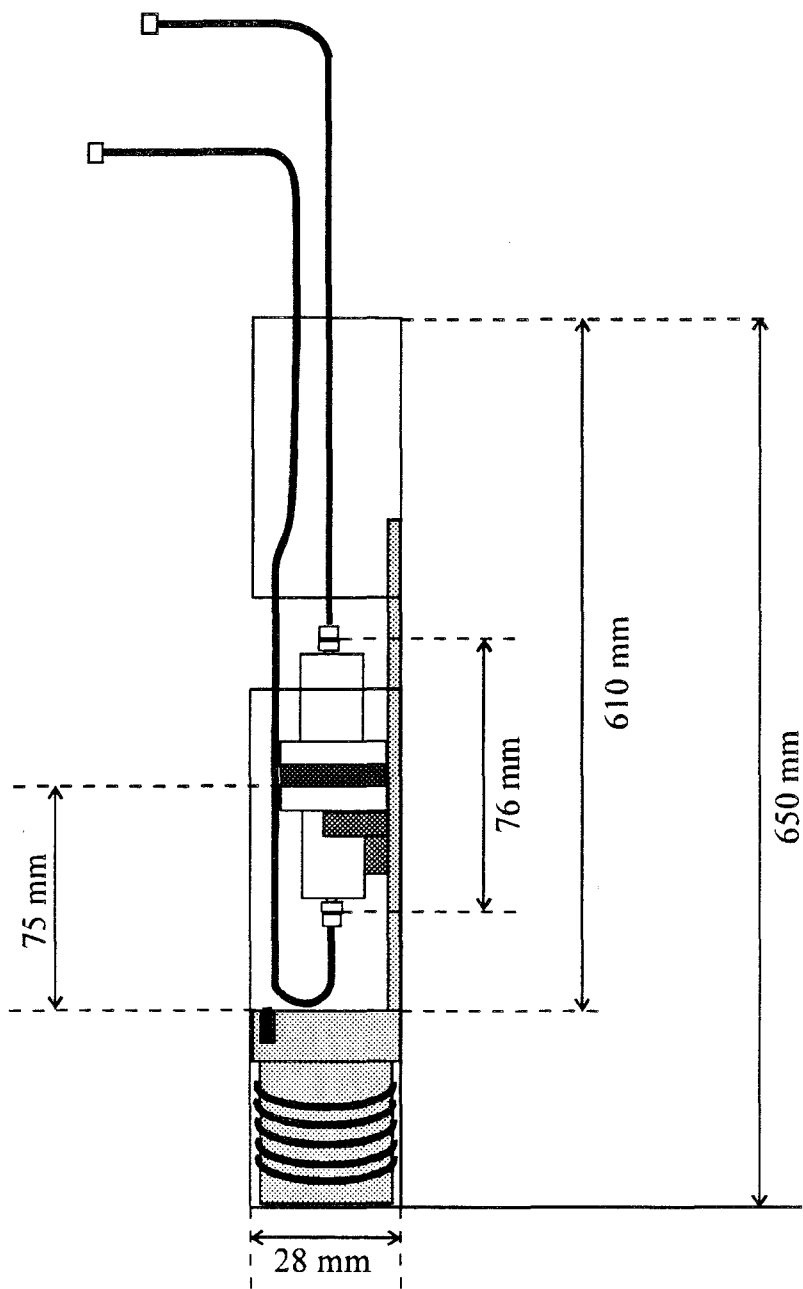


Figure 3-1



(dans ce schéma l'échelle n'est pas respectée)

Figure 3-2

Positions respectives des matériels de mesure

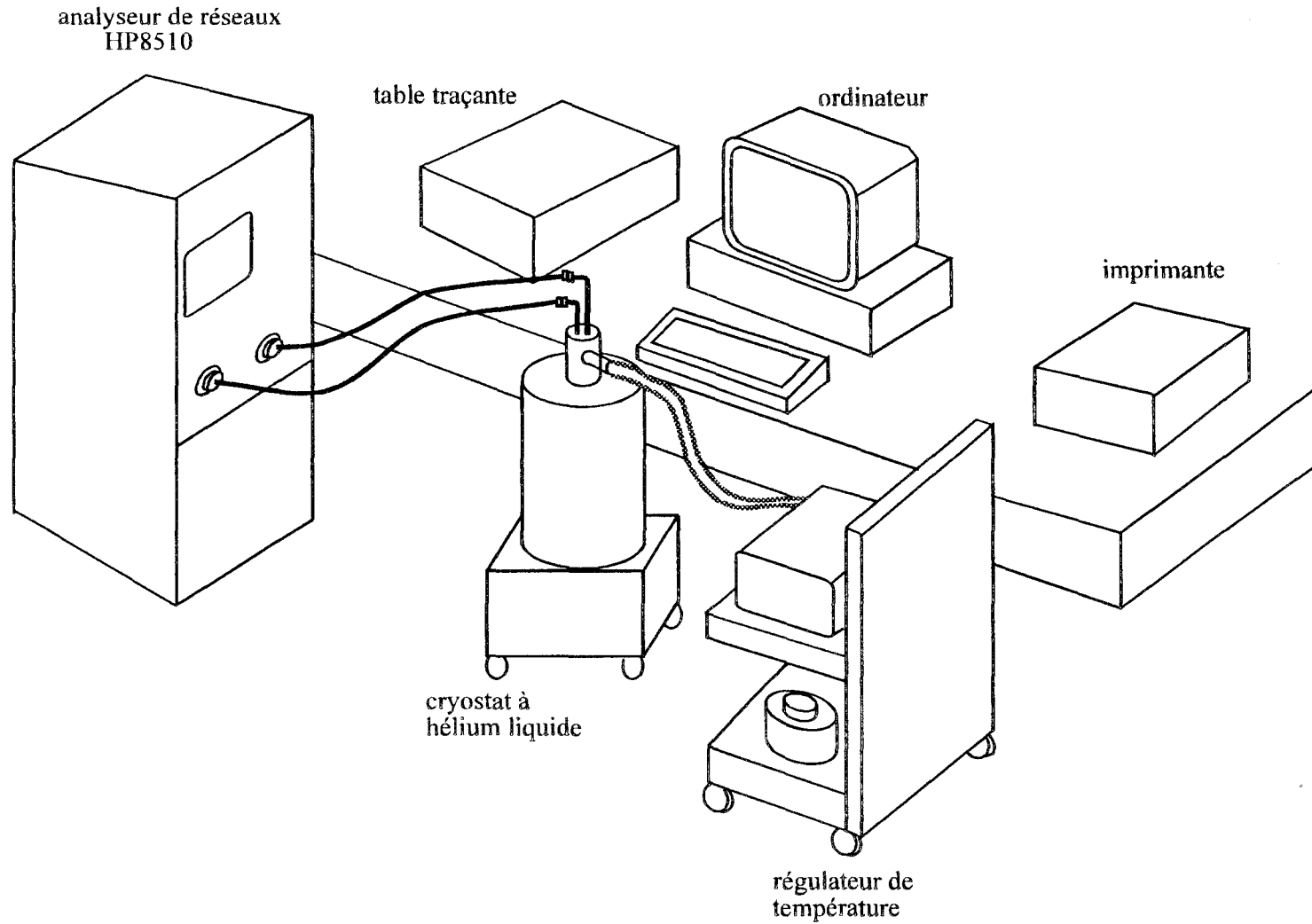


Figure 3-3

III 2- la configuration de mesure

On appelle "état d'instrument" l'ensemble des paramètres fixés à l'analyseur de réseaux avant d'effectuer toute mesure. Parmi ces paramètres on peut énumérer:

certains paramètres de l'état d'instrument	les valeurs fixées dans cette étude
la bande de fréquences	18-26.5 GHz
le nombre de points de mesure dans cette bande	201 points
la puissance du générateur	10 dBm
atténuateur à l'accès 1	10 dB
atténuateur à l'accès 2	10 dB
le nombre de mesures moyennées par point de fréquence (IF averaging factor)	100 à 2000 suivant les cas

Tableau 3-1

puissance du générateur: une puissance trop élevée envoyée sur l'échantillon supraconducteur peut le faire passer de l'état supraconducteur à l'état normal pour des températures plus basses que sa température critique T_c . Il faut donc envoyer la puissance la plus faible possible. A 22 GHz, avec une puissance du générateur fixée à +10 dBm et des atténuateurs de 10 dB au niveau des deux accès, la puissance mesurée juste à la sortie de l'analyseur de réseaux est égale à -25 dBm (3 μ W).

En tenant compte de l'atténuation des câbles, la puissance incidente au niveau de l'échantillon est encore plus faible (environ -30 dBm) et par conséquent elle n'influence pas les mesures d'autant que presque toute cette énergie est réfléchiée par l'échantillon.

atténuateurs de 10 dB aux accès 1 et 2: l'échantillon à caractériser étant très réfléchissant, ces atténuateurs diminuent les réflexions indésirables entre ce dernier et les autres points du circuit de mesure.

nombre de mesures moyennées par point de fréquence (IF averaging factor): si on le fixe à 100, à chaque point de fréquence, le système effectue 100 fois les mesures et les moyenne. C'est ainsi que les erreurs aléatoires de mesure sont réduites. Pour les cas où le coefficient de transmission S_{21} est inférieur à -50 dB, nous augmentons cette valeur jusqu'à 2000 pour améliorer le rapport signal sur bruit.

III 3- étude du plancher de bruit de l'analyseur de réseaux

Comme nous devons mesurer des coefficients de transmission S_{21} les plus faibles possibles, nous avons cherché à connaître la limite de ce que l'analyseur de réseaux peut détecter. C'est ce que l'on appelle le *plancher de bruit* de l'analyseur i-e le niveau en-dessous duquel le signal est complètement noyé dans le bruit.

Pour cela nous avons entrepris la démarche décrite ci-dessous. Au préalable signalons que cette étude a été restreinte à la bande 10-18 GHz en raison de l'utilisation d'un atténuateur limité à 18 GHz.

1) plancher de bruit juste à la sortie de l'analyseur de réseaux:

Nous avons fermé les deux accès 1 et 2 par des charges adaptées (figure 3-4) et nous avons mesuré le coefficient de transmission S_{21} sans calibrage préalable. Théoriquement, si tout est parfait, le module de S_{21} en dB doit être égal à $-\infty$. Nous avons mesuré en fait:

$$|S_{21}| = -100 \text{ dB}$$

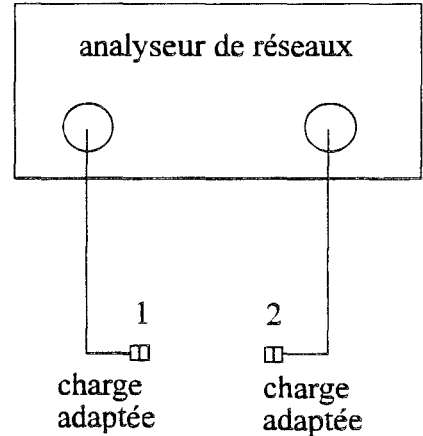


Figure 3-4

2) dynamique de l'analyseur de réseaux:

Il ne suffit pas de connaître le signal détectable le plus faible, il faut aussi savoir si pour les signaux aussi faibles que -100dB l'analyseur de réseaux a assez de dynamique, autrement dit s'il est assez sensible. Nous avons donc remplacé les charges adaptées par un atténuateur étalonné 0-110 dB (figure 3-5) et nous avons mesuré S_{21} en fonction de l'atténuation (figure 3-6).

Nous remarquons sur la figure 3-7 que pour les atténuations allant jusqu'à -80 dB, le module de S_{21} mesuré en fonction de l'atténuation est une droite et pour des atténuations plus grandes, la courbe se sature et $|S_{21}|$ tend vers -100 dB.

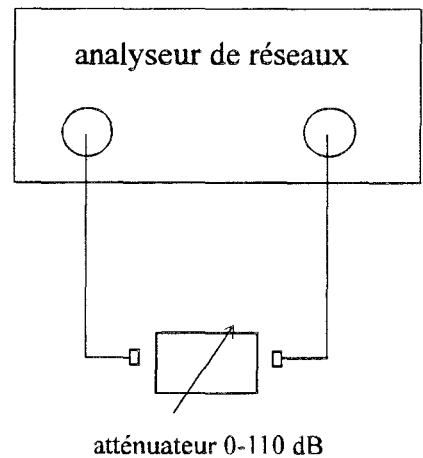


Figure 3-5

En conclusion, dans les conditions de mesure précédemment citées, l'analyseur de réseaux HP8510 a un plancher de bruit intrinsèque situé à -100 dB et sa dynamique est correcte jusqu'à -80 dB. Cependant ces informations ne sont pas suffisantes et il faut aussi effectuer les mêmes mesures au niveau des plans des référence qui nous intéressent, c'est-à-dire là où nous plaçons la cellule de mesure.

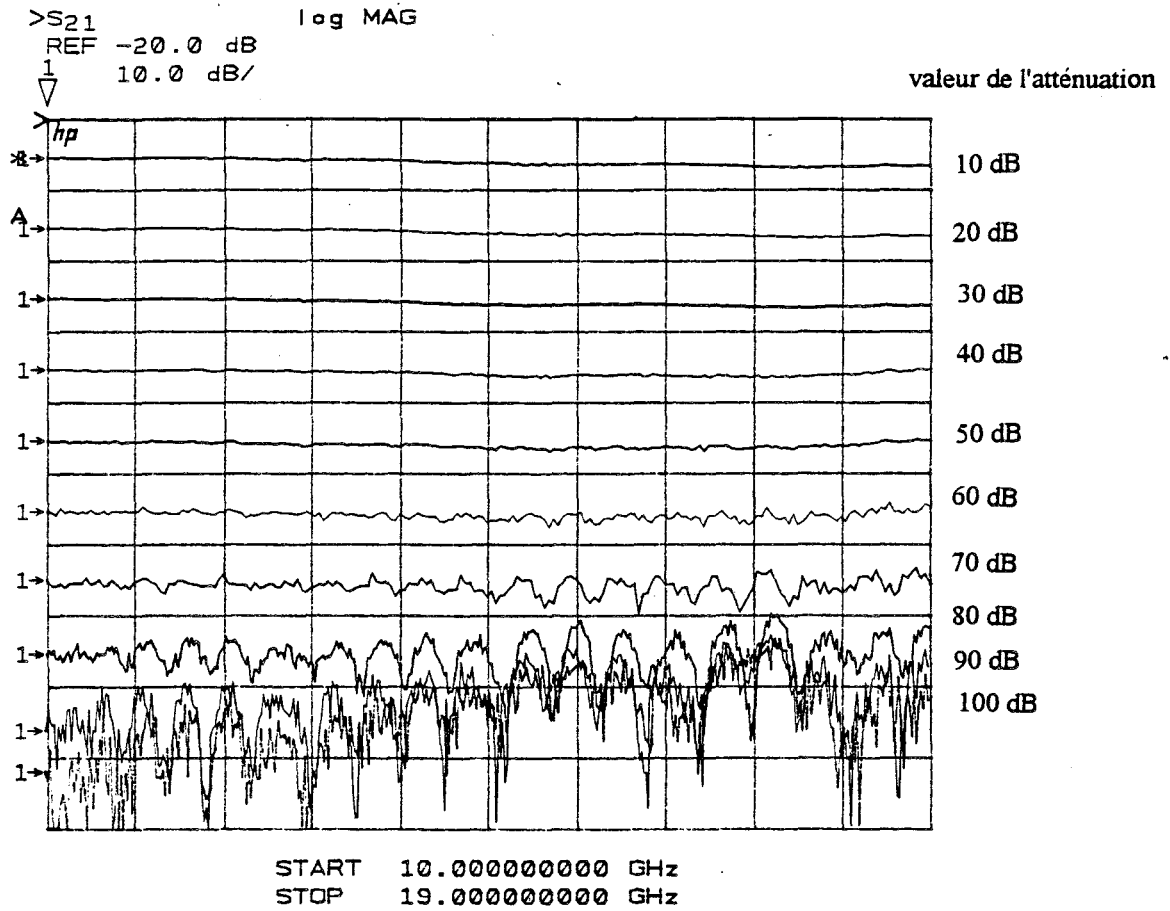


Figure 3-6

10 GHz < F < 18 GHz
 atténuateurs sur les deux portes = 10 dB
 puissance = 10 dBm

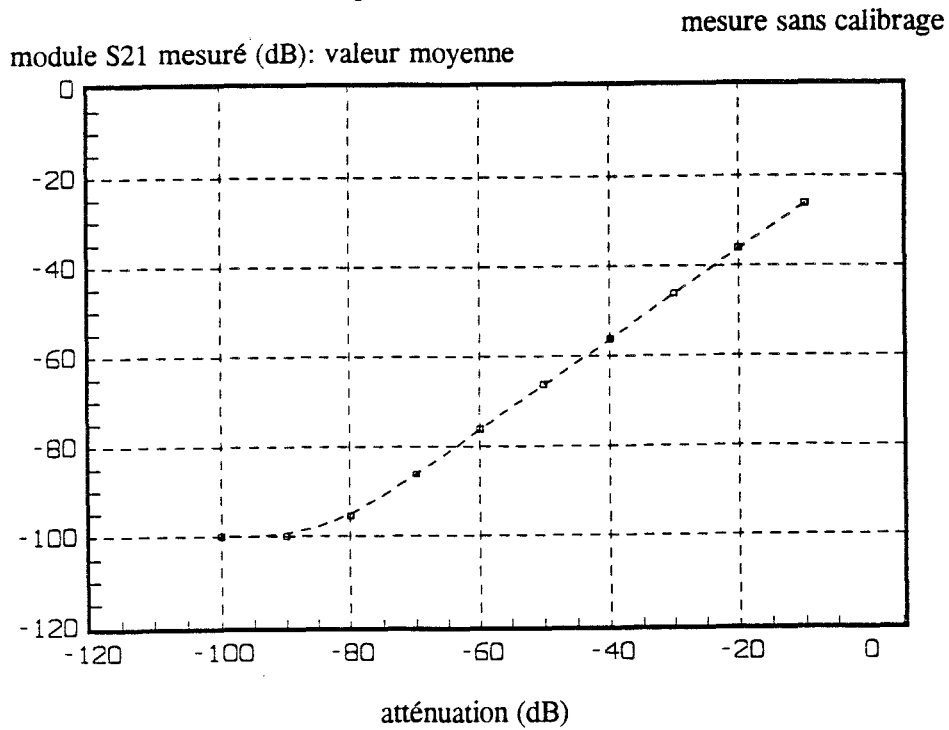


Figure 3-7

3) dynamique de l'analyseur de réseaux après calibration dans les plans de référence utilisés:

Avant d'insérer l'atténuateur, un calibrage "OSLT" (cf chapitre I 4) a été réalisé entre les plans P_1 et P_2 . Sur la figure 3-9 nous pouvons comparer les courbes du module de S_{21} en fonction de l'atténuation avec et sans calibrage.

Le calibrage tient compte des pertes qu'il y a entre l'analyseur et les plans P_1 - P_2 . C'est pour cela qu'après calibrage la courbe $|S_{21}|$ en fonction de l'atténuation est translatée vers le haut. Ainsi plus ces pertes sont élevées, plus la marge de mesure est réduite. Dans notre cas nous avons ajouté des longueurs de câble semi-rigides importantes (environ 4 mètres) qui causent des pertes ce qui diminue la dynamique au niveau des plans de référence. Ainsi le plancher de bruit passe à -85 dB et la dynamique est correcte jusqu'à -75 à -80 dB environ.

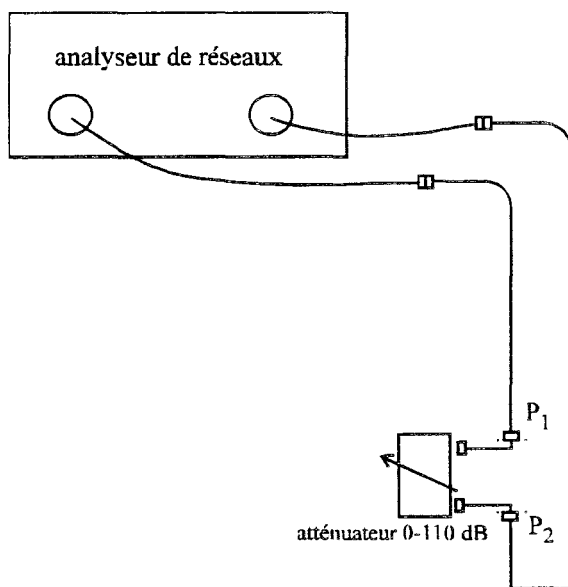


Figure 3-8

10 GHz < F < 18 GHz
 atténuateurs sur les deux portes = 10 dB
 puissance = 10 dBm

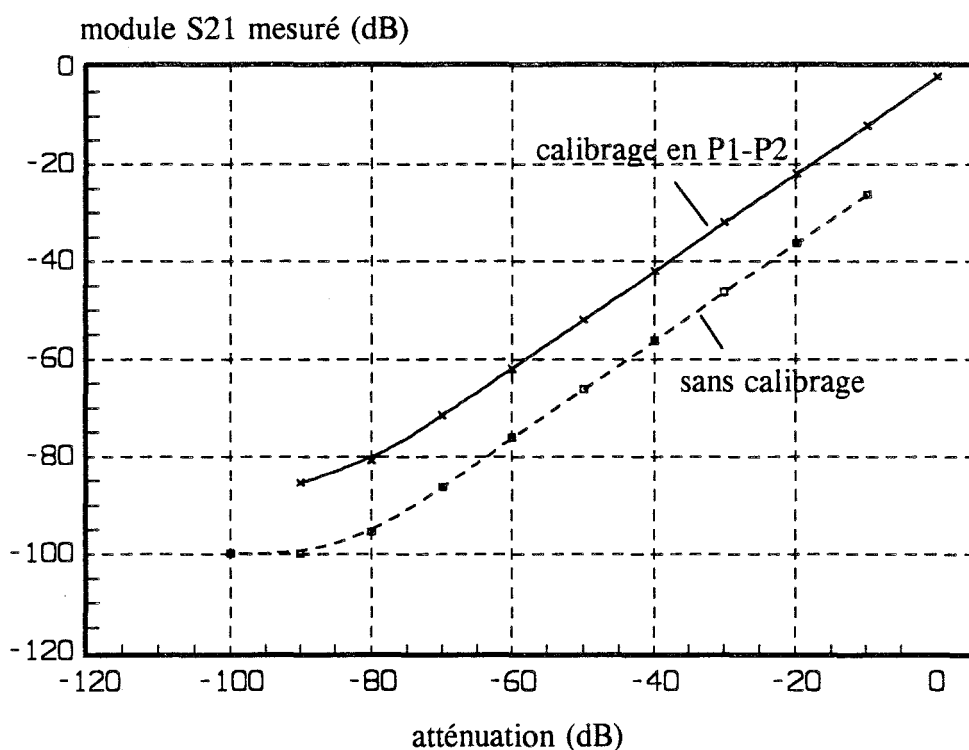


Figure 3-9

III 4- caractéristiques hyperfréquences de l'environnement de l'échantillon à 300K et en basses températures

III 4 a- les transitions type guide rectangulaire-coaxial

Nous avons caractérisé les deux transitions avant et après les modifications mécaniques (cf. chapitre II 3) pour être certains que ces modifications n'ont pas dégradé les performances des transitions. La méthode la plus simple pour les caractériser est décrite ci-dessous:

Chaque transition peut être représentée par son graphe de fluence:

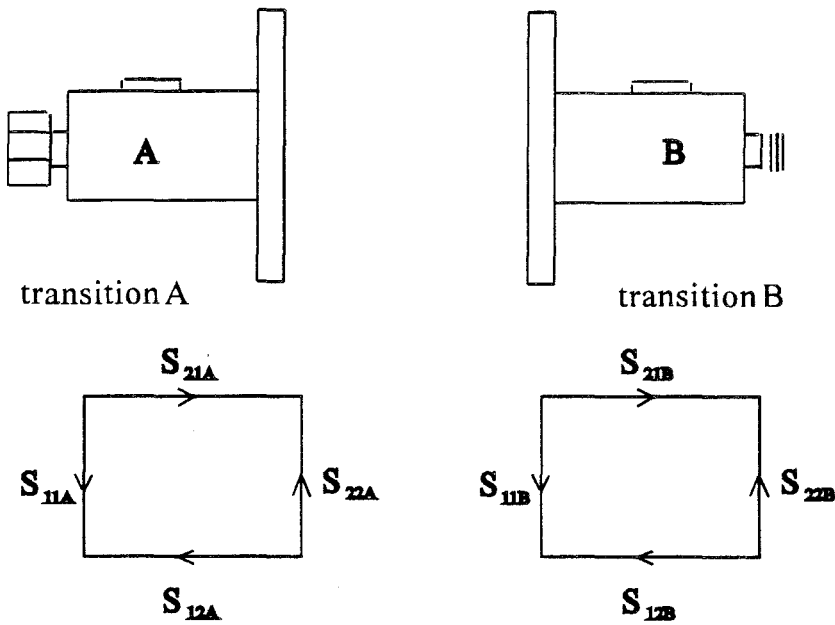


Figure 3-10

Plaçons les deux transitions tête-bêche et réalisons un quadripôle unique Q. Si on suppose, en première approximation:

- que les deux transitions sont identiques
- que dans le plan P (figure 3-11), il n'y a pas de réflexion

alors des relations simples relient les paramètres S_{ij} du quadripôle Q et ceux de chaque transition seule.

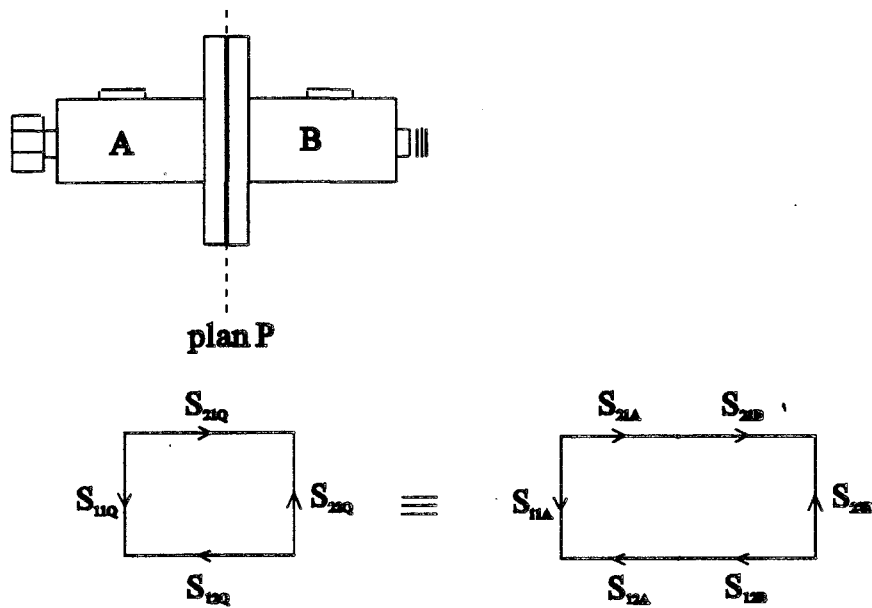


Figure 3-11

$$S_{21Q} = S_{21A} \times S_{21B} = (S_{21A})^2$$

$$S_{12Q} = S_{12A} \times S_{12B} = (S_{12A})^2$$

$$S_{11Q} = S_{11A}$$

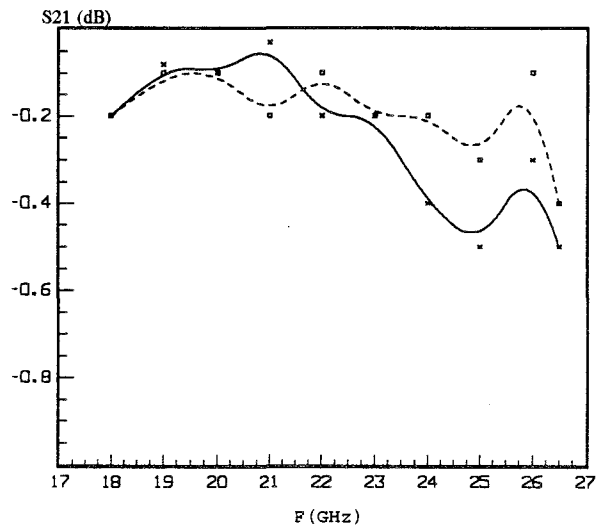
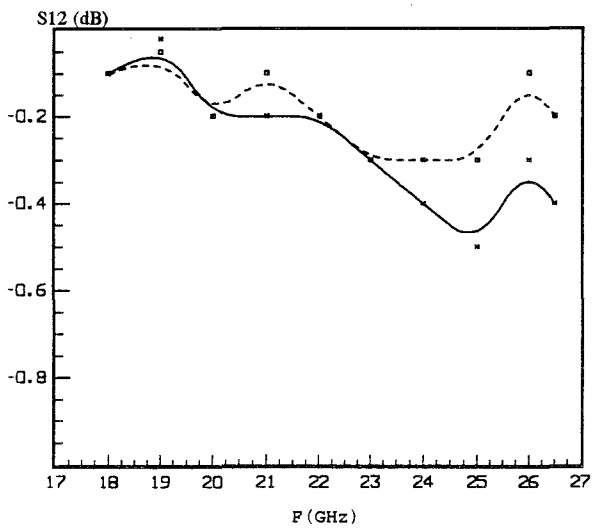
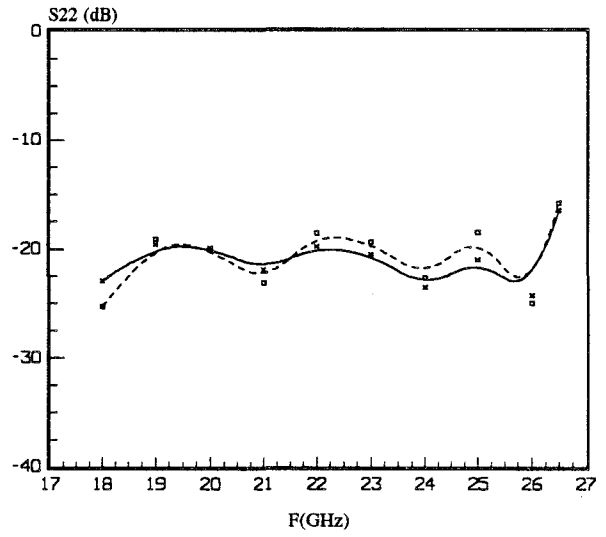
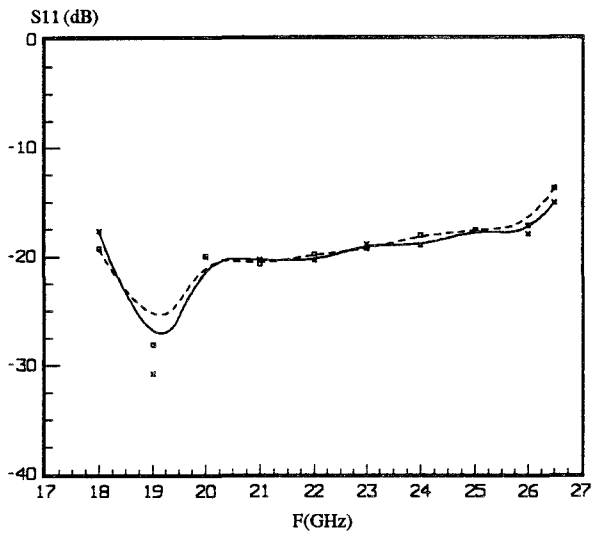
$$S_{22Q} = S_{22B}$$

Les courbes figure 3-12 montrent les évolutions des paramètres S_{ij} du quadripôle Q avant et après les modifications mécaniques.

Nous remarquons que les modifications mécaniques n'ont pratiquement pas modifié les valeurs de S_{ij} . Les pertes d'insertion sont même plus faibles à cause d'un meilleur positionnement des deux brides face à face. Pour chaque transition:

$$|S_{12}| \approx |S_{21}| \approx -0.25 \text{ dB (valeur maximum à 26 GHz)}$$

$$|S_{11}| \approx |S_{22}| \approx -20 \text{ dB (TOS=1.22)}$$



- - - Sij
après modification
— Sij
avant modification

Figure 3-12

III 4 b- les câbles et les connecteurs

- les données du constructeur:

Les données du constructeur pour les différents câbles et connecteurs utilisés sont résumées dans le tableau ci-dessous:

	provenance	dénomination	fréquence maximale	atténuation à 20 GHz
câbles semi-rigides de la canne	MEKTRON	ISOCORE 0.086"	60 GHz (=Fcoupure)	3.9 dB/m
câbles semi-rigides de liaison analyseur-cryostat	WILTRON	K118 0.118"	46 GHz	2.3 dB/m
connecteurs SMA 2.9	RADIALL	SMA 2.9	46 GHz	-

Tableau 3-2

Ces éléments de par leur conception (sauf les câbles K118 qui sont en dehors du cryostat) supportent mieux les variations de température que les câbles semi-rigides usuels et les connecteurs traditionnels SMA.

Cependant nous ne pouvons pas nous contenter des données du tableau car d'une part elles ne sont que des données de chaque élément individuellement et d'autre part elles ne sont valables qu'à la température ambiante. Nous avons donc caractérisé l'ensemble des câbles ISOCORE et leurs connecteurs en fonction de la température.

- caractérisation à 300K:

Nous avons relié les connecteurs SMA 2.9 et mesuré les paramètres S de l'ensemble {câbles ISOCORE + 4 connecteurs}, au niveau des plans d'entrée P₁ P₂ des connecteurs K (figure 3-13).

Les mesures donnent les valeurs suivantes:

$$|S_{21}| \approx |S_{21}| \approx -6.7 \text{ dB (:valeur moyenne)}$$

$$|S_{11}|_{\text{maximum}} \approx |S_{22}|_{\text{maximum}} \approx -20 \text{ à } -18 \text{ dB (:TOS}_{\text{max.}} \approx 1.2)$$

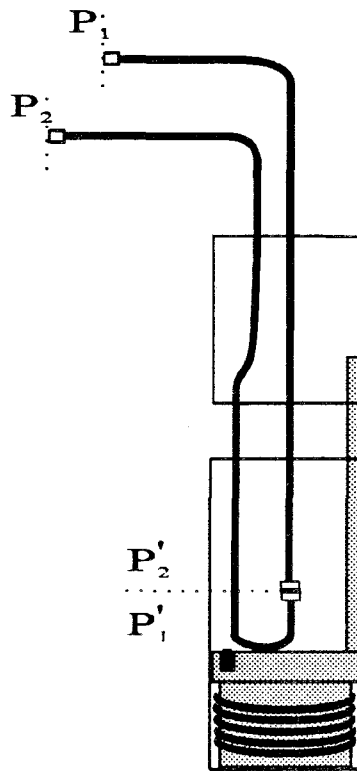


Figure 3-13

Une atténuation de 6.7 dB correspond aux données du constructeur (1.6 m x 3.9 dB/m = 6.2 dB) si l'on tient compte aussi de l'atténuation des quatre connecteurs et des parties coudées des câbles.

- caractérisation à l'azote liquide:

Les mesures ont été effectuées dans la même configuration que celle de la figure 3-13. Le calibrage étant fait à 300K au niveau des plans P_1' P_2' , la mesure de S_{21} est relative à ce calibrage. Les courbes de la figure 3-14 montrent l'évolution du module et de la phase de S_{21} en fonction de la température pour les fréquences 18 et 26 GHz.

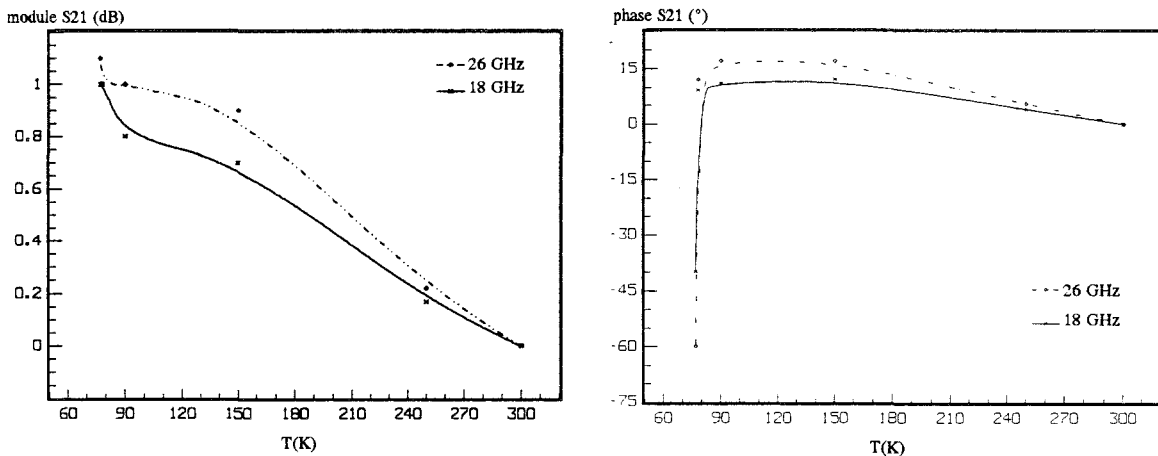


Figure 3-14

Nous constatons qu'entre 300 et 90K l'évolution des courbes est monotone et que le module de S_{21} augmente de 0.8 à 1dB et sa phase de 10 à 15° suivant la fréquence. Cela semble cohérent avec un phénomène de contraction des câbles en froid. Mais pour les températures plus basses les courbes présentent une discontinuité: entre 90 et 77K le module de S_{21} augmente de 0.2 dB et surtout sa phase diminue de 50° environ. Comme cette variation rapide est située à des températures proches de 77K nous avons soupçonné un comportement anormal des câbles et des connecteurs s'il sont trempés dans l'azote liquide. En effet à des températures supérieures à la température de l'azote liquide, ces éléments sont soumis à un flux gazeux froid tandis qu'à 77K, l'azote ne se vaporise plus et s'accumule au fond du cryostat au niveau de la cellule d'où l'influence de ce liquide. Pour apporter une preuve à cette interprétation nous avons effectué la même mesure à l'hélium liquide.

Il faut noter que nous avons caractérisé les câbles à l'azote liquide aussi bien en descendant qu'en remontant en température. Un effet d'hystérésis est observé sur les courbes de la figure 3-15 (cet effet est aussi signalé par le constructeur). Cela est une des raisons pour lesquelles, lors des mesures ultérieures, nous avons toujours fait varier la température dans le même sens.

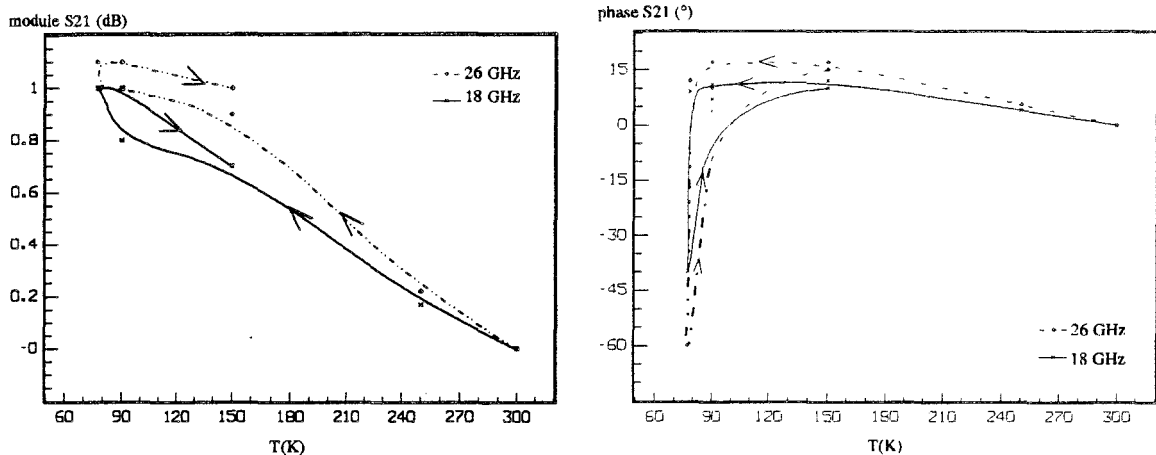


Figure 3-15

- caractérisation à l'hélium liquide:

Nous avons complété les courbes de la figure 3-14 pour des températures plus basses: $40K < T < 80K$ (figures 3-16).

A la température de la liquéfaction de l'azote, comme nous l'avions prévu, nous n'observons plus de discontinuité puisque cette température est obtenue non plus par immersion dans un liquide mais par le flux d'hélium gazeux.

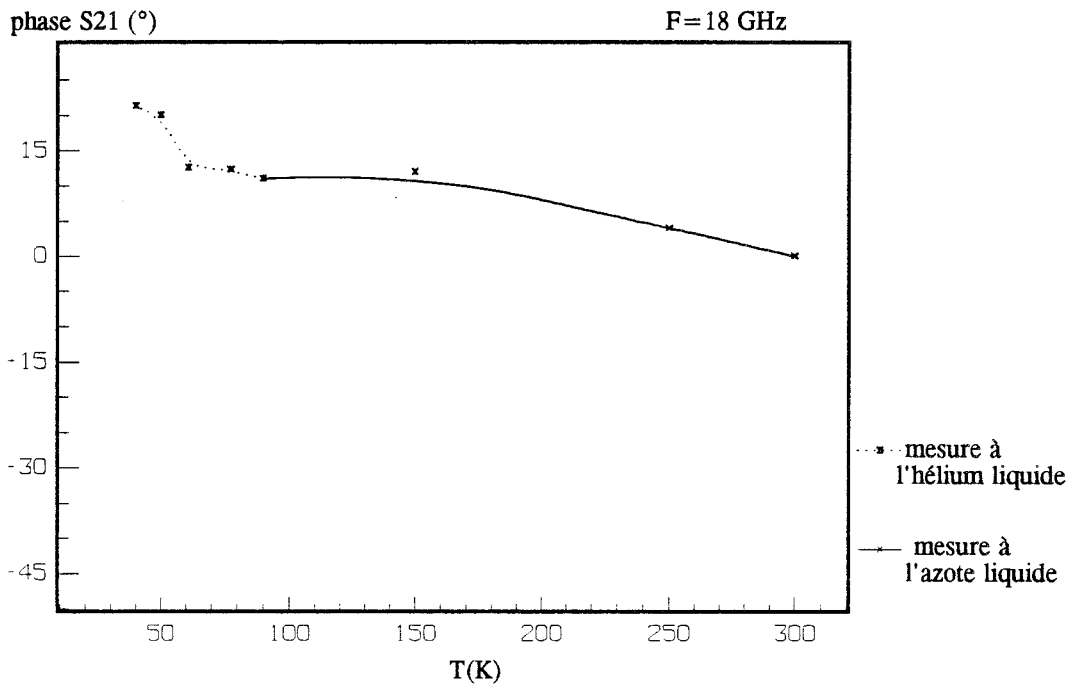
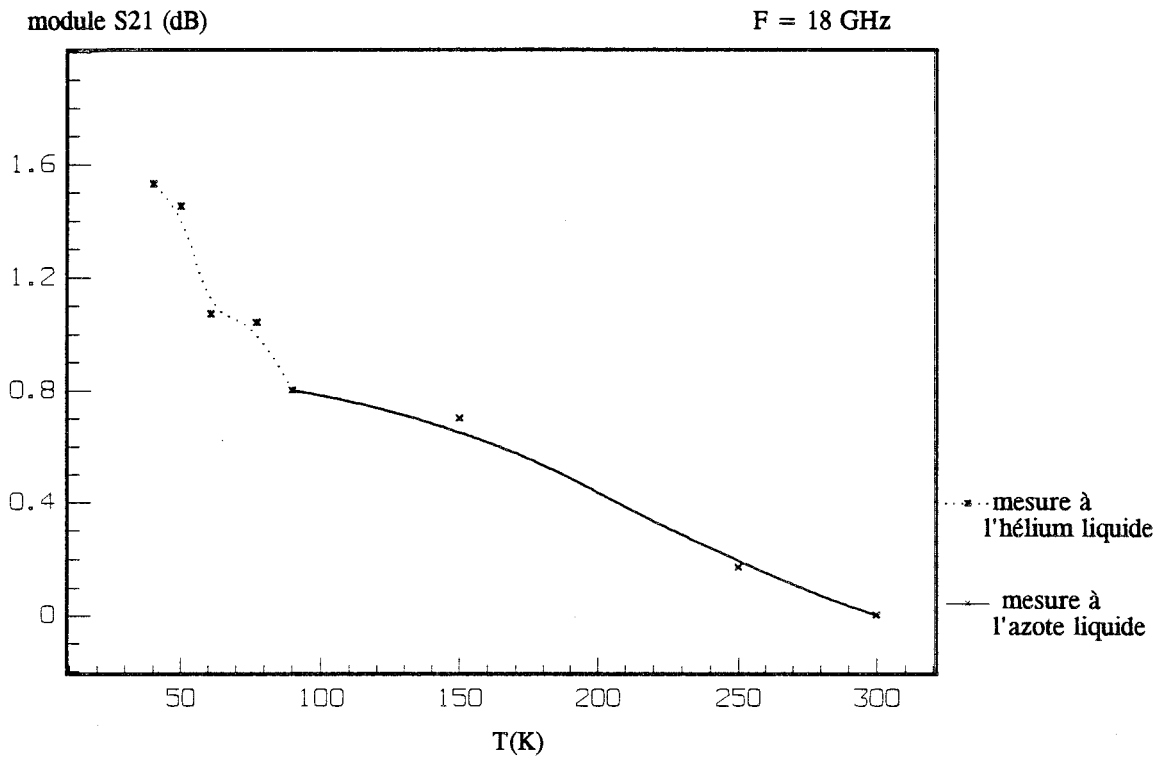


Figure 3-16

Nous remarquons que le module de S_{21} augmente de 1.6 dB et sa phase de 20° , entre 300 et 40K. Ceci montre la nécessité d'effectuer des calibrages en fonction de la température.

[1] D.Chauvel, "Mise en oeuvre de techniques de mesures cryogéniques pour la caractérisation hyperfréquences des circuits supraconducteurs à haute Tc. Application aux résonateurs planaires et conception d'oscillateurs à transistors HEMT refroidis.", Thèse de l'Université de Lille, Novembre 1993.

CHAPITRE IV: Calibrage en fonction de la température

IV 1- choix de la méthode de calibrage

IV 2- nécessité d'un calibrage en fonction de la température

IV 3- le déroulement d'un calibrage en basses températures

Dans ce chapitre nous justifions tout d'abord le choix de la méthode de calibrage TRL. Nous montrons ensuite pourquoi il est indispensable de calibrer en basses températures. Et finalement nous décrivons le déroulement du calibrage TRL en fonction de la température.

IV 1- choix de la méthode de calibrage

La méthode de calibrage doit tout d'abord convenir à la structure de propagation qui est dans notre cas une structure dispersive. Elle doit être extrêmement précise puisque notre but est de pouvoir mesurer le module et la phase des signaux micro-ondes pouvant être atténués de plus de 60 dB. Nous allons voir plus loin que le calibrage doit s'effectuer en fonction de la température, il faut donc que les éléments étalons de la technique choisie puissent être refroidis et ne changent pas alors de caractéristiques. C'est pour toutes ces raisons que la méthode de calibrage TRL (cf. chapitre I 4) nous a semblé la plus adéquate:

- elle est l'une des méthodes de calibrage les plus recommandées pour les structures dispersives.
- elle est précise car basée sur un modèle à 12 termes d'erreur ce qui signifie que tous les paramètres intervenant dans les erreurs systématiques sont pris en compte.
- elle est facile à mettre en oeuvre car les éléments étalons sont simples à usiner.
- les éléments ,court-circuit et longueur de ligne, sont métalliques donc la qualité des contacts est invariante en fonction de la température et la variation de la longueur de ligne est négligeable (l'élongation linéique du laiton étant d'environ $12.8 \mu\text{m} / \text{m} / ^\circ\text{C}$).

Dans la littérature, des travaux de recherche sur le même sujet [1-2] ont été effectués avec un calibrage en réponse fréquentielle en transmission. A notre avis, bien que cette méthode soit beaucoup plus simple, elle ne convient pas à ce type d'étude. En effet ce type de calibrage suppose que le composant à caractériser soit adapté en entrée et en sortie, par conséquent on ne détermine pas les paramètres D_{es} et D_{ec} . Le seul coefficient mesuré est la réponse fréquentielle R_t .

Comparons la précision de mesure que l'on peut obtenir avec chacune des deux méthodes de calibrage:

Rappelons la relation (4) qui donne l'erreur systématique de mesure du coefficient de transmission $|S_{21}|$:

$$\Delta|S_{21}| \approx \left| C + R_t \cdot S_{21Q} + D_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + D_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q} + E_d \cdot S_{21Q} \right|$$

Supposons que le terme d'isolation C et l'erreur due à la dynamique du système E_d sont identiques pour les deux méthodes.

$$C = -80 \text{ dB}$$

$$E_d = 0.006 \text{ (en linéaire)}$$

Après un calibrage TRL, on obtient les valeurs typiques suivantes (cf. chapitre V):

$$\begin{aligned}
 R_t &= \pm 0.06 \text{ dB} \\
 D_{es} &= -37 \text{ dB} \\
 D_{ec} &= -40 \text{ dB}
 \end{aligned}$$

Après un calibrage en réponse fréquentielle les termes de désadaptation côté source et côté charge ne sont pas corrigés et sont égaux aux valeurs avant calibrage:

$$\begin{aligned}
 R_t &= \pm 0.06 \text{ dB} \\
 D_{es} = D_{ec} &= -15 \text{ dB} \quad (\text{: valeurs typiques})
 \end{aligned}$$

Si l'on désire mesurer un quadripôle de caractéristiques suivantes:

$$\begin{aligned}
 |S_{11}| &= 0.89 \text{ (-1 dB)} \\
 |S_{22}| &= 0.89 \text{ (-1 dB)} \\
 |S_{21}| &= 0.1 \text{ (-20 dB)}
 \end{aligned}$$

l'erreur systématique sur la mesure du paramètre S_{21} est:

$$\Delta|S_{21}|_{\text{TRL}} = 0.0035 \quad \text{et} \quad \Delta|S_{21}|_{\text{réponse fréquentielle}} = 0.033$$

Il y a donc une erreur dix fois plus grande avec la dernière méthode.

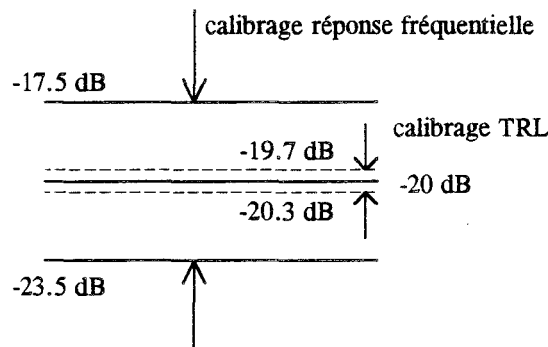


Figure 4-1

Il faut rappeler que plus l'erreur sur le module de S_{21} est importante, plus l'imprécision sur la phase ϕ de ce dernier est grande:

$$\Delta\phi = \text{Arc sin} \left(\frac{\Delta|S_{21}|}{|S_{21}|} \right)$$

Dans le cas de cet exemple:

$$\Delta\phi_{\text{TRL}} = \text{Arcsin}(0.0035/0.1) = 2^\circ$$

$$\Delta\phi_{\text{rép.fréq.}} = \text{Arcsin}(0.033/0.1) = 19^\circ$$

Une étude expérimentale a confirmé ce raisonnement; nous avons effectué les deux calibrages TRL et réponse fréquentielle en transmission, aux mêmes températures, lors des mesures sur l'échantillon L392Y (pour les caractéristiques de cet échantillon, voir

l'annexe 4). La figure 4-2 montre les évolutions du module et de la phase de S_{21} mesurés avec les deux calibrages.

On remarque que

- la mesure de S_{21} avec le calibrage en réponse fréquentielle est beaucoup plus erratique en module et en phase.
- son ondulation autour d'une valeur moyenne suggère la présence d'un vecteur d'erreur résiduel qui changerait de phase avec la fréquence.

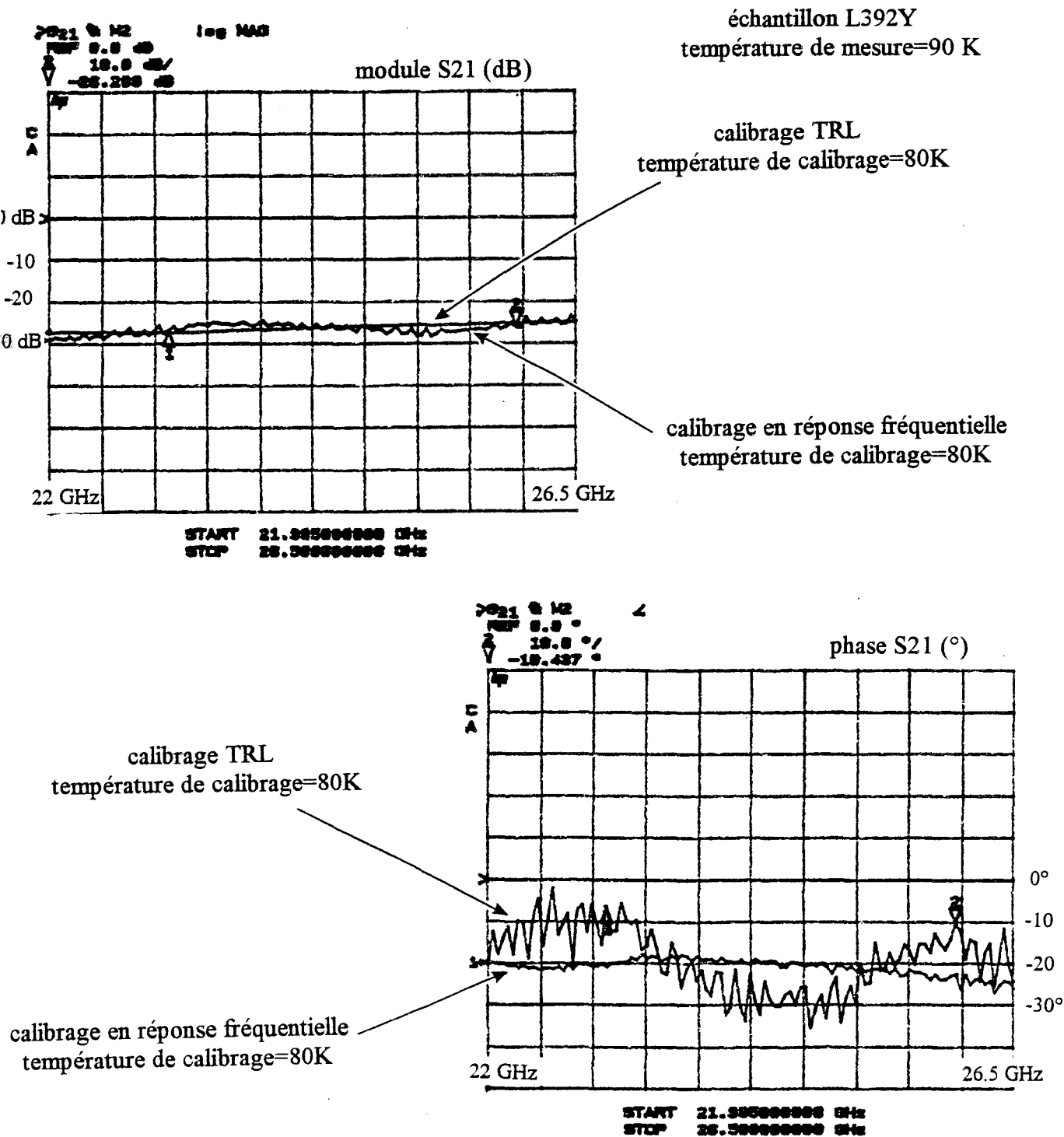


Figure 4-2

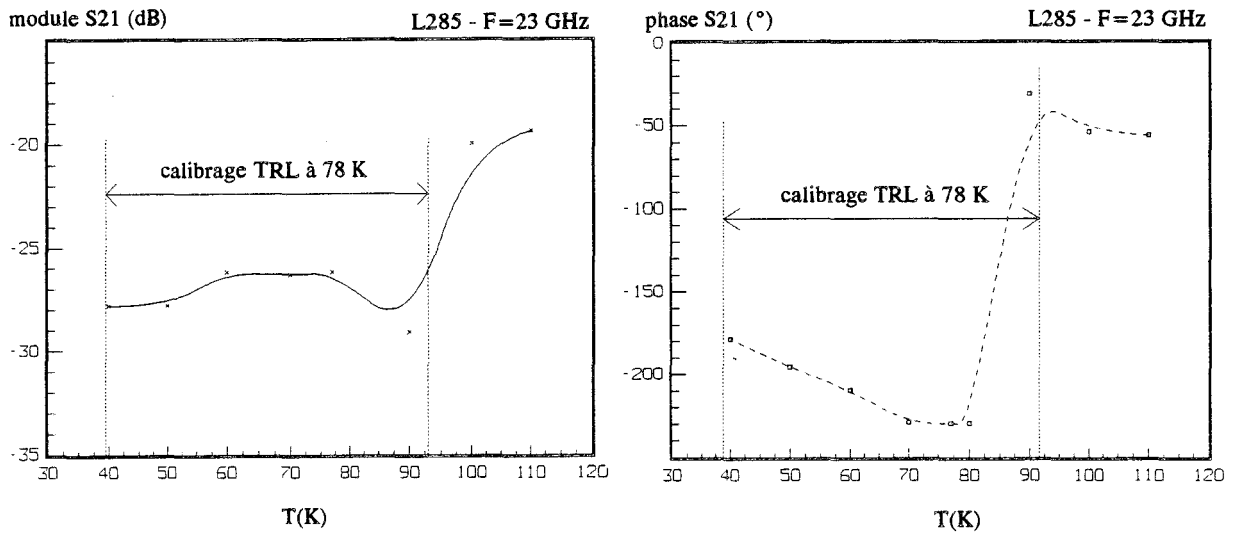


Figure 4-3

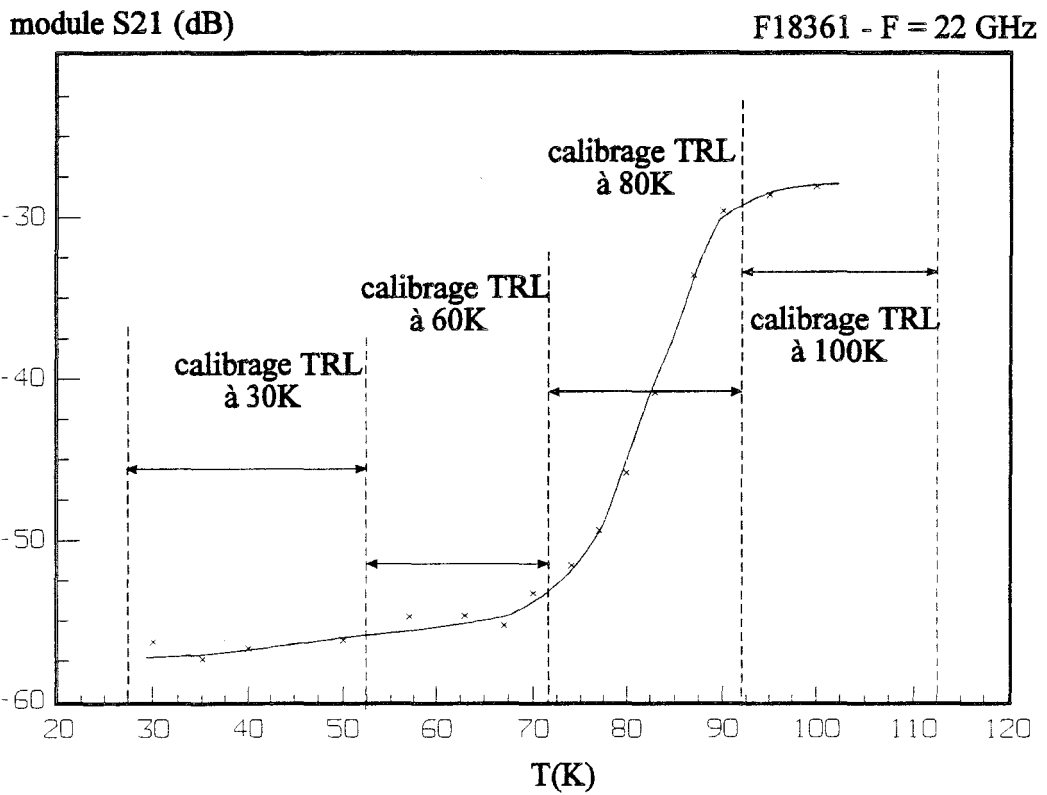


Figure 4-4

IV 2- nécessité de calibrage en fonction de la température

Nous avons vu au chapitre III que les caractéristiques des éléments (câbles, connecteurs, transitions guide-coaxial) évoluent en fonction de la température. Il n'est donc pas possible de se limiter à un calibrage à température ambiante si l'on désire effectuer des mesures précises de module et de phase de S_{21} .

L'exemple ci-dessous montre bien la nécessité d'un calibrage en fonction de la température.

Avant de caractériser l'échantillon L285, un calibrage TRL a été fait, à l'azote liquide, aux températures de 78, 100 et 150K. La mesure du coefficient S_{21} entre 40 et 90K, est effectuée en utilisant le calibrage à 78K. Sur les courbes de la figure 4-3, on remarque que le module de S_{21} , au lieu de continuer à descendre comme prévu en fonction de la température, remonte légèrement. La phase aussi remonte considérablement entre 70 et 40K, à l'encontre de ce qui est attendu. Ceci montre qu'il faut aussi effectuer des calibrage en-dessous de 78K.

Ce comportement n'est plus observé quand les zones de température de calibrage ne dépassent pas une trentaine de degré Kelvin (cf. figure 4-4).

IV 3- le déroulement d'un calibrage en fonction de la température

L'algorithme de calibrage TRL existe dans l'analyseur de réseaux HP8510. Quand on choisit ce calibrage, un menu apparaît sur l'écran où est demandé à l'utilisateur de placer chaque élément étalon au niveau des plans de référence et de valider cet élément sur l'écran pour que l'analyseur mesure ses paramètres S. Le fichier contenant le calibrage est sauvegardé seulement quand tous les éléments sont mesurés et le calcul des paramètres d'erreur est terminé. Cela est intéressant uniquement si le calibrage est effectué pour la température ambiante mais s'il faut calibrer à différentes températures, cette démarche devient très vite fastidieuse. En effet imaginons que l'on veuille un calibrage TRL aux deux températures différentes T_1 et T_2 . Avec la démarche de l'analyseur de réseaux, le calibrage se déroulerait de la façon indiquée sur la figure 4-5:

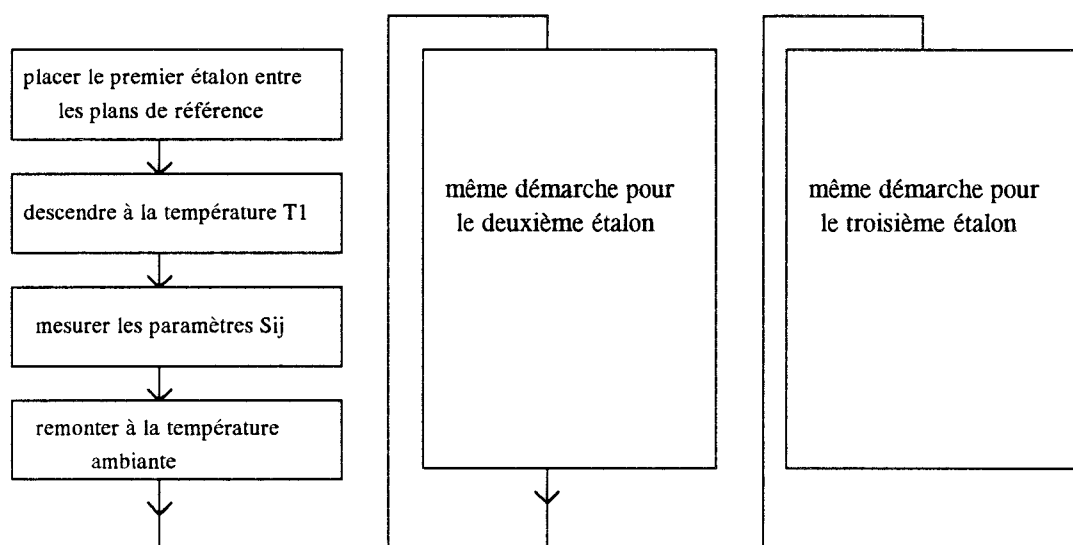


Figure 4-5

Il faut donc placer chaque étalon au niveau des plans de référence et descendre en température. Après la mesure du troisième élément, le calibrage TRL à la température T_1 est terminé. Pour le calibrage à la température T_2 il faut trois autres cycles thermiques.

Cela serait beaucoup plus simple si l'on pouvait mesurer chaque élément étalon, pour toutes les températures de calibrage, avec un seul cycle thermique. Ceci a été rendu possible grâce à un logiciel développé par G.Dambrine dans le cadre d'une autre étude [3]. Ainsi on n'utilise plus l'algorithme de l'analyseur de réseaux et les mesures sont commandées et recueillies par l'intermédiaire d'un calculateur.

Il faut noter qu'avant d'entreprendre le calibrage en basse température, on réalise un calibrage TRL à 300K (TRL300). Ce calibrage est utile pour aider à détecter rapidement une anomalie au niveau de la connectique ou au niveau de l'élément étalon.

La figure 4-6 illustre le déroulement de mesure d'un étalon à différentes températures avec ce programme.

Après avoir placé le premier élément "E" dans le cryostat (les étapes 1 et 2), on descend à la plus basse température T_0 où on a besoin d'un calibrage (3). On attend l'équilibre thermique (4) puis on mesure les paramètres S_{ij} et on les enregistre dans un fichier "ET $_0$ " (: nom de l'étalon+température de mesure) (5).

Ensuite on monte la température à la valeur suivante $T_1 > T_0$ (6). On répète les actions 4, 5 et 6 pour la température T_1 , ensuite T_2, \dots, T_I .

Si la température T_{I+1} est la dernière température de calibrage, après la mesure de S_{ij} à cette température (5"), on chauffe éventuellement la cellule (7) pour que la sortie de la canne du cryostat (8) n'endommage pas les câbles et les connecteurs refroidis.

Bien entendu on vérifie tout le long du cycle thermique, la validité des paramètres S de l'élément, en utilisant le calibrage TRL300 (étapes 6, ..., 6').

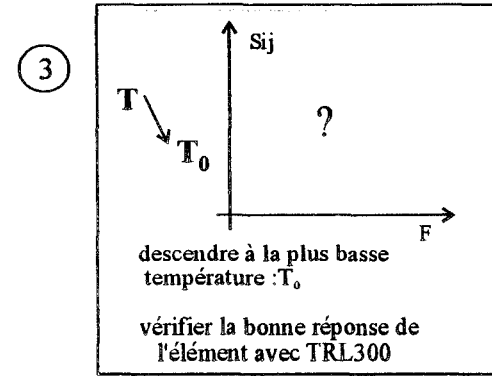
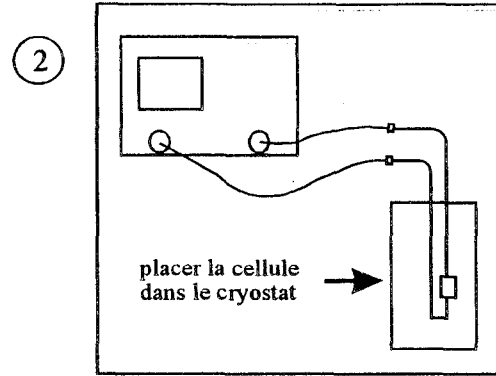
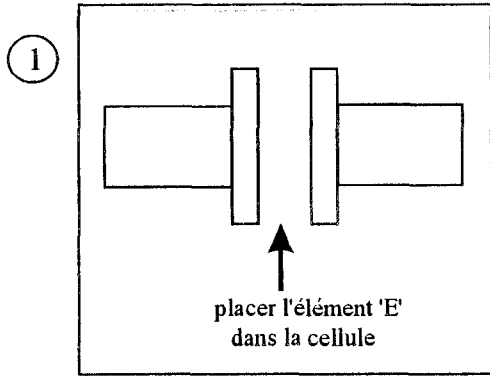
Le déroulement des mesures est identique pour le deuxième élément étalon.

Pour le troisième et dernier élément, deux étapes supplémentaires interviennent entre les étapes 5 et 6 (figure 4-7).

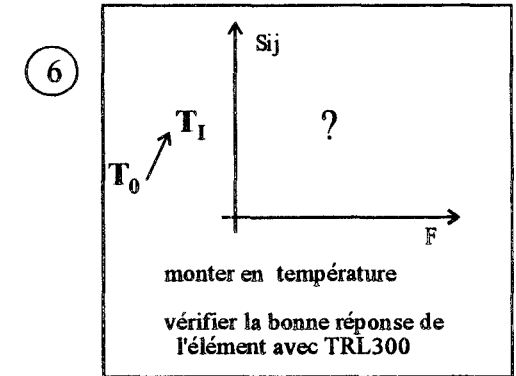
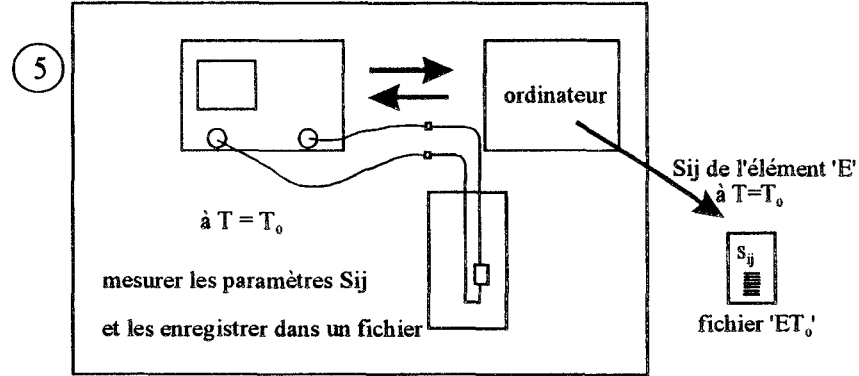
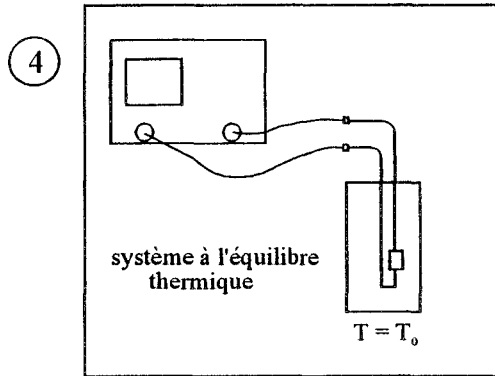
A $T=T_I$, après l'étape 5', les fichiers des paramètres S_{ij} des trois éléments T, R et L, pour la même température, sont disponibles. Ces fichiers sont utilisés par le programme pour déterminer les paramètres d'erreur. Le calibrage TRL à $T=T_I$ est sauvegardé sur le fichier "TRL T_I ".

On profite de ce que la température est toujours à la valeur T_I pour vérifier la bonne réponse de l'élément. C'est seulement après que l'on change la température (6').

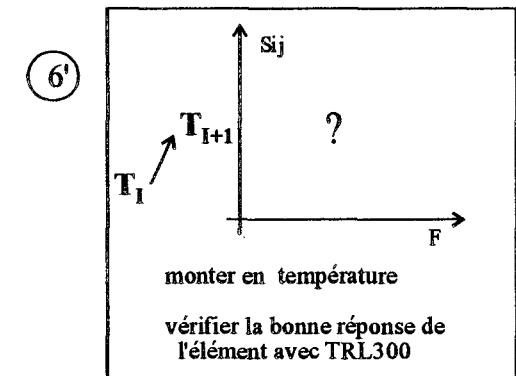
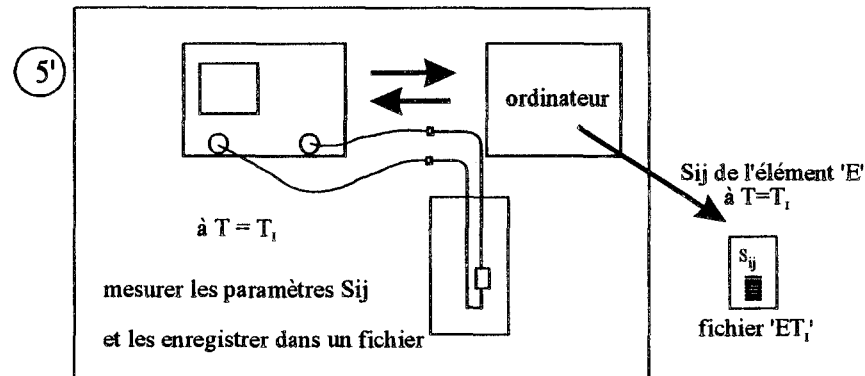
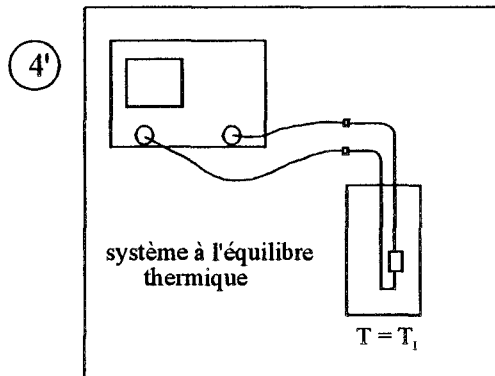
Nous donnons, tableau 4-1, les valeurs des paramètres S_{ij} du dernier élément étalon, qui est dans ce cas la longueur de ligne $\lambda g/4$ (élément "L"). Comme nous avons indiqué plus haut, chaque calibrage est vérifié à la température à laquelle il a été réalisé.



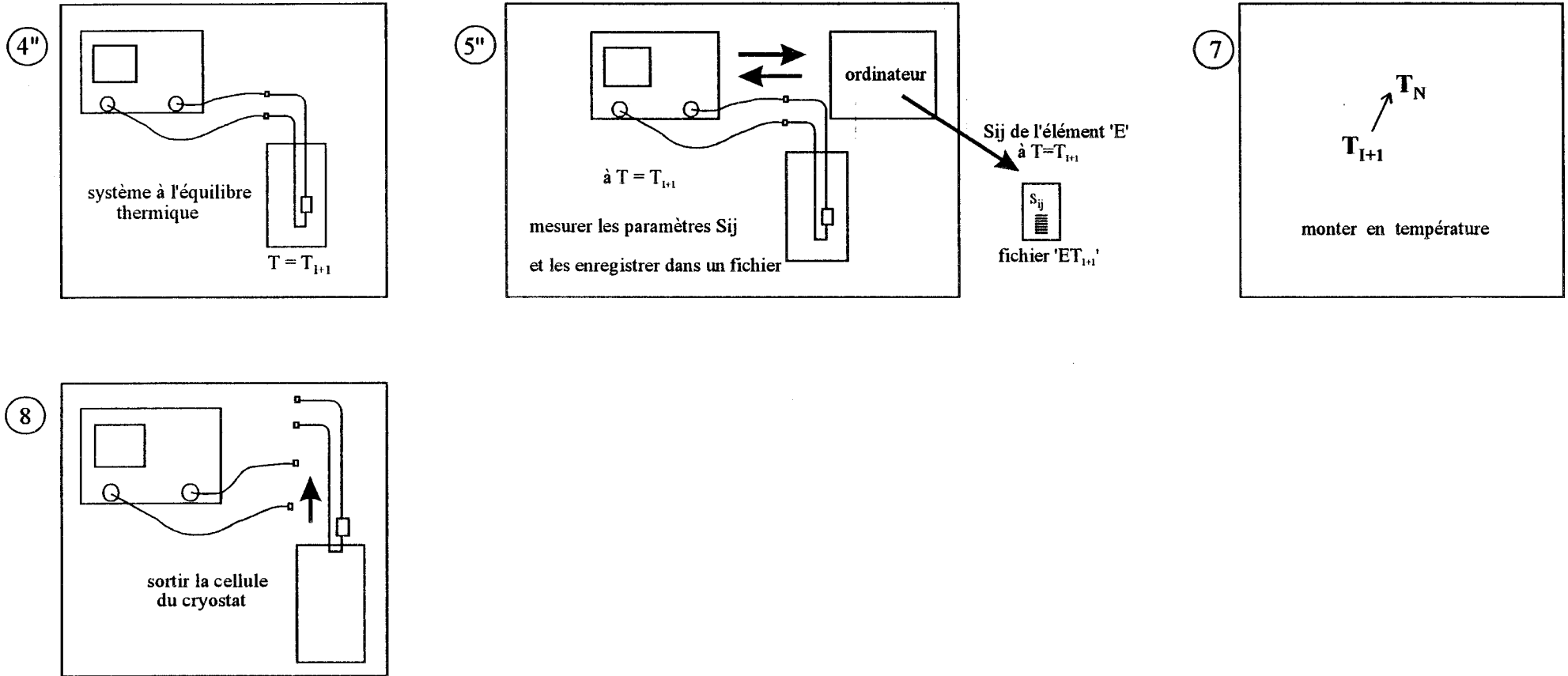
1^{ère} mesure



1^{ème} mesure

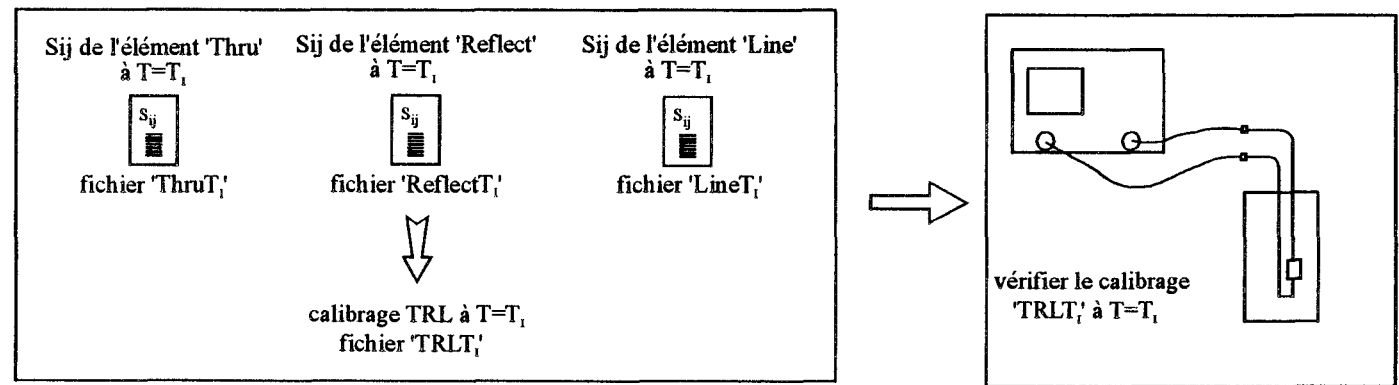
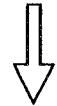
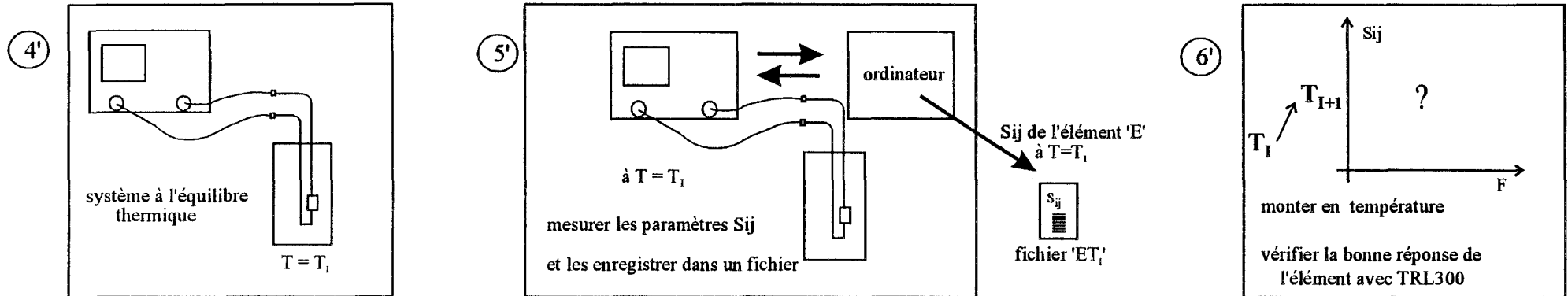


dernière mesure



Calibrage TRL
les étapes de mesure des paramètres S_{ij}
en fonction de la température pour un élément étalon

Figure 4-6



Calibrage TRL
les deux étapes supplémentaires
lors de la mesure du 3^{ème} élément étalon

Figure 4-7

L392 F=23 GHz	module S_{21} (dB)	phase S_{21} (°)	$ S_{11} $ et $ S_{22} $ (dB)
les valeurs théoriques pour une ligne de longueur = 4.43 mm	0	-97	<-35
calibrage TRL fait à 40K	-0.07	-95	<-30
calibrage TRL fait à 60K	-0.04	-94	<-30
calibrage TRL fait à 80K	+0.06	-93	<-30
calibrage TRL fait à 100K	+0.1	-85	<-30

Tableau 4-1

Pour les calibrages à 40, 60 et 80K, l'écart entre les valeurs théoriques et mesurées est faible:

- pour le module de S_{21} , cet écart est de quelque centième de dB
- pour la phase de S_{21} , cet écart est de quelques degrés

Par contre on constate que le calibrage TRL à 100K n'est pas assez précis.

Quelques remarques sur les problèmes cryogéniques

i) le gradient thermique:

Entre la partie inférieure de la canne (figure 4-8) qui atteint la plus basse température (point A) et la partie qui reste à l'extérieur de la canne (point B), il y a une distance d'environ 60cm où un gradient thermique s'établit quand on refroidit la cellule. La température de tout point compris entre A et B est comprise entre les deux valeurs limites: la température ambiante en B et la température de la sonde en A ($T_{sonde} < T < T_{ambiante}$).

Ce gradient qui évolue en fonction du temps est un facteur perturbateur difficile à maîtriser ou même à modéliser.

Pour réduire l'erreur due à la non reproductibilité du gradient thermique, il faut garder tous les paramètres de régulation et la durée des cycles thermiques quasi-identiques lors des étapes de calibrage et de mesure.

Il est aussi préférable que la durée de ces cycles soit la plus faible possible pour empêcher l'évolution du gradient thermique en fonction du temps.

ii) le sens de l'évolution de la température:

Toutes les mesures sont effectuées dans le sens des températures croissantes et cela pour deux raisons:

- les câbles cryogéniques présentent un hystérésis c'est-à-dire qu'ils n'ont pas les mêmes caractéristiques en descente et en montée de température (cf. chapitre III).

- lorsque l'on descend à la plus basse température et qu'ensuite on augmente celle-ci, le système est plus stable thermiquement.

Pour le type d'étude entreprise, un calibrage en fonction de la température est indispensable avant chaque caractérisation d'échantillon. En conséquence les mesures, bien que facilitées par le logiciel de calibrage, durent au moins deux jours.

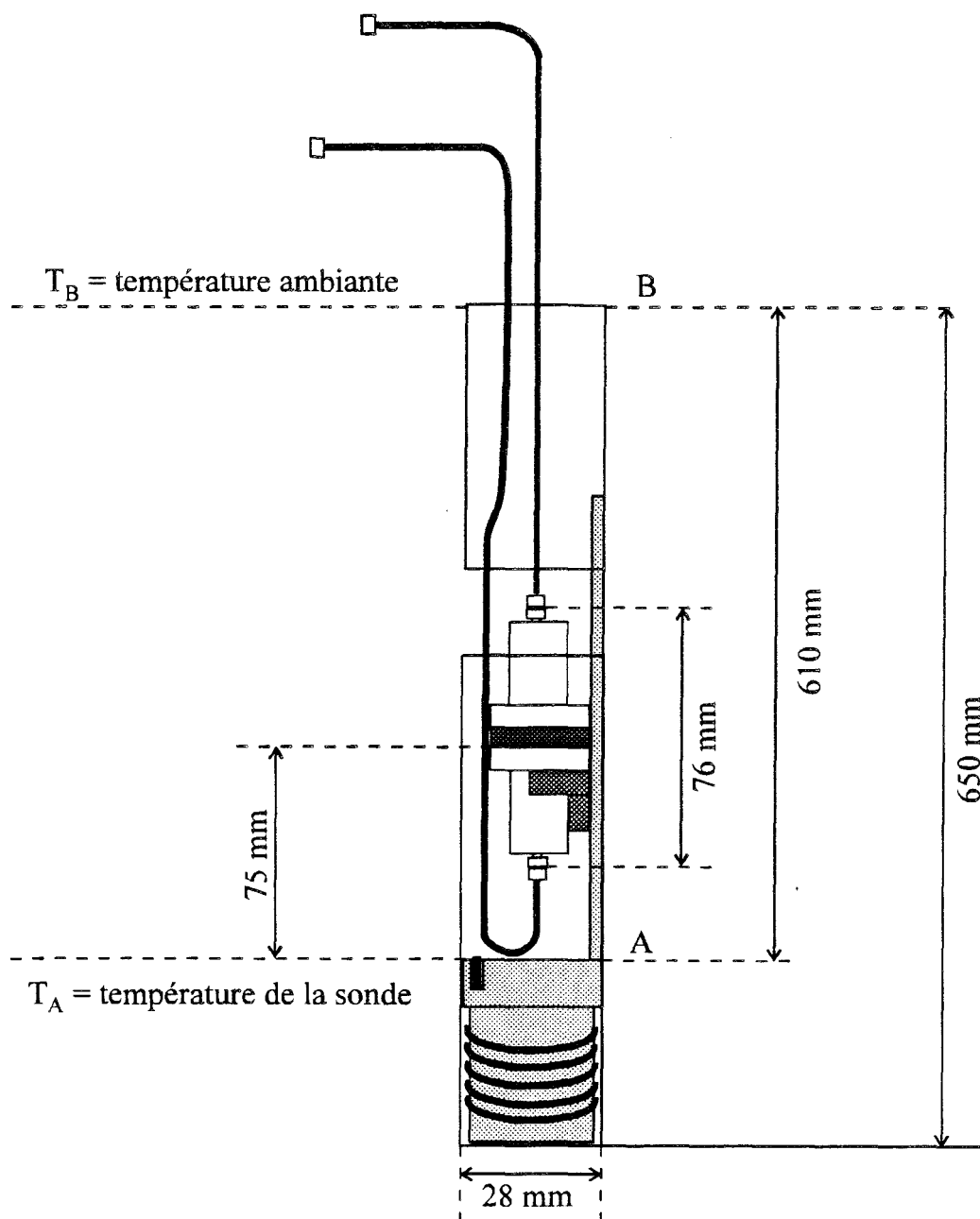


Figure 4-8

[1] W.Ho, P.J.Hood, W.F.Hall, P.Kobrin, A.B.Harker, R.E.DeWames, *Phy. Rev. B*, V.38, n°10, pp.7029-7032, 1988.

[2] F.A.Miranda, W.L.Gordon, K.B.Bhasin, V.O.Heinen, J.D.Warner, *J. Appl. Phys.*, V.70, n°10, 1991.

[3] G.Dambrine, "Caractérisation des transistors à effet de champ: mesure précise de la matrice de répartition et détermination directe du schéma équivalent", Thèse de l'Université de Lille, 1989.

CHAPITRE V: Etude de la précision de la mesure

V 1- erreurs systématiques résiduelles

V 2- erreurs de type aléatoire

V 3- erreurs de dérive thermique

V 4- précision de mesure

Au chapitre I, nous avons vu que l'erreur totale de mesure à l'analyseur de réseaux, après calibrage, est la somme des trois erreurs suivantes:

- erreurs systématiques résiduelles
- erreurs de type aléatoire
- erreurs dues aux dérives de l'environnement

Nous avons aussi vu l'origine de chacune de ces erreurs et comment on en tient compte. Dans le présent chapitre nous calculons ces erreurs dans le cas spécifique de cette étude et nous en déduisons l'erreur de mesure du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de ce dernier. Nous n'avons pas l'ambition de déterminer cette erreur avec une grande précision et l'étude faite dans ce chapitre n'en donne qu'un ordre de grandeur.

V 1- les erreurs systématiques résiduelles

Rappelons les expressions donnant l'erreur systématique après calibrage (appelée aussi erreur systématique résiduelle) sur le module et la phase de S_{21} :

$$\Delta|S_{21}|_{\text{avec calibrage}} = \Delta\tau_{\text{syst.}} = |c + r_t \cdot S_{21Q} + d_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q} + d_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q} + E_d \cdot S_{21Q}|$$

$$\Delta\phi_{\text{avec-calibrage}} = \Delta\phi_{\text{syst.}} = \text{Arc sin} \left(\frac{\Delta|S_{21}|_{\text{avec-calibrage}}}{|S_{21}|} \right)$$

Pour déterminer les valeurs de ces erreurs, il faut donc connaître d'une part les paramètres

$|S_{11Q}|$, $|S_{22Q}|$ et $|S_{21Q}|$ et d'autre part les paramètres d'erreur résiduels c , r_t , d_{es} , d_{ec} et E_d .

Les paramètres $|S_{ijQ}|$ sont déduits des mesures effectuées en fonction de la température sur les différents échantillons.

Les paramètres d'erreur sont estimés de la façon suivante:

L'erreur E_d due à la dynamique du système est déduite des données du constructeur (cf. figure 1-15).

L'erreur de l'isolation c , après calibrage, est généralement meilleure que -80 dB. Nous la prenons égale à -90 dB.

$$c \text{ (en linéaire)} = 0.00003 \quad \text{pour toutes les mesures} \\ = -90 \text{ dB}$$

Les autres paramètres d'erreur résiduels (la réponse fréquentielle en transmission r_t , la désadaptation côté source d_{es} et la désadaptation côté charge d_{ec}) ont été mesurés en utilisant le montage de la figure 5-1:

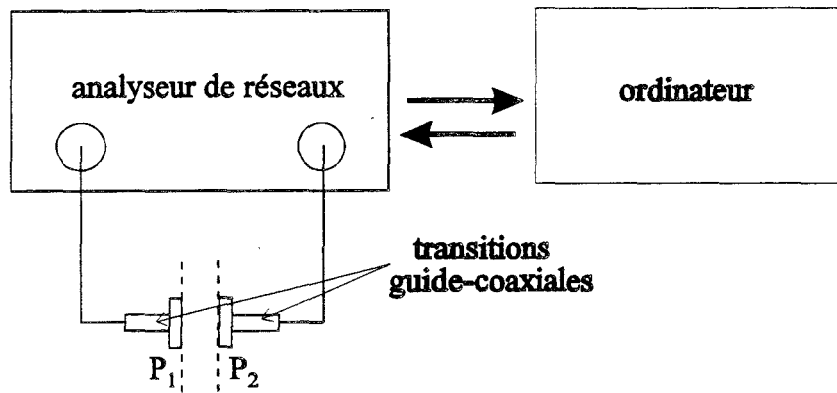


Figure 5-1

En utilisant un programme de mesure commandé par l'ordinateur [1], on effectue d'abord un premier calibrage pour déterminer les paramètres d'erreur R_t , D_{es} et D_{ec} . Un second calibrage dans les mêmes plans de référence nous donne les paramètres résiduels qui nous intéressent, à savoir: r_t , m_s et m_l (figure 5-2).

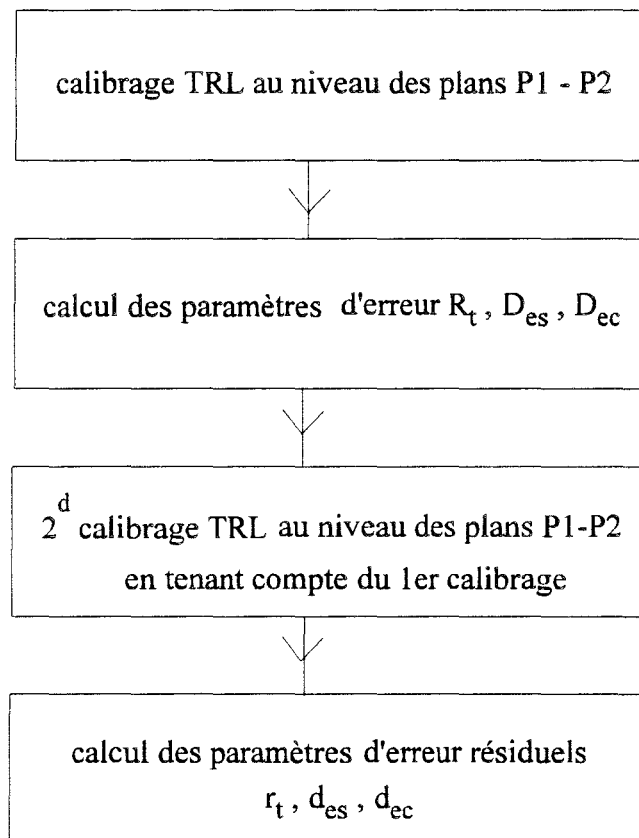


Figure 5-2

Nous avons répété cette procédure 3 fois de façon indépendante. Le tableau 5-1 donne les valeurs moyennes des paramètres résiduels obtenus après ces trois essais.

F=22 GHz	r_t	d_{es}	d_{ec}
en dB	± 0.003	-58	-55
en linéaire	$0.4 \cdot 10^{-3}$	$1.2 \cdot 10^{-3}$	$1.8 \cdot 10^{-3}$

Tableau 5-1

Pour la suite des calculs, nous supposons que les paramètres ci-dessus ne varient pas si la cellule de mesure est placée dans le cryostat et si la température change.

A titre d'exemple le tableau 5-2 présente les paramètres $|S_{ij}|$ mesurés et les erreurs systématiques sur le module τ et la phase ϕ de S_{21} calculés pour l'échantillon F18361.

Nous remarquons qu'en basses températures, les coefficients de réflexion S_{11} et S_{22} deviennent légèrement positifs. A notre avis c'est la non reproductibilité du gradient thermique entre mesure et calibrage qui est à l'origine de cet effet.

Nous remarquons aussi que les erreurs systématiques sur le module et la phase sont assez faibles pour les températures considérées.

échantillon: F18361

F=22 GHz

T(K)	$ S_{11} $ (dB)	$ S_{22} $ (dB)	$ S_{21} = \tau$ (dB)	τ en linéaire	$\Delta\tau$ systématique
300	-1.2	-0.81	-21.2	0.08710	0.00082
100	-0.38	-0.25	-28.1	0.03936	0.00040
87	-0.25	-0.07	-33.6	0.02089	0.00023
80	+0.19	+0.33	-45.9	0.00507	0.00008

T(K)	phase(S_{21})= ϕ (°)	$\Delta\phi$ systématique (°)
300	-10	0.5
100	-4	0.6
87	+25	0.6
80	+78	0.9

Tableau 5-2

V 2- les erreurs de type aléatoire

Dans notre cas, les erreurs aléatoires les plus importantes sont (voir figure 5-3):

- la non reproductibilité des connexions coaxiales (1)
- la non reproductibilité du vissage entre les deux brides (2)
- la non reproductibilité du positionnement de l'échantillon et de la feuille d'indium entre les brides (3)

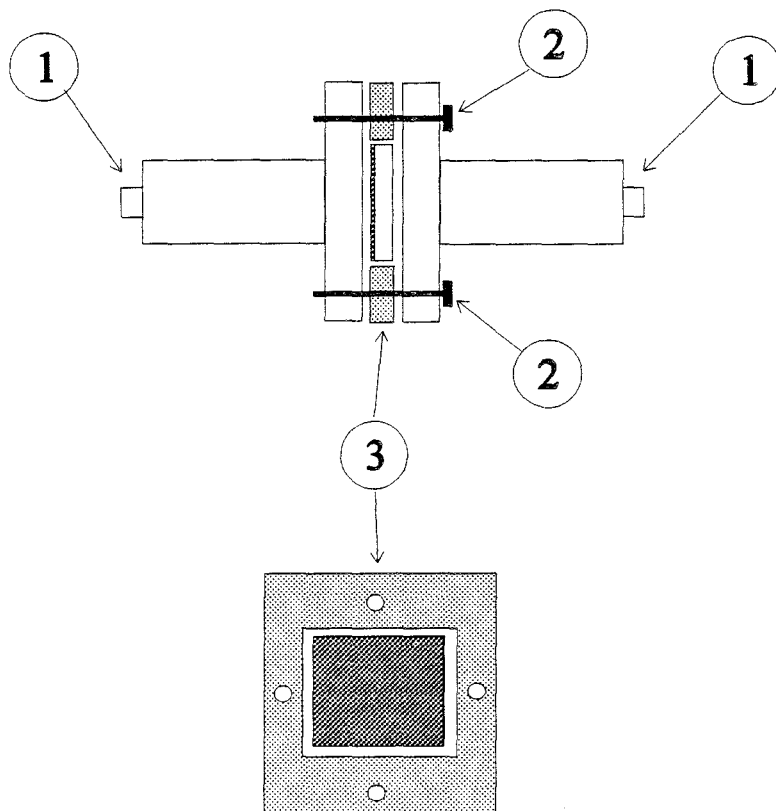


Figure 5-3

L'étude de la dispersion des mesures due à ces erreurs a été effectuée dans la même configuration que celle de la figure 5-1.

Dans le cas de l'échantillon F25081, la figure 5-4 montre la dispersion de la mesure du module et de la phase de S_{21} due à la non reproductibilité de la connectique coaxiale (1) sans autre démontage.

En moyenne et sur toute la bande de fréquences,

l'écart sur le module est de ± 0.3 dB

l'écart sur la phase est de $\pm 2^\circ$

Les figures 5-5 et 5-6 présentent la dispersion de mesure de S_{21} pour les échantillons F18361 et F25081 due à la fois aux trois facteurs de non reproductibilité cités ci-dessus.

F25081

trois essais sur la reproductibilité de la connectique coaxiale

T=300K

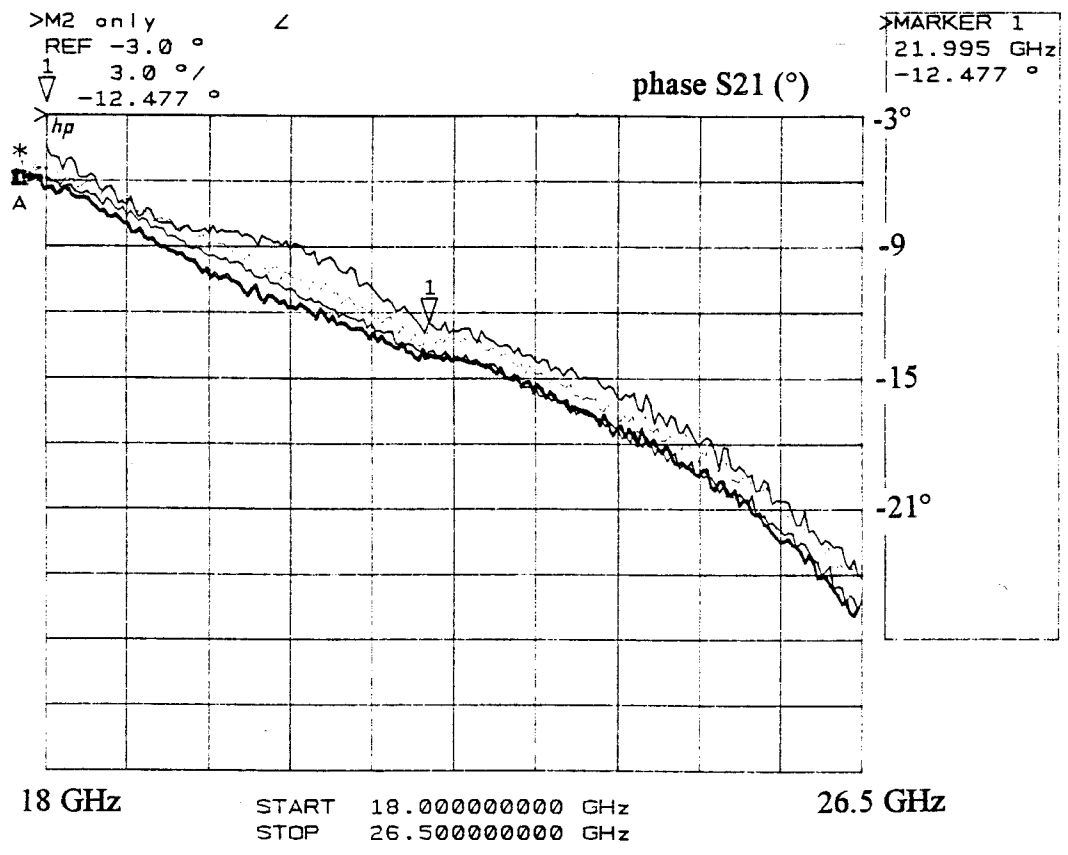
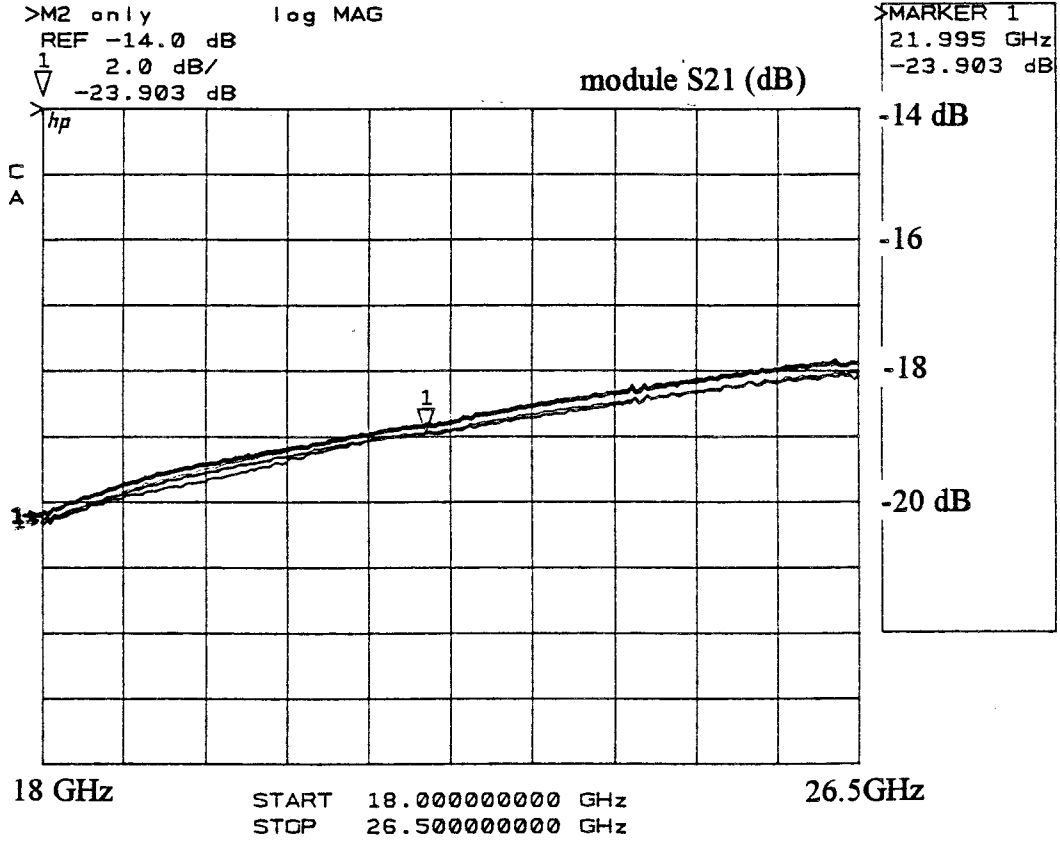


Figure 5-4

F18361
trois essais de reproductibilité

T=300K

S₂₁
REF 0.0 dB
1 5.0 dB/
▽ -21.428 dB

log MAG

module S₂₁ (dB)

MARKER
21.995
-21.428

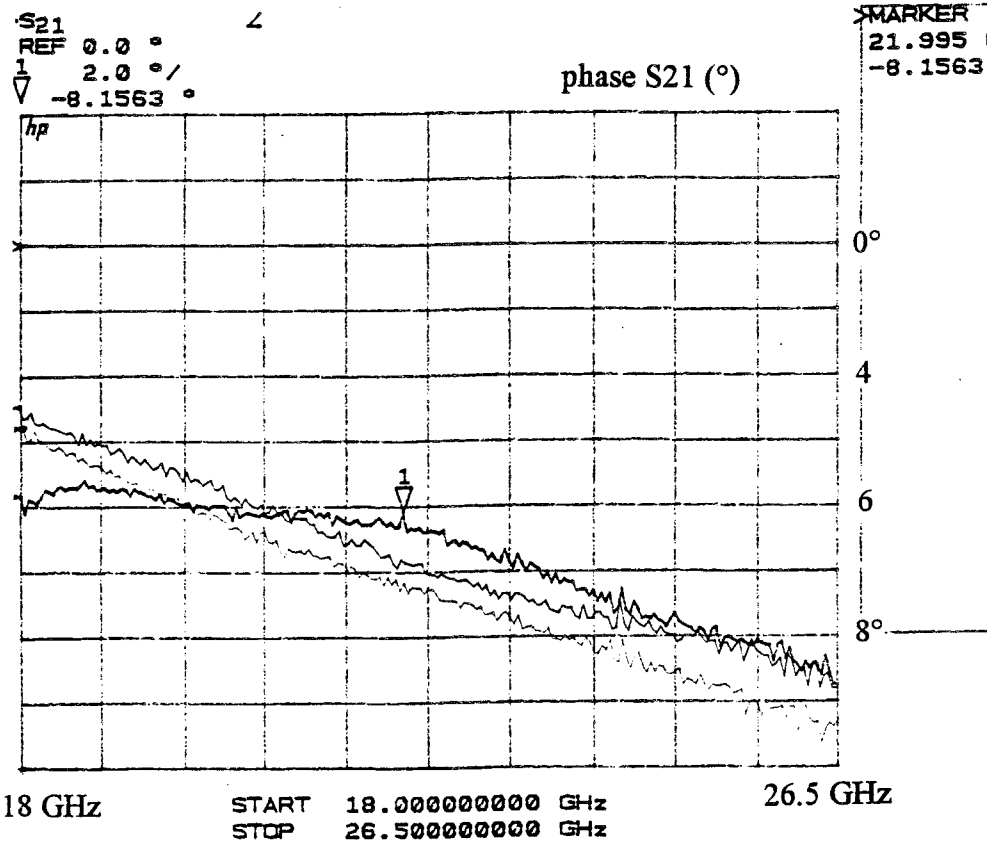
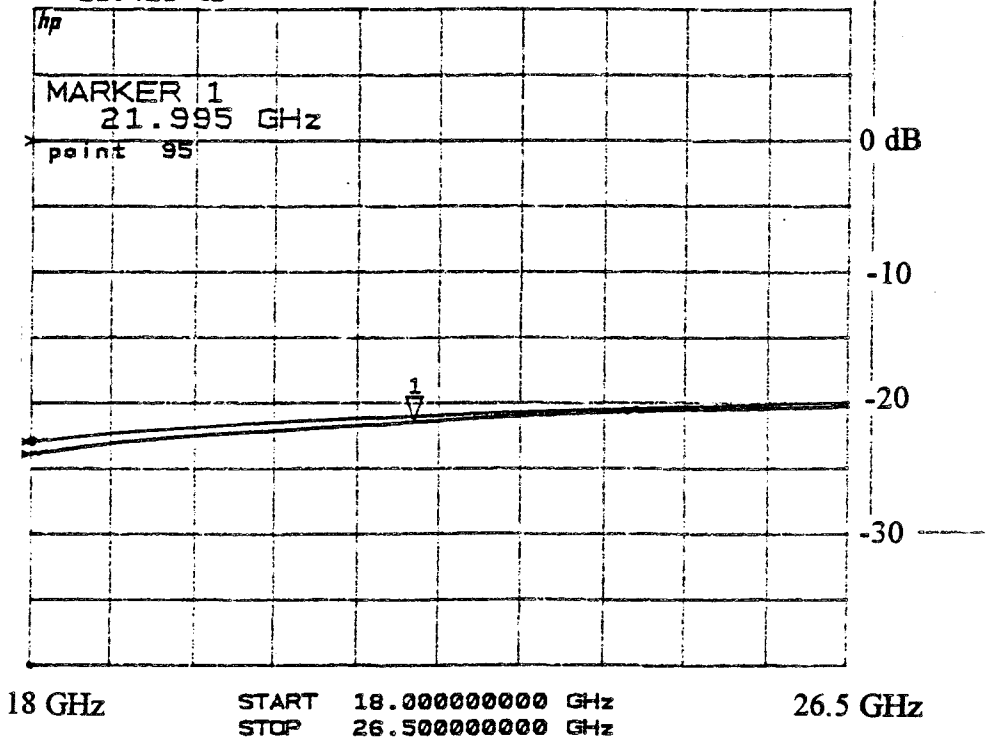


Figure 5-5

F25081
 quatre essais de reproductibilité

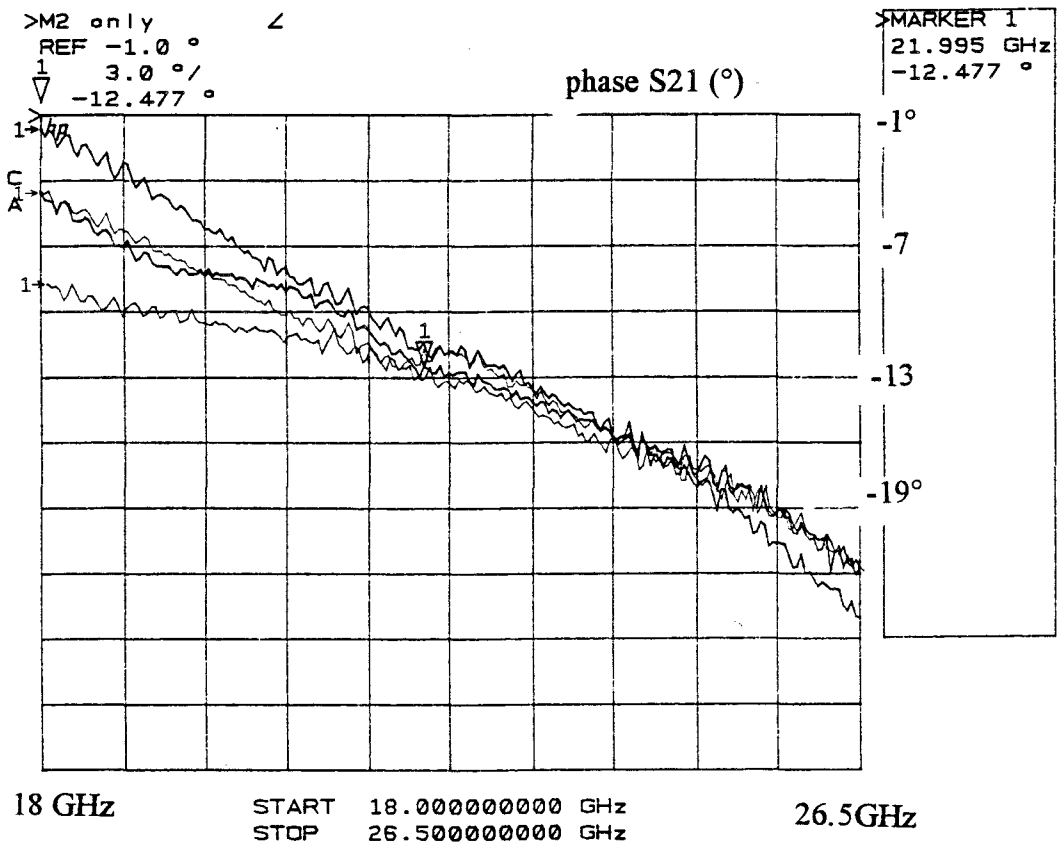
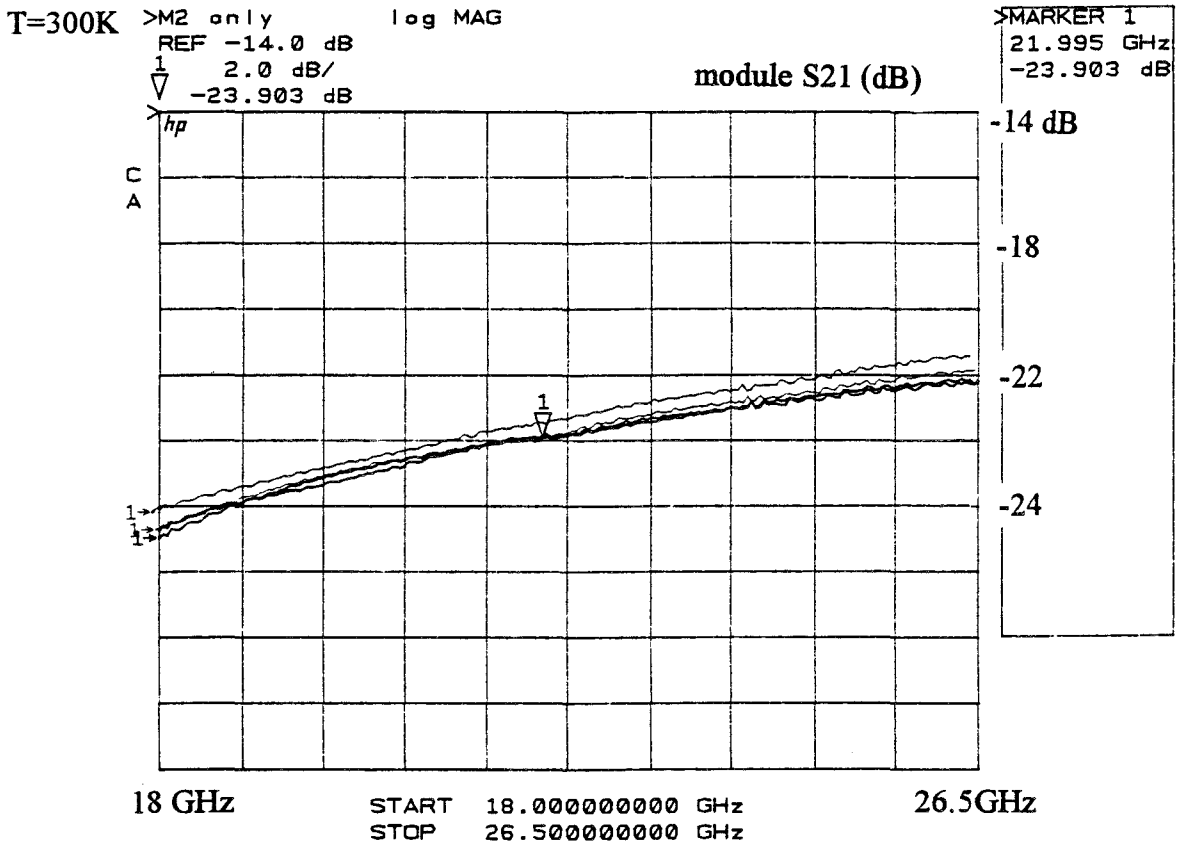


Figure 5-6

En moyenne et sur toute la bande,

pour l'échantillon F18361,

$$\Delta\tau_{\text{aléatoire}} = \pm 0.5 \text{ dB}$$

$$\Delta\phi_{\text{aléatoire}} = \pm 1^\circ$$

pour l'échantillon F25081,

$$\Delta\tau_{\text{aléatoire}} = \pm 0.44 \text{ dB}$$

$$\Delta\phi_{\text{aléatoire}} = \pm 4^\circ$$

A partir de ces cas particuliers, nous avons pris les valeurs suivantes comme erreur aléatoire sur le module et la phase de S_{21} :

$$\Delta\tau_{\text{aléatoire}} = \pm 0.4 \text{ dB}$$

$$\Delta\phi_{\text{aléatoire}} = \pm 3^\circ$$

et cela quels que soient l'échantillon, la température et le montage de mesure.

La non reproductibilité du gradient thermique est une autre erreur aléatoire lors des mesures en basses températures (nous venons de remarquer paragraphe V 1 son influence sur les valeurs des coefficient de réflexion). Comme elle est difficile à chiffrer, nous avons essayé, lors des manipulations, de réunir les conditions qui la réduisent au maximum (cf. paragraphe IV 3).

V 3- les erreurs de dérive thermique

Dans cette étude c'est l'erreur de dérive thermique qui est importante à mentionner. Tout d'abord il faut remarquer que les mesures sont effectuées dans une salle climatisée où la variation de la température est de $\pm 0.5^\circ\text{C}$. De plus l'analyseur de réseaux n'est jamais éteint et donc ses composants internes sont toujours en équilibre thermique. En conséquence, les dérives agissant sur la source hyperfréquence et sur l'instrumentation sont presque nulles.

La seule erreur de dérive thermique est celle due à l'élongation des câbles semi-rigides avec la température. Si nous prenons une longueur totale de câble de 4 mètres, une variation de $\pm 0.5^\circ\text{C}$ sur la température induit une erreur de $\pm 2^\circ$ sur la mesure de phase de S_{21} à 22 GHz (cf. chapitre I 3 c).

Les erreurs de dérive sur le module et la phase de S_{21} sont donc estimées à:

$$\Delta\tau_{\text{thermique}} \approx 0$$

$$\Delta\phi_{\text{thermique}} = \pm 2^\circ$$

et cela à 22 GHz.

V 4- précision de mesure

Les conditions et hypothèses utilisées pour le calcul des différentes erreurs contribuant à l'erreur totale sont reprises ci-après:

1- nous avons mesuré les paramètres résiduels et les erreurs aléatoires avec le montage indiqué sur la figure 5-1.

2- pour le calcul de l'erreur due à l'élongation des câbles, nous avons pris une longueur de 4 mètres c'est-à-dire la totalité des câbles qui relient la cellule de mesure placée dans le cryostat à l'analyseur de réseaux.

3- nous supposons que les calibrages effectués en basses températures tiennent compte d'une façon idéale de la variation des caractéristiques des éléments refroidis.

4- nous avons négligé la non reproductibilité du gradient thermique pour les différentes descentes en froid.

Les erreurs totales sur le module et la phase sont fonction du module mesuré. Nous avons donc calculé ces erreurs en faisant varier le module τ de -10 à -80 dB. Les coefficients de réflexion sont pris égaux à 0 dB afin de simplifier les calculs.

Dans ces conditions, nous avons trouvé les valeurs indiquées dans le tableau 5-3 pour les différents types d'erreur.

Nous avons tracé figure 5-7 l'évolution des rapports $\frac{\Delta\tau_{\text{syst.}}}{\tau}$ et $\frac{\Delta\tau_{\text{aléatoire}}}{\tau}$ en fonction du module τ .

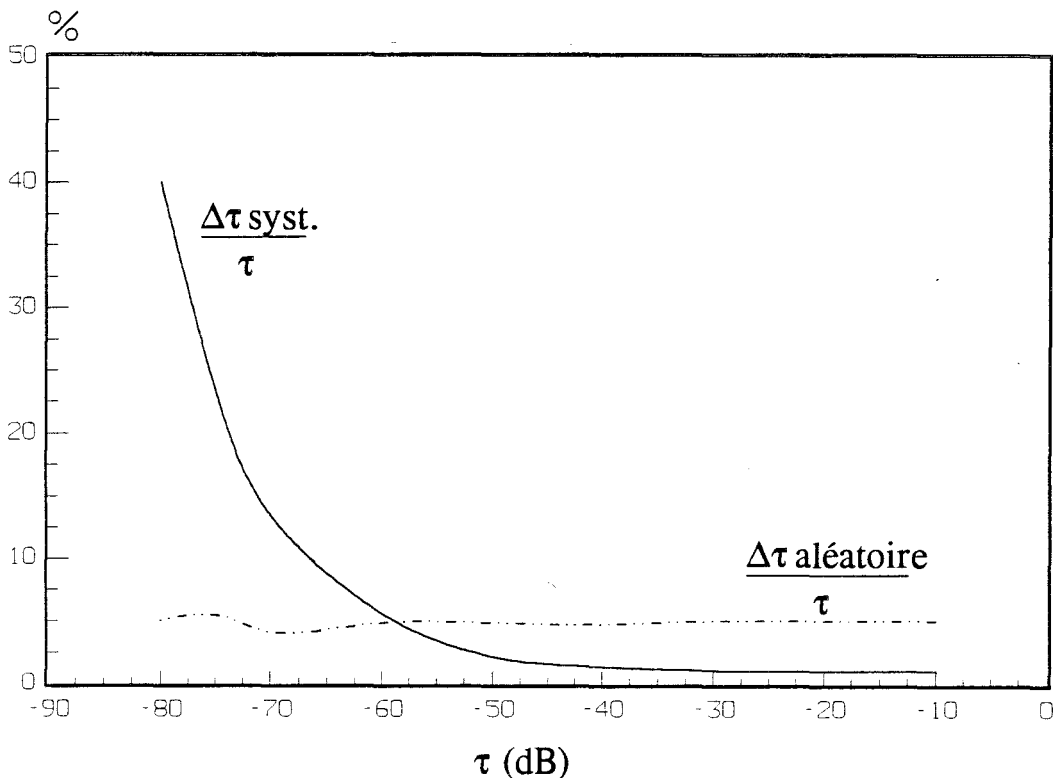


Figure 5-7

τ (dB)	τ (linéaire)	$\Delta\tau_{\text{syst.}}$	$\Delta\tau_{\text{aléat.}}$	$\Delta\tau_{\text{therm}}$	$\Delta\tau$	$\Delta\tau / \tau$ en %
-10	0.3162	0.003	0.01460	0	0.0176	6
-20	0.1	0.00097	0.00460	0	0.00557	6
-30	0.03162	0.00033	0.00146	0	0.00179	6
-40	0.01	0.00013	0.00046	0	0.00059	6
-50	0.00316	0.00006	0.00015	0	0.00021	7
-60	0.001	0.00005	0.00005	0	0.00010	10
-70	0.00032	0.00004	0.00001	0	0.00005	16
-75	0.00018	0.00004	0.00001	0	0.00005	28
-80	0.00010	0.00004	0.000005	0	0.000045	45

τ (dB)	$\Delta\phi_{\text{syst.}}(^{\circ})$	$\Delta\phi_{\text{aléa.}}(^{\circ})$	$\Delta\phi_{\text{therm.}}(^{\circ})$	$\Delta\phi(^{\circ})$
-10	1	3	2	6
-20	1	3	2	6
-30	1	3	2	6
-40	1	3	2	6
-50	1	3	2	6
-60	3	3	2	8
-70	7	3	2	12
-75	13	3	2	18
-80	23	3	2	28

Tableau 5-3

Nous remarquons que pour τ compris entre 0 et à -60 dB, les erreurs aléatoires l'emportent sur les erreurs systématiques résiduelles tandis que pour τ inférieur à -60 dB c'est le contraire. A notre avis, cet effet peut être justifié de la façon suivante:

Les erreurs aléatoires de connexion et de positionnement de l'échantillon peuvent être modélisées par une résistance $R_{\text{aléatoire}}$ placée en série entre les plans de référence P_1 et P_2 (figure 5-8).

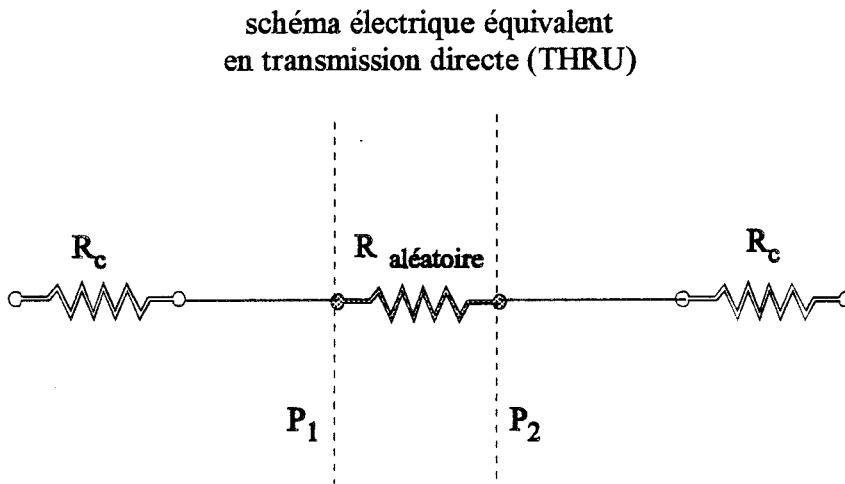


Figure 5-8

Bien entendu cette résistance est très faible par rapport à la résistance caractéristique R_c des lignes de transmission qui sont de part et d'autre des plans $P_1 - P_2$. Ainsi, en transmission directe (Thru), la présence de $R_{\text{aléatoire}}$ se traduit par une valeur de $|S_{21}|$ légèrement différente de 0 dB.

La figure 5-9 présente le même schéma mais en présence de l'échantillon. Ce dernier qui atténue l'onde électromagnétique est aussi assimilé à une résistance $R_{\text{échantillon}}$ placée en série entre P_1 et P_2 .

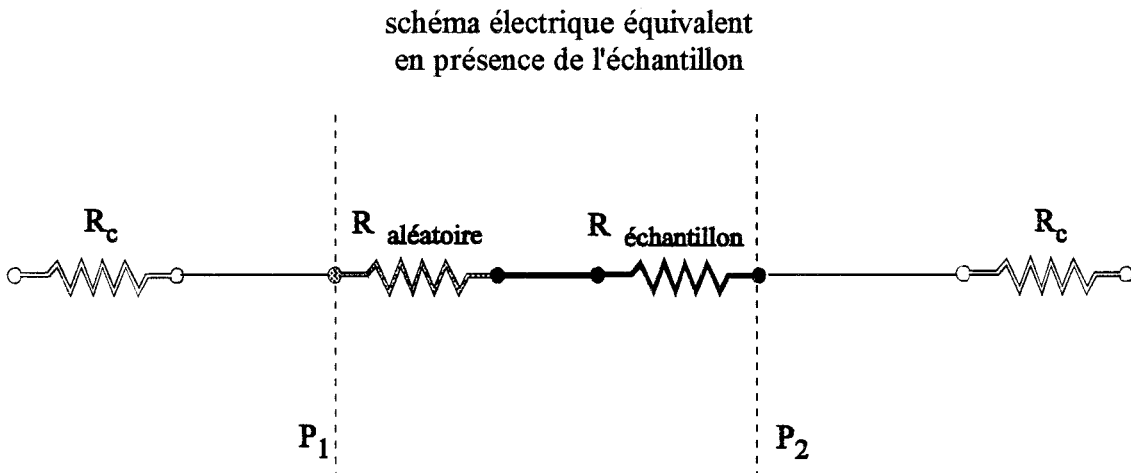


Figure 5-9

Quand l'atténuation de l'onde due à l'échantillon augmente, la valeur de cette résistance $R_{\text{échantillon}}$ croît et à partir d'une certaine valeur, la résistance $R_{\text{aléatoire}}$ devient totalement négligeable devant cette dernière.

L'augmentation considérable de l'erreur systématique pour les valeurs de τ faibles est due à l'importance du paramètre d'erreur E_d à partir de -60 dB (cf. figure 1-15).

Nous avons tracé, figure 5-10, les évolutions des différents types d'erreurs sur la phase ϕ en fonction de τ . L'erreur systématique résiduelle sur la phase augmente sensiblement à partir de -60 dB pour la même raison que celle citée pour $\Delta\tau_{\text{syst.}}$.

D'après cette courbe, pour des valeurs de τ supérieures à -30 dB, l'erreur totale $\Delta\phi$ est égale à $\pm 6^\circ$. Au chapitre VIII, en étudiant le cas des échantillons supraconducteurs caractérisés, nous verrons que cette erreur n'influence pas l'exploitation des mesures.

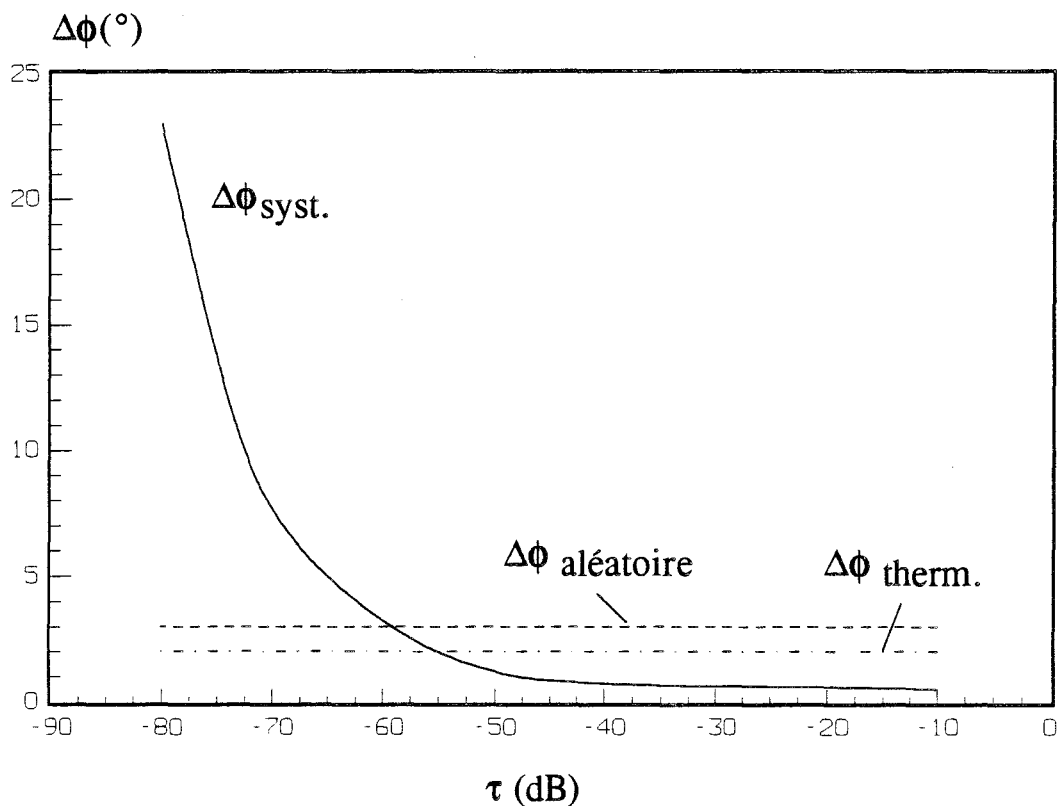


Figure 5-10

Finalement, la figure 5-11 présente l'erreur relative $\frac{\Delta\tau}{\tau}$ sur le module et l'erreur absolue $\Delta\phi$ sur la phase en fonction de τ . Nous remarquons sur cette courbe que pour des valeurs de τ comprises entre -10 et -50 dB,

$$\frac{\Delta\tau}{\tau} = 10 \%$$

et $\Delta\phi = \pm 6^\circ$.

Quand la valeur du module τ décroît en-dessous de -60 dB

$$\frac{\Delta\tau}{\tau} \text{ passe de } 10 \text{ à } 45 \%$$

et $\Delta\phi$ passe de $\pm 6^\circ$ à $\pm 28^\circ$

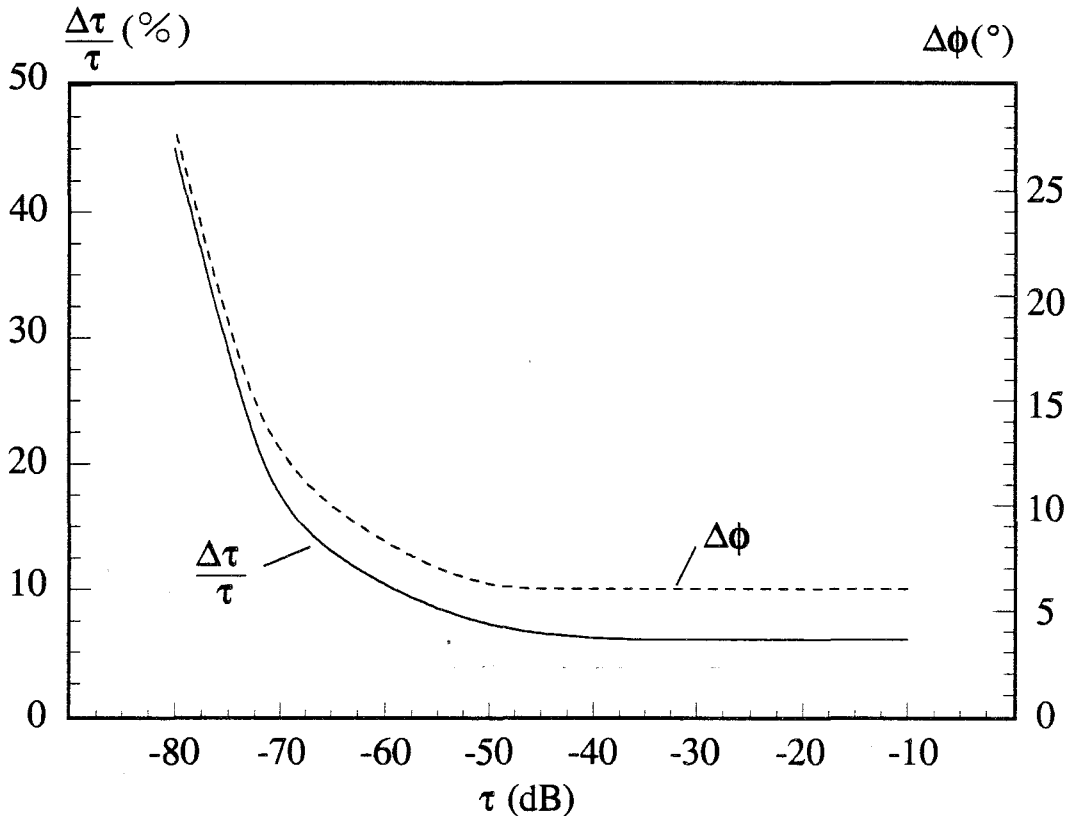


Figure 5-11

Nous verrons, chapitre VIII, l'influence de ces erreurs sur les valeurs des grandeurs électriques déduites des mesures de τ et de ϕ .

Remarques:

i) Dans le calcul des erreurs $\Delta\tau$ et $\Delta\phi$, nous avons fait quelques hypothèses simplificatrices. Nous avons supposé que les paramètres d'erreur r_t , d_{es} et d_{ec} étaient constants en fonction de la température. De plus, nous avons négligé l'erreur due à la non reproductibilité du gradient thermique. Signalons néanmoins que les erreurs $\Delta\tau$ et $\Delta\phi$ ont été calculées dans le cas le plus défavorable c'est-à-dire en calculant la somme des modules des paramètres d'erreur:

$$\Delta|S_{21}|_{\text{Maximum}} \approx |c| + |r_t \cdot S_{21Q}| + |d_{es} \cdot S_{11Q} \cdot S_{21Q}| + |d_{ec} \cdot S_{21Q} \cdot S_{22Q}| + |E_d \cdot S_{21Q}|$$

ii) Nous n'avons pas donné l'erreur sur la mesure de la température. Pour cela il aurait fallu placer une seconde sonde de température près de l'échantillon. A l'avenir, il sera nécessaire de déterminer cette erreur.

[1] G.Dambrine, "Caractérisation des transistors à effet de champ: mesure précise de la matrice de répartition et détermination directe du schéma équivalent", Thèse de l'Université de Lille, 1989.

SECONDE PARTIE

*Etude des films minces
supraconducteurs à haute
température critique*

SECONDE PARTIE

*Etude des films minces
supraconducteurs à haute
température critique*

CHAPITRE VI: Propriétés électriques des supraconducteurs

VI 1- rappel sur les matériaux supraconducteurs

VI 2- modèles théoriques de la supraconductivité

VI 2 a- les supraconducteurs à basse température critique

VI 2 b- les supraconducteurs à haute température critique

VI 3- propriétés électromagnétiques des supraconducteurs

VI 3 a- profondeur de pénétration

VI 3 b- conductivité complexe

VI 3 c- impédance de surface

VI 4- méthodes de caractérisation en hyperfréquences des films supraconducteurs

VI 4 a- cavité résonante

VI 4 b- résonateur à plans parallèles

VI 4 c- résonateur diélectrique

VI 4 d- réflectomètre confocal

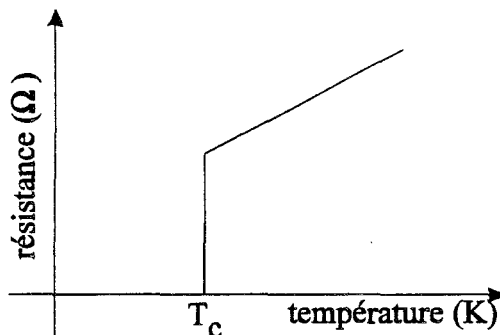
VI 4 e- lignes de transmission

VI 4 f- méthode de la transmission de puissance

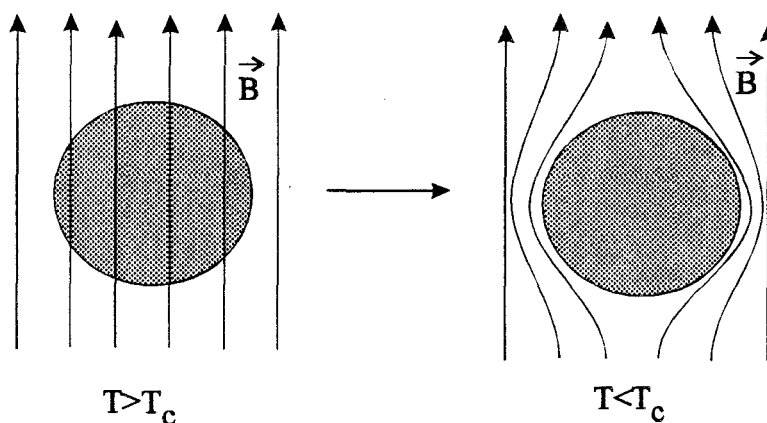
VI 1- rappel sur les matériaux supraconducteurs

Pour qu'un matériau soit reconnu comme supraconducteur, il doit posséder trois propriétés physiques distinctes.

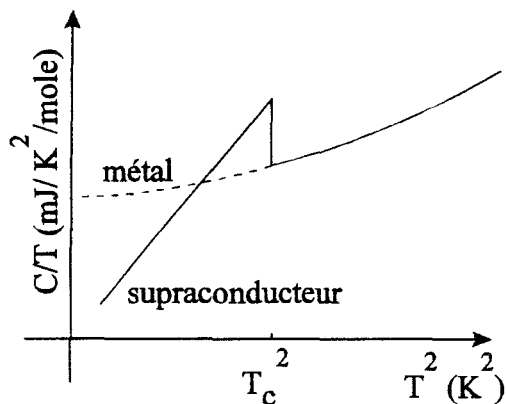
- En dessous d'une certaine température, appelée température critique et notée T_c , la résistance électrique disparaît brutalement. On dit que le matériau passe de l'état normal à l'état supraconducteur.



- En dessous de cette température T_c , le matériau devient un diamagnétique parfait et expulse tout flux magnétique. Ce phénomène, appelé effet Meissner-Ochsenfeld, ne peut s'expliquer par le seul fait que la résistance est nulle au dessous de la température critique. De cette deuxième propriété découle l'expérience spectaculaire de lévitation magnétique.



- L'évolution de la chaleur spécifique C en fonction de la température présente une discontinuité à la température critique et, en dessous de cette température, une pente plus raide que celle d'un métal.



Les supraconducteurs connus avant 1986, étaient tous des métaux, alliages ou composés ayant une température critique inférieure à 23K. Aussi, ces matériaux sont-ils appelés les *supraconducteurs à basse température critique* ou les *supraconducteurs métalliques*. Les matériaux supraconducteurs à basse T_c qui ont connu un certain développement sont le niobium ($T_c \approx 9K$) et des alliages de niobium: NbTi ($T_c \approx 11K$), NbN ($T_c \approx 16K$) et Nb₃Sn ($T_c \approx 18K$) [1].

Depuis 1986 où A.Müller et G.Bednorz ont découvert la supraconductivité à 35K dans un système de BaLaCuO [2], la barrière des 23K est largement dépassée. Ces *nouveaux supraconducteurs* ou *Supraconducteurs à Haute Température Critique* (SHTC) sont en majorité des oxydes de cuivre dont YBaCuO ($T_c \approx 92K$), BiCaSrCuO ($T_c \approx 110K$), TlBaCaCuO ($T_c \approx 125K$) et HgBaCaCuO ($T_c \approx 130K$).

Tous ces nouveaux composés sont fort différents des supraconducteurs à basse température critique. Alors que ces derniers sont majoritairement des métaux et alliages métalliques de structure tridimensionnelle, les nouveaux supraconducteurs sont des céramiques à caractère fortement bidimensionnel. Chaque famille se caractérise par la présence de plans cuivre-oxygène, dits plans CuO₂. Par exemple dans le composé Y₁Ba₂Cu₃O₇, dont la structure cristalline est présentée figure 6-1, deux plans de CuO₂ sont séparés entre eux par un atome d'Yttrium. L'ensemble forme une couche, qui est considérée comme le siège de la supraconductivité. De part et d'autre des plans CuO₂, sont intercalées des couches formées de chaînes CuO_x (0 < x < 1) dont le rôle exact n'est pas encore établi.

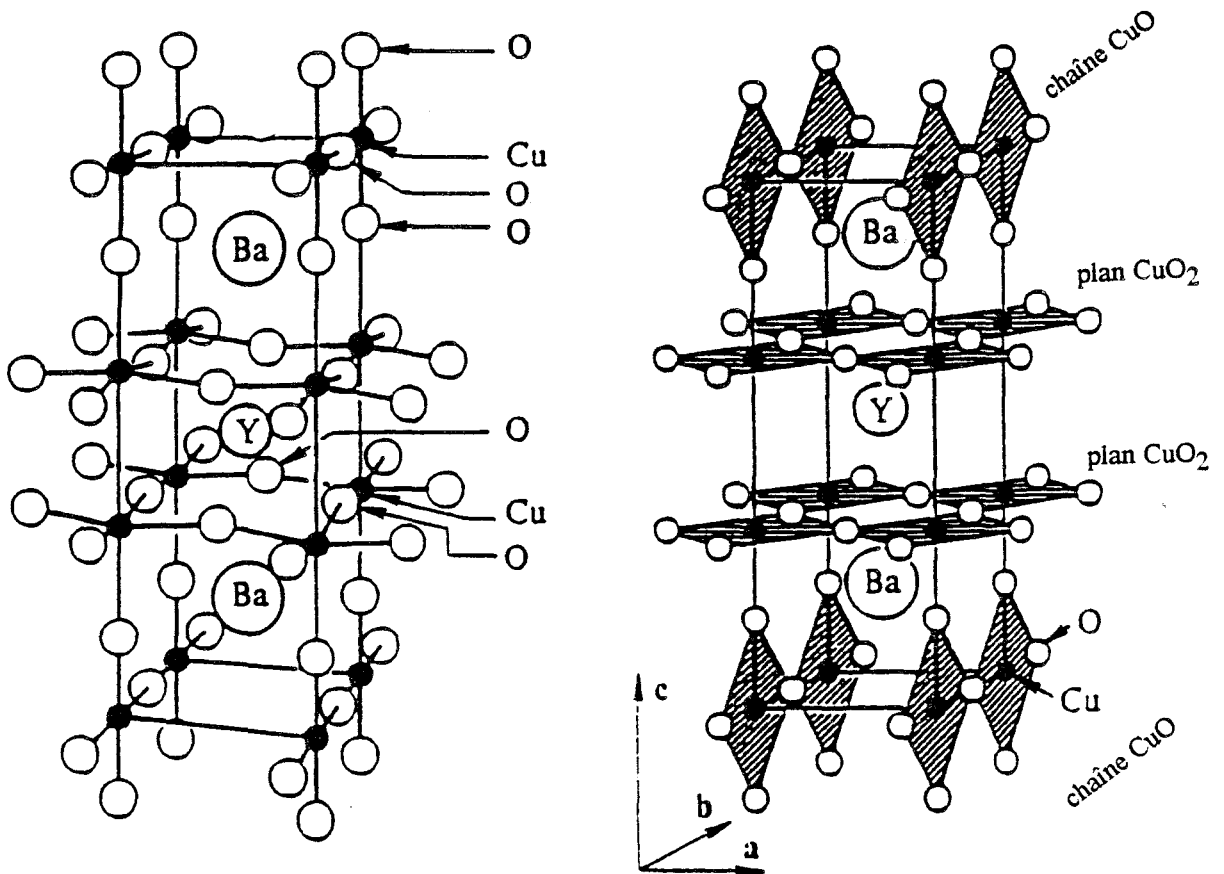


Figure 6-1

Les nouveaux supraconducteurs sont donc fortement anisotropes et leurs grandeurs physiques n'ont pas la même valeur suivant le plan ab (c'est-à-dire suivant les plans CuO_2) et suivant l'axe c.

VI 2- modèles théoriques de la supraconductivité

VI 2 a- les supraconducteurs à basse température critique

Les propriétés macroscopiques des supraconducteurs métalliques ont fait l'objet d'un certain nombre de théories phénoménologiques: les théories de Gorter-Casimir [3], de London [4], de Pippard [5] et de Ginzburg-Landau [6]. Le *modèle à deux fluides* qui sera développé au paragraphe VI 3 pour expliquer les propriétés hyperfréquences des supraconducteurs, est aussi basé sur les propriétés macroscopiques de ces matériaux. Dans ce modèle la supraconductivité est schématisée par l'existence de deux fluides qui s'interpénètrent. L'un des fluides est composé d'électrons normaux, l'autre participant à la supraconductivité.

La théorie microscopique la plus élaborée a été publiée en 1957 par J.Bardeen, L.Cooper et J.R.Schrieffer [7]. Connue plus simplement sous le sigle BCS, le concept de base de cette théorie est l'idée de l'appariement: à température suffisamment basse, les électrons s'associent deux par deux pour former des paires, appelées paires de Cooper, analogues à des molécules.

Quand un courant électrique passe dans un métal ordinaire, les électrons qui se déplacent peuvent être déviés par des impuretés ou par les mouvements du réseau cristallin. Ces collisions sont responsables de la résistance électrique du métal. Mais lorsqu'on fait passer un courant dans un supraconducteur, les paires de Cooper se déplacent de façon *cohérente*. schématiquement, elles effectuent toutes le même mouvement: cette propriété est liée au fait que, contrairement aux molécules ordinaires, les paires de Cooper s'interpénètrent largement. Un électron ne peut plus être dévié individuellement et la résistance électrique disparaît. Comme pour les molécules ordinaires, les paires se forment parce qu'il existe une force d'attraction entre les électrons. Cette attraction est due à l'interaction des électrons avec les vibrations du réseau cristallin.

On appelle longueur de cohérence ξ , la distance moyenne entre deux électrons appairés. Pour les supraconducteurs métalliques, elle est de l'ordre de quelques centaines d'Angström.

L'existence d'une interaction entre les électrons d'une paire de Cooper conduit à une modification du spectre en énergie des électrons. Un conducteur normal est caractérisé par une bande de conduction partiellement remplie jusqu'à un certain niveau E_F , appelé niveau de Fermi. La théorie BCS prédit pour un supraconducteur, à cette énergie E_F , l'existence d'une bande interdite séparant l'état fondamental du système d'électrons appairés, des états excités occupés par des électrons normaux célibataires (figure 6-2).

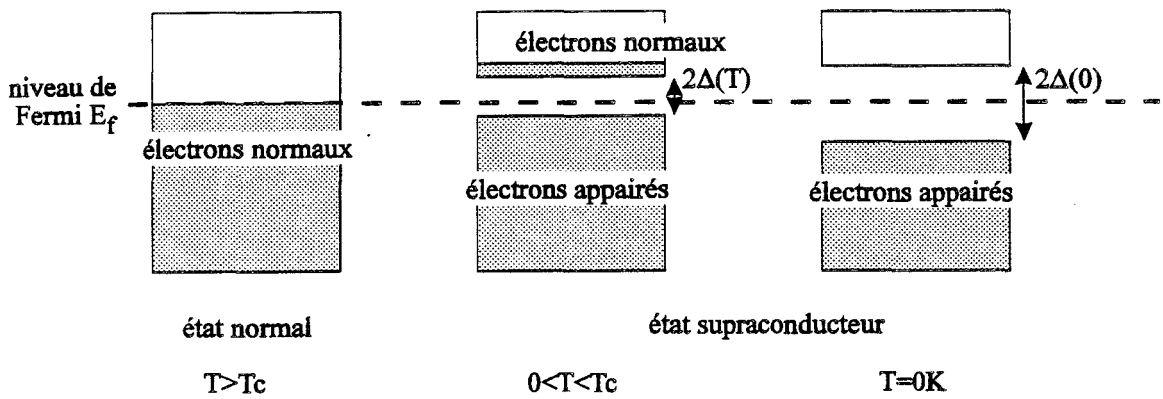


Figure 6-2 Schéma de la densité en électrons des bandes d'énergie permises dans un supraconducteur

La largeur 2Δ de cette bande interdite représente tout autant l'énergie de formation de la paire, que le seuil énergétique nécessaire à sa dissociation. Δ qui représente l'abaissement de l'énergie de la paire de Cooper par rapport au niveau de Fermi, est fonction de la température. Elle est maximale à 0K et s'annule à la température critique.

VI 2 b- les supraconducteurs à haute température critique

Il a été montré expérimentalement que les particules intervenant dans la supraconductivité à haute T_c , possèdent la même charge qu'une paire d'électrons. Cependant le couplage entre deux particules d'une même paire pourrait être de nature différente de celle des supraconducteurs classiques. Le mécanisme de formation de ces paires dans les supraconducteurs à haute température critique est actuellement très controversé. Beaucoup de modèles ont été proposés [8 9 10] mais aucun ne fait l'unanimité. Un nombre important de mesures expérimentales est nécessaire pour savoir si les anciens modèles conviennent pour les SHTC ou s'il faut en établir d'autres. Notre étude se situe dans ce cadre expérimental et a comme objectif de fournir certains grandeurs physiques sur des films SHTC sans se baser sur un modèle préétabli.

VI 3- propriétés électromagnétiques des supraconducteurs

VI 3 a- profondeur de pénétration

D'après le modèle à deux fluides, deux types de porteurs coexistent dans un matériau à l'état supraconducteur. La densité de courant totale, \vec{J}_t , se décompose alors en deux termes:

$$\vec{J}_t = \vec{J}_n + \vec{J}_s$$

avec \vec{J}_n : densité de courant normal
 \vec{J}_s : densité de courant supraconducteur

Les équations de Maxwell et les relations qui en découlent, bien que n'étant pas en contradiction avec la supraconductivité, sont insuffisantes pour la décrire. Ainsi le terme \vec{J}_s ne répond plus à la classique loi d'Ohm $\vec{J} = \sigma \vec{E}$, mais aux deux équations de London:

$$\frac{d\vec{J}_s}{dt} = \frac{\vec{E}}{\mu_0 \lambda_L^2} \quad (6-1)$$

$$\text{rot}(\vec{J}_s) = -\frac{\vec{H}}{\lambda_L^2} \quad (6-2)$$

\vec{E} et \vec{H} : champs électrique et magnétique

λ_L : profondeur de pénétration de London

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{m_s}{\mu_0 n_s q_s^2}} \quad (6-3)$$

μ_0 : perméabilité du vide

m_s , q_s et n_s : masse, charge et densité d'électrons supraconducteurs

Les deux équations de London permettent d'expliquer à la fois l'absence de résistivité et l'effet Meissner dans le supraconducteur. Elles font intervenir un nouveau terme λ_L qui est directement relié au diamagnétisme des supraconducteurs. D'après la théorie de London, ce diamagnétisme provient du courant induit par les électrons dans l'état supraconducteur à la surface du matériau, pour expulser tout champ provenant de l'extérieur. Cette région, où existe un champ magnétique puisqu'un courant y circule, est peu profonde: λ_L vaut quelques centaines d'Angström pour les supraconducteurs classiques à quelques milliers pour les nouveaux supraconducteurs.

Comme pour la densité de courant, la densité totale n des électrons est égale à la somme des densités des électrons normaux n_n et des électrons supraconducteurs n_s :

$$n = n_n + n_s \quad (6-4)$$

D'après le modèle phénoménologique de Gorter et Casimir, le taux d'électrons supraconducteurs varie en fonction de la température comme:

$$\frac{n_s}{n} = 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4 \quad (6-5)$$

On vérifie que pour les températures limites 0K et T_c , la densité totale d'électrons est égale respectivement à n_s et n_n .

En remplaçant (6-5) dans l'expression de λ_L , on trouve:

$$\lambda_L(T) = \frac{\lambda_L(0)}{\sqrt{1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4}} \quad (6-6)$$

avec

$$\lambda_L(0) = \sqrt{\frac{m_s}{\mu_0 n q_s^2}} \quad (6-7)$$

La figure 6-3 représente la variation de la profondeur de pénétration λ_L en fonction de la température. Il faut remarquer que λ_L tend vers une valeur minimale $\lambda_L(0)$ à $T=0K$ et que λ_L est théoriquement infini à $T=T_c$.

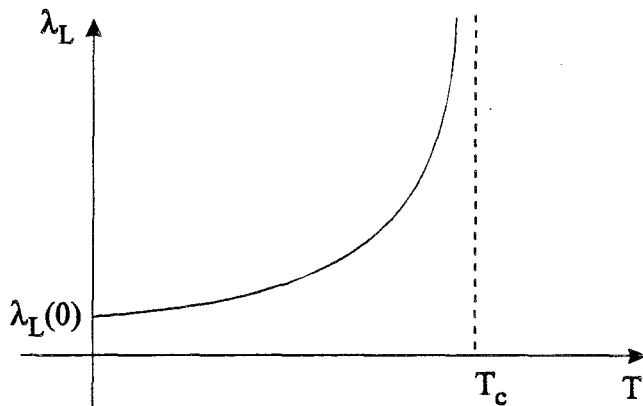


Figure 6-3

VI 3 b- conductivité complexe

Dans le cadre de modèle à deux fluides, les équations hydrodynamiques s'écrivent différemment pour les deux types d'électrons [11].

pour les électrons supraconducteurs:

$$m_s \frac{d\vec{v}_s}{dt} = -q_s \vec{E} \quad (6-8)$$

pour les électrons normaux qui subissent les effets des collisions:

$$m \frac{d\langle \vec{v}_n \rangle}{dt} + m \frac{\langle \vec{v}_n \rangle}{\tau} = -e \vec{E} \quad (6-9)$$

avec:

\vec{v}_s : vitesse des électrons supraconducteurs

$\langle \vec{v}_n \rangle$ et τ : vitesse moyenne et temps de relaxation des électrons normaux

m et e : masse et charge des électrons normaux

Les densités de courant correspondantes sont:

$$\vec{J}_s = -n_s q_s \vec{v}_s \quad (6-10)$$

$$\vec{J}_n = -n_n e \langle \vec{v}_n \rangle \quad (6-11)$$

Pour un champ électromagnétique sinusoïdal $E.e^{i\omega t}$, nous obtenons la densité de courant totale:

$$\vec{J}_t = \vec{J}_n + \vec{J}_s = (\sigma_1 + j\sigma_2)\vec{E} \quad (6-12)$$

où

$$\sigma_1 = \frac{n_n e^2 \tau}{m(1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (6-13)$$

$$\sigma_2 = -\frac{n_s q_s^2}{m_s \omega} - \frac{n_n e^2 (\omega \tau)^2}{m \omega (1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (6-14)$$

Nous remarquons que la partie réelle de la conductivité ne correspond qu'aux électrons normaux (σ_{n1}) tandis que la partie imaginaire a la contribution des deux fluides ($\sigma_{n2} + \sigma_{s2}$).

Le circuit équivalent qui représente les différents termes de la conductivité complexe [11] est formé de deux branches (figure 6-4). Les électrons supraconducteurs ne circulent que dans la branche purement selfique. Les électrons normaux circulent dans l'autre branche qui contient une résistance et une self.

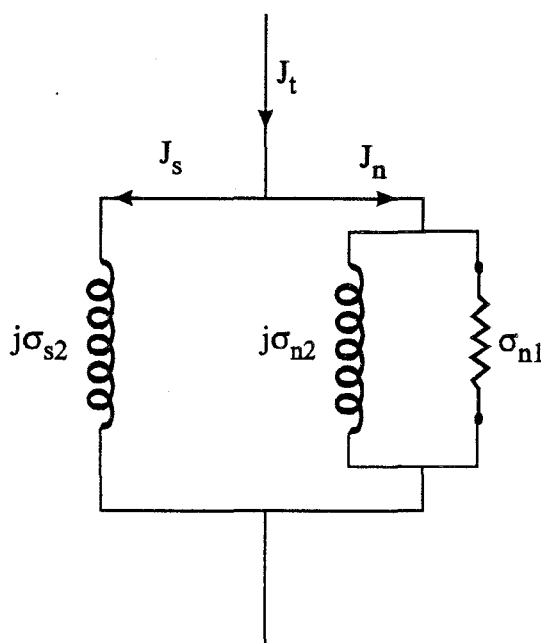


Figure 6-4

Pour les fréquences inférieures à 10^{11} Hz, $\omega^2 \tau^2 \ll 1$ et l'expression de la conductivité complexe σ^* se simplifie.

$$\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2 \approx \sigma_c \left(\frac{n_n}{n} \right) - j \frac{1}{\omega \mu_0 \lambda_L^2} \quad (6-15)$$

avec $\sigma_c = \frac{ne^2\tau}{m}$: conductivité à l'état normal à $T=T_c$

Connaissant la variation des densité d'électrons n_n et n_s et celle de la profondeur de pénétration λ_L en fonction de la température (cf. les expressions (6-4), (6-5) et (6-6)), on peut écrire les expressions de σ_1 et σ_2 en fonction de T :

$$\sigma_1 + j\sigma_2 = \sigma_c \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 - j \frac{1}{\omega \mu_0 \lambda_L(0)^2} \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right] \quad (6-16)$$

Sur la figure 6-5, nous avons tracé les évolutions de $\sigma_1(T)$ et de $\sigma_2(T)$.

Pour $T > T_c$, il n'existe pas d'électron supraconducteur et le schéma équivalent se réduit à une résistance mise en parallèle à une self de valeur relativement faible.

Pour $T < T_c$, le nombre d'électrons supraconducteurs augmente rapidement lorsque la température décroît et ceci au détriment du nombre des électrons normaux. Quand la température tend vers zéro, le schéma équivalent tend vers une self pure.

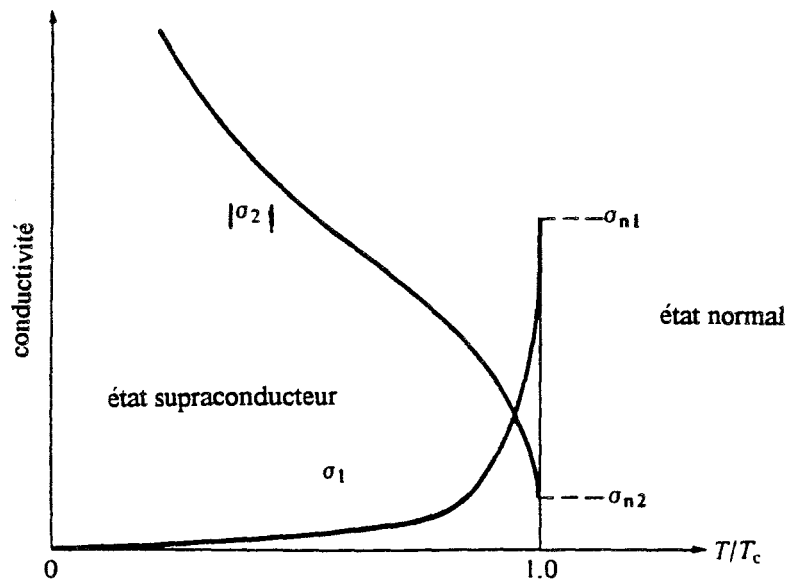


Figure 6-5

Partant de la théorie BCS, Mattis et Bardeen ont développé un modèle [12] qui tient compte de l'effet de la largeur de la bande interdite 2Δ et qui manie plus correctement les électrons appariés et célibataires. Nous ne présentons ci-dessous que le résultat de cet analyse.

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_n} = \frac{2}{\hbar\omega} \int_{\Delta}^{\infty} [f(E) - f(E + \hbar\omega)] g(E) dE \quad (6-17)$$

$$+ \frac{1}{\hbar\omega} \int_{\Delta - \hbar\omega}^{-\Delta} [1 - f(E + \hbar\omega)] g(E) dE$$

et

$$\frac{\sigma_2}{\sigma_n} = \frac{1}{\hbar\omega} \int_{\Delta - \hbar\omega, -\Delta}^{\Delta} \frac{[1 - 2 \cdot f(E + \hbar\omega)] [E^2 + \Delta^2 + \hbar\omega E]}{[\Delta^2 - E^2]^{1/2} [(E + \hbar\omega)^2 - \Delta^2]^{1/2}} dE \quad (6-18)$$

où $f(\eta)$ est la fonction de Fermi:

$$f(\eta) = \frac{1}{1 + e^{\eta/K_B T}} \quad (6-19)$$

et

$$g(E) = \frac{E^2 + \Delta^2 + \hbar\omega E}{[E^2 - \Delta^2]^{1/2} [(E + \hbar\omega)^2 - \Delta^2]^{1/2}} \quad (6-20)$$

(K_B étant le constant de Boltzman)

Dans l'expression (6-17), la première intégrale représente l'effet des quasiparticules excités thermiquement. Ils correspondent aux électrons normaux du modèle à deux fluides. La deuxième intégrale de (6-17) est la contribution des quasiparticules excités par des photons et elle est nulle si $\hbar\omega < 2\Delta$, ce qui est le cas en microondes.

L'expression (6-18) exprime le comportement inertiel des électrons appairés. Sa limite inférieure est prise égale à $-\Delta$, au cas où $\hbar\omega > 2\Delta$.

A noter que les expressions de σ_1 et σ_2 sont établies pour le cas où la profondeur de pénétration λ_L est très petite devant la longueur de cohérence ξ . Ce cas ne correspond pas à celui des nouveaux supraconducteurs. C'est pourquoi récemment Chang et Scalapino [13] ont proposé, dans le cadre de la théorie BCS, un modèle pour calculer σ_1 et σ_2 de films SHTC.

VI 3 c- impédance de surface

L'expression classique de l'impédance de surface pour un matériau conducteur à l'état massif est:

$$Z_{S \text{ massif}} = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0}{\sigma^*}} \quad (6-21)$$

En remplaçant σ par l'expression (6-14), nous pouvons déduire, avec le modèle à deux fluides, l'expression de l'impédance de surface d'un matériau supraconducteur:

$$Z_{s \text{ massif}} = \frac{\omega^2 \mu_0^2 \lambda_L^3 n_n \sigma_n}{2n} + j\omega \mu_0 \lambda_L \quad (6-22)$$

$$= R_s + j X_s$$

En comparant (6-19) et (6-20), nous remarquons que la variation fréquentielle de la résistance de surface R_s est très différente suivant le type de matériau. A une température donnée, pour un conducteur normal, R_s est proportionnel à la racine de la fréquence tandis que pour un supraconducteur, il varie en fonction du carré de la fréquence.

D'après l'expression (6-20), quand $T \rightarrow 0K$, $R_s \rightarrow 0$

$$X_s \rightarrow \omega \mu_0 \lambda_L(0)$$

Par conséquent, pour les basses températures, $X_s \gg R_s$. Ce résultat était prévisible d'après le schéma de la figure 6-4, où pour les basses températures le schéma équivalent d'un supraconducteur est une self pure. Cette inductance, appelée *inductance cinétique*, est à l'origine du ralentissement de l'onde électromagnétique se propageant dans le supraconducteur. Pour le matériau massif, son expression est déterminée à partir de (6-20):

$$L_{K \text{ massif}} = \frac{X_s}{\omega} = \mu_0 \lambda_L(T) \quad (6-23)$$

Nous remarquons que l'inductance $L_{K \text{ massif}}$ augmente quand la température tend vers T_c .

Pour un film d'épaisseur "a", l'impédance de surface carré est égale à:

$$Z_{s\Box} = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0}{\sigma^*}} \coth(\sqrt{j\omega\mu_0\sigma^*} \cdot a) = R_{s\Box} + j X_{s\Box}$$

Dans ce cas, l'inductance cinétique est décrite par l'expression de P. Swihart [14]:

$$L_{K \text{ film}} = \mu_0 \cdot \lambda_L(T) \cdot \coth \frac{a}{\lambda_L(T)} \quad (6-24)$$

$L_{K \text{ film}}$ augmente aussi bien quand la température tend vers T_c que quand l'épaisseur "a" du film supraconducteur diminue.

A noter que l'expression (6-24) cesse d'être valable pour des températures proches de T_c . Dans ce cas on fait recours à l'expression plus générale:

$$L_{K \text{ film}} = X_{s\Box} / \omega \quad (6-25)$$

Pour des films supraconducteurs dont l'épaisseur "a" est très petite devant la profondeur de pénétration, l'impédance de surface carré a une expression très simple [15]:

$$Z_{s\Box} = \frac{1}{\sigma^* \cdot a} \quad (6-26)$$

En remplaçant de nouveau σ^* par son expression (6-16), nous pouvons déduire la variation de $R_{s\Box}$ et $X_{s\Box}$ en fonction de la température. La figure 6-6 ne donne que les évolutions qualitatives de ces grandeurs. Des courbes similaires ont été obtenues expérimentalement par Prozorova [16] pour les anciens supraconducteurs.

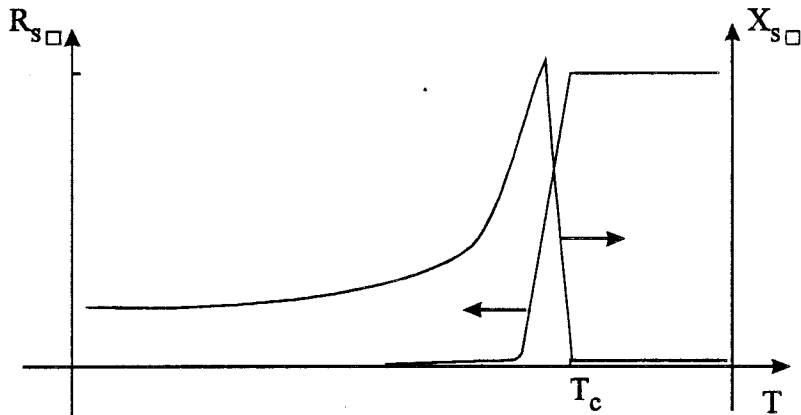


Figure 6-6

Nous venons de décrire le comportement hyperfréquence des supraconducteurs dans le cadre du modèle à deux fluides. Comme nous venons de voir, ce modèle décrit d'une façon assez simple les caractéristiques les plus importantes de ces matériaux. Cependant il ne faut pas oublier que ce modèle, établi et confirmé avec succès pour des supraconducteurs métalliques, n'est pas encore admis pour les SHTC et qu'il faut l'utiliser avec précaution.

VI 4- méthodes de caractérisation en hyperfréquences des films supraconducteurs

Nous décrivons brièvement, en nous inspirant de Z.-Y. Shen [17], les principales méthodes de caractérisation microondes des films SHTC. Certaines moins utilisées ne seront pas décrites ici: c'est le cas notamment de la méthode de perturbation [18] et de la méthode dans le domaine temporel [19].

VI 4 a- cavité résonante métallique

Historiquement, la résistance de surface R_s des anciens supraconducteurs a été mesurée avec précision à l'aide d'une cavité résonante cylindrique utilisée en mode TE_{011} . Comme les supraconducteurs à basse T_c sont des métaux, il est technologiquement possible de réaliser une cavité résonante à partir de ces matériaux. A des températures inférieures à 1K, une telle cavité peut avoir un coefficient de qualité extrêmement élevé - de l'ordre de 10^{10} à 10^{11} - permettant ainsi de mesurer des résistances de surface très faibles.

Pour caractériser les films SHTC cette méthode a été modifiée car actuellement la qualité de dépôt de films sur des surfaces courbées est médiocre. Ainsi, on ne remplace que l'une ou les deux parties plates de la cavité par le film à caractériser, le reste étant fabriqué à partir d'un bon conducteur comme le cuivre [20 21 22] (figure 6-7).

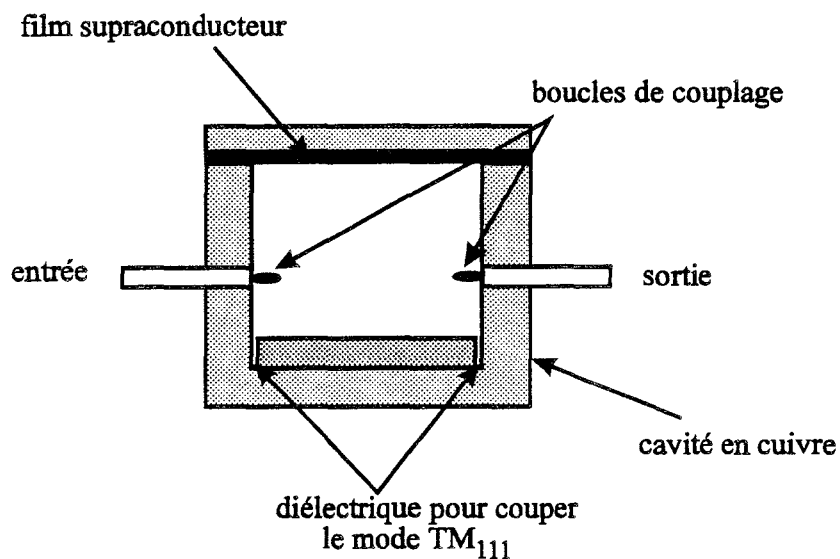


Figure 6-7

La mesure se fait en deux étapes: on mesure d'abord le coefficient de qualité Q_{Cu} de la cavité entièrement en cuivre, puis le coefficient de qualité Q_{supra} avec le fond remplacé par le film SHTC. La résistance de surface du film supraconducteur est alors déterminée à partir de la résistance de surface du cuivre, des coefficients de qualité Q_{Cu} et Q_{supra} et d'un coefficient K fonction des dimensions géométriques de la cavité.

La sensibilité de cette méthode dépend:

- du rapport D/L , D étant le diamètre et L la hauteur de la cavité.
- des pertes dues au couplage du mode TE_{011} avec d'autres modes surtout le mode TM_{111} qui a la même fréquence de résonance (ce qu'on appelle la dégénérescence des deux modes TE_{011} et TM_{111}). Pour remédier à cette inconvénient soit on coupe le mode indésirable en plaçant un matériau diélectrique entre le fond et le mur de la cavité (figure 6-7) soit on utilise une cavité conique [23] pour laquelle le mode TE_{011} n'est pas dégénéré.

Cette sensibilité est aussi limitée par le fait que plus de la moitié de la cavité est en cuivre ayant une résistance de surface plus élevée que les films supraconducteurs de bonne qualité, et cela pour des fréquences inférieures à 20 GHz. Comme la résistance de surface des supraconducteurs varie en fonction du carré de la fréquence (F^2), on peut améliorer la sensibilité en augmentant la fréquence de travail.

La précision de cette méthode est moyenne [17], en revanche elle ne demande aucune préparation préalable de l'échantillon.

La méthode de cavité résonante est développée au laboratoire par P.Lepercq [24]. La cavité en cuivre a pour dimensions $D=1.6$ cm et $L=1$ cm: le mode TE_{011} est situé à 25 GHz environ. Actuellement, avec cette méthode il est possible de mesurer une résistance de surface carré ($R_{s\Box}$) de 15 m Ω avec une précision de 20% ($F=25$ GHz et $T=77$ K).

Une cavité résonante conique est en cours de réalisation pour augmenter la sensibilité et la précision de la mesure.

VI 4 b- résonateur à plans parallèles

En très basses températures, la résistance de surface des films supraconducteurs peut être selon la fréquence 1000 à 10000 fois plus faible que celle du cuivre. C'est pour accéder à de telles valeurs de résistance de surface que d'autres techniques de mesure ont été développées. Le résonateur à plans parallèles est l'une d'entre elles [25 26 27 28].

Un matériau diélectrique fin est placé entre deux films supraconducteurs et l'ensemble forme le résonateur (figure 6-8). La géométrie des plans parallèles n'est pas très importante et on utilise généralement la forme rectangulaire.

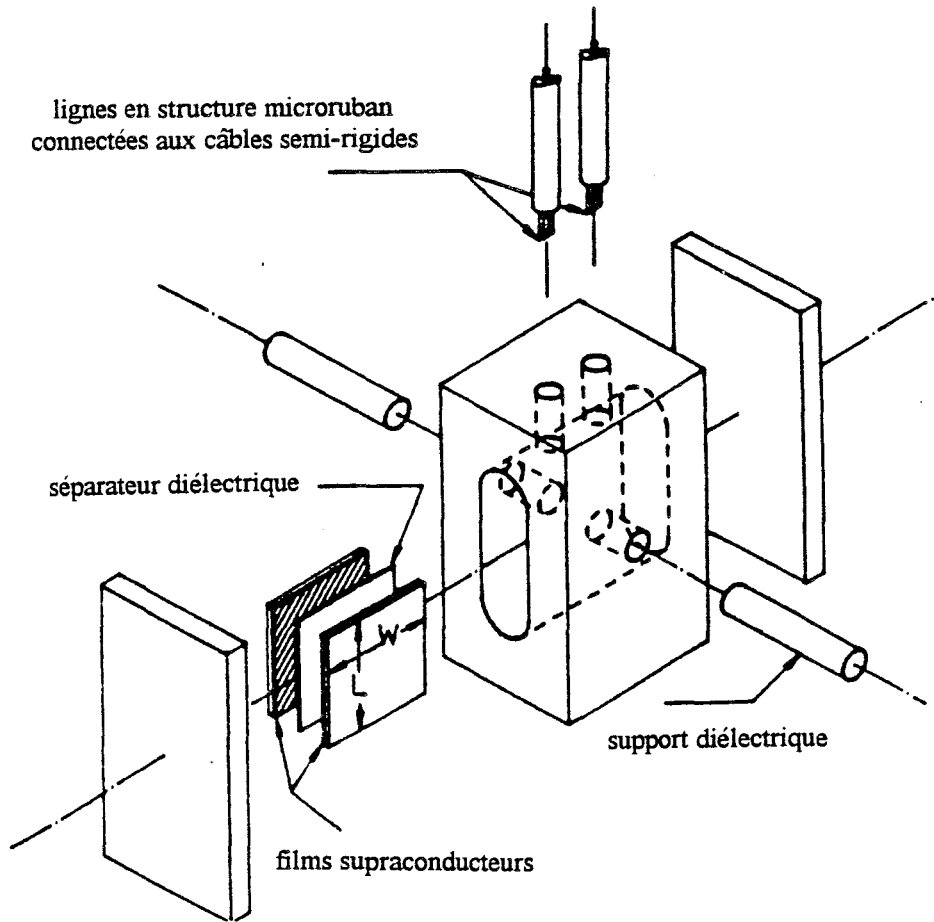


Figure 6-8

Si on néglige les effets de bord, la fréquence de résonance du mode TE_{mn} pour deux plans parallèles est égale à

$$f_0(m, n) = \frac{c}{2\sqrt{\epsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{W}\right)^2 + \left(\frac{n}{L}\right)^2}$$

avec:

m, n = les indices du mode considéré

$c = 3 \times 10^8$ m/s

ϵ_r = constante diélectrique relative du matériau séparant les deux plans

W, L = les dimensions des deux plans parallèles

Comme dans la technique précédente, il existe beaucoup de modes de résonance mais souvent on mesure le coefficient de qualité Q du mode TE_{10} ou celui du mode TE_{11} .

Le coefficient de qualité non chargé Q_0 est égal à

$$\frac{1}{Q_0} = \frac{1}{Q_c} + \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_r}$$

avec:

Q_c = coefficient de qualité du conducteur, en l'occurrence du film supraconducteur

Q_d = coefficient de qualité du séparateur diélectrique = $\frac{1}{\text{tg}\delta}$

($\text{tg}\delta$ étant les pertes diélectriques de ce matériau)

Q_r = coefficient de qualité dû aux rayonnements calculé à partir d'un calibrage préalable

La valeur de la résistance de surface R_s du film est alors déduite de celle de Q_c .

Le principal avantage de cette méthode est sa grande sensibilité due au fait que dans la structure résonante il n'y a pas de conducteur métallique. Ainsi, à 10 GHz et avec un séparateur en téflon de 12.5 μm , on peut mesurer des résistances de surface aussi faibles que 4 $\mu\Omega$. De plus, cette méthode devrait permettre d'obtenir à la fois les parties réelle et imaginaire de l'impédance de surface et d'en déduire la conductivité complexe.

Cette technique de mesure a quelques inconvénients. Ainsi le couplage est très sensible à cause de l'épaisseur très fine du matériau diélectrique séparant les films SHTC et il nécessite un ajustement très soigné. Même dans les conditions optimales, le couplage reste très faible ce qui empêche de mesurer des résistances de surface supérieures à environ 3 $\text{m}\Omega$ à 10 GHz. La précision de cette méthode est estimée entre 10 et 20 %.

VI 4 c- résonateur diélectrique

Cette méthode de mesure de R_s est relativement facile à mettre en oeuvre [29 30 31 32 33 34]. La figure 6-9 présente le schéma d'un tel résonateur. Les deux films supraconducteurs sont placés sur les faces opposées d'un cylindre diélectrique à faibles pertes comme le saphir (Al_2O_3). Les pertes par rayonnement sont négligeables car la majorité de l'énergie microonde est confinée dans le diélectrique. Généralement ce résonateur est utilisé en mode TE_{011} . L'expression du coefficient de qualité non chargé est similaire à celle du résonateur à plans parallèles et la résistance de surface R_s est reliée au coefficient de qualité Q_c propre au conducteur.

La précision, sensibilité, reproductibilité et dynamique de la valeur de la résistance de surface, mesurée avec cette méthode dépendent de la qualité du matériau diélectrique formant le cylindre, de la conception et réalisation du résonateur et de la précision de mesure du coefficient de qualité. Pour un résonateur diélectrique fonctionnant à 27.5 GHz, Wilker et al. [35] donnent une sensibilité de $50 \mu\Omega$ ce qui correspond à $6.6 \mu\Omega$ à 10 GHz (R_s étant proportionnel à F^2).

Une autre version de cette méthode n'utilise qu'un seul film supraconducteur mais dans ce cas les mesures sont moins précises.

Il faut noter que cette méthode de mesure ne demande pas de calibrage préalable.

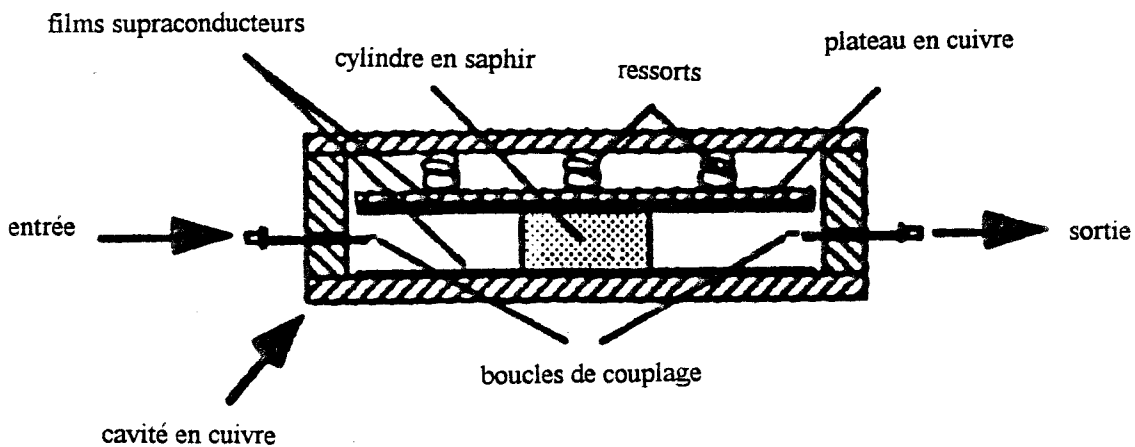


Figure 6-9

VI 4 d- réflectomètre confocal

Des résonateurs confocaux sont aussi utilisés pour mesurer la résistance de surface [36 37]. Le schéma d'un tel résonateur est présenté sur la figure 6-10. Un miroir sphérique de rayon "a" et de rayon de courbure "b" est couplé à un analyseur de réseaux par l'intermédiaire d'un iris d'excitation et d'un guide d'onde. Une telle structure génère une onde de mode quasi-TEM localisée sur une surface égale à $\sqrt{\frac{b\lambda}{2\pi}}$ (λ étant la longueur d'onde). L'échantillon supraconducteur est placé perpendiculairement à l'axe du système à une distance de $b/2$ du miroir. Les réflexions multiples entre la surface de l'échantillon et le miroir créent une résonance.

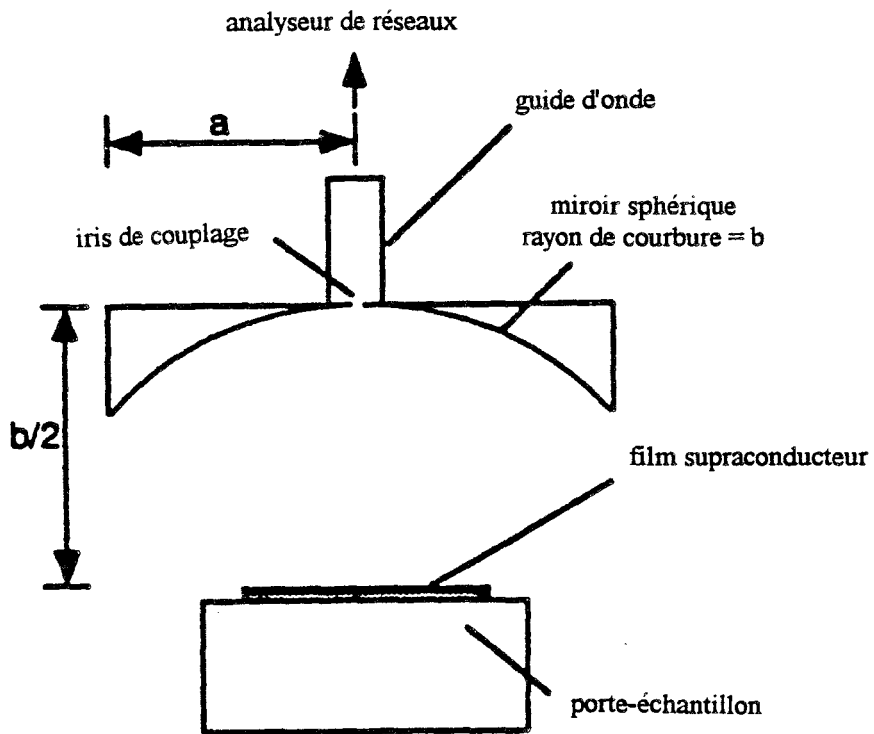


Figure 6-10

Si a et b sont très grands par rapport à la longueur d'onde λ , les pertes par rayonnement sont négligeables devant les pertes dans les conducteurs et la valeur de la résistance de surface est calculée à partir de celle du coefficient de qualité Q_c des conducteurs:

$$Q_c = \frac{30\pi^4 b^3}{\lambda^3 \{ R_{ss} [0.5 \cdot k^2 b^2 + kb] + R_{sm} [0.375 \cdot k^2 b^2] \}}$$

avec:

R_{ss} = résistance de surface en Ω/\square du supraconducteur

R_{sm} = résistance de surface en Ω/\square de la surface du miroir déterminée à partir d'un calibrage

$$k=2\pi/\lambda$$

La sensibilité de cette méthode augmente avec la fréquence et de ce fait la majorité des mesures effectuées avec cette méthode se fait en ondes millimétriques.

L'un des attraits de cette méthode est qu'elle peut fournir une cartographie en R_s de la surface du film. Par contre cette méthode n'a qu'une précision moyenne [17].

VI 4 e- lignes de transmission

Toutes les techniques mentionnées ci-dessus sont appliquées aux films SHTC non gravés mais on peut aussi caractériser ces derniers en y gravant des lignes de transmission ou plus généralement des résonateurs [38 39 40 41].

La résistance de surface mesurée à partir d'une ligne de transmission peut être différente de celle du même film non gravé. En effet les paramètres intervenant dans le processus de la gravure peuvent détériorer la qualité du film. De ce fait, cette technique est intéressante pour déterminer l'influence de différents étapes technologiques sur la valeur de R_s . De plus, du point de vue du concepteur de circuit, les valeurs de R_s ainsi obtenues sont plus proches de celle du circuit microondes SHTC.

L'inconvénient principal de cette méthode est qu'elle est destructive et qu'elle exige une préparation de l'échantillon avant la mesure, ce qui est mal adapté aux mesures de routine.

VI 4 f- méthode de la transmission de puissance

La première publication de Tinkham et Glover sur la caractérisation des films supraconducteurs par cette méthode date de 1957 [42]. La mesure du module de la puissance transmise est effectuée en infrarouge et en microondes aux fréquences 24, 48, 72 et 96 GHz. Pour déduire les deux grandeurs σ_1 et σ_2 de la conductivité complexe, les auteurs utilisent les relations de Kramers-Kronig [43]. C'est intéressant de savoir que la théorie BCS était publiée quelques mois avant ce rapport et Tinkham et Glover remarquent, en note de bas de page, que leurs mesures confirment cette nouvelle théorie.

Deux autres équipes ont caractérisés les films supraconducteurs métalliques en utilisant la méthode de transmission. Rugheimer et al. [44] mesurent le module des ondes transmises et réfléchies; la fréquence de mesure allant de 22 à 73 GHz. D'Aiello et Freedman [45] donnent les résultats de mesure, à 20 GHz, du module et de la phase de l'onde transmise à travers le film.

Ces mesures sont effectuées en insérant le film entre les brides de deux guides d'ondes. A titre d'illustration, nous présentons figure 6-11 le montage utilisé par D'Aiello et al.

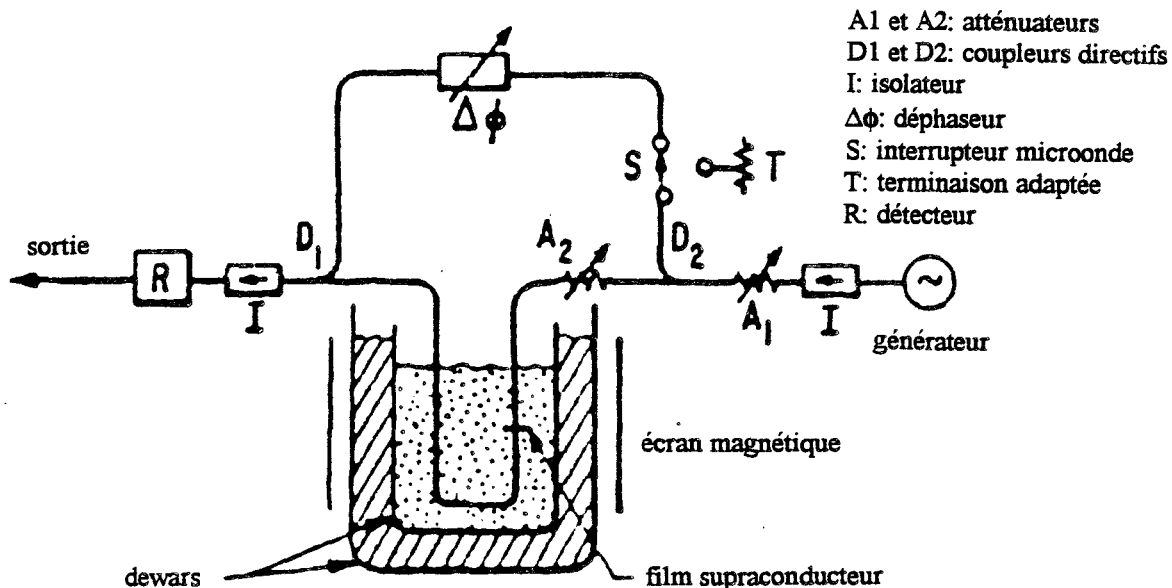


Figure 6-11

Après la découverte des SHTC, le premier article publié avec ce type de mesure date de 1988. Kobrin et al. [46] mesurent le module et la phase du coefficient de transmission à 60 GHz et en propagation libre (voir le schéma du montage figure 6-12). D'après leur dernier article [47], la fréquence de mesure est augmentée et se situe dans la bande 80-111 GHz.

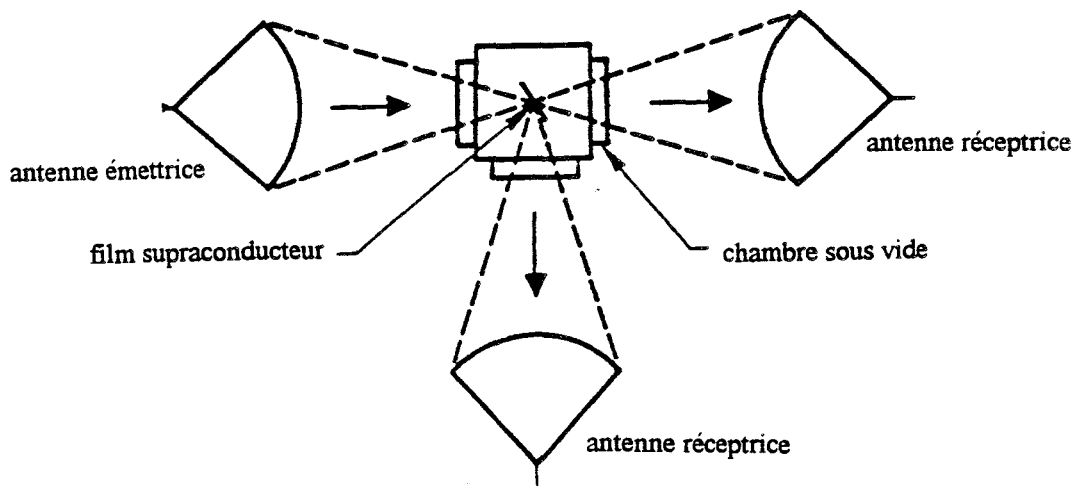


Figure 6-12

Un autre équipe de recherche dont le premier article est paru en 1989 [48], est celle de Miranda et al. Ils travaillent [49] entre 26 et 40 GHz en propagation guidée et ils mesurent, eux aussi, le module et la phase de S_{21} .

Il faut noter que ces deux équipes ont, comme dans notre cas (cf chapitre VIII), le problème de mesure de phase en basse température ce qui limite l'exploitation de σ_1 vers 70K.

A notre avis, la méthode de transmission n'est pas adéquate pour la mesure de la résistance de surface vers les très basses températures. Par contre, elle est intéressante et assez précise pour la mesure de σ_2 , λ et X_s [50]. De plus, elle apporte des informations intéressantes sur σ_1 à la transition supraconductrice. Nous en discuterons plus amplement au paragraphe VIII 3.

-
- [1] A.Ansart, P.Manuel, A.Février, RGE, n°11, pp. 56-67, Décembre 1989.
- [2] G.J.Bednorz, K.A.Müller, Z. Phys., V. B64, pp. 189, 1986.
- [3] C.J.Gorter, H.Casimir, Physica, V. 1, pp. 306, 1934.
- [4] F.London, H.London, Z. Phys., V. 96, pp. 359, 1935.
- [5] A.B.Pippard, Proc. R. Soc. London Ser. A216, pp. 547, 1953.
- [6] V.L.Ginsburg, L.D.Landau, Zh. Eksp. Teor. Fiz., V. 20, pp. 1044, 1950.
- [7] J.Bardeen, L.N.Cooper, J.R.Schrieffer, Phys. Rev., V. 108, pp. 1175, 1957.
- [8] J.Labbé, J.Bok, Europhys. Lett., V. 3, p. 1225, 1987.
- [9] P.W.Anderson, R. Schrieffer, Phys. Today, V. 44, pp. 54-61, 1991.
- [10] J.W.Halley, "Theories of high-temperature Superconductivity", Redwood City, CA: Addison-Wesley, 1988.
- [11] T.Van Duzer, C.W.Turner, "Principles of superconductive devices and circuits", Elsevier, New York, 1981.
- [12] D.C.Mattis, J.Bardeen, Phys. Rev., V.111, pp. 412-417, 1958.
- [13] J.J.Chang, D.J.Scalapino, Phys. Rev B, V. 40, pp. 4299-4305, 1989.
- [14] J.C.Swihart, Journ. of Appl. Phys., V. 32, n°3, 1961.
- [15] J.I.Gittleman, B.Rosenblum, Proc. IEEE, V. 52, n°10, pp. 1138-1147, 1964.
- [16] L.A.Prozorova, J. Exper. Theoret. Phys. (USSR), V. 34, pp. 14-22, 1958; Trans. in Soviet Physics JETP, V. 34, pp. 9-15, 1958.
- [17] Z.-Y.Shen, "High-temperature superconducting microwave circuits", Artech House, Boston & London, 1994.
- [18] J.C.Gallop, W.J.Radcliffe, Supercond. Sci. Technol. V. 4, pp. 568-573, 1991.
- [19] M.C.Nuss, K.W.Goossen, P.M.Mankiewich, M.L.O'Malley, J.L.Marshall, R.E.Howard, IEEE Trans. on Magnetics, V. MAG-27, pp.863-866, 1991.
- [20] C.Wilker, Z.-Y. Shen, P.Pang, D.W.Face, W.L.Holstein, A.L.Matthews, D.B.Laubacher, IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, V. MTT-39, pp. 1462-1467, 1991.
- [21] N.Klein, G.Muller, H.Peil, B.Roas, L.Schultz, U.Klein, M.Peiniger, Appl. Phys. Lett., V. 54, pp. 757-759, 1989.

-
- [22] L.Drabeck, K.Holzer, G.Gruner, J-J.Chang, D.J.Scalapino, T.Venkatesan, J. Supercond., V. 3, pp. 317-321, 1990.
- [23] B.Mayer, A.Reccius, R.Knochel, IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, V. MTT-40, pp.228-235, 1992.
- [24] P.Lepercq, thèse à paraître, Université de Lille, 1995.
- [25] R.C.Taber, Rev. Sci. Instrumen., V. 61, pp. 2200-2206, 1990.
- [26] S.A.Reible, C.W.Wilker, IEEE Trans. on Magnetism, V. MAG-27, pp. 2813-2816, 1991.
- [27] R.C.Taber, P.Merchant, R.Hiskes, S.A.Dicarolis, M.Narbutovskih, J. Supercond., V. 5, pp. 371-378, 1992.
- [28] M.S.Pambianchi, D.H.Wu, L.Ganapathi, S.M.Anlage, IEEE Trans. on Appl. Supercond., V. 3, pp. 2774-2777, 1993.
- [29] S.J.Fiedziuszko, P.D.Heidmann, IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Digest, V. 2, pp. 555-558, 1989.
- [30] O.Llopis, J.Graffeuil, J. Less-Common Metals, V.164/165, pp.1248-1251, 1990.
- [31] Y.Kobayashi, T.Imai, H.Kayano, IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, V. MTT-39, pp. 1530-1538, 1991.
- [32] N.Klein, U.Dahne, U.Poppe, N.Tellmann, K.Urban, S.Orbach, S.Hensen, G.Muller, H.Piel, J. Supercond., V. 5, pp. 195-201, 1992.
- [33] C.Wilker, Z-Y Shen, V.X.Nguyen, M.S.Brenner, IEEE Trans. on Appl. Supercond., V.3, pp. 1457-1460, 1993.
- [34] Z-Y Shen, C.Wilker, P.Pang, W.L.Holstein, D.W.Face, D.J.Kountz, IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, V. MTT-40, pp. 2424-2432, 1992.
- [35] C.Wilker, Z-Y Shen, V.X.Nguyen, M.S.Brenner, 41 st ARFTG Conference Digest, Atlanta, Georgia, pp. 38-47, Spring 1993.
- [36] J.S.Martens, V.M.Hietala, D.S.Ginley, T.E.Zipperian, G.K.G.Hohenwarter, Appl. Phys. Lett., V. 58, pp. 2543-2545, 1991.
- [37] J-S.Bao, S-P.Zhou, K-Q.Wu, W-G.Lou, A-L.Ding, S-H.Wang, J. Supercond., V. 4, pp. 253-257, 1991.
- [38] C.Belouet, M.Pyee, "Realization and characterization of passive device bent on YBCO thin films", 22th EMC - Workshop Proceedings - pp. 87-93, 28 Août 1992.

-
- [39] D.E.Oates, A.C.Anderson, IEEE Trans. on Magnetics, V. MAG-27, pp. 867-871, 1991.
- [40] A.Porch, M.J.Lancaster, R.G.Humphreys, N.G.Chew, IEEE Trans. on Appl. Supercond., V. 3, pp. 1719-1722, 1993.
- [41] L.C.Bourne, R.B.Hammond, McD.Robinson, M.M.Eddy, W.L.Wilson, Appl. Phys. Lett., V. 56, pp. 2333-2335, 1990.
- [42] R.E.Glover, M.Tinkham, Phys. Rev., V. 108, pp. 243-256, 1957.
- [43] J.R.MacDonald, M.K.Brachman, Revs. Modern Phys., V. 28, pp. 393, 1956.
- [44] N.M.Rugheimer, A.Lehoczky, C.V.Briscoe, Phys. Rev., V. 154, pp. 414-421, 1967.
- [45] R.V.D'Aiello, S.J.Freedman, Journ. of Appl. Phys., V. 40, pp. 2156-2160, 1969.
- [46] W.Ho, P.J.Hood, W.F.Hall, P.Kobrin, A.B.Harker, R.E.DeWames, Phys. Rev. B, V. 38, pp. 7029-7032, 1988.
- [47] Dawei Zhang, D.V.Plant, H.R.Fetterman, N.E.Glass, J.T.Cheung, P.H.Kobrin, Appl. Phys. Lett., V. 62, pp. 1298-1300, 1993.
- [48] F.A.Miranda, W.L.Gordon, K.B.Bhasin, V.O.Heinen, G.J.Valco, Proc. of Third Annual Conference on Superconductivity and Applications, Buffalo, New York, September 19-21, 1989.
- [49] F.A.Miranda, W.L.Gordon, K.B.Bhasin, V.O.Heinen, J.D.Warner, J. Appl. Phys., V. 70, pp. 5450-5462, 1991.
- [50] V.Mühlhaus, B.Schiek, proceedings of the 21th EMC, pp. 1401-1406, Stuttgart, 1991.

CHAPITRE VII: Etude théorique de la méthode de transmission

VII 1 - l'expression du coefficient de transmission S_{21} en fonction de la conductivité complexe

VII 1 a- l'expression de S_{21} dans le cas général

VII 1 b- l'expression de S_{21} dans le cas où l'épaisseur du film est très faible vis-à-vis de la profondeur de pénétration

VII 1 c- la validité des relations

VII 2 - l'expression des grandeurs électriques déduites de la conductivité complexe

VII 2 a- l'impédance de surface

VII 2 b- la profondeur de pénétration

VII 1 - l'expression du coefficient de transmission S_{21} en fonction de la conductivité complexe

Nous rappelons que le coefficient de transmission S_{21} est égal à :

$$S_{21} = \frac{\text{onde transmise}}{\text{onde incidente}}$$

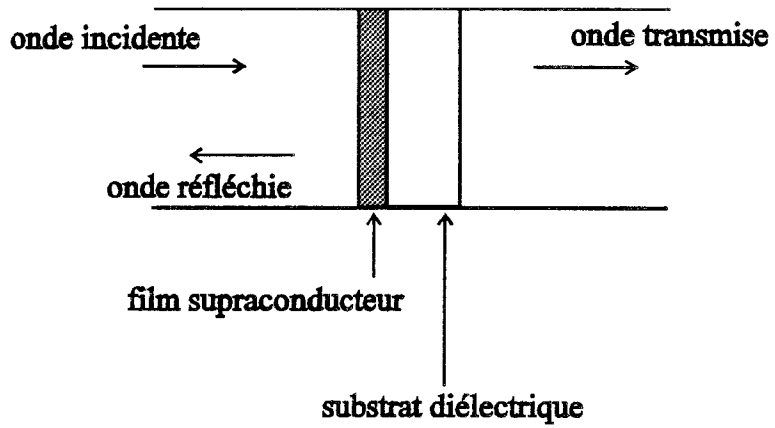


Figure 7-1

Dans notre configuration l'onde est transmise d'abord à travers le film supraconducteur et ensuite à travers le substrat diélectrique.

L'échantillon couvre toute la section droite du guide rectangulaire métallique (figure 7-1).

Nous admettons que seul le mode fondamental TE_{10} se propage. De plus nous considérons qu'il y a adaptation d'impédance de part et d'autre de l'échantillon.

Le film est caractérisé par sa conductivité complexe $\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$ que l'on peut relier à une permittivité complexe par la relation: $\epsilon^* = -j\sigma^*/\omega\epsilon_0$ (la perméabilité magnétique relative μ_r du film étant par hypothèse égale à 1).

Le substrat est caractérisé par sa constante diélectrique ϵ_r . On peut négliger les pertes pour des substrats utilisés tels que MgO , $LaAlO_3$ ou saphir ($tg\delta < 10^{-3}$).

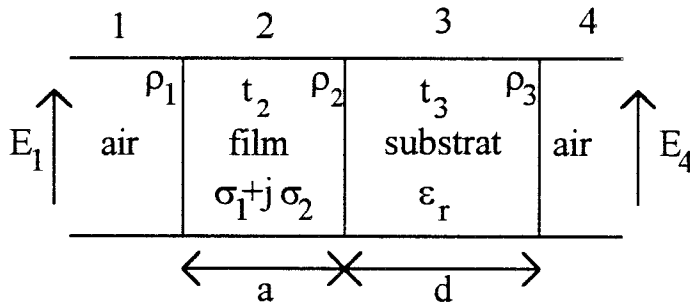


Figure 7-2

Il est nécessaire de tenir compte des réflexions multiples dans le substrat diélectrique et dans ces conditions la transmission $S_{21} = E_4/E_1$ à travers le film et le substrat s'écrit d'après le formalisme des lignes de transmission [1] (voir annexe 1):

$$S_{21} = \frac{E_4}{E_1} = \frac{(1 + \rho_1)(1 + \rho_2)(1 + \rho_3)t_2 t_3}{1 + \rho_1 \rho_2 t_2^2 + \rho_3 t_3^2 (\rho_2 + \rho_1 t_2^2)} \quad (7-1)$$

où ρ_1, ρ_2, ρ_3 sont les coefficients de réflexion aux interfaces et t_2, t_3 les coefficients de transmission dans le film et le substrat.

$$\rho_i = \frac{(Z_{i+1} - Z_i)}{(Z_{i+1} + Z_i)} \quad \text{et} \quad t_i = \exp(-j \beta_i l_i)$$

avec Z_i et Z_{i+1} impédances d'onde dans les milieux i et $i+1$, β_i constante de phase du milieu i , l_i épaisseur du milieu i .

VII 1 a- l'expression de S_{21} dans le cas général

Nous remplaçons dans la relation (1), les ρ_i par leur expression et nous déduisons:

$$S_{21}^* = \frac{8\sqrt{2\omega\epsilon_0 A(\epsilon_r - B)} \cdot t_2 \cdot t_3}{\left\{ \begin{array}{l} \sqrt{2\omega\epsilon_0} \cdot (1 + t_2^2) \cdot \left[(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A})^2 - (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A})^2 t_3^2 \right] \\ + (\gamma - j\eta) \cdot (1 - t_2^2) \cdot \left[(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A}) + (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}) t_3^2 \right] \end{array} \right\}} \quad (7-2)$$

avec:

$$A = 1 - (F_c / F)^2 \quad B = (F_c / F)^2$$

$$F = \frac{\omega}{2\pi} = \text{fréquence de mesure} \quad F_c = \text{fréquence de coupure du mode TE}_{10}$$

$$\epsilon_r = \text{permittivité relative du substrat} \quad \epsilon_0 = \text{permittivité du vide}$$

$$\gamma - j\eta = \sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} + \sigma_2} - j\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_2}$$

$$t_2 = \exp(-j \frac{2\pi F}{v} a \sqrt{\epsilon_r^*}) = \exp(-ja \sqrt{\frac{\omega \mu_0}{2}} (\gamma - j\eta))$$

$$t_3 = \exp(-j \frac{2\pi}{v} d \sqrt{\epsilon_r F^2 - F_c^2}) \quad v = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$$

Nous remarquons que dans la relation (7-2), les grandeurs γ et η sont fonction des parties réelle σ_1 et imaginaire σ_2 de la conductivité.

En utilisant un nombre important de variables intermédiaires, nous séparons les parties réelle et imaginaire du numérateur et du dénominateur et le calcul aboutit aux expressions du module τ et de la phase ϕ de S_{21} . Nous avons alors un système de deux équations transcendantes:

$$\text{module de } S_{21}^* = \tau = f(\sigma_1, \sigma_2) \quad (\text{i})$$

$$\text{argument de } S_{21}^* = \phi = g(\sigma_1, \sigma_2) \quad (\text{ii})$$

La résolution numérique de ce système est basée sur une méthode itérative:

Au départ on fixe la valeur de σ_1 .

Connaissant les valeurs de σ_1 et de τ mesuré, de la première relation (i), on déduit σ_2 .

En entrant cette valeur de σ_2 et celle de ϕ mesuré dans la deuxième relation (ii), on calcule σ_1 .

De nouveau, en entrant cette dernière valeur de σ_1 et celle de τ mesuré dans la première relation (i), on déduit σ_2 .

Ainsi de suite jusqu'à ce que la variation de σ_1 et de σ_2 , entre deux itérations successives soit inférieure à une valeur que nous avons fixée d'avance.

Cependant, comme nous allons voir paragraphe VIII 3 a, cette méthode n'a pas été souvent utilisée pour résoudre le système.

VII 1 b - l'expression de S_{21} dans le cas où l'épaisseur du film est très faible vis-à-vis de la profondeur de pénétration

Les expressions de τ et de ϕ se simplifient beaucoup dans le cas où l'épaisseur du film supraconducteur est très petite par rapport à la profondeur de pénétration λ et on obtient (cf. annexe 1):

$$|S_{21}|^2 = \tau^2 = \frac{4 \cdot (\varepsilon_r - B)}{\left\{ A \cdot \left[\left(1 + \frac{\varepsilon_r - B}{A} + C \right)^2 + D^2 \right] + (\varepsilon_r - 1) \cdot \left[\frac{1 - \varepsilon_r}{A} + 2C + C^2 + D^2 \right] \cos^2 \beta_3 d \right.} \quad (7-3)$$

$$\left. + (\varepsilon_r - 1) D \sqrt{\frac{\varepsilon_r - B}{A}} \sin 2\beta_3 d \right\}$$

$$\text{Arg}(S_{21}) = \phi = -\text{Arctg} \left\{ \frac{\sqrt{A} \cdot \left[1 + \frac{\varepsilon_r - B}{A} + C \right] \sin \beta_3 d + D \sqrt{\varepsilon_r - B} \cos \beta_3 d}{\sqrt{\varepsilon_r - B} (2 + C) \cos \beta_3 d - D \sqrt{A} \sin \beta_3 d} \right\} \quad (7-4)$$

avec:

a = épaisseur du film d = épaisseur du substrat ϵ_r = permittivité du substrat

F = fréquence de mesure F_c = fréquence de coupure du mode TE_{10}
= 14.047 GHz dans la bande K

$$A = 1 - (F_c / F)^2 \quad B = (F_c / F)^2$$

$$C = \sigma_1 a Z_{10} \quad D = \sigma_2 a Z_{10} \quad \sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$$

$$\beta_3 = \beta_{\text{dié lectrique}} = \frac{2\pi}{v} \sqrt{\epsilon_r F^2 - F_c^2} \quad v = 3 \times 10^8 \text{ m / s}$$

$$Z_{10} = 120\pi \left[1 - (F_c / F)^2 \right]^{-1/2} = \text{impédance d'onde du mode } TE_{10} \text{ dans un guide rempli d'air}$$

Les valeurs de σ_1 et σ_2 sont alors calculées en résolvant une équation du second degré obtenue à partir de la mesure de τ et ϕ .

VII 1 c - la validité des relations

Dans la littérature, plusieurs formes de relation sont proposées pour extraire des mesures de τ et de ϕ , les valeurs de σ_1 et σ_2 .

Nous avons vérifié que les relations (7-3) et (7-4) sont en accord avec celles publiées par R.V.D'Aiello et coll. [2].

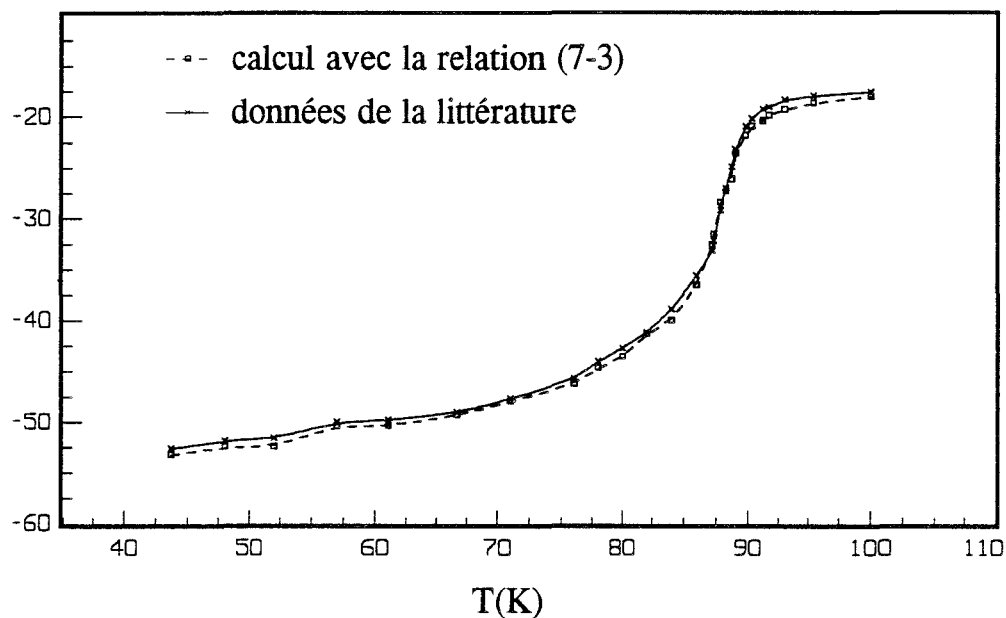
Nous avons aussi vérifié ces relations en utilisant des valeurs de σ_1 et σ_2 de la littérature et en retrouvant les valeurs de τ et ϕ données par les auteurs.

A titre d'exemple, la figure 7-3 présente une telle comparaison pour un échantillon d'YBaCuO d'épaisseur 950 Å déposé sur MgO [3]. La mesure en transmission est en propagation libre à 59 GHz; la fréquence de coupure F_c est donc pris égal à zéro. Dans cet article l'épaisseur du substrat n'est pas donnée. Nous l'avons estimée égale à 450 μm.

L'accord entre les valeurs de la littérature et celles déduites des calculs est satisfaisant, étant donné l'erreur de lecture sur les courbes de l'article [3] et la valeur estimée de l'épaisseur de MgO.

échantillon YBaCuO(950 Å)/MgO(450 μm)
F=59 GHz

τ (dB)



ϕ relative (°)

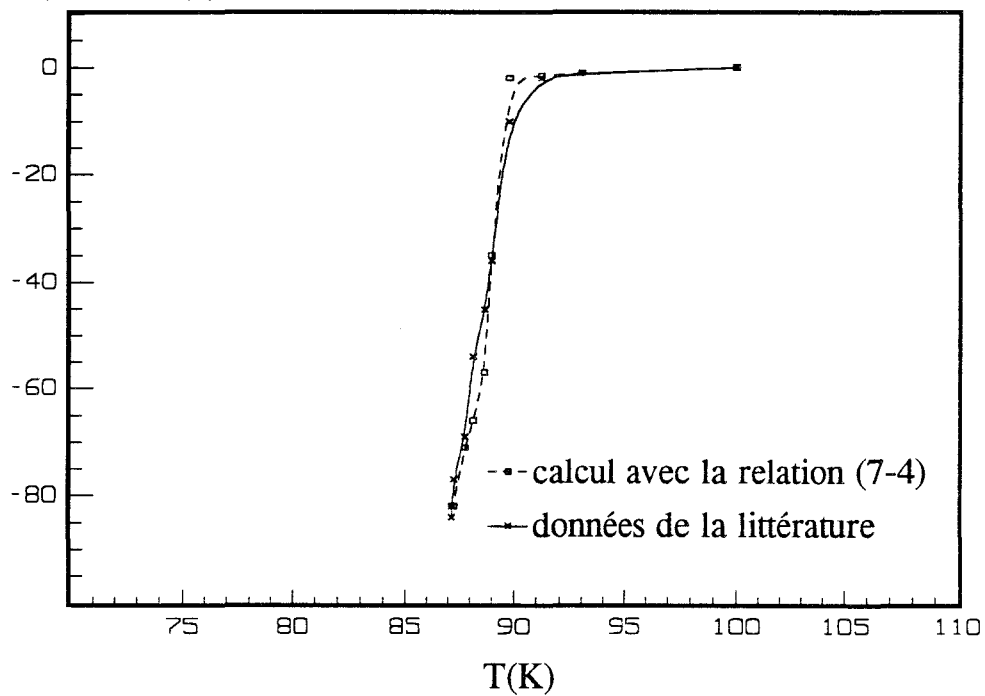


Figure 7-3

VII 2 - l'expression des grandeurs électriques déduites de la conductivité complexe

VII 2 a- l'impédance de surface

Soit une surface plane conductrice semi-infinie, d'épaisseur "a", de conductivité σ . Son impédance de surface carrée $Z_{s\Box}$ est classiquement donnée par le rapport des champs électrique et magnétique tangentiels régnant à sa surface [4]:

$$Z_{s\Box} = \frac{E_{\tan}}{H_{\tan}} = \frac{E_{\tan}}{\int_0^a J_t dz}$$

qui prend après utilisation des équations de Maxwell, l'expression suivante:

$$Z_{s\Box} = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0}{\sigma}} \coth(\sqrt{j\omega\mu_0\sigma} \cdot a) = R_{s\Box} + j X_{s\Box} \quad (7-5)$$

Pour un matériau supraconducteur, nous remplaçons la conductivité σ par une conductivité complexe $\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$ et nous obtenons

la résistance de surface carrée:

$$R_{s\Box} = \frac{1}{2(\text{sh}^2\psi + \sin^2\zeta)} \sqrt{\frac{\pi\mu_0 F}{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}} [\gamma \cdot \text{sh}(2\psi) + \eta \cdot \sin(2\zeta)] \quad (7-6)$$

et la réactance de surface carrée:

$$X_{s\Box} = \frac{\omega\mu_0}{8 \cdot (\sigma_1^2 + \sigma_2^2) \cdot (\text{sh}^2\psi + \sin^2\zeta)^2} \frac{1}{R_{s\Box}} \left[\sigma_1 \cdot (\text{sh}^2(2\psi) - \sin^2(2\zeta)) - 2 \cdot \sigma_2 \cdot \text{sh}(2\psi) \cdot \sin(2\zeta) \right] \quad (7-7)$$

Avec:

a = épaisseur du film supraconducteur

$F = \frac{\omega}{2\pi}$ = fréquence de travail

μ_0 = perméabilité magnétique du vide

$\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$

$\gamma = \sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} + \sigma_2}$

$\eta = \sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_2}$

$\psi = \frac{\sigma_1 a \sqrt{\pi\mu_0 F}}{\gamma}$

$\zeta = a\gamma \sqrt{\pi\mu_0 F}$

Dans la littérature, pour comparer l'impédance de surface des supraconducteurs à celle du cuivre, on utilise aussi la notion de l'impédance de surface ramenée à l'état massif c'est-à-dire en faisant tendre l'épaisseur "a" vers l'infini.

quand $a \rightarrow \infty$,

$$Z_{sq} \rightarrow Z_{s \text{ massif}} = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0}{\sigma^*}} \quad (7-8)$$

dans ce cas,

$$R_{s \text{ massif}} = \sqrt{\frac{\omega\mu_0}{2}} \sqrt{\frac{\sigma_2 + \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}}{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}} \quad (7-9)$$

$$X_{s \text{ massif}} = \sqrt{\frac{\omega\mu_0}{2}} \frac{\sigma_1}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} \sqrt{\sigma_2 + \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}}} \quad (7-10)$$

Il faut noter que pour des températures nettement inférieures à T_c , $\sigma_2 \gg \sigma_1$ et par conséquent ces expressions peuvent être simplifiées sous la forme suivante:

$$R_{s \text{ massif}} \approx \frac{\sigma_1}{2|\sigma_2|^{3/2}} \sqrt{\omega\mu_0} \quad X_{s \text{ massif}} \approx \sqrt{\frac{\omega\mu_0}{|\sigma_2|}} \quad (7-11)$$

VII 2 b- la profondeur de pénétration

L'expression du champ électromagnétique se propageant suivant l'axe z est proportionnelle à e^{-jKz} (le sens de propagation étant suivant $z > 0$):

$$\begin{Bmatrix} \vec{E} \\ \vec{H} \end{Bmatrix} \propto e^{-jKz}$$

où $K = \omega\sqrt{\epsilon\mu}$ = constante de propagation

Dans le cas général, K est un nombre complexe: $K = K' - jK''$

avec K' = terme de déphasage de l'onde suivant z

et K'' = terme d'atténuation de l'onde le long de l'axe z

$$\begin{Bmatrix} \vec{E} \\ \vec{H} \end{Bmatrix} \propto e^{-jK'z} \cdot e^{-K''z}$$

Pour un milieu conducteur, $K = \sqrt{\frac{\omega\mu_0\sigma}{2}}(1-j) = \frac{1}{\delta}(1-j)$

où δ est appelé la profondeur de pénétration de l'onde électromagnétique, distance sur laquelle l'onde décroît d'un facteur "e".

$$\begin{Bmatrix} \tilde{E} \\ \tilde{H} \end{Bmatrix} \propto e^{-\frac{1}{\delta}(1+j)z}$$

Pour un matériau supraconducteur, comme dans le cas de l'impédance de surface, nous remplaçons la conductivité σ par σ^* ,

$$K = \sqrt{\frac{\omega\mu_0\sigma^*}{2}}(1-j) = \sqrt{\pi F\mu_0} \cdot \sqrt{\sigma_1 + j\sigma_2} \cdot (1-j)$$

Nous calculons la partie imaginaire de ce terme pour déduire la profondeur de pénétration λ dans le supraconducteur. Ainsi nous trouvons (voir annexe 2):

$$\lambda = \sqrt{\frac{2}{\pi F\mu_0}} \cdot \frac{\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1}}{|\sigma_1 + \sigma_2 - \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}|} \quad (7-12)$$

Afin de vérifier cette relation, nous avons étudié les cas limites.

A l'état normal où $\sigma_1 \gg |\sigma_2|$, au premier ordre:

$$\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1} \approx \frac{|\sigma_2|}{\sqrt{2\sigma_1}} \quad \text{et} \quad |\sigma_1 + \sigma_2 - \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}| \approx \left| \sigma_2 - \frac{\sigma_2^2}{2\sigma_1} \right| \approx |\sigma_2|$$

nous retrouvons la profondeur de pénétration du métal,

$$\lambda = \delta = \frac{1}{\sqrt{\pi F\mu_0\sigma_1}}$$

A l'état supraconducteur où $|\sigma_2| \gg \sigma_1$

$$\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1} \approx \sqrt{|\sigma_2|} \quad \text{et} \quad |\sigma_1 + \sigma_2 - \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}| \approx |\sigma_2 - |\sigma_2|| \approx |-2 \cdot |\sigma_2||$$

(σ_2 étant négatif)

nous retrouvons la profondeur de pénétration de London:

$$\lambda = \lambda_L = \frac{1}{\sqrt{2\pi F\mu_0|\sigma_2|}}$$

A partir de cette expression et de (11), on trouve la relation classique reliant λ à X_s :

$$\lambda \approx \frac{X_s}{\omega\mu_0} \quad (7-13)$$

[1] S.Ramo, J.R.Whinnery, T.Van Duzer, "Fields and waves in communication electronics", John Wiley & Sons, U.S.A., 1984.

[2] R.V.D'Aiello, S.J.Freedman, J.Appl.Phys., V.40, n°5, pp.2156-2160, 1969.

[3] P.H.Kobrin, J.T.Cheung, W.W.Ho, N.Glass, J.Lopez, I.S.Gergis, R.E.DeWames, W.F.Hall, Physica C, V.176, pp.121-125, 1991.

[4] R.E.Matick, McGraw-Hill, New York, 1969.

CHAPITRE VIII: Etude expérimentale de la méthode de transmission

VIII 1 - Présentation des échantillons caractérisés

VIII 2 - Résultats de mesure

VIII 2 a - échantillon L392Y

VIII 2 b - échantillon F13362

VIII 2 c - échantillon F18361

VIII 3 - discussion sur la méthode de caractérisation

VIII 3 a - précision des grandeurs électriques mesurées

VIII 3 b - limites d'application de la méthode de transmission

VIII 3 c - suggestions pour améliorer les mesures

Avant de caractériser des échantillons supraconducteurs, la méthode de mesure de conductivité a été validée sur des films métalliques [1]. Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de mesure en transmission de quatre films SHTC. A partir de ces caractérisations, nous discutons sur la précision et les limites d'application de cette méthode. A la fin du chapitre nous proposons des solutions pour améliorer les mesures.

VIII 1- Présentation des échantillons caractérisés

Les trois échantillons sont des films YBaCuO déposés par la technique d'ablation laser.

L'échantillon L392Y: YBaCuO (2000 Å) déposé sur MgO (550 µm), est préparé [2 3] au Laboratoire de Chimie du Solide et Inorganique Moléculaire (L.C.S.I.M.) à l'Université de Rennes I.

Les deux autres échantillons:

F13362: YBaCuO (3000 Å) déposé sur MgO (250 µm)

F18361: (YBaCuO (3000 Å) déposé sur MgO (250 µm)

proviennent [4] du laboratoire d'Alcatel Alsthom Recherche (A.A.R.) à Marcoussis.

La surface de ces échantillons est de 13x7 mm.

Toutes les caractérisations physiques de ces films proviennent de leur laboratoire d'origine.

L'étude du diagramme de diffraction de rayons X donne des informations sur la texture du film YBaCuO. La qualité épitaxiale du film est bonne si tous les grains sont orientés suivant l'axe c (grains $C_{\perp 0}$ sur la figure 8-1). Mais généralement une partie des grains YBaCuO n'ont pas cette configuration. Il y a des grains avec désorientation axiale (figure 8-1): le taux de ces grains est mesuré par la technique de "rocking curve" [5]. D'autres grains sont suivant l'axe a (grains $C_{//}$): la proportion de ces derniers est déduite du rapport des aires des pics (006) et (020) du diagramme de diffraction. Enfin, il existe une troisième catégorie de grains YBaCuO qui est orienté suivant l'axe c mais dont les axes a et b sont tournés d'un angle θ par rapport aux axes a et b du substrat (grains $C_{\perp \theta}$). Le pourcentage de ces grains est déterminé [6] par diffraction en géométrie asymétrique sur les plans (108).

Les températures critiques des films sont déterminées en traçant la courbe de la résistance en continu en fonction de la température. La température $T_c(R=0)$ est définie comme la température pour laquelle la résistance chute à une valeur qui correspond généralement à la limite de sensibilité de l'appareil de mesure. La température critique de l'échantillon L392Y a été aussi déterminée par une méthode inductive qui est basée sur la variation des propriétés magnétiques du film quand il est refroidi en-dessous de T_c [5].

Les épaisseurs des films sont mesurées soit par Talystep, en gravant une marche sur le film, soit par la méthode RBS [5].

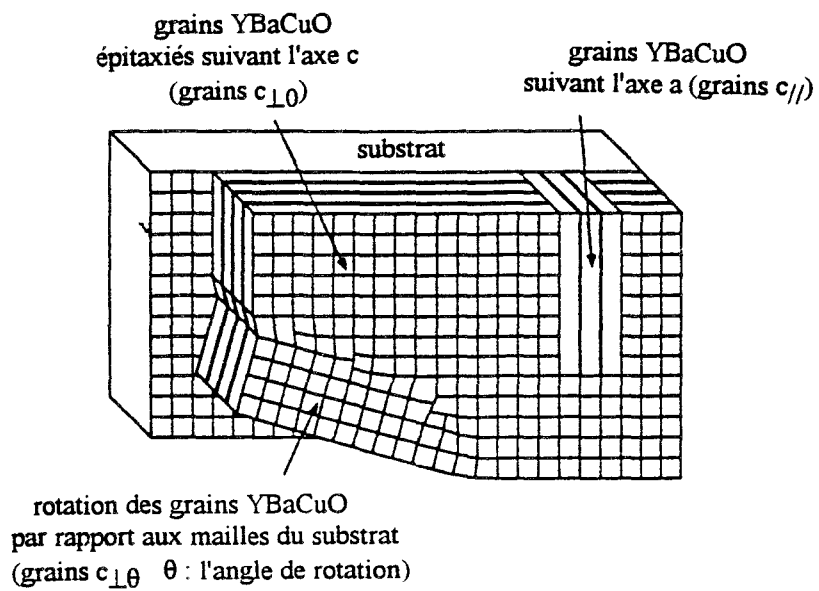
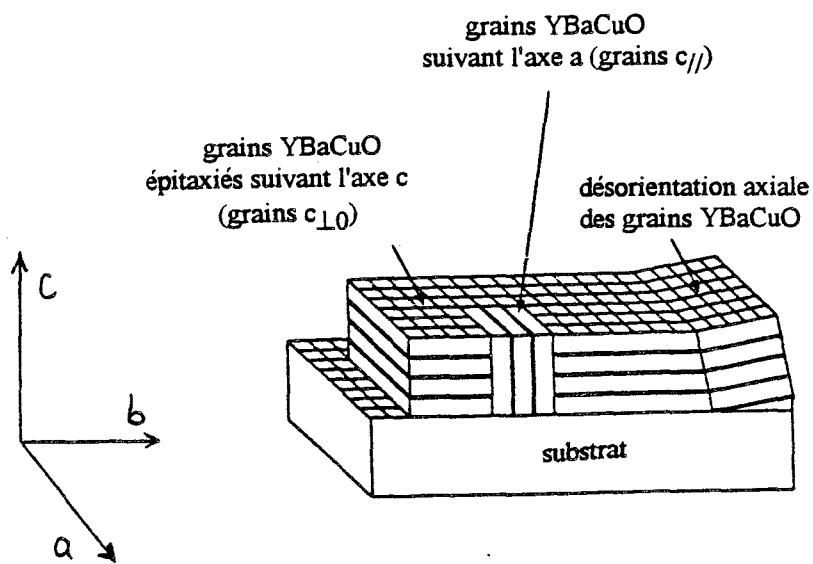


Figure 8-1

VIII 2- Les résultats de mesure

Nous savons que les supraconducteurs à haute température critique sont anisotropes. Il est donc nécessaire de préciser le plan suivant lequel la conductivité est mesurée. Quand l'axe c du film est perpendiculaire à la surface du substrat, le courant traverse le film dans le sens indiqué sur la figure 8-2. La conductivité est donc déterminée suivant le plan "ab" (figure 8-1) correspondant aux plans CuO_2 du film YBaCuO . La profondeur de pénétration λ est mesurée suivant l'axe c .

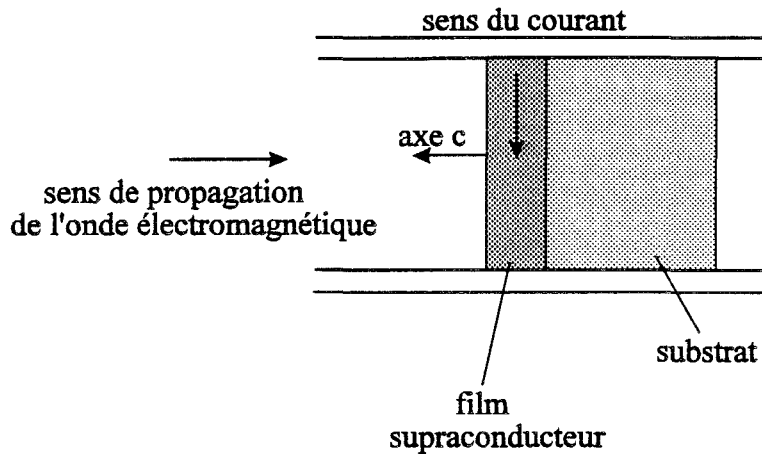


Figure 8-2

Nous rappelons que dans la configuration de mesure précisée dans le paragraphe III 2, la puissance incidente au niveau du film supraconducteur est égale à environ -30 dBm.

VIII 2 a- échantillon L392Y

La mesure de la résistance en continu (figure 8-3) donne une température critique de 86.5K. La température critique déduite de la mesure inductive (figure 8-4) est de 87.6K ce qui est en accord avec la mesure résistive compte tenu des erreurs de mesure. D'après le diagramme de rayons X (figure 8-5), le film YBaCuO présente une orientation selon l'axe C, celui-ci étant perpendiculaire au plan du substrat car seuls les pics (001) apparaissent.

Mesures en transmission:

Des calibrages TRL ont été effectués aux températures 40, 60, 80, 100 et 300K.

Nous présentons figure 8-6 l'évolution de τ et de ϕ en fonction de la fréquence de 22 à 26.5 GHz pour les températures comprises entre 300 et 30K.

Pour le module, la transmission diminue légèrement entre 300 et 90K indiquant un comportement métallique du film SHTC. De 90 à 80K on observe une diminution importante de la transmission: le film devient supraconducteur et donc plus réfléchissant. A partir de 80K, τ continue à diminuer mais plus lentement.

Pour la phase, sa valeur négative entre 300 et 90K est liée aux réflexions multiples dans le substrat diélectrique. Entre 90 et 80K, on remarque une variation de phase très importante qui est à attribuer à la transition supraconductrice de l'YBaCuO. Comme pour le module, la variation de la phase est plus lente en-dessous de 80K.

La figure 8-7 présente l'évolution de τ et de ϕ en fonction de la température à 23 GHz.

Le module de S_{21} varie de -18.8 ± 0.5 dB à 300K, à -52.6 ± 0.7 dB à 30K. En linéaire, la transmission varie de 0.115 à 0.0023 avec une précision de 8% environ.

La phase de S_{21} passe de $-20 \pm 6^\circ$ à $+78 \pm 7^\circ$ pour les mêmes températures. Il semblerait que la précision de mesure de la phase s'améliore quand le film devient supraconducteur mais il n'en est pas ainsi. En effet, la variation totale de la phase d'un film supraconducteur seul, entre 300K et 0K est théoriquement de 90° , tandis que pour un film déposé sur un substrat MgO de 550 μm d'épaisseur la variation totale de la phase est de 95° (la limite de la valeur de la phase étant égale à $+74.8^\circ$). Ces valeurs de phase sont calculées en injectant dans la relation (9) de l'annexe 1 la valeur limite de la conductivité complexe: $\sigma_1 = 0$ et $\sigma_2 = \infty$. Dans ces conditions, les valeurs de phase pour les températures comprises entre 30 et 60K sont inexploitable car une erreur de quelques degrés sur la phase du coefficient S_{21} rend impossible la détermination de σ_1 .



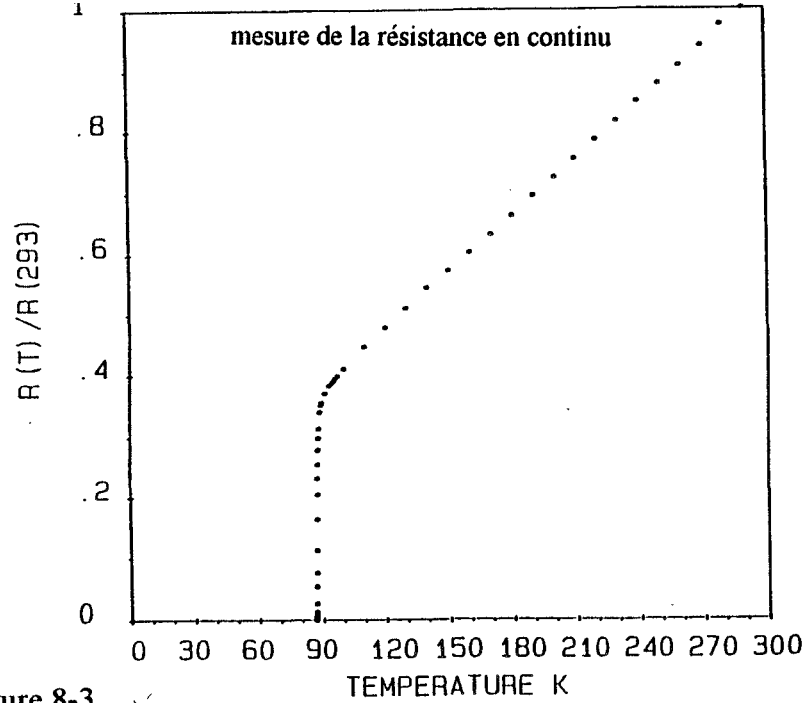


Figure 8-3

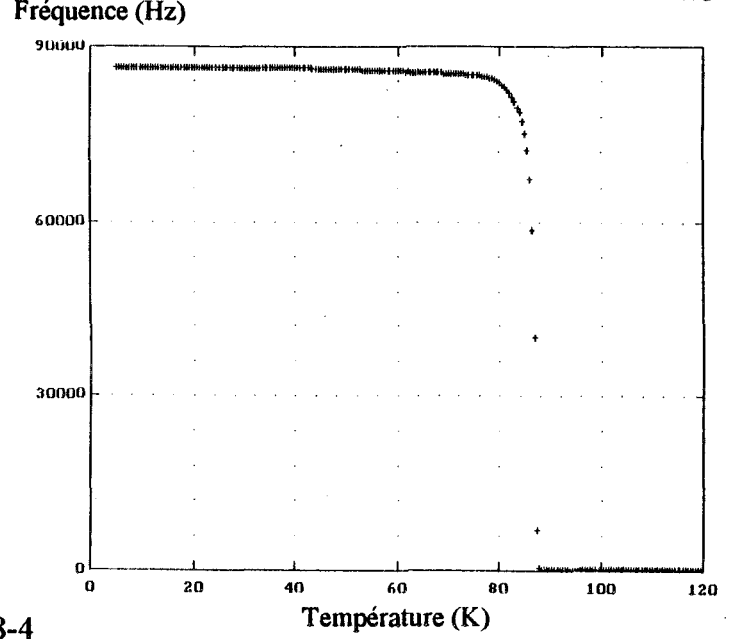


Figure 8-4

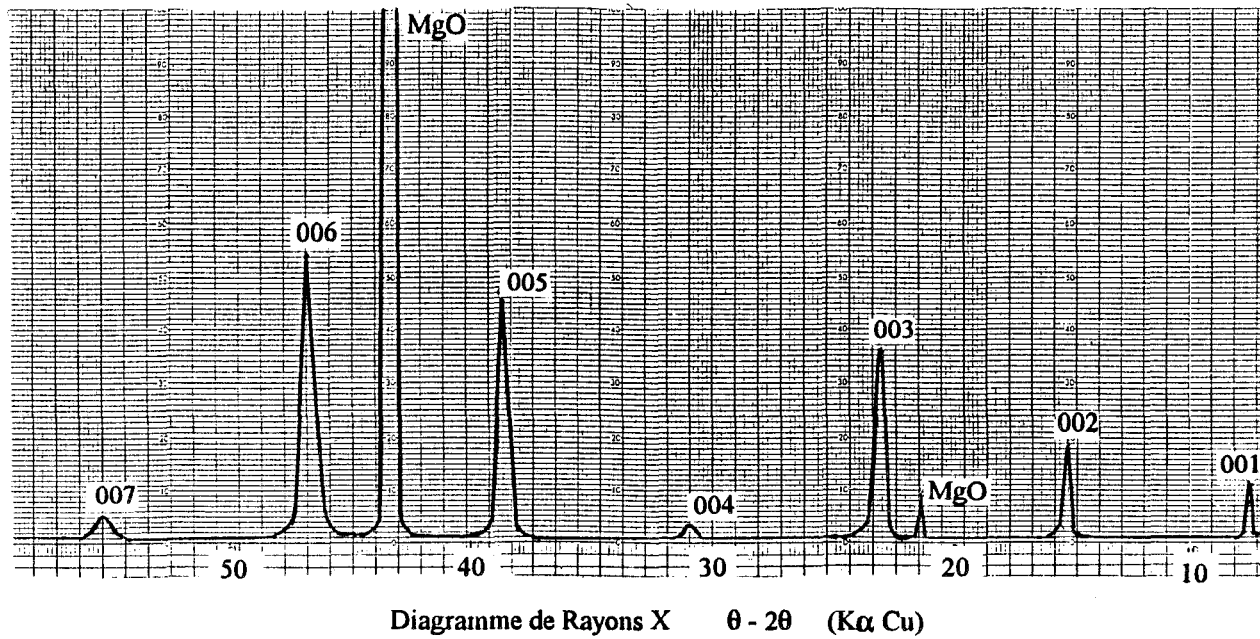


Figure 8-5

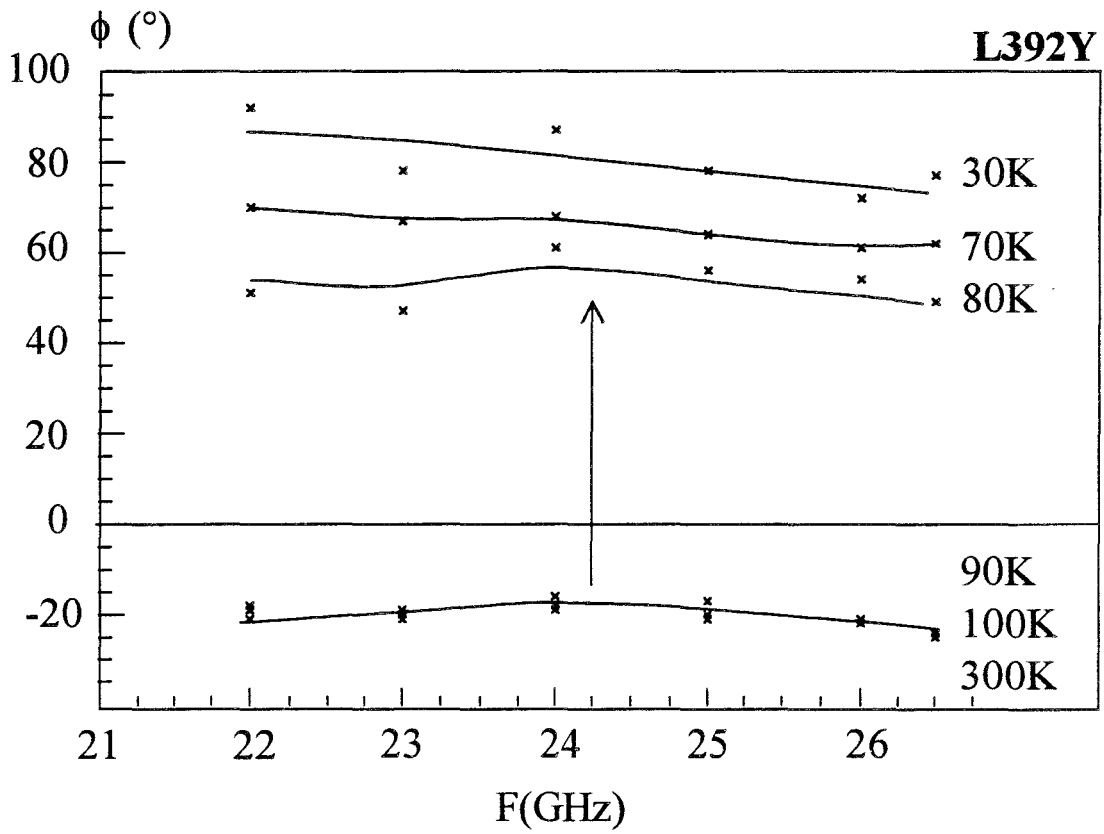
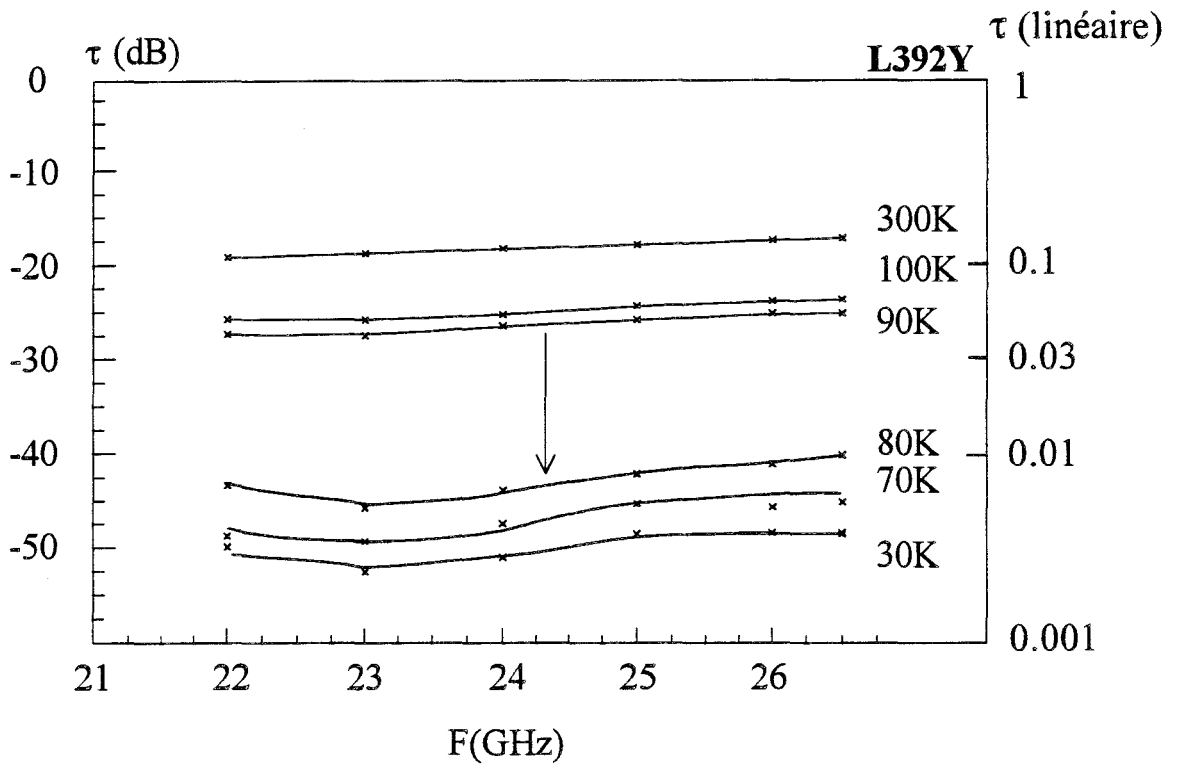


Figure 8-6

τ (dB)

F=23 GHz

ϕ (°)

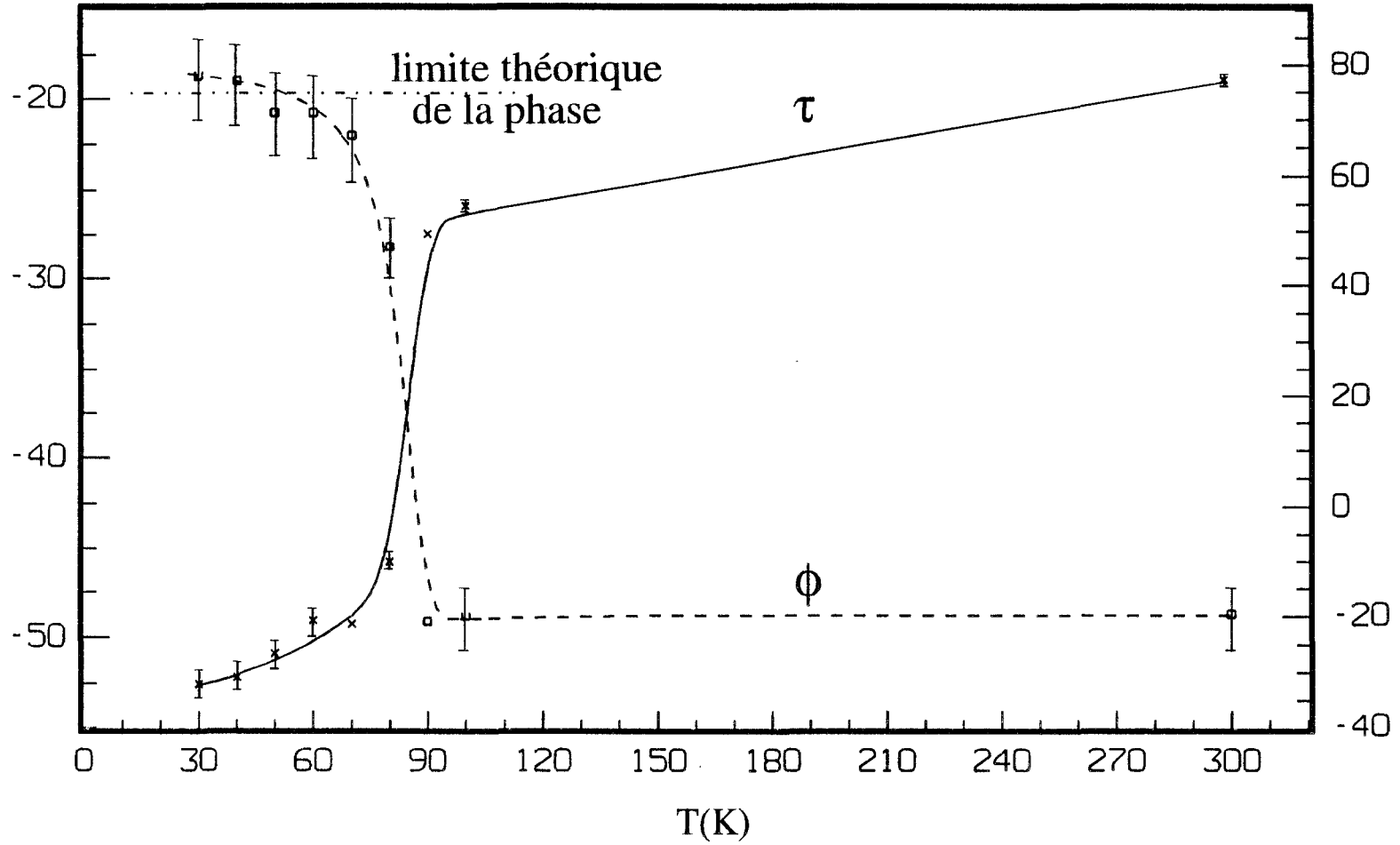


Figure 8-7

coefficient de transmission S_{21}
en coordonnées polaires

$22\text{GHz} < F < 26.5\text{GHz}$
 $30\text{K} < T < 220\text{K}$

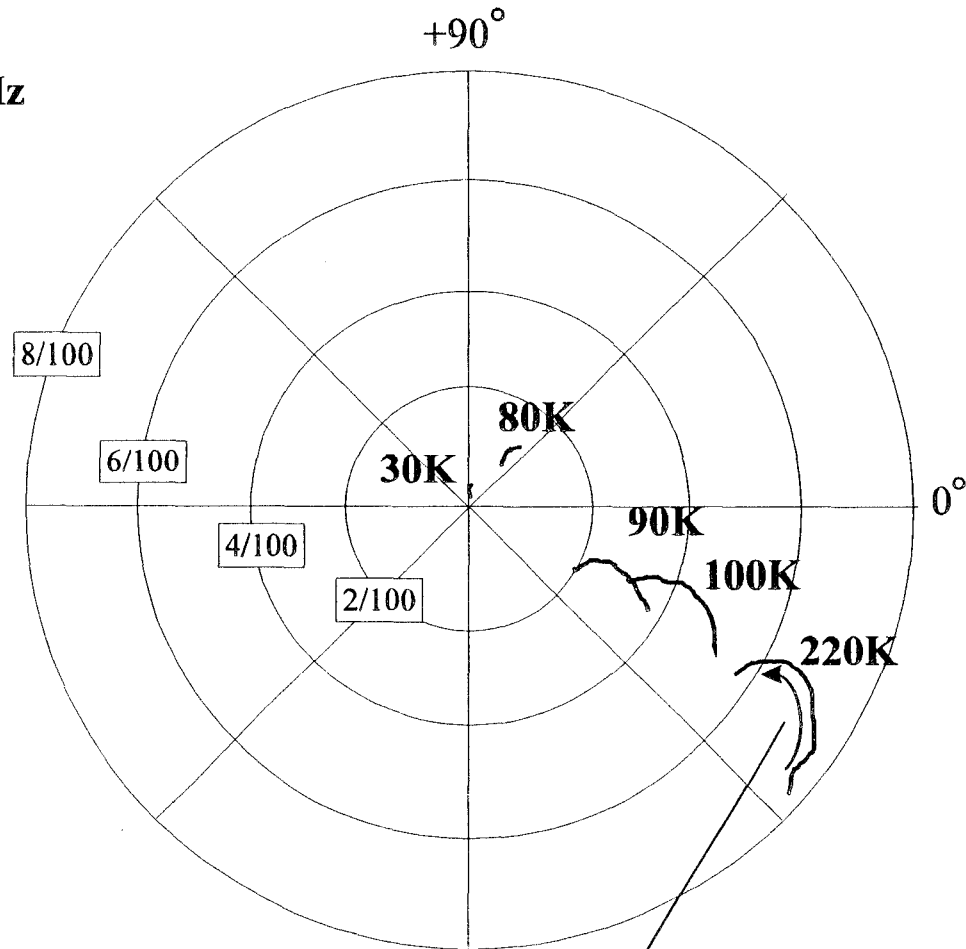


Figure 8-8

Nous pouvons mieux nous rendre compte des problèmes de mesures en basses températures si nous présentons le coefficient de transmission en coordonnées polaires (figure 8-8): Avant la transition supraconductrice, le rapport du signal transmis au signal incident est supérieur ou égal à 2 %. Tandis qu'après cette transition ce rapport diminue jusqu'à 0.2 % ce qui entraîne une erreur de phase de plusieurs degrés.

Evolution de la conductivité à l'état normal:

Nous avons tracé figure 8-9 la courbe $\frac{\sigma(300K)}{\sigma(T)}$ en fonction de $\frac{T}{300}$ et comparé avec celle obtenue en continu. Dans le cas d'un métal, la pente de cette droite est égale à l'unité. Pour l'échantillon L392Y cette pente est de 1.2, aussi bien en continu qu'en hyperfréquences, ce qui confirme le comportement métallique de cet échantillon.

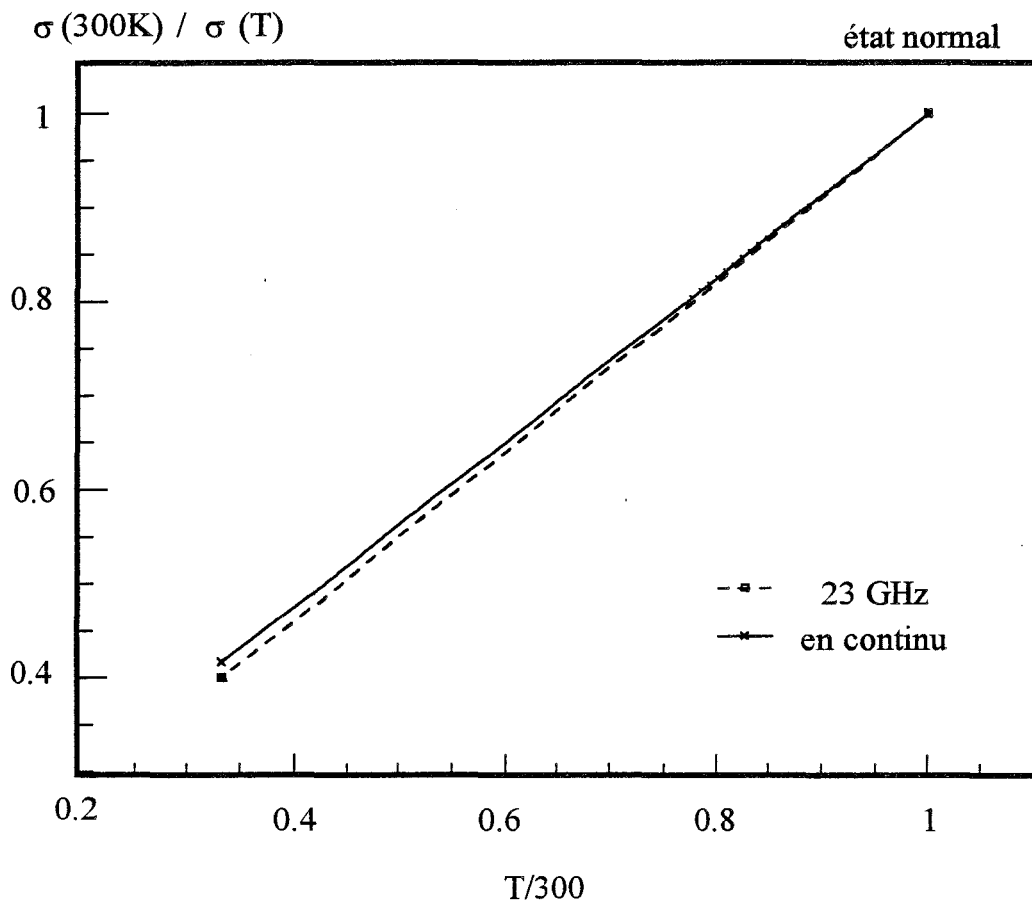


Figure 8-9

La conductivité complexe $\sigma_1 + j\sigma_2$:

La figure 8-10 présente σ_1 et σ_2 en fonction de la température à 23 GHz.

Pour $T < 90K$, la conductivité σ_1 passe d'abord par une valeur maximale et ensuite décroît jusqu'à 70K. Ce pic, qui a été signalé par différents auteurs [7 8], a une origine actuellement controversée: nous en discuterons plus en détail au paragraphe IX 3. En

dessous de 70K, nous ne pouvons plus calculer σ_1 à cause de la valeur trop élevée de la phase.

Pour les températures supérieures à 90K, σ_1 est connu à 6 % près (les barres d'erreur sont trop petites pour être visibles sur la figure). Pour les températures plus basses, l'erreur sur σ_1 devient de plus en plus importante (de l'ordre de 33 % à 80K et 60 % à 70K). Cela est cohérent puisque toute imprécision sur la phase du coefficient de transmission a une répercussion directe sur la détermination de σ_1 .

La conductivité σ_2 qui est nulle à l'état normal, croît jusqu'à 1.3×10^7 S/m à 30K. L'imprécision de mesure sur σ_2 est très faible au début de la transition et elle ne dépasse pas 10% en basses températures. En effet, dans ces zones de températures, la conductivité σ_2 n'est fonction que du module du coefficient de transmission.

L'impédance de surface Z_s massif:

Avant la transition, l'évolution de l'impédance de surface est analogue à celle d'un conducteur métallique, avec les parties réelle et imaginaire égales. Dans cette zone de température, la précision sur Z_s est de 3%.

En-dessous de T_c , la résistance de surface décroît rapidement (figure 8-11), passant d'une valeur de 370 m Ω à 90K à la valeur de 9.5 m Ω à 70K. Cette dernière valeur est entachée de plus de 40% d'erreur. Cela est prévisible puisqu'en basses températures, quand $\sigma_1 \ll \sigma_2$, la résistance de surface est directement proportionnelle à σ_1 (cf. l'équation 7-11). Pour les températures plus basses, en prenant pour hypothèse σ_1 constant, nous pouvons calculer une valeur de R_s qui sera évidemment surestimée. Nous obtenons 5 m Ω à 30K.

La réactance de surface transite d'une façon beaucoup moins spectaculaire, sa valeur limite à 30K étant de 120 m Ω . X_s est connu avec une précision d'environ 5% et cela dans toute la gamme de température.

A 23 GHz la résistance de surface de L392Y est plus faible que celle du cuivre massif en dessous de 77K. Par contre l'inductance de surface est comme prévue toujours supérieure à celle du cuivre.

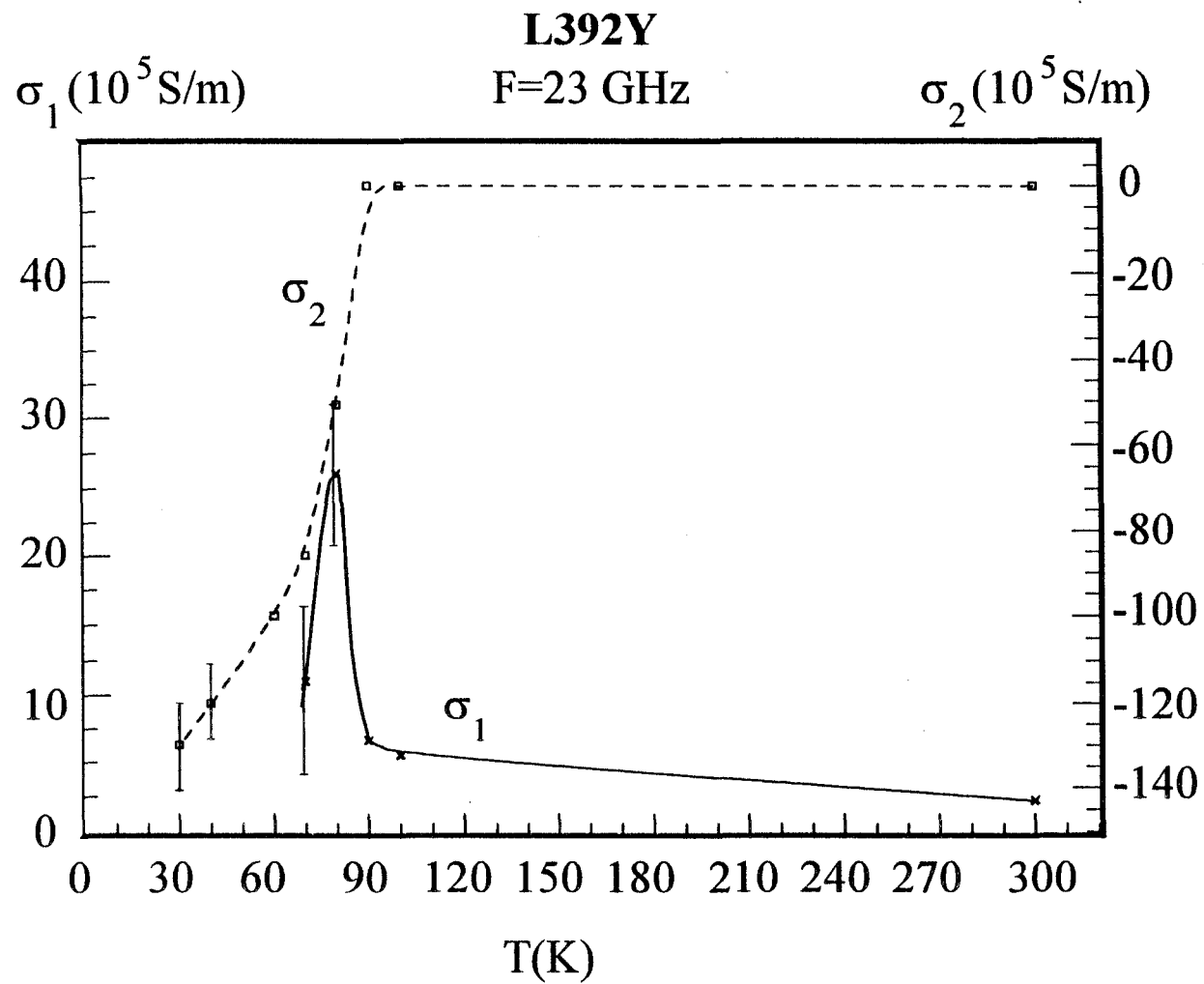
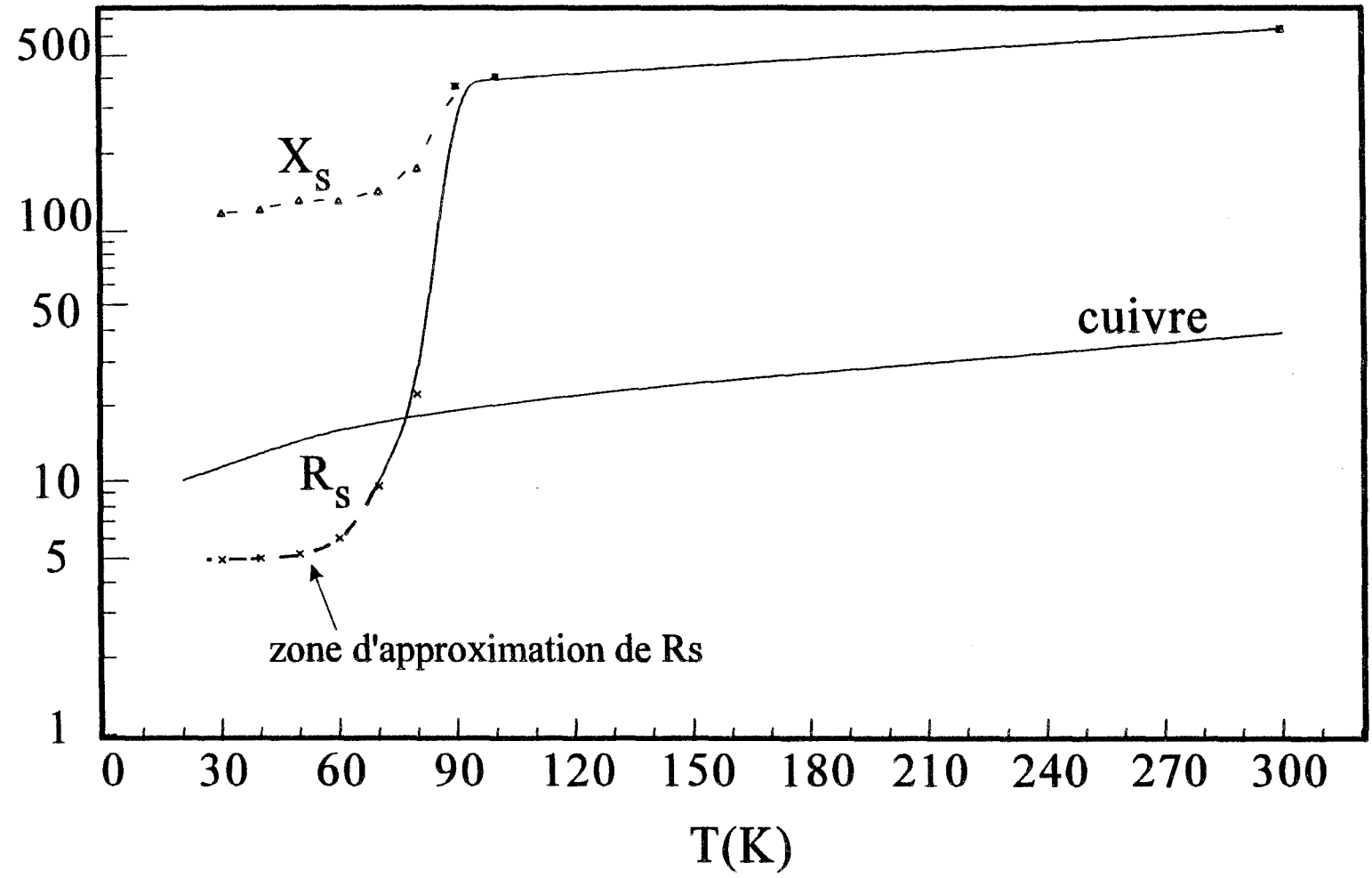


Figure 8-10

(mΩ)

F=23 GHz



107

Figure 8-11

L'impédance de surface $Z_{s\Box}$:

Nous avons aussi déterminé l'impédance de surface carrée qui dépend de l'épaisseur du film supraconducteur. Sur la figure 8-12, $R_{s\Box}$ et $X_{s\Box}$ sont présentés en échelles linéaires pour bien mettre en évidence le pic de la réactance de surface.

- L'inductance cinétique apparaît à $T < T_c$ et elle atteint sa valeur maximale dans la transition. Pour les températures très inférieures à T_c , elle décroît mais reste toujours nettement supérieure à $R_{s\Box}$.

- La résistance de surface $R_{s\Box}$ a une évolution classique i-e au-dessus de la température critique elle a une évolution en fonction de T du type métallique et décroît fortement dans la transition. Nous remarquons aussi que la valeur de $R_{s\Box}$ qui est fonction de l'épaisseur du film, est très supérieure à $R_{s\text{massif}}$. A titre d'exemple, à 30K, $R_{s\Box} = 34 \text{ m}\Omega$ et $R_{s\text{massif}} = 5 \text{ m}\Omega$.

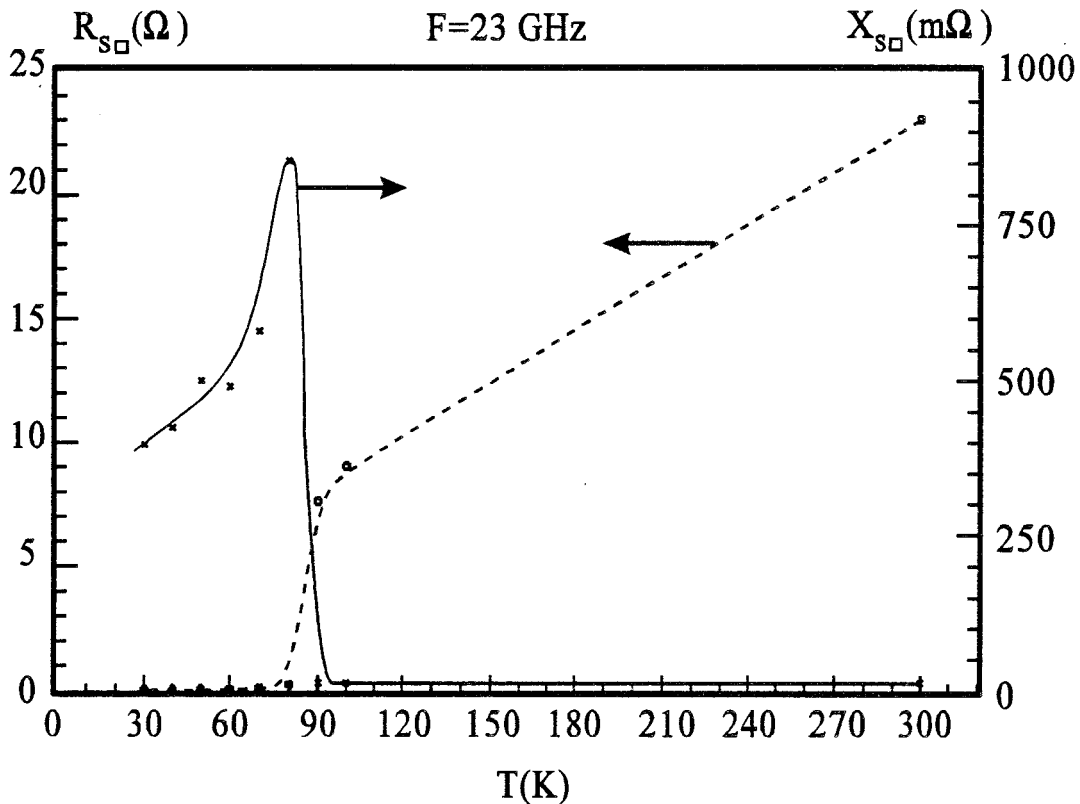


Figure 8-12

La profondeur de pénétration λ :

La profondeur de pénétration est de $7.1 \mu\text{m}$ à la température ambiante (figure 8-13). Entre les températures 90 et 70K, elle passe de 4.1 à $0.73 \mu\text{m}$. Il faut noter que les valeurs de λ sont connues à 5% près.

Sur la figure 8-14, nous avons agrandi la zone de basses températures pour extrapoler la courbe de $\lambda(T)$ vers $T=0\text{K}$ et déduire la valeur de λ_0 .

$$\lambda_0 \approx 6000 \text{ \AA}$$

Il faut noter que cette valeur est très supérieure à la valeur de 1500Å donnée dans la littérature. Nous reviendrons sur ce problème au paragraphe VIII 3. Signalons néanmoins que des valeurs de l'ordre de 5000 Å ont été déduites à partir de mesures sur des résonateurs microrubans [9] et des lignes de transmission [10].

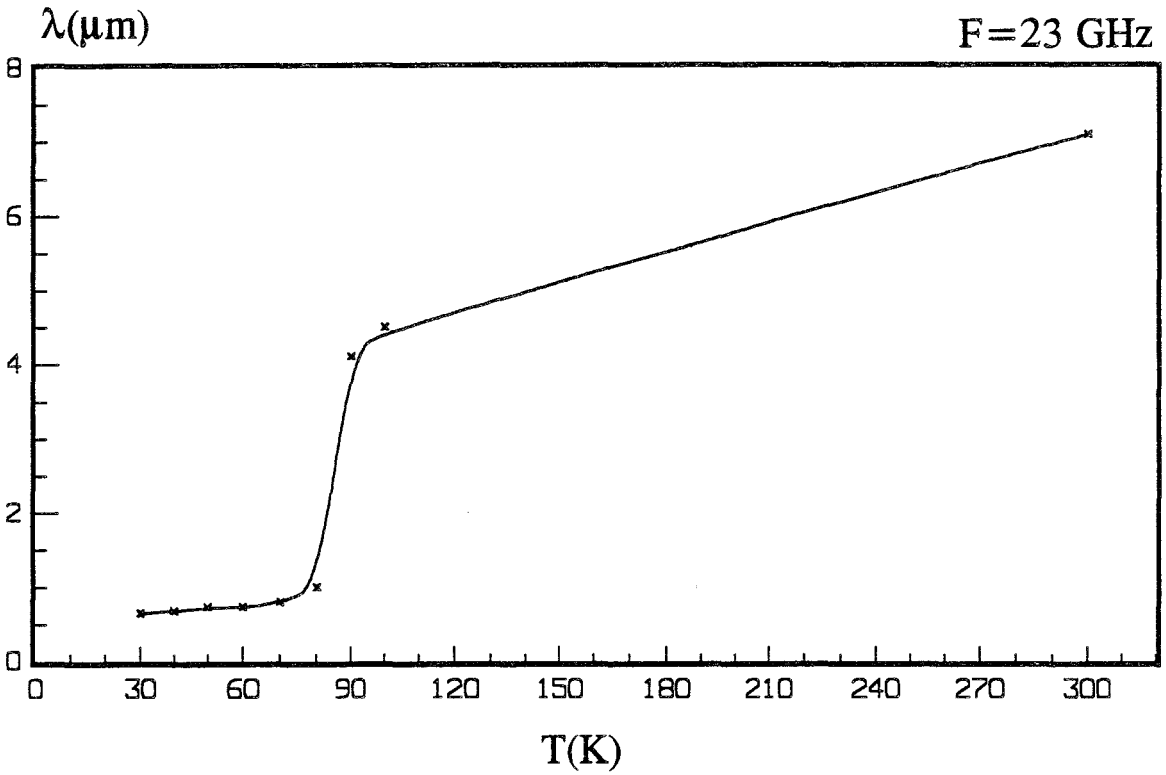


Figure 8-13

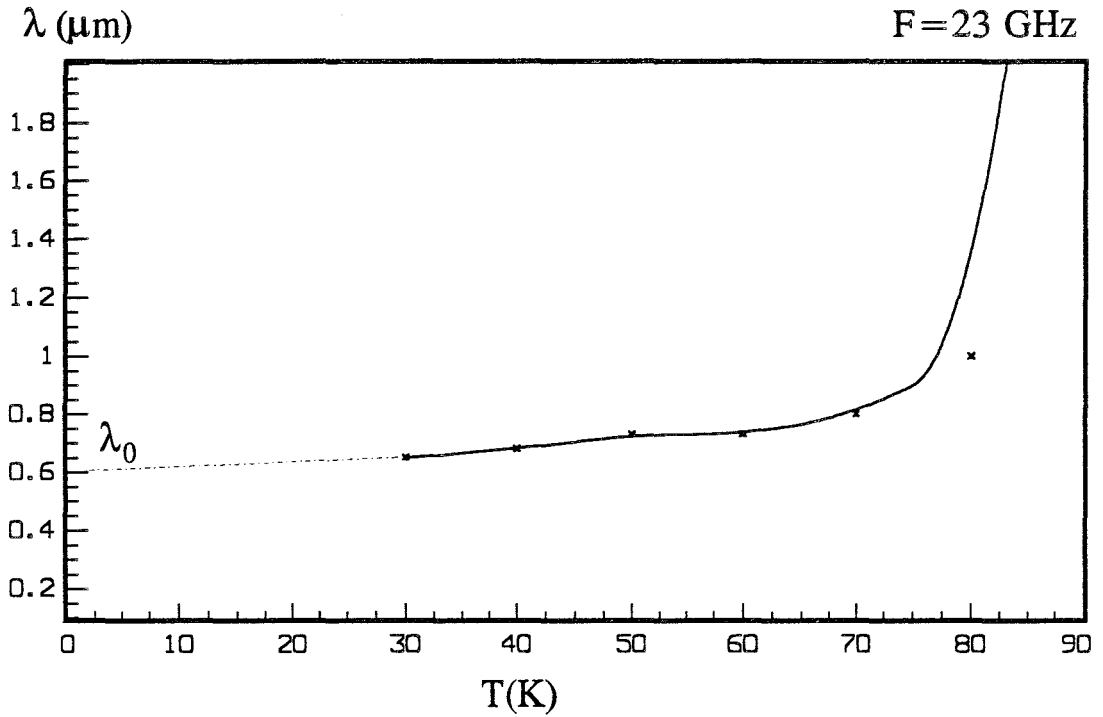


Figure 8-14

VIII 2 b- échantillon F13362:

Le diagramme de rayons X (figure 8-15) montre la prédominance de l'orientation $C_{\perp 0}$. Il reste cependant une certaine proportion de grains ayant l'orientation $C_{//}$ estimée à 2%.

La courbe de la résistance en continu en fonction de la température ($R_{DC}(T)$) montre une fin de transition $T_c(R=0)$ voisine de 84K avec une amorce à 89K (figure 8-16). Cette transition large de 5K montre que le film supraconducteur est de qualité "moyenne". A 300K, la résistivité du film est d'environ 840 $\mu\Omega$ cm.

Afin de connaître l'influence de la caractérisation en transmission sur la mesure résistive, la courbe $R_{DC}(T)$ a été tracée avant et après les mesures hyperfréquences. Aux erreurs de mesure près, aucune différence n'a été constatée.

Mesures en transmission:

Lors des mesures hyperfréquences, des calibrages TRL à 30, 60, 80, 100 et 300K ont été utilisés afin de couvrir la gamme de température comprise entre 20 et 300K.

Les figures 8-17 et 8-18 présentent les courbes de module et de phase de S_{21} tracées directement à partir de l'analyseur de réseaux pour les températures 70, 50 et 20K. A ces températures, pour améliorer le rapport signal sur bruit, le nombre de mesures moyennées par point de fréquence (IF averaging factor) est de 2000. On peut remarquer sur les courbes de la phase qu'un léger pic apparaît au milieu de la bande de fréquence, en fonction de la température décroissante. Etant un artefact de mesure, dans les exploitations nous n'en avons pas tenu compte. A l'aide de l'analyseur de réseaux, nous avons aussi tracé le vecteur S_{21} en coordonnées polaires afin de mettre en évidence son faible module: à 20K, celui-ci est de 1 à 2 millièmes de 18 à 26.5 GHz (figure 8-19).

Si nous traçons toutes les courbes de S_{21} en fonction de la fréquence et de la température sur le même graphe (figures 8-20 et 8-21) nous pouvons remarquer d'après le module et la phase que le début de la transition se situe entre 92 et 86K.

Le module τ et la phase ϕ sont tracés figure 8-22 en fonction de la température pour les trois fréquences 18, 22 et 26 GHz. D'après ces courbes, pour les fréquences croissantes, τ et ϕ diminuent en valeur absolue ce qui est conforme aux calculs théoriques. Sur la figure 8-22a, nous pouvons comparer la largeur de la transition de la résistance en continu (R_{DC}) à celle du module τ . Le début de la transition est situé à environ 90K dans les deux cas. En basses températures, les valeurs de la phase sont très écartées suivant la fréquence (figure 8-22b), cela est probablement dû à la grande incertitude de mesure dans cette zone de température.

Nous avons calculé la limite théorique de la phase quand T tend vers 0K, pour un film supraconducteur d'épaisseur 3000 Å déposé sur un substrat de MgO de 250 μ m.

F=18 GHz	phase limite = 86.5°
F=22 GHz	phase limite = 84.7°
F=26 GHz	phase limite = 83.06°

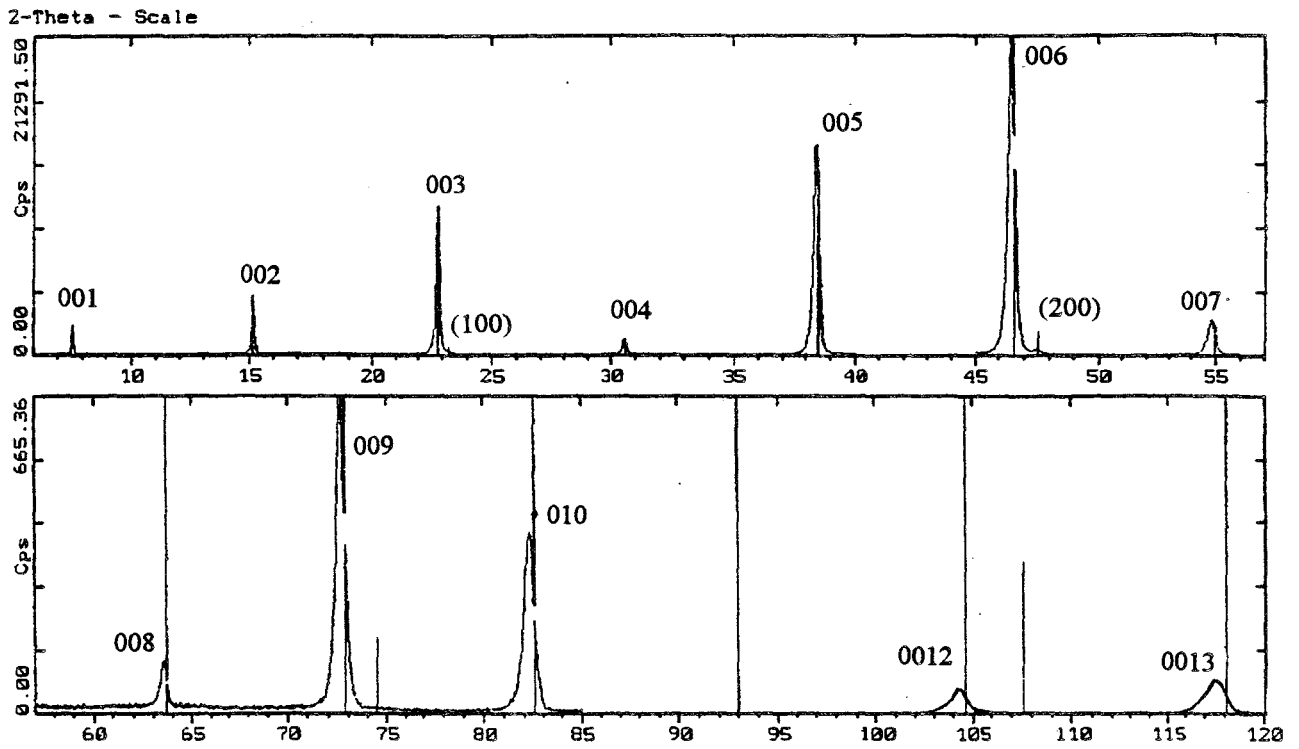
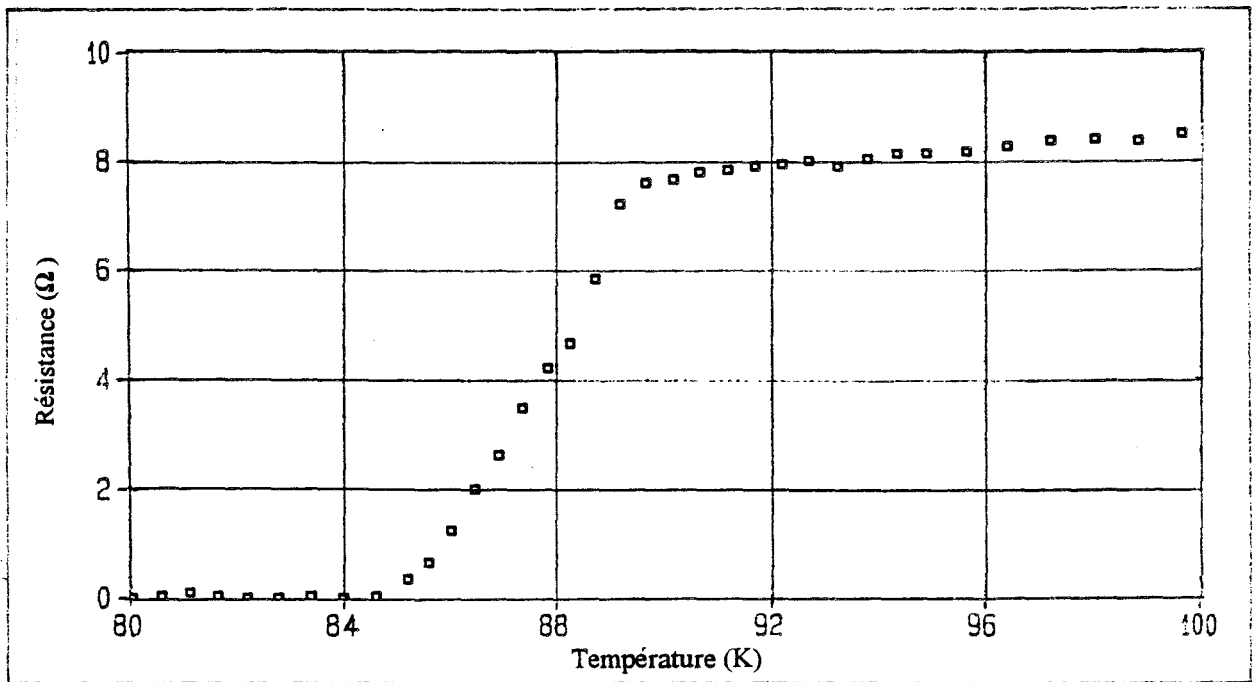


Diagramme de Rayons X $\theta - 2\theta$ ($K\alpha$ Cu)

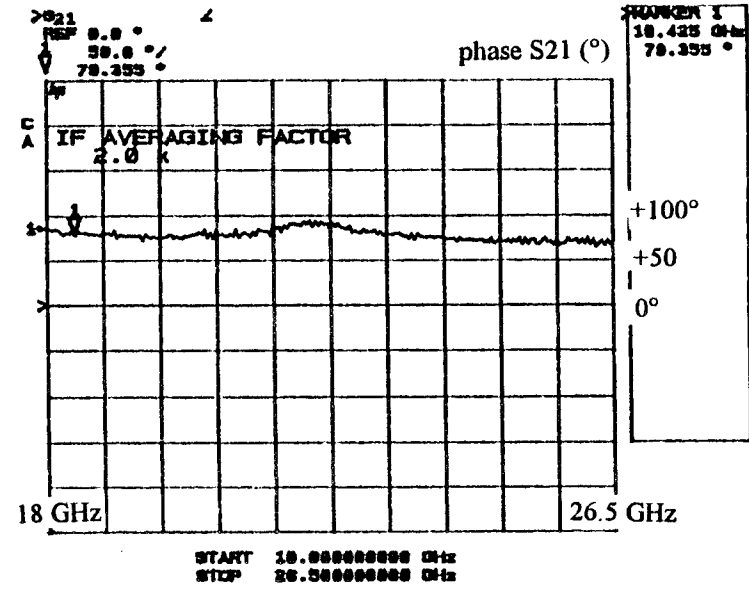
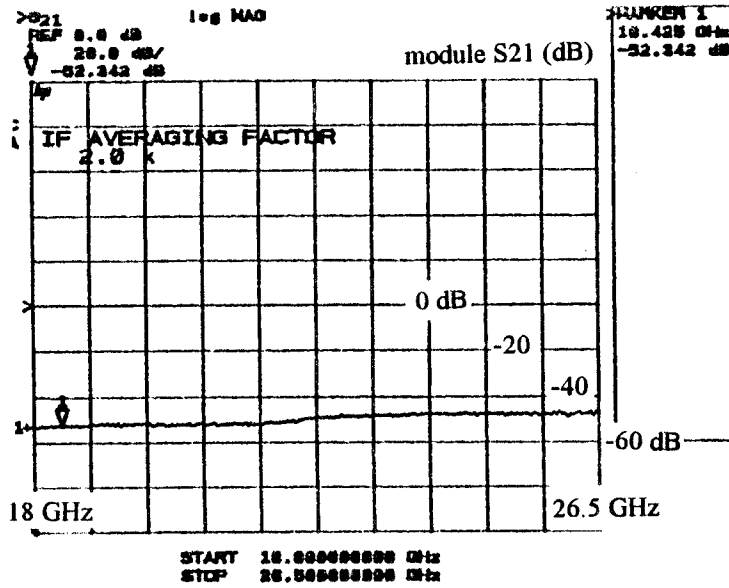
Figure 8-15



mesure de la résistance en continu

Figure 8-16

T=70K



T=50K

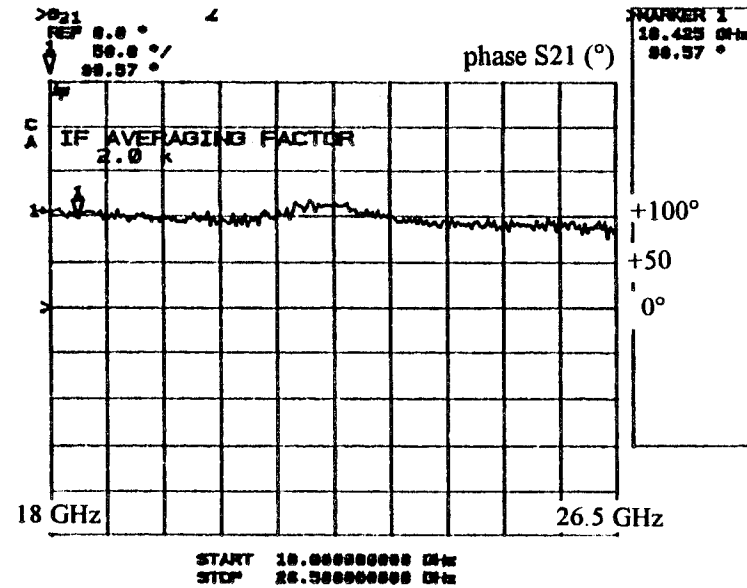
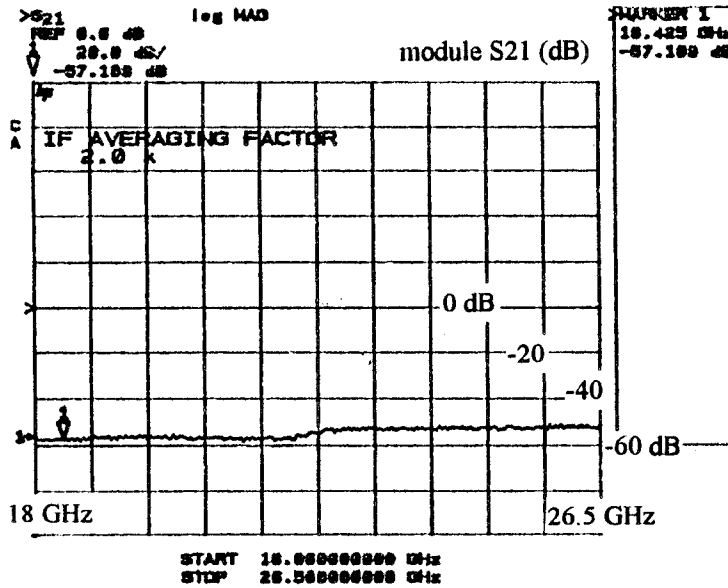


Figure 8-17

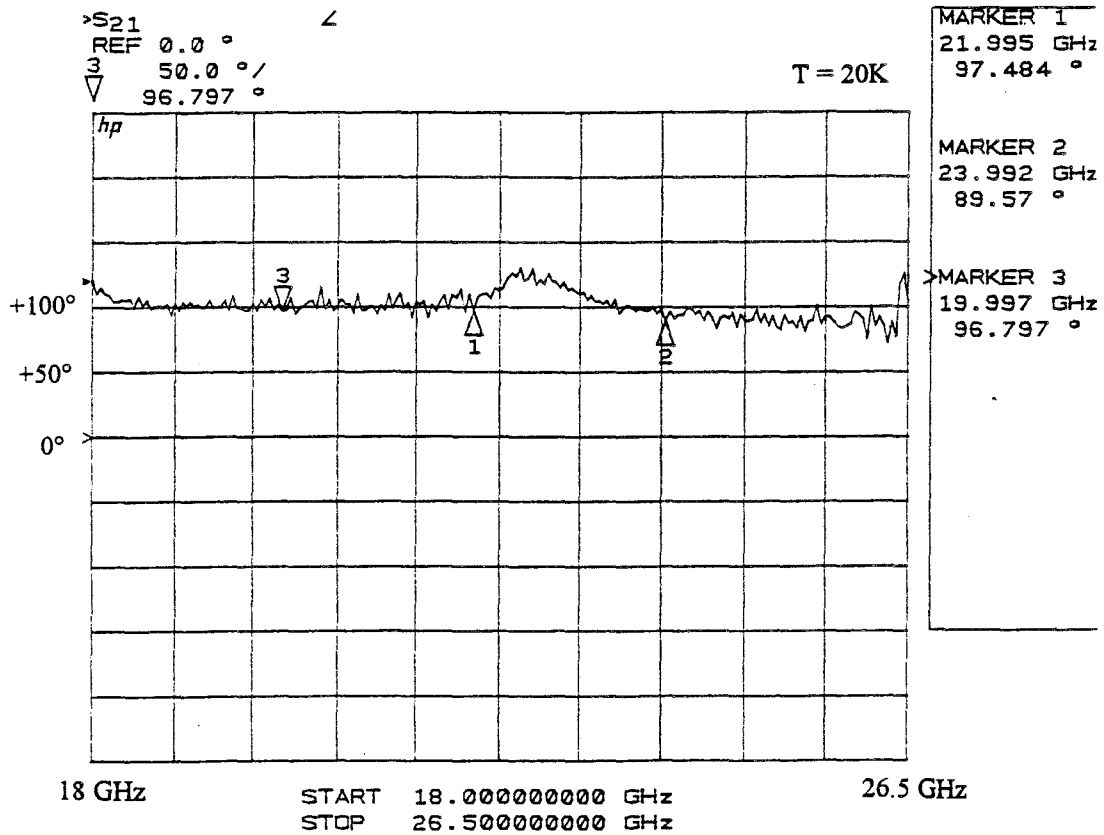
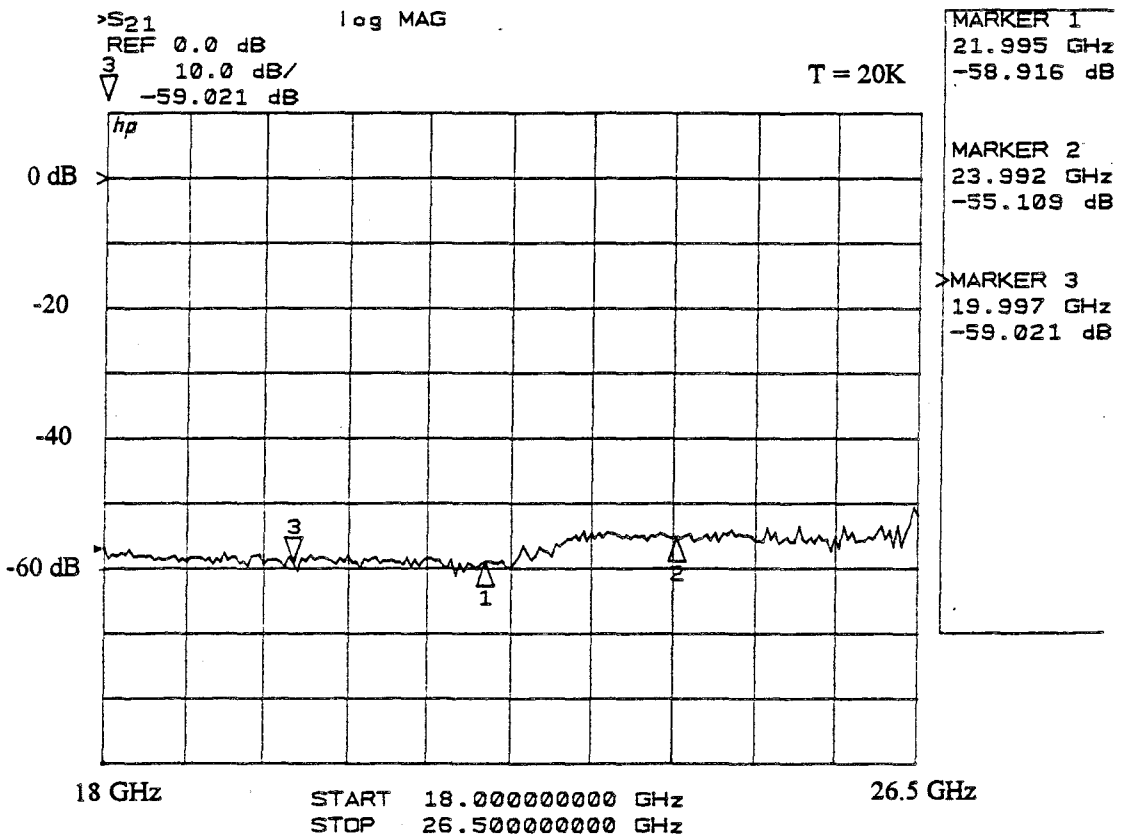


Figure 8-18

coefficient de transmission S_{21}
en coordonnées polaires

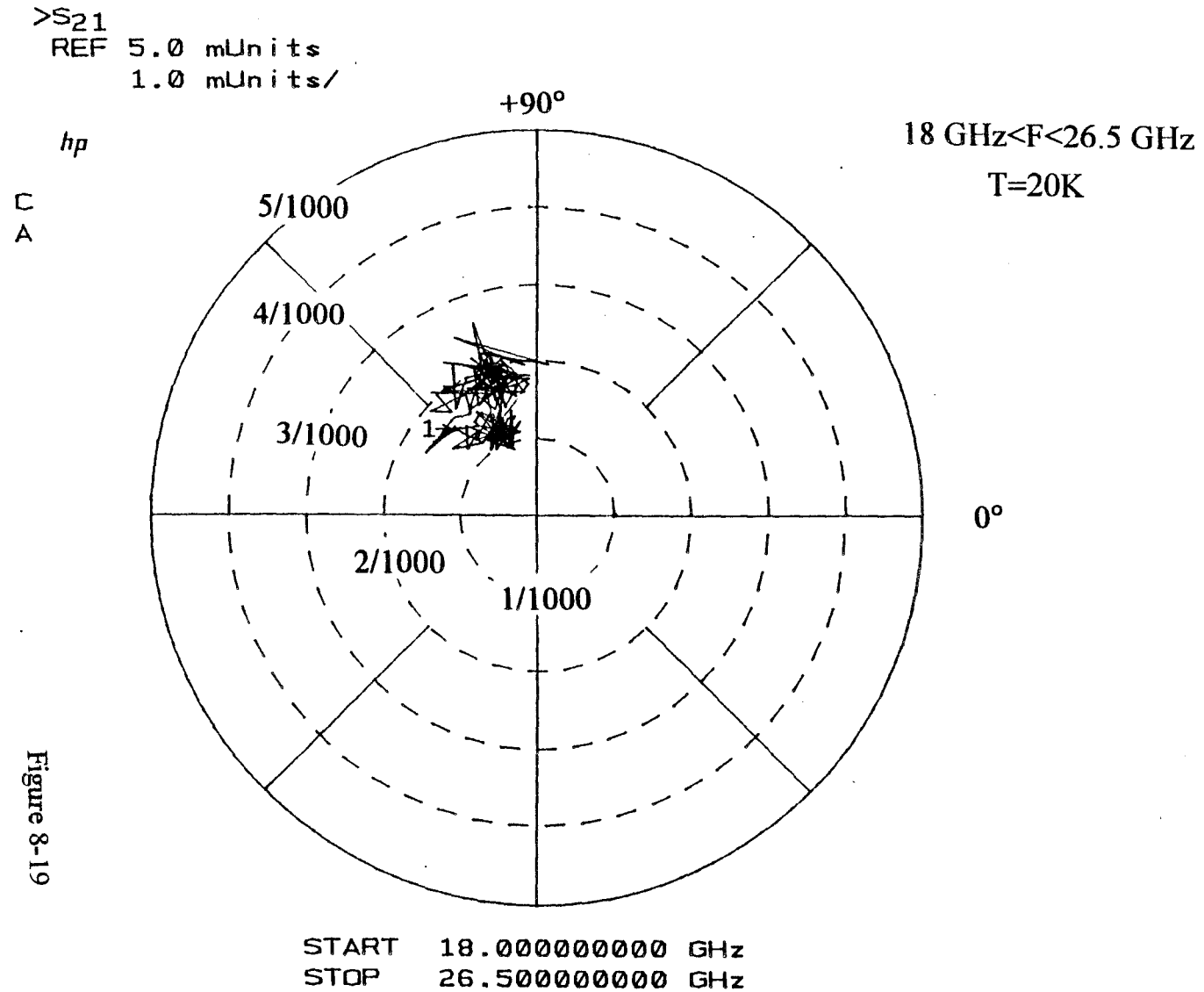


Figure 8-19

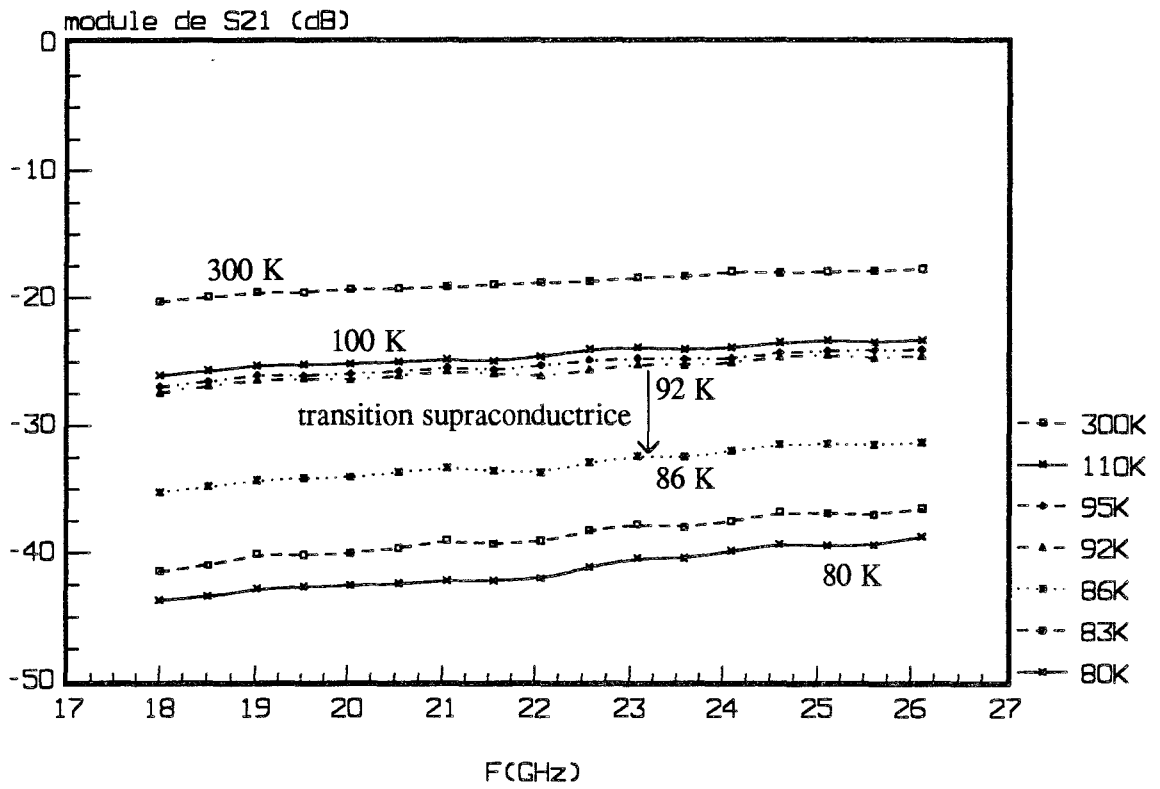


Figure 8-20a- module de S₂₁ entre 300 et 80K

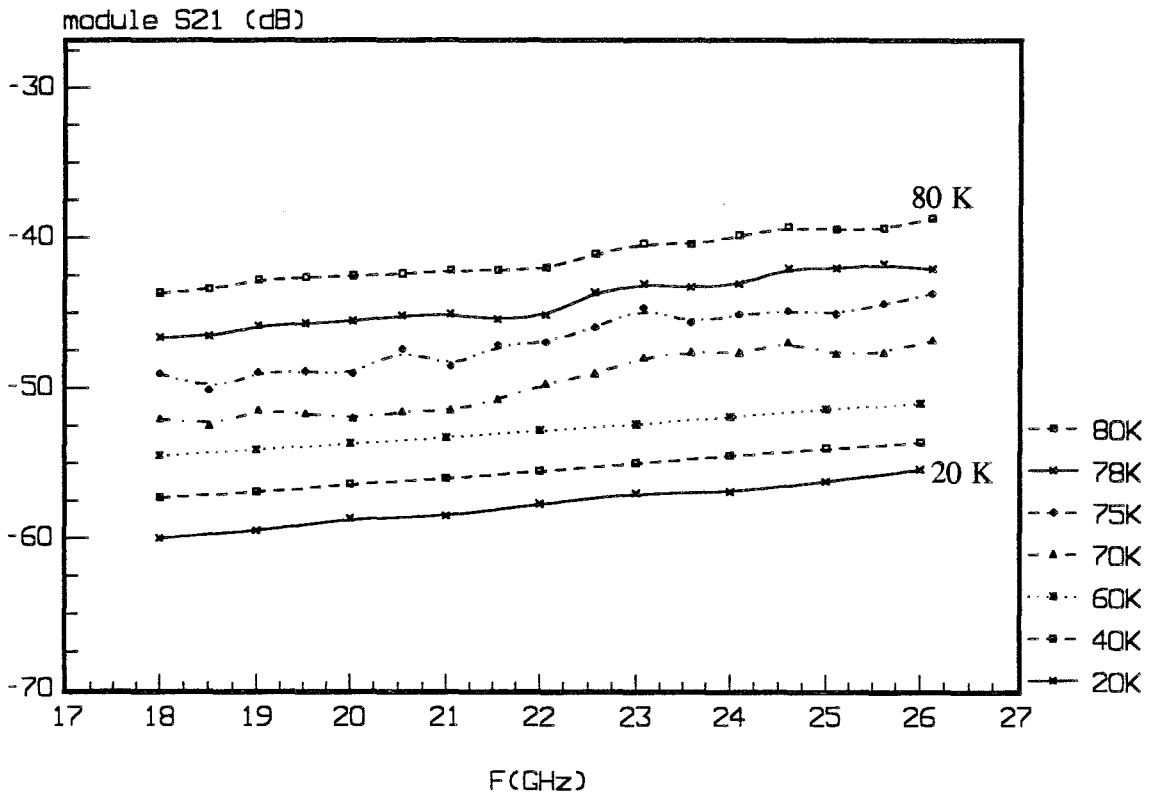


Figure 8-20 b- module de S₂₁ entre 80 et 20K

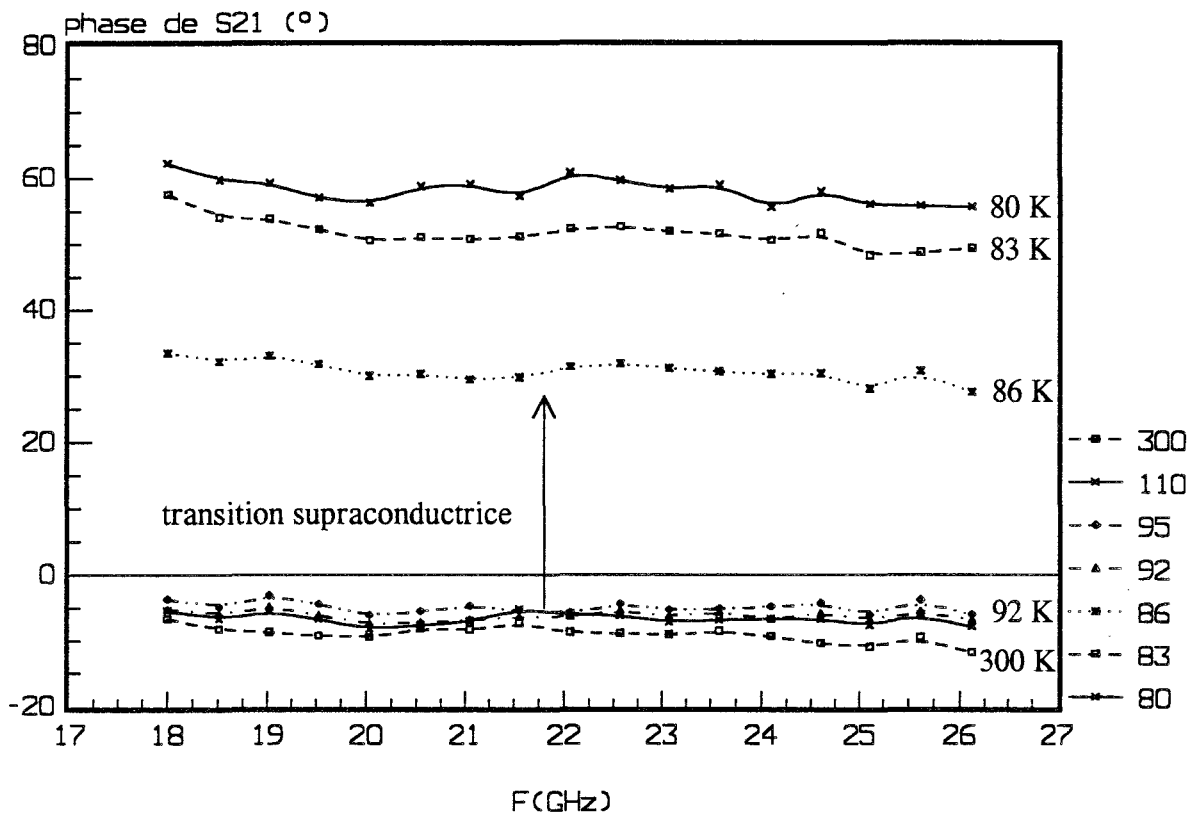


Figure 8- 21a- phase de S₂₁ entre 300 et 80K

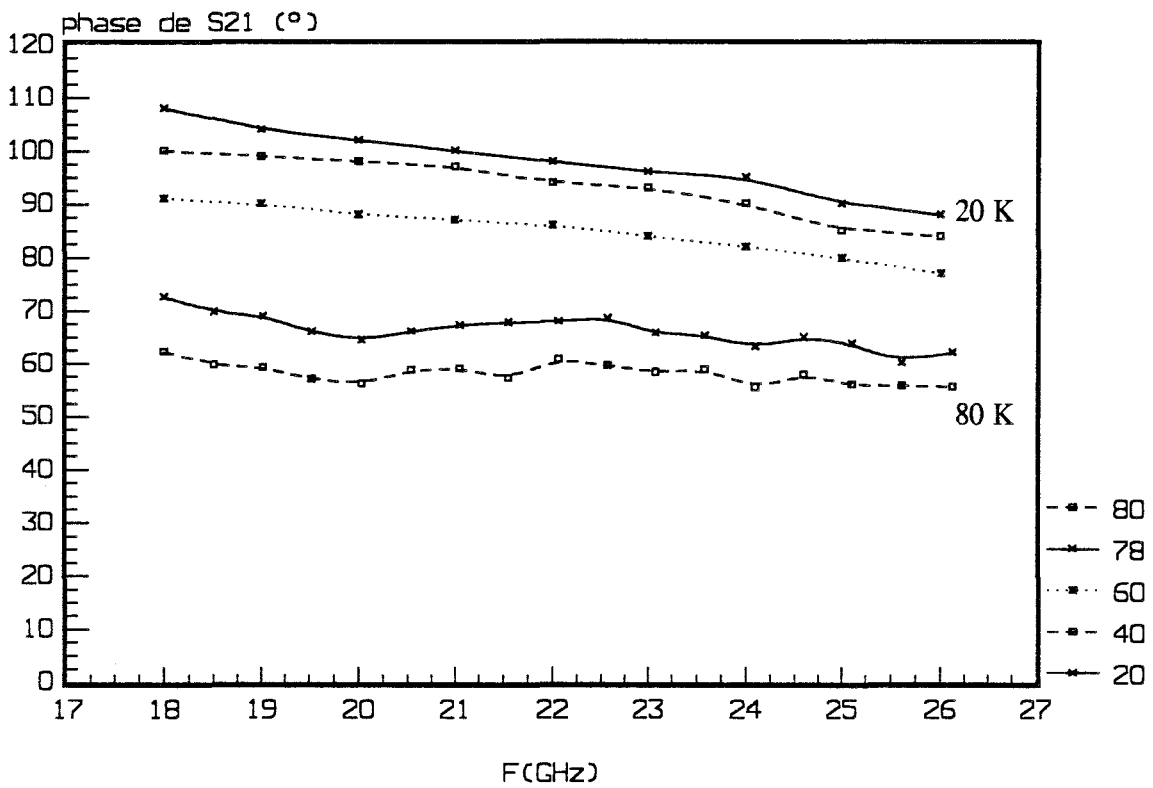


Figure 8-21b- phase de S₂₁ entre 80 et 20K

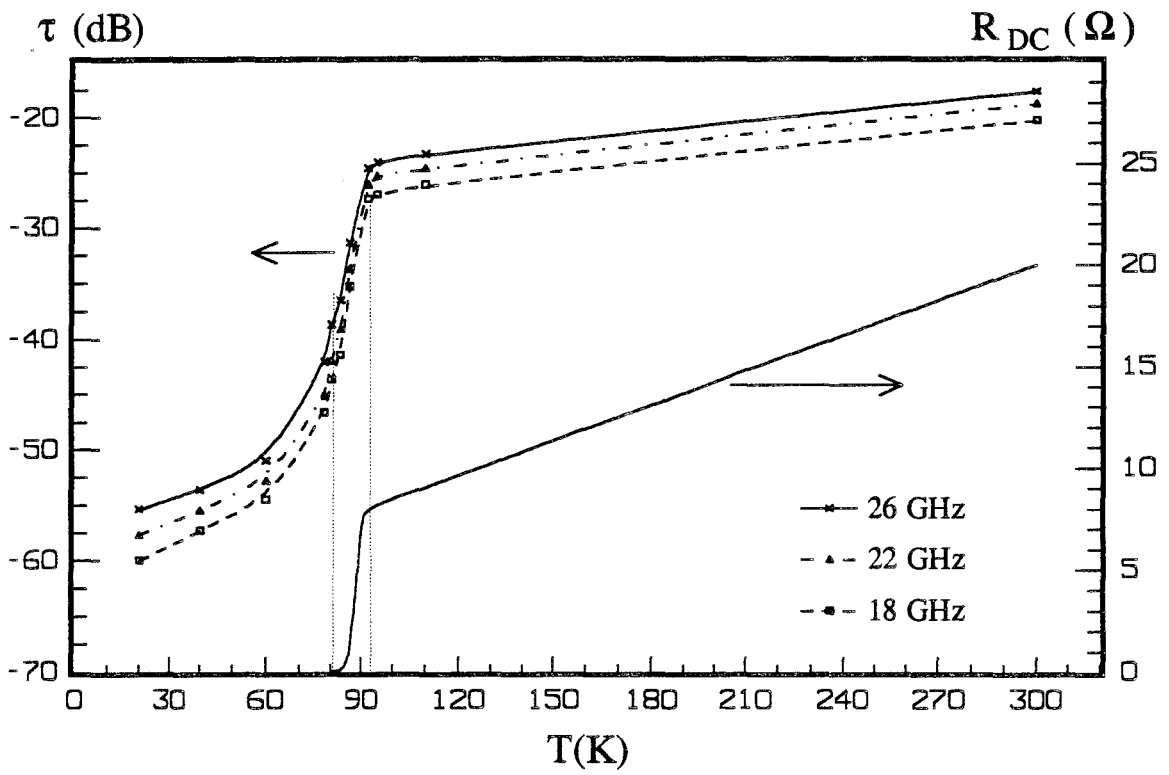


Figure 8-22a

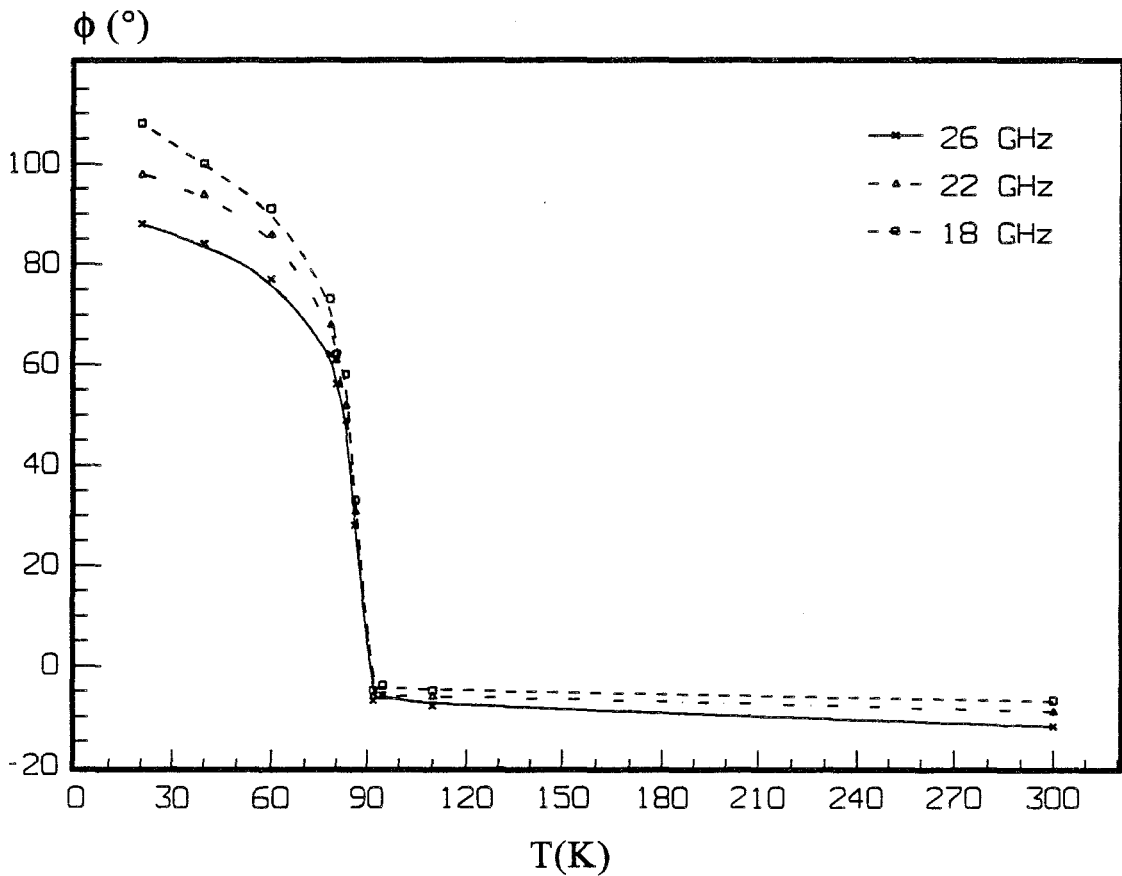


Figure 8-22b

Pour chaque fréquence, les phases mesurées, ayant des valeurs supérieures à celle de la phase limite correspondante, ne sont pas exploitables.

A titre d'exemple, à 22 GHz, les phases mesurées à 20, 40 et 60K étant supérieures à 84.7° , nous ne pouvons pas connaître la valeur de σ_1 à ces températures.

La conductivité complexe $\sigma_1 + j\sigma_2$:

Nous avons tracé figures 8-23 et 8-24, les courbes de $\sigma_2(T)$ et $\sigma_1(T)$ pour les deux fréquences extrêmes 18 et 26 GHz.

L'imprécision de mesure sur σ_2 reste, comme dans le cas de l'échantillon L392Y, inférieure à 10% sur toute la gamme de température. Il est intéressant de noter que comme prévu pour les fréquences croissantes, σ_2 diminue en valeurs absolue.

Avant la transition, la conductivité σ_1 est connue à 6%. Dans la transition, l'imprécision de mesure de σ_1 augmente considérablement: à 80K, cette imprécision est de 20% et pour la dernière point de température, avant d'atteindre la zone où la phase ϕ est inexploitable, elle est d'environ 50%. Kobrin et al. ont récemment étudié [8] la largeur du pic de σ_1 dans une large gamme de fréquence. D'après leurs mesures, la largeur de ce pic diminue quand la fréquence augmente. Nos résultats ne semblent pas être en accord avec ceux de ces auteurs. Cependant nous savons que la valeur de σ_1 à 26 GHz et 60K est entachée de beaucoup d'erreurs. D'autres mesures sont nécessaires pour connaître l'évolution de σ_1 en fonction de la fréquence.

L'impédance de surface Z_{s_massif} :

Comme dans le cas de l'échantillon L392Y, pour les températures où la valeur de σ_1 n'est plus connue, nous calculons la résistance de surface en prenant σ_1 égal à sa dernière valeur (figure 8-25).

Nous remarquons que R_s et X_s augmentent comme prévu avec la fréquence. Mais la bande 18-26 GHz est trop étroite pour vérifier s'ils suivent les lois d'évolution en fréquence prévues par le modèle à deux fluides. A 18 GHz, la résistance de surface de F133 est inférieure à celle du cuivre en dessous de 70K environ.

L'impédance de surface $Z_{s\Box}$:

Comme pour l'impédance de surface à l'état massif, les parties réelle et imaginaire de $Z_{s\Box}$ augmentent avec la fréquence (figure 8-26).

Nous remarquons également qu'entre 90 et 20K $X_{s\Box} \gg R_{s\Box}$ (figure 8-27). Dans cette gamme de températures la résistance de surface carrée diminue d'un facteur 1000.

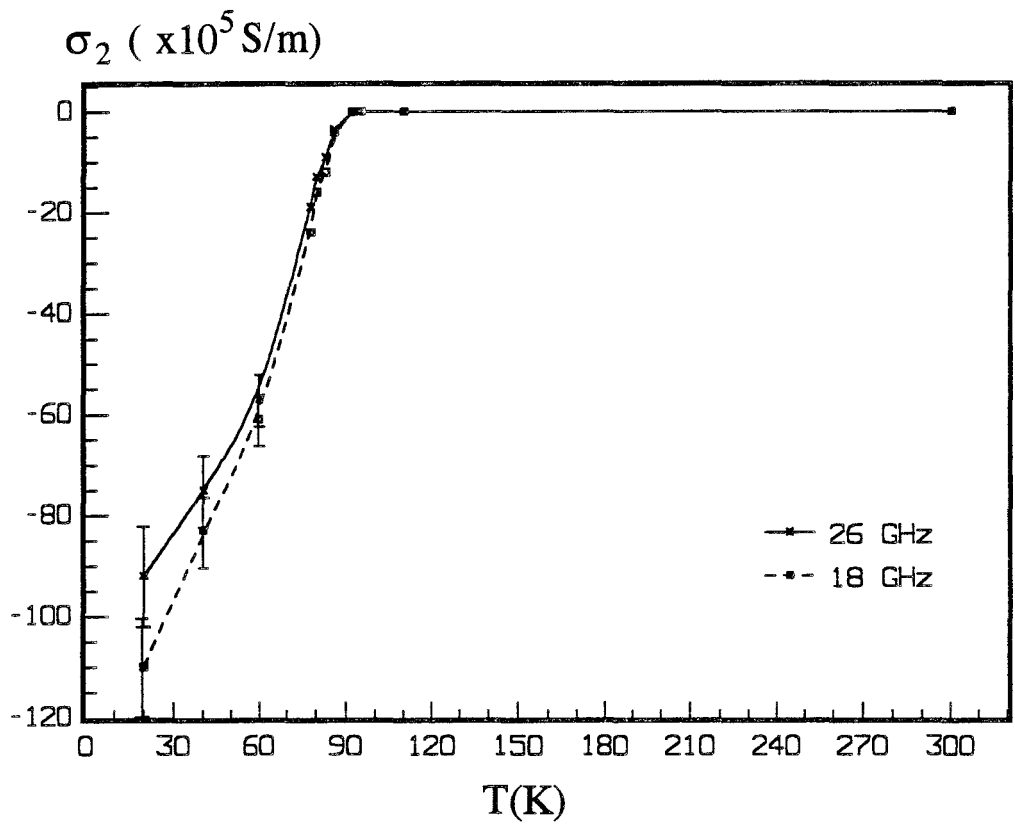


Figure 8-23

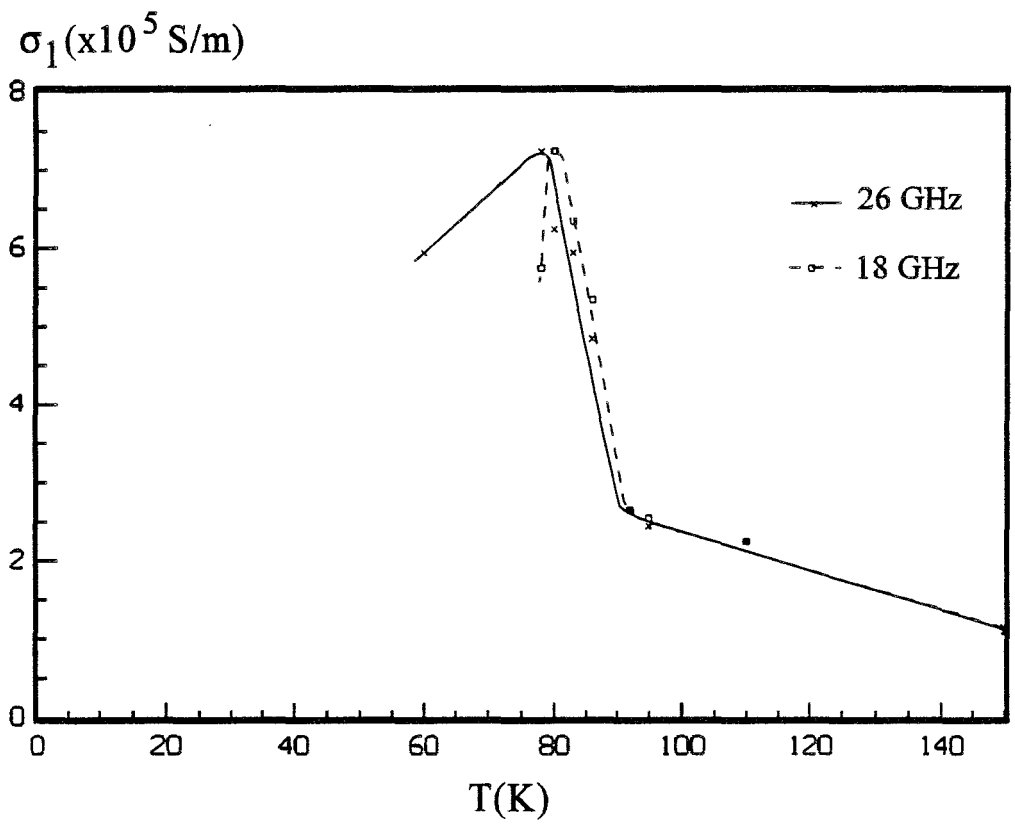


Figure 8-24

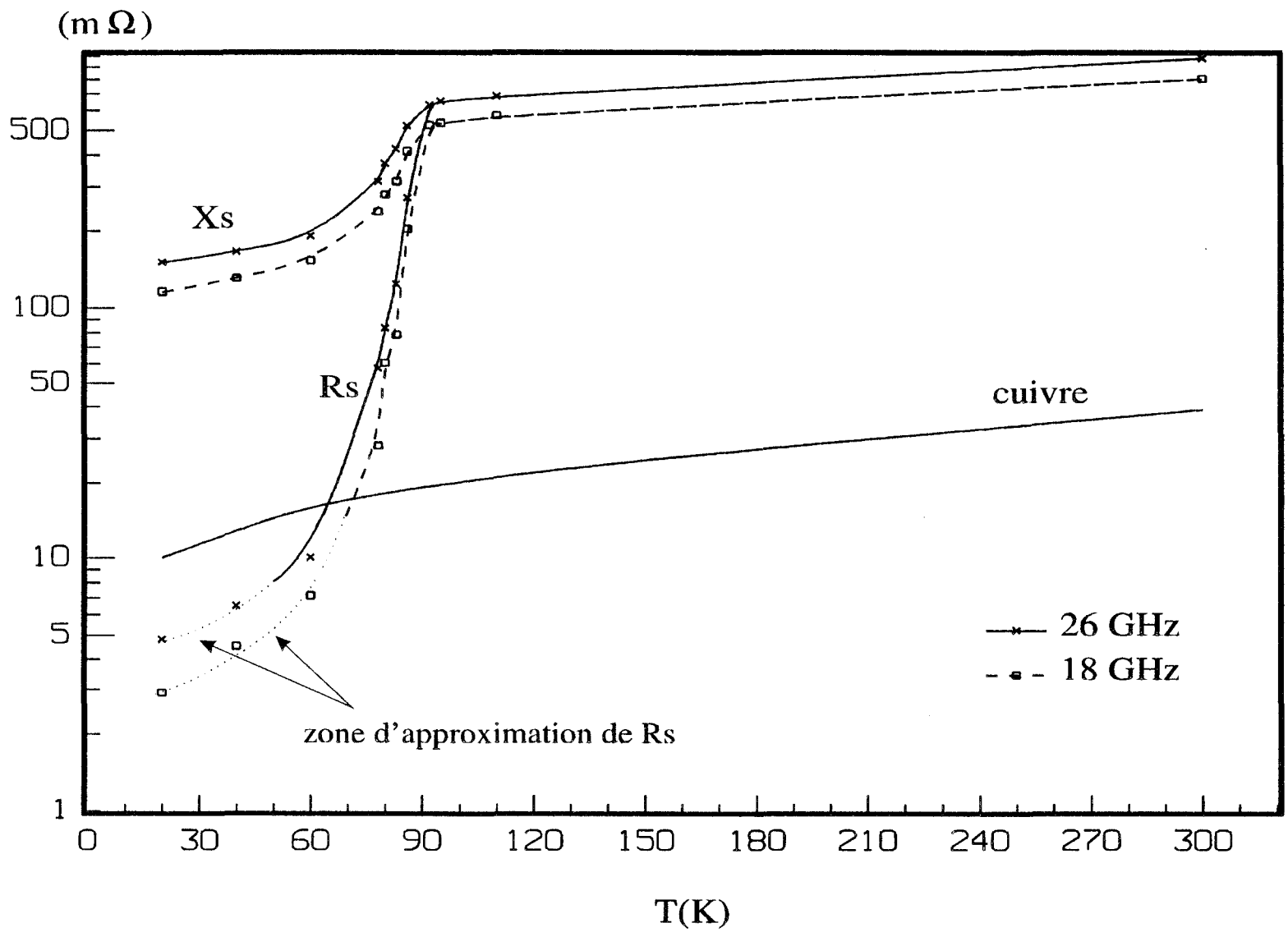


Figure 8-25

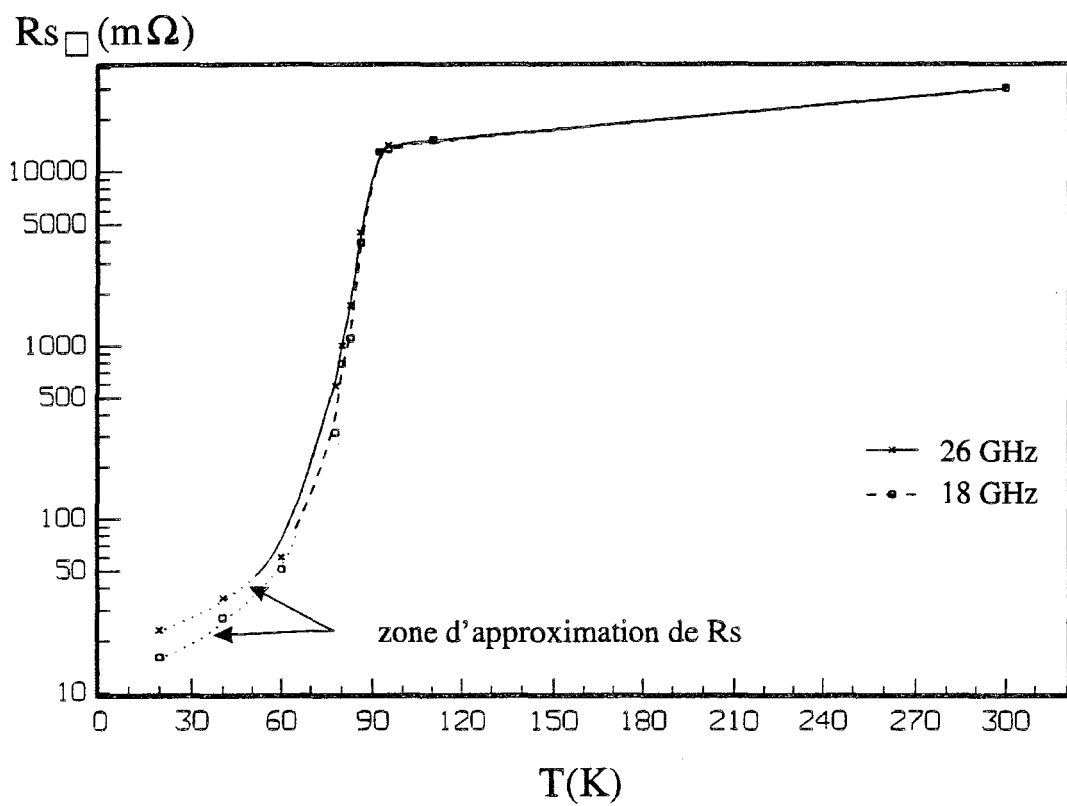


Figure 8-26

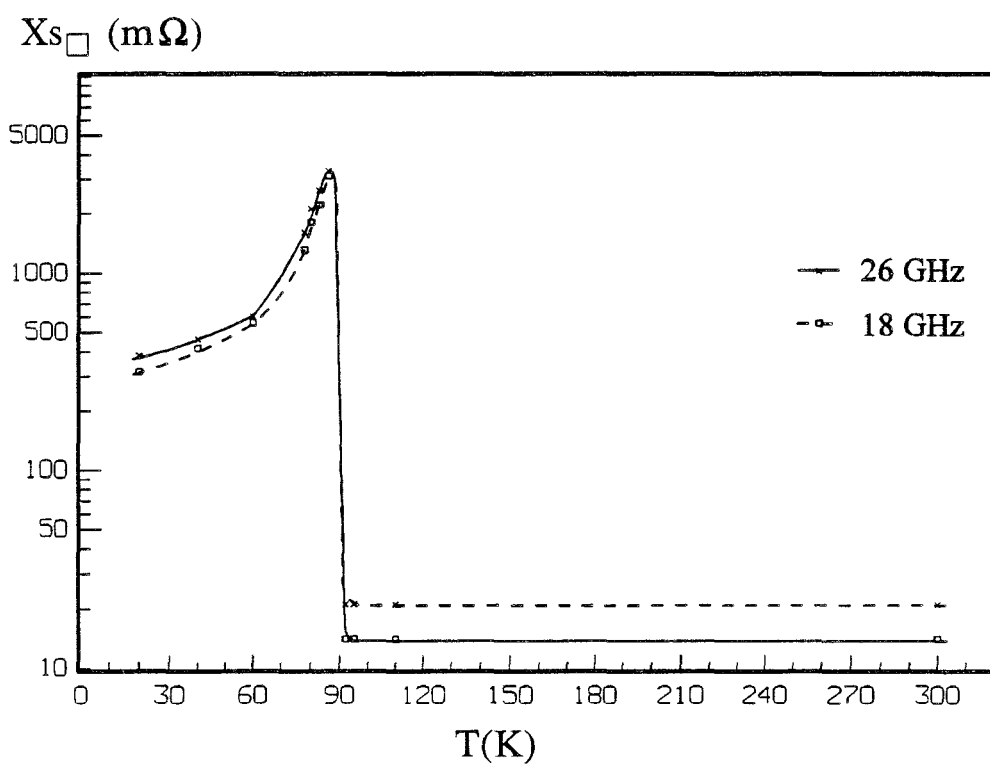


Figure 8-27

Dans la transition supraconductrice et à 26 GHz, $X_{s\Box}$ passe par une valeur maximale égale à 3.3Ω . Cela correspond à une valeur d'inductance cinétique $L_{Kfilm} = X_{s\Box}/\omega$ de 20 pH environ.

La profondeur de pénétration λ :

Nous donnons figure 8-28 l'évolution de la profondeur de pénétration de 300 à 20K pour les fréquences 18 et 26 GHz calculée à partir de la relation (7-12).

Dans l'état normal il y a un très bon accord entre les valeurs expérimentales et celles obtenues avec la formule classique de l'effet de peau.

D'après les modèles théoriques, en basses températures, la profondeur de pénétration est indépendante de la fréquence. Nous observons que les résultats expérimentaux de la figure 8-29 où nous avons indiqué les barres d'erreur semblent confirmer cette prévision.

Par extrapolation vers $T=0K$, on trouve un λ_0 d'environ 7000 Å (figure 8-29).

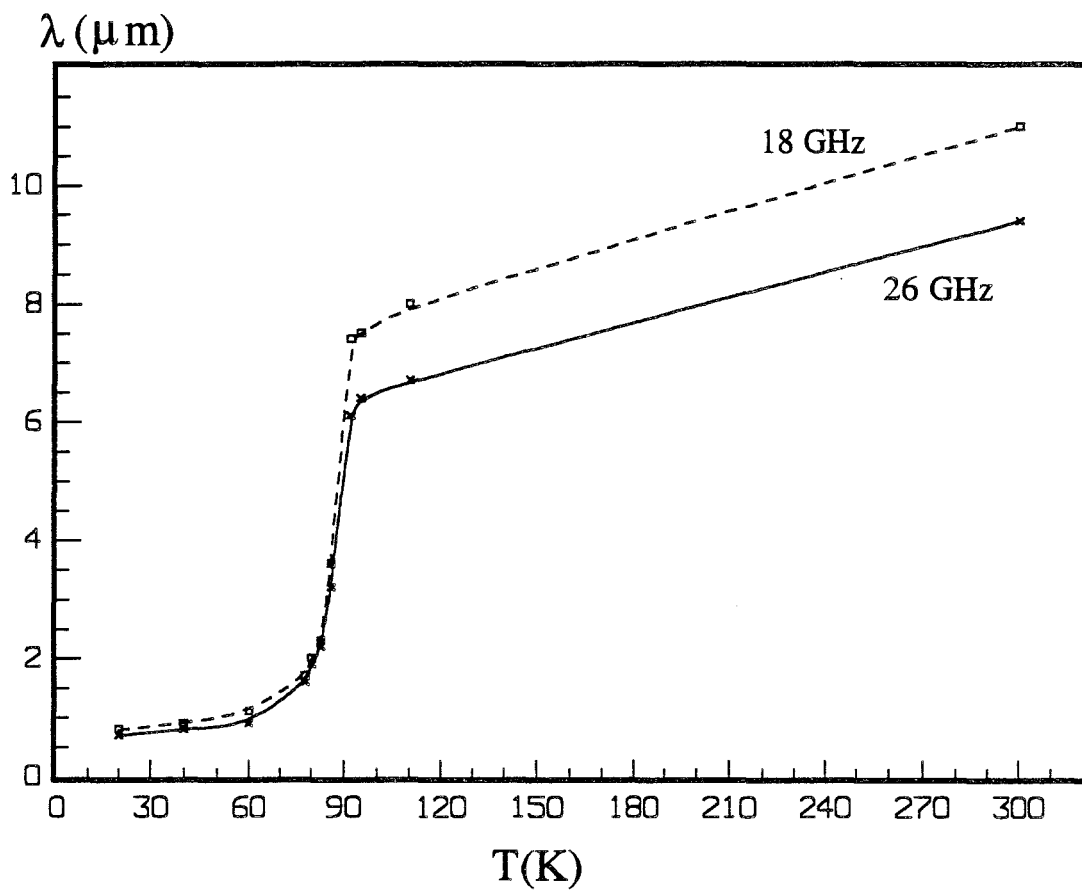


Figure 8-28

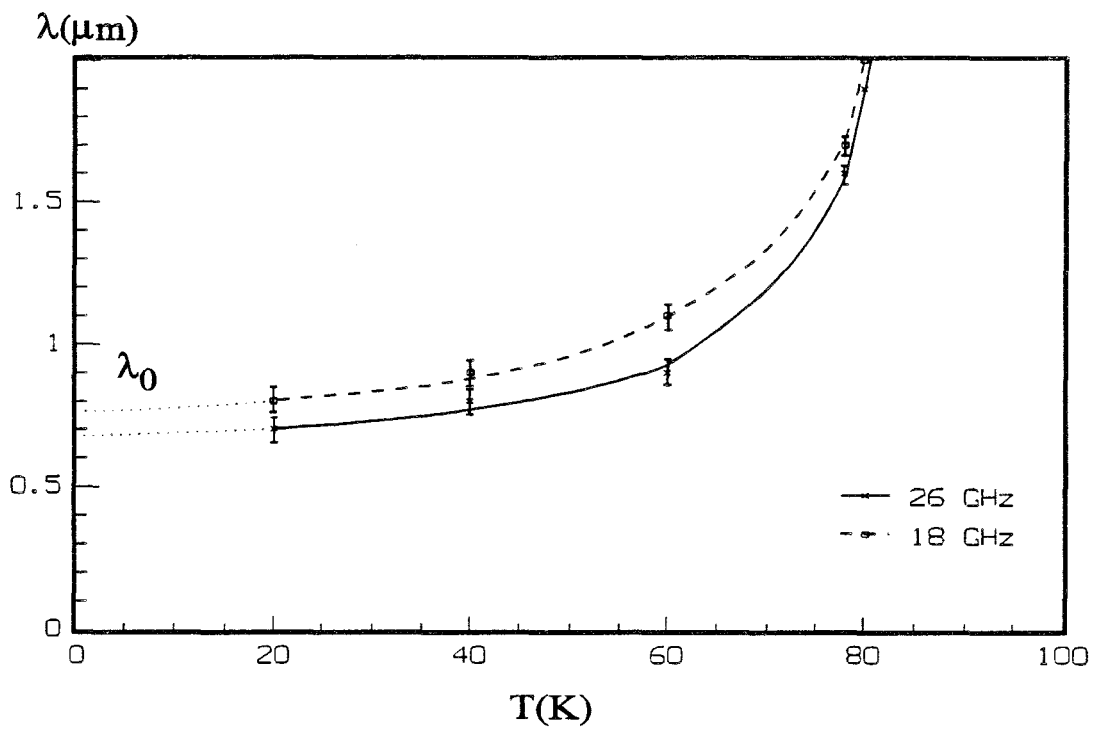


Figure 8-29

VIII 2 c- échantillon F18361:

La température critique $T_c(R=0)$ de ce film est de 86K et d'après l'étude du diagramme de rayons X, les pourcentages de grains en $C_{//}$ et $C_{\perp 45}$ sont respectivement égaux à 4 et 0.6.

Mesures en transmission:

Avant de commencer la caractérisation de l'échantillon, des calibrages TRL ont été effectués à 30, 60, 80, 100 et 300K.

Pour cet échantillon nous avons vérifié la reproductibilité des mesures en basses températures. Les évolutions de τ et de ϕ en fonction de la température sont presque identiques pour les deux cycles thermiques (figure 8-30).

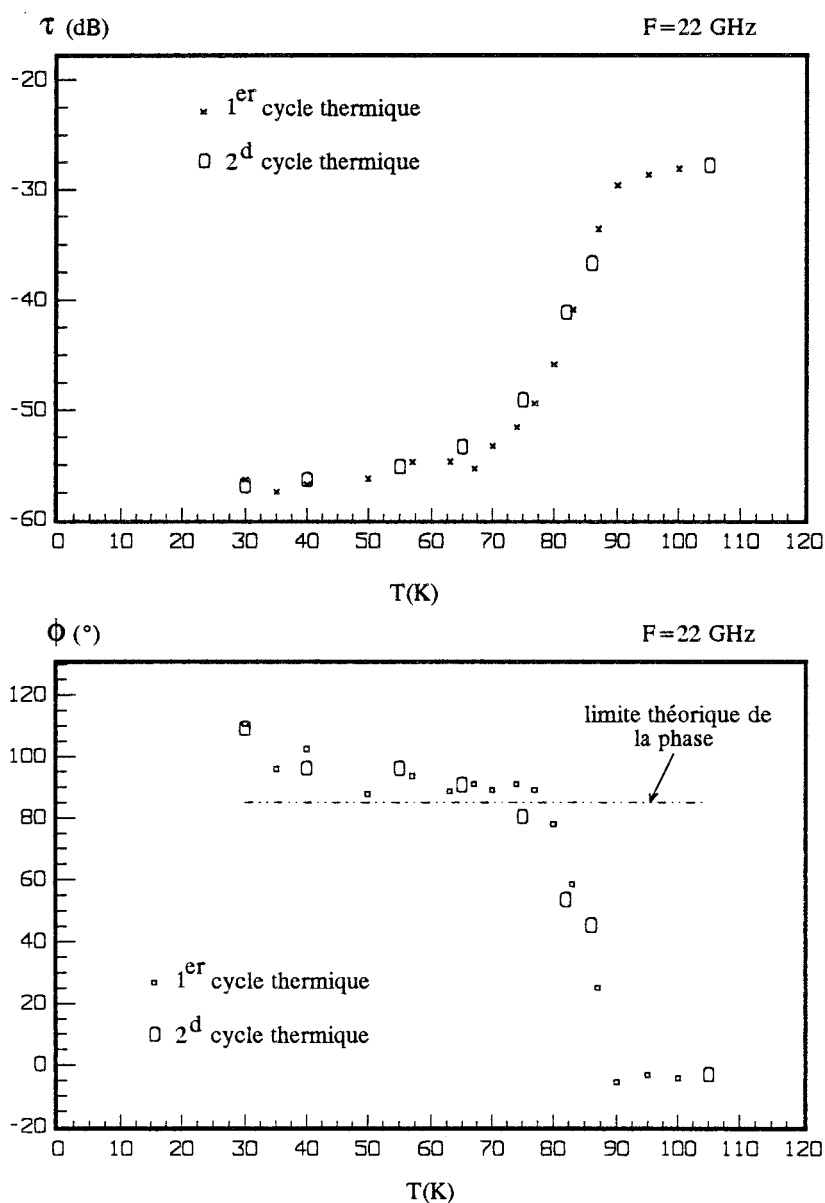
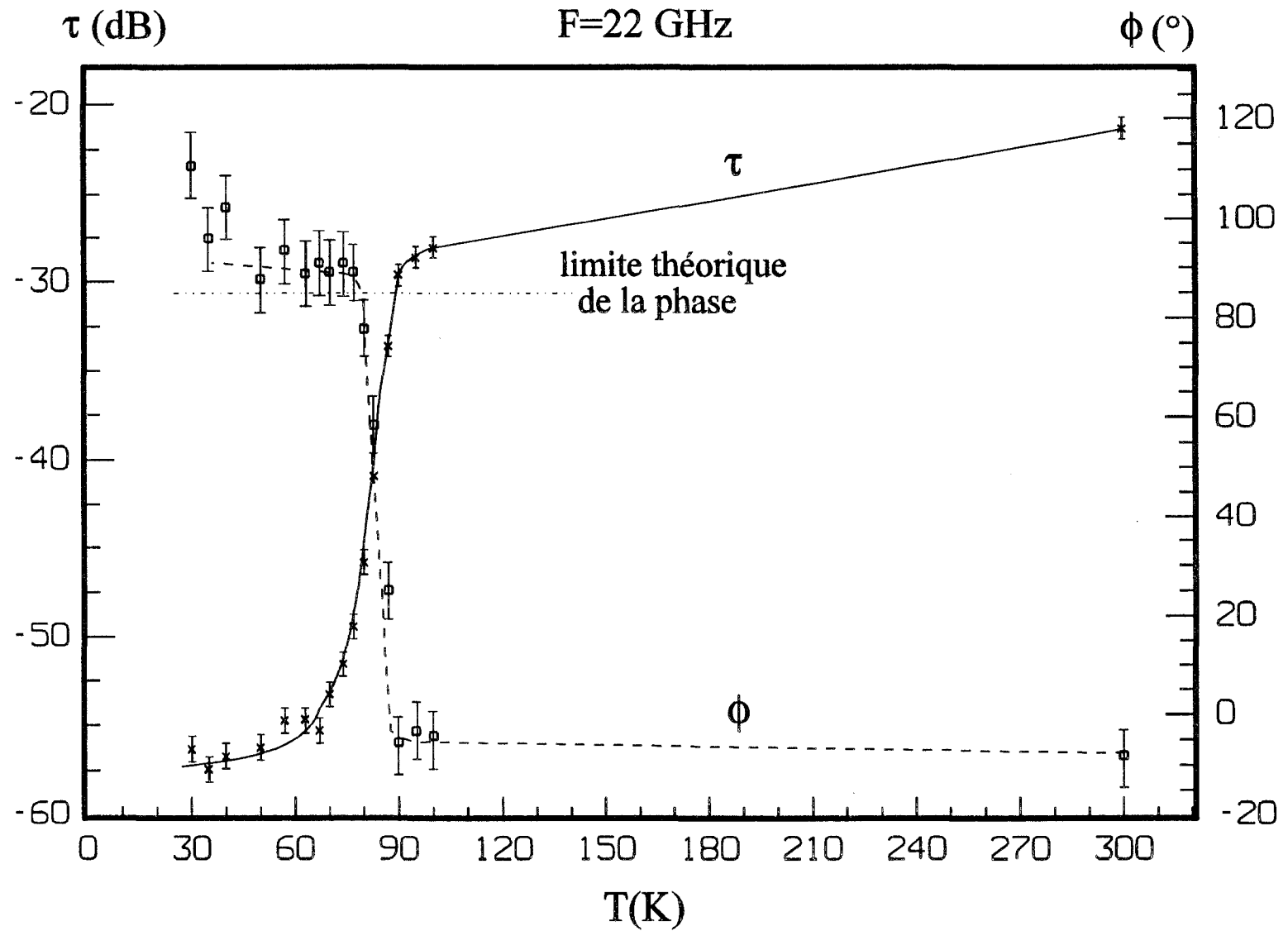


Figure 8-30

Figure 8-31



$\sigma_1(x 10^5 \text{ S/m})$

F=22 GHz

$\sigma_2(x 10^5 \text{ S/m})$

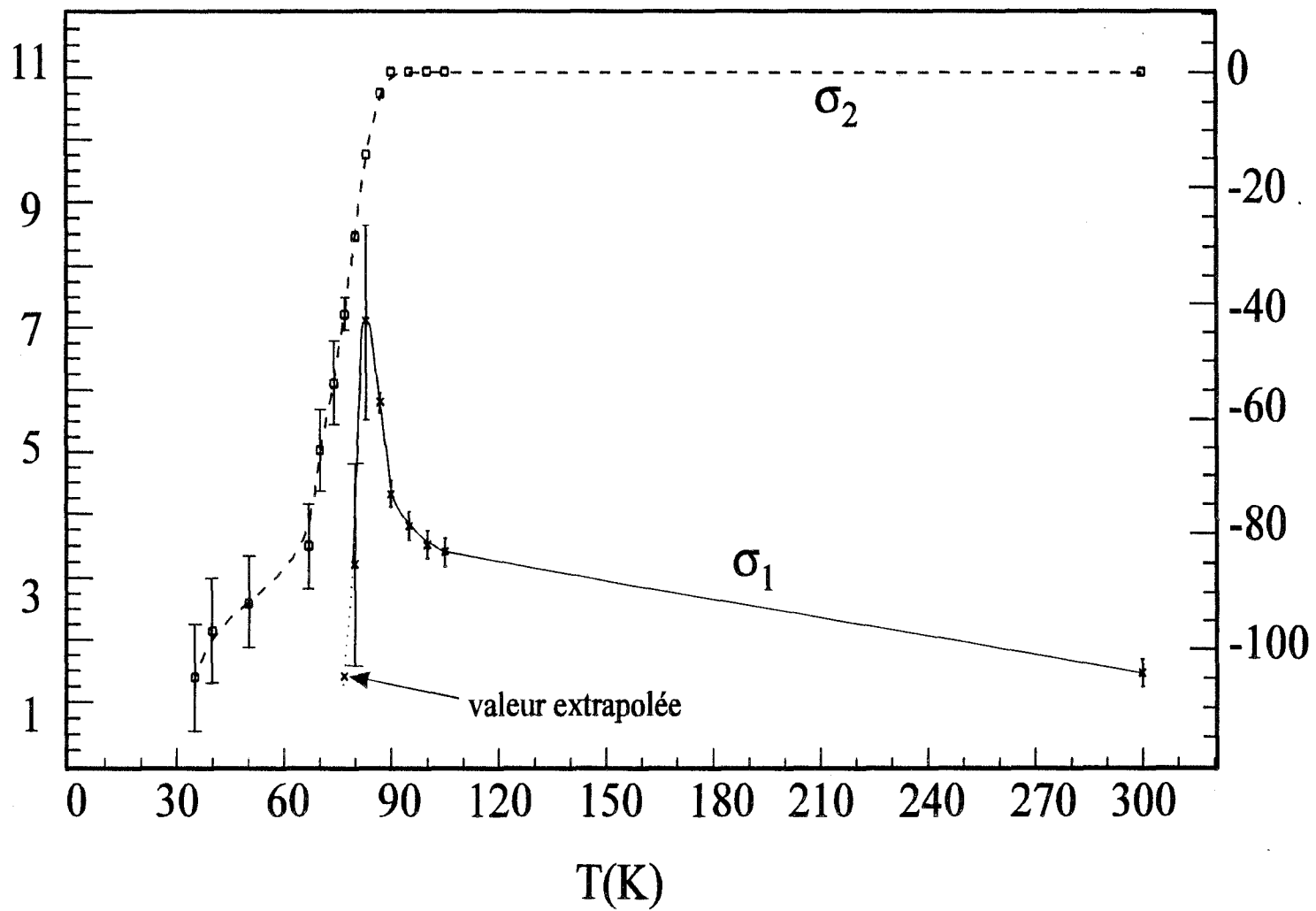


Figure 8-32

Les erreurs de mesure sur τ et ϕ sont de même ordre de grandeur que celles des deux échantillons précédents. A 22 GHz, la limite théorique de la phase est de 84.7° et dans le cas de cet échantillon les mesures effectuées à des températures inférieures à 80K sont inexploitable au niveau de la phase (figure 8-31). A l'inverse des autres points, les barres d'erreur des trois dernières valeurs de phase, entre 30 et 40K, ne recourent pas la droite qui représente la limite théorique de la phase. L'incertitude de mesure $\Delta\phi$ est probablement sous-estimée du fait de l'existence d'un phénomène parasite qui influence les mesures.

La valeur de σ_1 n'est donc connue que jusqu'à 80K (figure 8-32). Dans le cas de cet échantillon, comme l'allure du pic de σ_1 est bien nette et que le point de mesure qui suit celui de 80K n'est qu'à 3 degrés plus loin (à 77K), nous avons extrapolé la pente de σ_1 (figure 8-33) et nous avons déduit la valeur de σ_1 à 77K; elle vaut 1.4×10^5 S/m. Pour les températures inférieures à 77K, nous avons gardé σ_1 égale à cette dernière valeur.

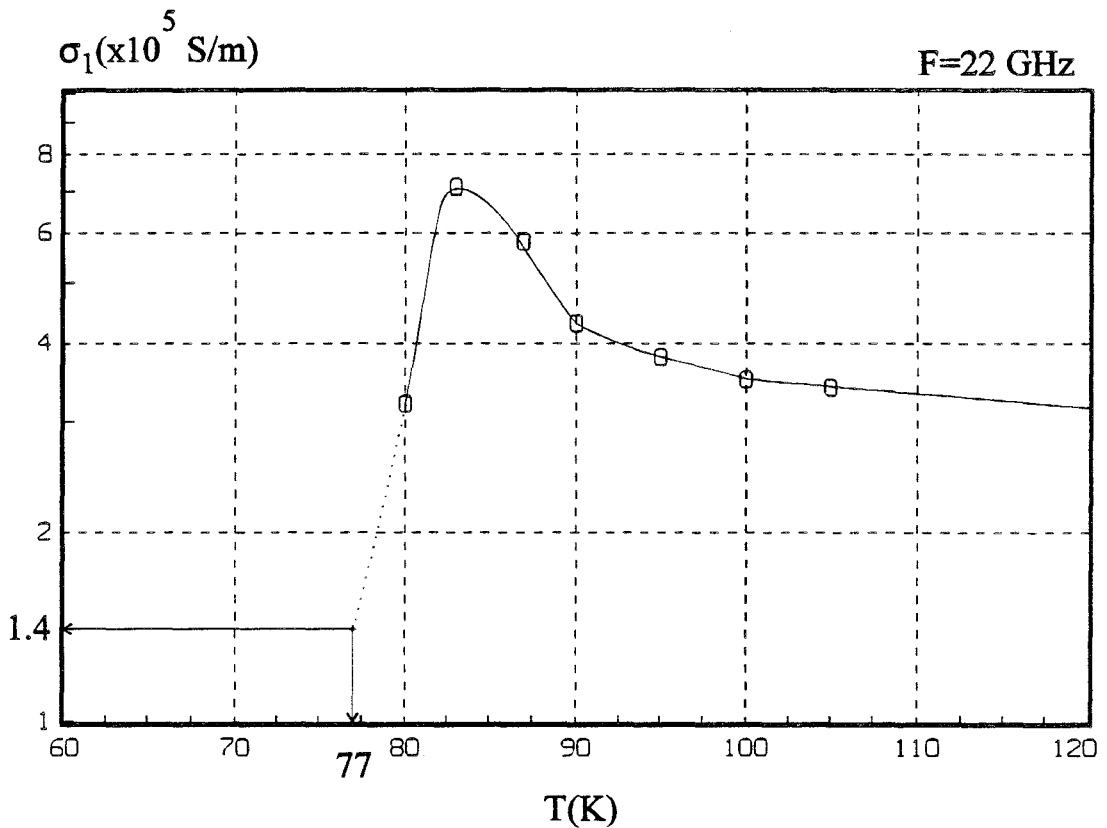


Figure 8-33

C'est avec ces valeurs de σ_1 que nous avons tracé les parties réelle et imaginaire de l'impédance de surface (figure 8-34). Nous remarquons que la résistance de surface du film YBaCuO est nettement inférieure à celle du cuivre:

R_s de F183 (80K, 22 GHz)	14 ± 6 m Ω
R_s de F183 (77K, 22 GHz)	≈ 3.4 m Ω
R_s du cuivre (77K, 22 GHz)	20 m Ω

En admettant que R_s varie suivant une loi en F^2 , à 10 GHz et 77K, on obtient une résistance de surface de $0.7 \text{ m}\Omega$. Cette valeur montre que la qualité microonde de ce film est très bonne.

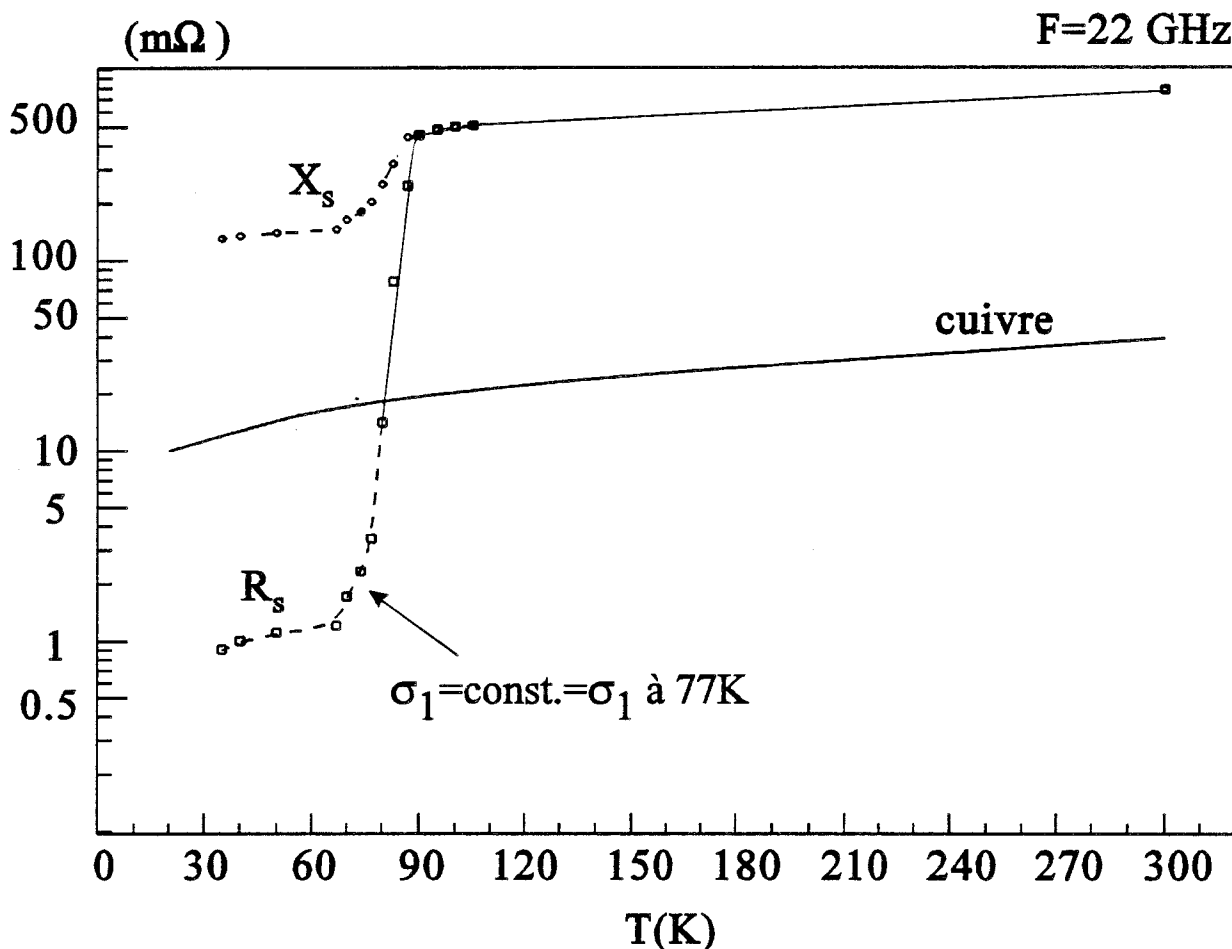


Figure 8-34

Nos mesures permettent de comparer la qualité des deux films F133 et F183. Comme leurs performances sont liées aux paramètres de dépôt, nous en discuterons au paragraphe IX 1 .

A 30K et 22 GHz, nous trouvons $X_{s\Box} = 0.36 \Omega$ et $\lambda_L = 7700 \text{ \AA}$. Nous en déduisons que

$$L_{K_{\text{film}}} \approx 2.6 \text{ pH}$$

Cela est obtenu avec les deux expressions (6-24) et (6-25), ce qui confirme que ces dernières sont équivalentes en dehors de la transition.

En ce qui concerne la profondeur de pénétration, d'après l'extrapolation de la courbe $\lambda(T)$ à 0K, on trouve $\lambda_L(0) = 6200 \pm 200 \text{ \AA}$.

VIII 3 - discussion sur la méthode de caractérisation

VIII 3 a - précision des grandeurs électriques mesurées

En tenant compte des résultats de mesure du paragraphe VIII 2, nous pouvons conclure sur la précision que l'on peut obtenir avec la méthode de transmission. Comme cette précision est fonction de la température, nous pouvons diviser la gamme de températures 300K-20K en trois zones de caractéristiques distinctes. Sur les figures 8-35 à 8-38, nous avons indiqué la précision moyenne obtenue pour les différentes grandeurs dans les trois zones de température (sur les axes, l'échelle n'est pas respectée).

Sur ces zones de températures, il y a quelques points à signaler.

Zone I: $T_c < T \leq 300K$

Le matériau est à l'état normal et sa conductivité σ_n est un nombre réel. Cette conductivité est donc calculée uniquement à partir du module τ .

La phase ϕ est entachée d'une erreur importante mais cela n'est pas gênant. Premièrement, dans cette zone la valeur de la phase est faible ($\approx -10^\circ$) et par conséquent quelques degrés d'erreur augmentent beaucoup la valeur de l'imprécision. Deuxièmement nous n'utilisons pas la valeur de cette phase pour l'exploitation des mesures. Cependant nous avons toujours vérifié que la valeur de ϕ était cohérente avec celle de τ . En effet, τ est connu avec assez de précision et la conductivité σ_n calculée à partir de τ , a la même précision. Connaissant σ_n , nous pouvons déduire la phase qu'il faut obtenir (relation 7-4). Cette phase calculée a été toujours égale, à quelques degrés près, à la phase mesurée.

Zone II: $T \approx T_c$

C'est la zone de transition supraconductrice et la partie imaginaire de la conductivité n'est plus nulle. C'est là aussi où τ et ϕ ont des variations très importantes. Comme dans cette zone la profondeur de pénétration est encore beaucoup plus grande que l'épaisseur du film (cela est vérifié à posteriori), nous utilisons les équations (7-3) et (7-4) pour calculer σ_1 et σ_2 .

L'erreur relative sur σ_1 passe de 20%, au début de la zone, à plus de 50%, pour le dernier point de température. Bien que l'erreur sur σ_1 soit assez élevée, son passage par une valeur maximale est indéniable. Comme la résistance de surface est fonction de σ_1 , la précision de mesure de R_s dépend beaucoup de celle de σ_1 .

Zone III: $T \ll T_c$

Le matériau est à l'état supraconducteur: τ et ϕ évoluent plus lentement. Dans cette zone, la longueur de pénétration est de même ordre de grandeur que l'épaisseur du film. Par conséquent, pour exploiter les mesures, il faut résoudre le système d'équations transcendentes (7-2). Comme $\sigma_1 \ll \sigma_2$, on peut vérifier numériquement que les deux

équations deviennent indépendantes. Le module τ n'est fonction que de σ_2 et la phase ϕ n'est fonction que de σ_1 :

$$\tau = f(\sigma_1, \sigma_2) = f(\sigma_2)$$

$$\phi = g(\sigma_1, \sigma_2) = g(\sigma_1)$$

Dans cette zone, la mesure de la phase pose un certain nombre de problèmes. Tout d'abord, pour déduire la valeur de σ_1 , une très grande précision sur la mesure de la phase est exigée. Par exemple, avec une transmission de -60 dB, une variation de 1° de phase peut faire passer σ_1 de $2 \cdot 10^5$ à $5 \cdot 10^3$ S/m. De plus, ϕ ne devrait pas dépasser une valeur maximale qui correspond à l'état supraconducteur parfait ($\sigma_1 = 0$ et $\sigma_2 = \infty$). Nous avons vu que ce n'est pas le cas dans nos mesures. Compte tenu de ces problèmes, l'exploitation de ϕ est impossible et nous ne pouvons plus suivre l'évolution de σ_1 en fonction de la température.

En revanche, le module τ est connu avec assez de précision pour déduire σ_2 , X_s et λ .

Dans cette zone nous ne pouvons donner qu'une valeur surestimée de R_s . D'après le paragraphe VII 2, nous savons que si $\sigma_1 \ll \sigma_2$:

$$R_s \approx \frac{\sigma_1}{2|\sigma_2|^{3/2}} \sqrt{\omega\mu_0}$$

R_s est calculé connaissant l'évolution de $\sigma_2(T)$ et en prenant $\sigma_1(T)$ constant égal à la valeur du dernier point mesuré dans la zone II.

Nous savons qu'en fait σ_1 ne reste pas constant mais qu'il continue à décroître avec la température. C'est pour cela que les valeurs de R_s ainsi obtenues sont plus élevées que dans la réalité.

Remarques

i) Nous pouvons définir les trois zones de température en fonction de la conductivité:

zone I :	$\sigma_1 \gg \sigma_2$
zone II :	σ_1 de même ordre de grandeur que σ_2
zone III :	$\sigma_1 \ll \sigma_2$

ii) Dans les calculs d'erreurs, nous avons supposé que les paramètres (ϵ_r , d et a) qui correspondent respectivement à la constante diélectrique, l'épaisseur du substrat et celle du film supraconducteur, sont tous connus avec précision. Il faut savoir qu'une erreur relative de 10% sur les paramètres du substrat n'influence pratiquement pas la précision de mesure de la conductivité. Mais une imprécision sur l'épaisseur "a" du film supraconducteur est directement ressentie sur celle de σ^* . A titre d'exemple, dans le cas de l'échantillon F183: si l'épaisseur d'YBaCuO est connue à 7% près (3000 ± 200 Å), ceci augmente l'imprécision sur σ_1 et σ_2 de 6% environ.

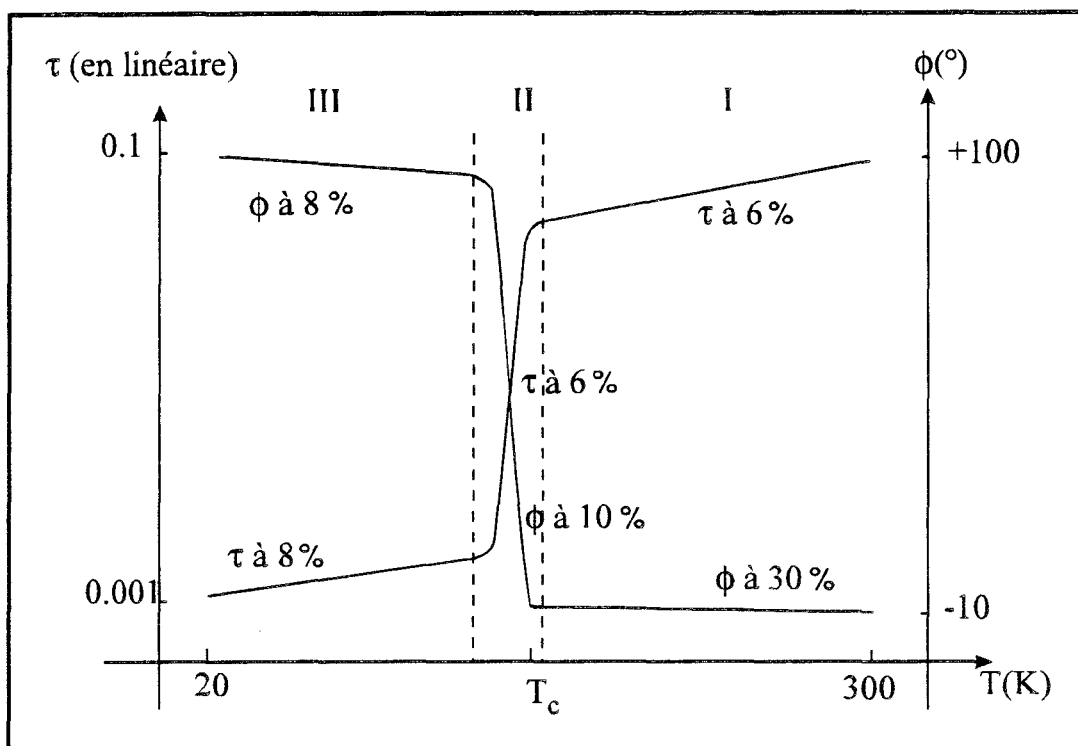


Figure 8-35 - précision du module τ et de la phase ϕ mesurés dans les trois zones de température

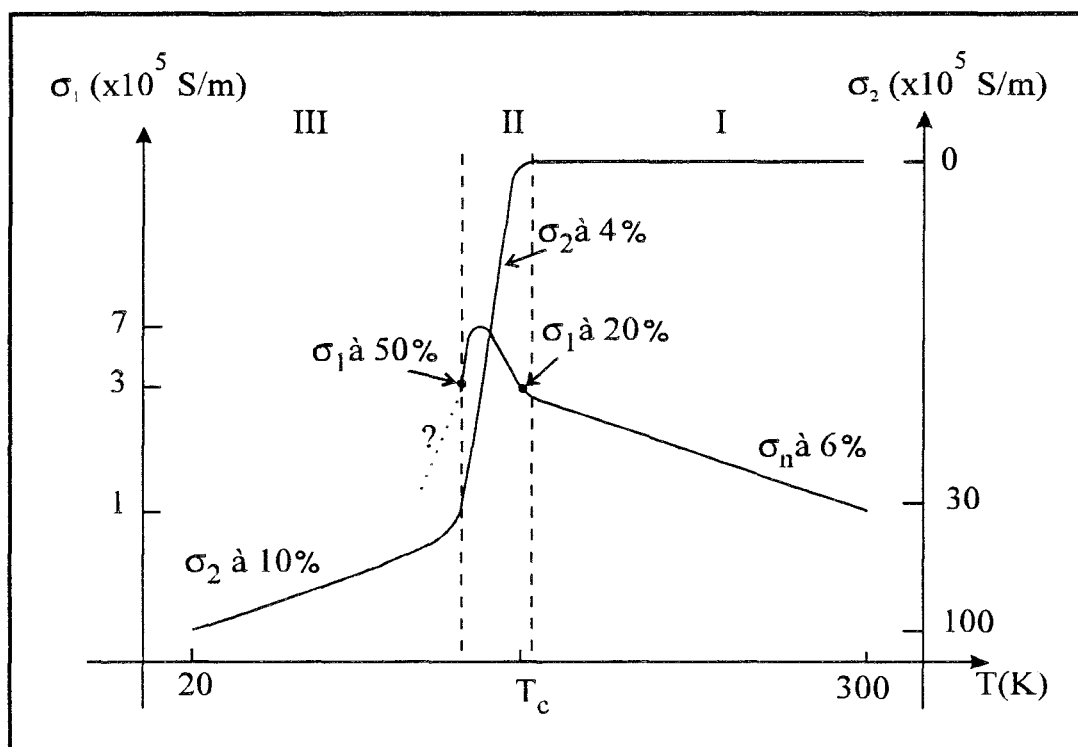


Figure 8-36 - précision de mesure des parties réelle σ_1 et imaginaire σ_2 de la conductivité dans les trois zones de température

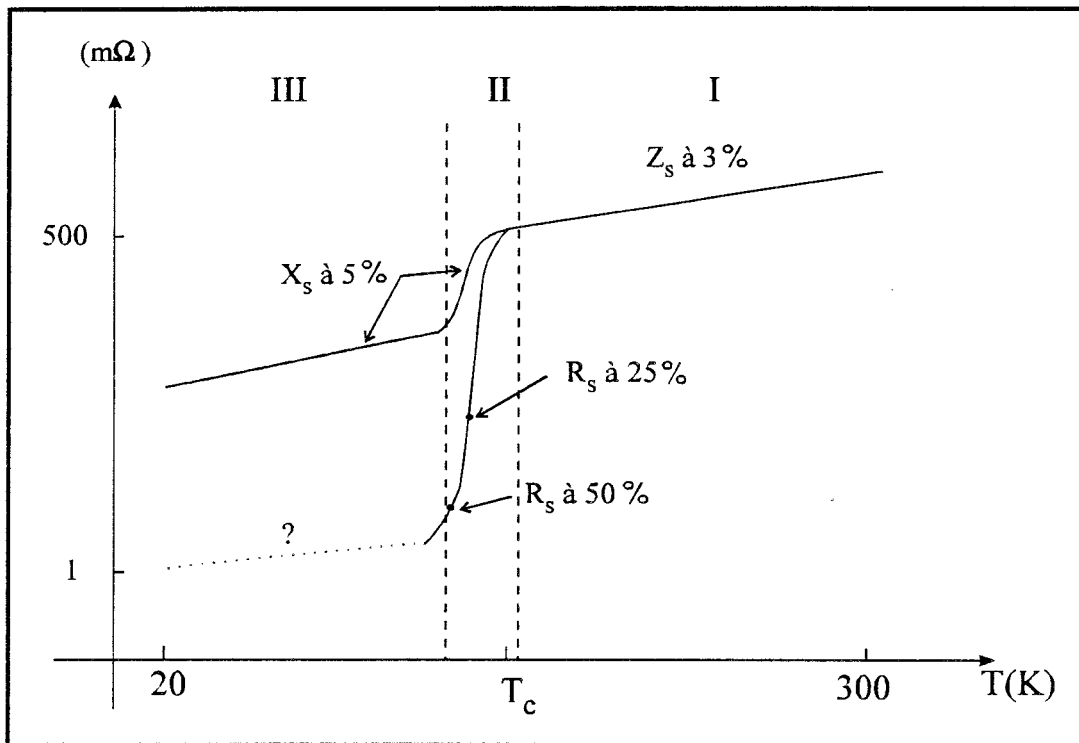


Figure 8-37 - précision de mesure des parties réelle R_s et imaginaire X_s de l'impédance de surface dans les trois zones de température

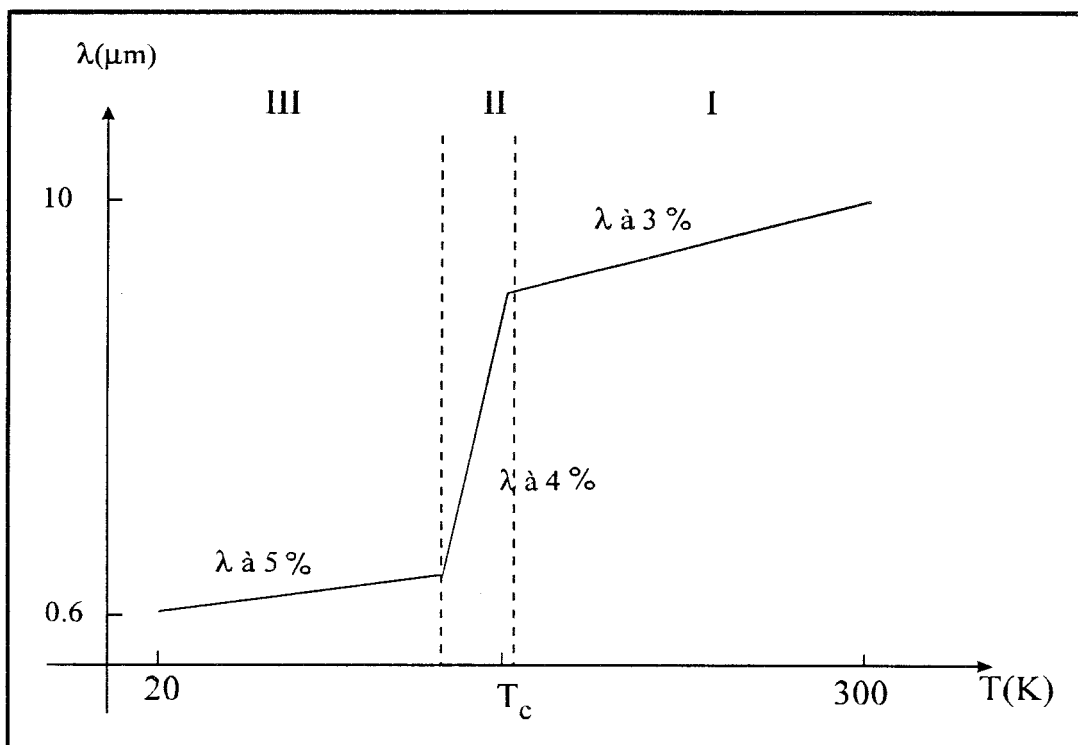


Figure 8-38 - précision de mesure de la profondeur de pénétration λ dans les trois zones de température

VIII 3 b - limites d'application de la méthode de transmission

Si nous nous intéressons aux valeurs du module τ en basses températures, nous observons que pour tous les échantillons caractérisés, τ tend vers des valeurs proches de -60 dB et ne décroît plus. Nous savons qu'à ces températures la conductivité imaginaire σ_2 est uniquement fonction de τ . Par conséquent, la profondeur de pénétration λ qui est proportionnelle à $\frac{1}{\sigma_2}$, garde des valeurs relativement élevées (6000 à 7000 Å au lieu de 1500 à 2500 Å [8 11]).

D'après le paragraphe III 3, une transmission de -60 dB n'est pas la limite de la sensibilité de l'analyseur de réseaux. A notre avis, le problème est situé au niveau de l'échantillon. En effet, il est possible que, vers 30K, la contraction thermique du substrat soit suffisant pour qu'il y ait une fuite de puissance microonde autour de l'échantillon.

Pour vérifier cette hypothèse, nous envisageons d'effectuer des mesures en basses températures avec un échantillon constitué d'un film métallique (d'épaisseur telle que τ soit de l'ordre de -80 dB) déposé sur MgO.

Ce problème n'est pas une limite fondamentale de la méthode de transmission et il devrait être bientôt résolu.

A notre avis, avec cette méthode nous pouvons mesurer les grandeurs σ_2 , X_s et λ avec une assez bonne précision. Même pour $\tau < -60$ dB, leurs valeurs seront connues à 30% près. Par contre, σ_1 et R_s ne peuvent pas être mesurés en très basses températures. Comme nous l'avons vu plus loin, cela est lié à l'impossibilité de mesurer la phase de S_{21} avec une précision meilleure que le degré. Mais cela ne diminue pas l'intérêt de la méthode de transmission parce que la plupart des méthodes de caractérisation microonde ne fournissent que la valeur de la résistance de surface (cf. paragraphe VI 4).

Les deux méthodes de caractérisation, en transmission et en cavité résonante développées au laboratoire, peuvent être complémentaires et fournir toutes les caractéristiques du film supraconducteur, et ceci d'une façon non destructive.

l'épaisseur maximale du film supraconducteur:

Dans les relations qui relient le coefficient de transmission S_{21} à la conductivité complexe σ^* , σ_1 et σ_2 apparaissent toujours sous forme des produits $(\sigma_1 x a)$ et $(\sigma_2 x a)$, "a" étant l'épaisseur du film. De sorte que si une des grandeurs, conductivité ou épaisseur du film, augmente, le produit varie dans le même sens et le module τ diminue. Nous savons que la limite de la sensibilité de l'analyseur de réseaux est égal à -80 dB. Par conséquent, pour mesurer des valeurs de σ_2 élevées, il faut que le film soit assez mince.

Afin de déterminer la limite de cette épaisseur, nous avons calculé le module τ en fonction de l'épaisseur du film supraconducteur pour deux types de substrat actuellement commercialisés:

- substrat MgO avec $\epsilon_r = 9.7$ et épaisseur = 250 μm
- substrat LaAlO₃ avec $\epsilon_r = 24$ et épaisseur = 500 μm

Nous avons supposé que la profondeur de pénétration du film supraconducteur est égale à 2400 Å.

En basses températures, quand $\sigma_1 \ll \sigma_2$, les relations se simplifient. A partir de λ , on peut déduire σ_2 et connaissant σ_2 , on peut calculer τ .

Sur la figure 8-39, nous remarquons que pour l'échantillon YBaCuO/MgO, l'épaisseur du film ne doit pas dépasser 3000 Å environ si l'on veut rester au-dessus de la limite de la sensibilité des appareils. Tandis que l'on peut avoir un film plus épais dans le cas de l'échantillon YBaCuO/LaAlO₃. Cela est dû à la différence de constante diélectrique et d'épaisseur des deux substrats qui créent des réflexions multiples à l'intérieur de ces derniers et influencent la valeur de τ .

Il faut aussi noter que dans le cas d'un échantillon YBaCuO (500 Å) déposé sur MgO (250 μm), à 22 GHz, les calculs montrent qu'il est possible alors de mesurer une profondeur de pénétration de 1500 Å. Nous prévoyons d'effectuer des mesures de transmission avec des films aussi minces, afin de comparer la conductivité σ^* obtenue entre 18 et 26 GHz avec celle mesurée dans le domaine optique, en collaboration avec l'équipe de Mme. N.Bontemps à l'ENS [12].

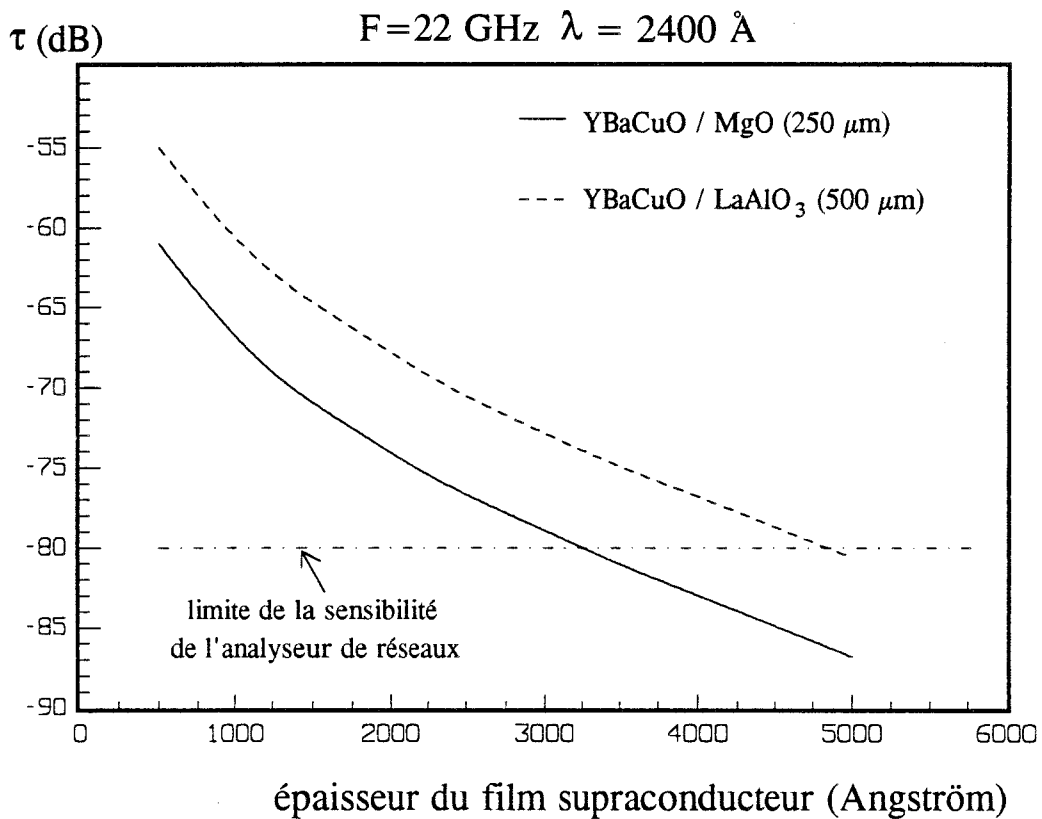


Figure 8-39

VIII 3 c - suggestions pour améliorer les mesures

Avec des calibrages TRL effectués au moins pour cinq températures différentes, la méthode de caractérisation en transmission est actuellement très longue et n'est pas adaptée à des mesures de routine.

Un autre problème majeur est le gradient thermique non reproductible qui s'établit le long de 1.6 mètres de câble et qui empêche les mesures de phase précises.

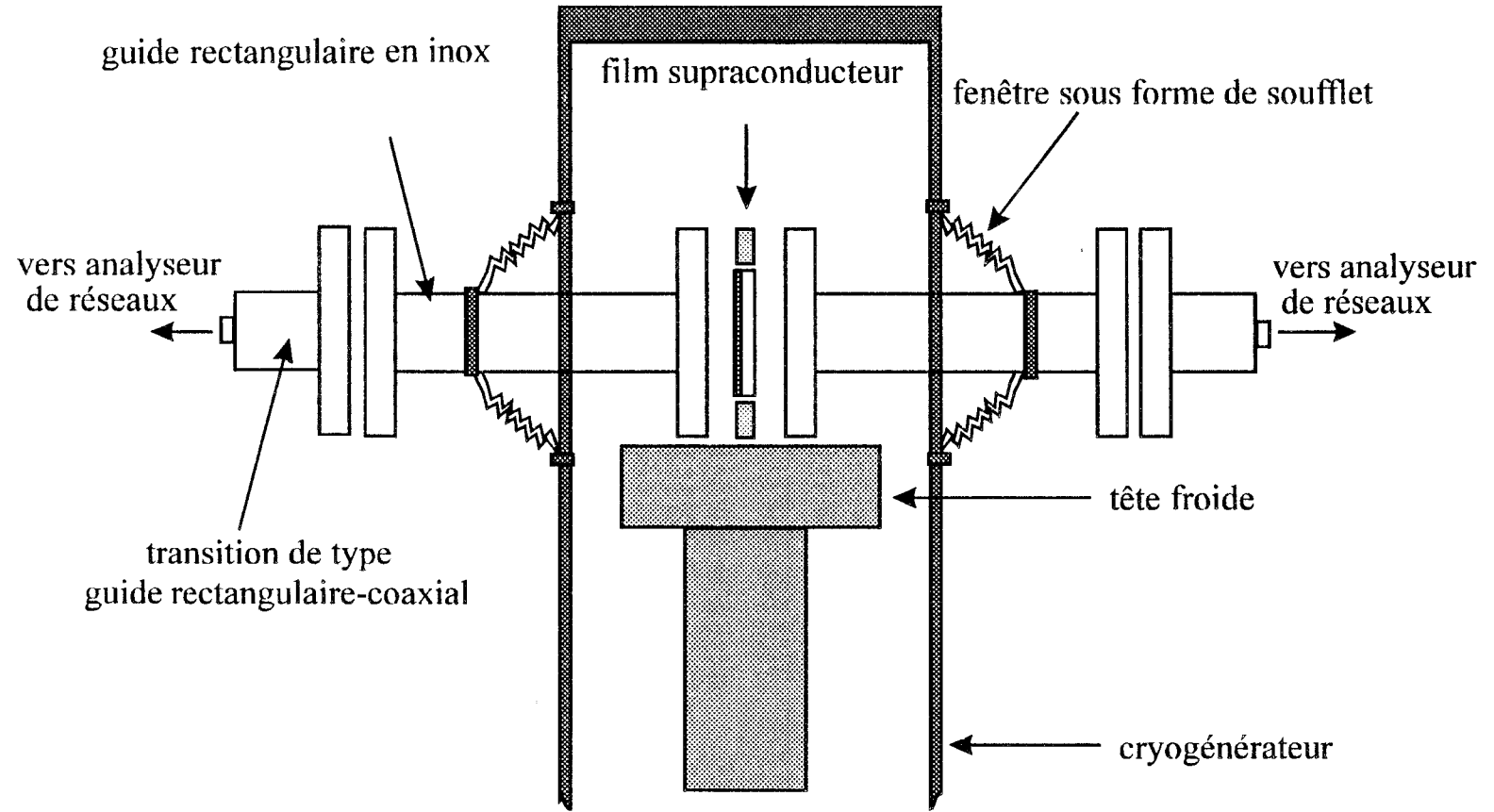
La consommation importante d'hélium liquide augmente aussi le coût de ces caractérisations.

Un cryogénérateur à cycle fermé est actuellement disponible au laboratoire. Avec ce dispositif, nous espérons diminuer sensiblement les problèmes évoqués ci-dessus.

La figure 8-40 présente le schéma du montage que nous proposons pour les caractérisations en transmission. L'échantillon est serré entre les brides de deux guides rectangulaires en inox. Ces dernières étant les seuls éléments hyperfréquences refroidis, les transitions de type guide rectangulaire-coaxial et les câbles restent à la température ambiante. Deux fenêtres sous forme de soufflet sont prévues pour améliorer l'étanchéité au niveau de la sortie des guides et pour diminuer le gradient thermique établi le long des guides, entre la tête froide et l'extérieur du cryogénérateur.

La réalisation de ce montage est en cours d'étude.

Figure 8-40



-
- [1] F.Mehri, mémoire de DEA, Lille, 1990.
- [2] M.Guilloux-Viry, C.Thivet, M.G.Karkut, J.Padiou, O.Pena, A.Perrin, M.Sergent, M.Gauneau, *Materials Science and Engineering*, B18, pp. 115-121.
- [3] C.Thivet, "Elaboration et caractérisation de films minces supraconducteurs à haute température critique YBaCuO en relation avec les critères d'application du domaine hyperfréquence", Thèse de l'Université de Rennes I, à paraître en Septembre 1994.
- [4] D.Chambonnet, C.Fages, C.Belouet, H.Moriceau, M.Schwerdtfeger, J.C.Villegier, D.Keller, *Journal of Alloys and compounds*, V.195, pp 243, 1993.
- [5] M.Guilloux-Viry, "Croissance épitaxiale et caractérisations de films minces supraconducteurs à haute température critique déposés in-situ par pulvérisation cathodique ou ablation laser", Thèse de l'Université de Rennes I, 1991.
- [6] D.Keller, thèse de l'Université de Paris VI, à paraître en 1994.
- [7] F.A.Miranda, *Supercond. Sci. Technol.*, V. 6, pp. 605-613, 1993.
- [8] Dawei Zhang, D.V.Plant, H.R.Fetterman, N.E.Glass, J.T.Cheung, H.Kobrin, *Appl. Phys. Lett.*, V. 62, n°11, pp. 1298-1300, 1993.
- [9] D.Chauvel, Thèse de l'Université de Lille I, 1993.
- [10] D.Ladret, B.Cabon, J.Chilo, P.Xavier, J.Richard, O.Buisson, *J. Phys. IV, Colloque C6 Supplément au J. Phys. III*, V. 4, pp. 211-216, 1994.
- [11] F.A.Miranda, W.L.Gordon, K.B.Bhasin, V.O.Heinen, J.D.Warner, *J. Appl. Phys.*, V. 70, pp. 5450-5462, 1991.
- [12] A.El Azrak, "Propriétés dans l'infrarouge de l'état normal et supraconducteur de couches minces à température critique élevée", Thèse de l'Université de Paris VI, 1993.

CHAPITRE IX: Les applications de la mesure de la conductivité complexe

IX 1 - Etude des matériaux: corrélations entre les propriétés physiques, cristallographiques et hyperfréquences des films SHTC

IX 2 - Etude appliquée: C.A.O. des composants hyperfréquences à base de films SHTC

IX 3 - Etude théorique: compréhension du mécanisme de conduction dans les SHTC

IX 1- Etude des matériaux: corrélations entre les propriétés physiques, cristallographiques et hyperfréquences des films SHTC

Dans le cadre de la réalisation de composants supraconducteurs de haute qualité à base du composé YBaCuO destinés aux applications hyperfréquences, la maîtrise d'étapes technologiques dont le dépôt de films est de première importance. Pour optimiser ce dernier, il faut donc étudier les corrélations qui existent entre les caractéristiques physiques des films et les paramètres de dépôt. Des études ont été effectuées [1 2] pour relier ces derniers aux performances hyperfréquences des films, dont leur résistance de surface.

L'étude présentée ici a été réalisée aux Laboratoires de Minéralogie-Cristallographie Paris VI-VII et d'Alcatel Alsthom Recherche à Marcoussis dans le cadre de la thèse de D.Keller [3 4] .

Nous rappelons d'abord la méthode de dépôt par la technique d'ablation laser, puis nous montrons comment on étudie la texture et la rugosité des films. Nous expliquons ensuite brièvement l'étude de D.Keller sur une centaine d'échantillons pour déterminer la relation existant entre la température de dépôt, la texture et la rugosité des films. Finalement nous évoquons l'impact d'un dépôt optimal sur la résistance de surface en donnant l'exemple de deux échantillons caractérisés en transmission à l'IEMN.

Méthode de dépôt:

Les films d'YBaCuO ont été élaborés par la technique d'ablation laser dans la machine FLAME développée par Alcatel CIT sur des substrats de MgO(001). La cible stoechiométrique de haute densité (>0.9) est irradiée par un laser XeCl fonctionnant à $\lambda=308$ nm [5]. La fluence, la durée de l'impulsion et la fréquence de récurrence du laser sont fixées respectivement à 1-2 J/cm², 30 ns et 2 Hz. La pression d'oxygène pendant le dépôt est maintenue à 0.2 mbar et le substrat est chauffé à une température de 750°C environ. Immédiatement après cette étape, pour les films de 3000 Å, un traitement thermique en deux étapes consiste en un recuit isotherme au cours duquel la pression est amenée en 1 heure à la pression atmosphérique suivi d'une descente en température à 2-3°C/min.

Deux des caractérisations physiques étudiées systématiquement après le dépôt sont l'étude de la texture et de la rugosité des films.

La texture des films YBaCuO:

D'après leur structure cristalline (cf. VI 1), les films YBaCuO ont un caractère fortement bidimensionnel et la conductivité électrique la plus élevée est suivant les plans CuO₂ (figure 9-1).

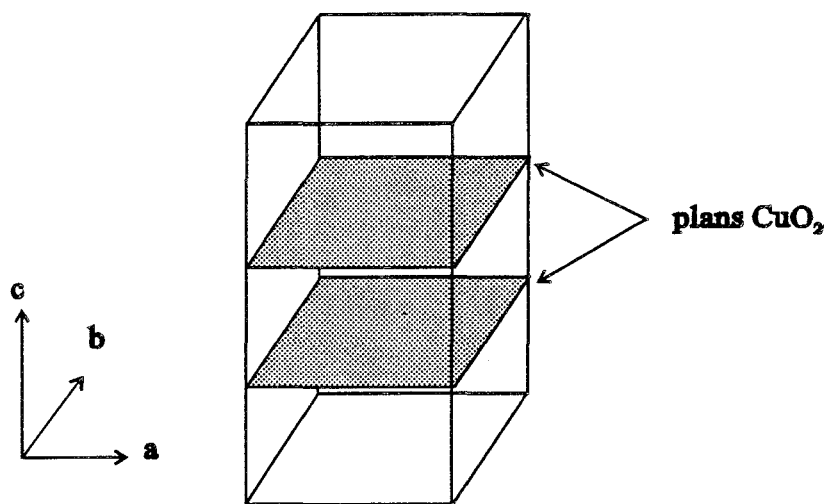


Figure 9-1

Pour obtenir une conductivité électrique la plus élevée possible (et donc une résistance de surface faible), on essaie de déposer le film supraconducteur de telle sorte que tous les plans CuO_2 soient parallèles à l'interface du substrat. La figure 9-2 montre comment doivent être disposées les mailles d'YBaCuO par rapport à celles de MgO pour que le courant I rencontre la plus faible résistance possible.

En réalité nous avons rappelé dans le chapitre précédent qu'un faible pourcentage de grains d'YBaCuO sont disposés d'une façon différente: les grains $C_{//}$ et $C_{\perp\theta}$ (cf. figure 9-3). Plus le pourcentage de ces deux catégories de grains est élevé et plus la qualité supraconductrice du film est dégradée. Nous avons vu au paragraphe VIII 1 comment on mesure la proportion de ces différentes catégories de grains.

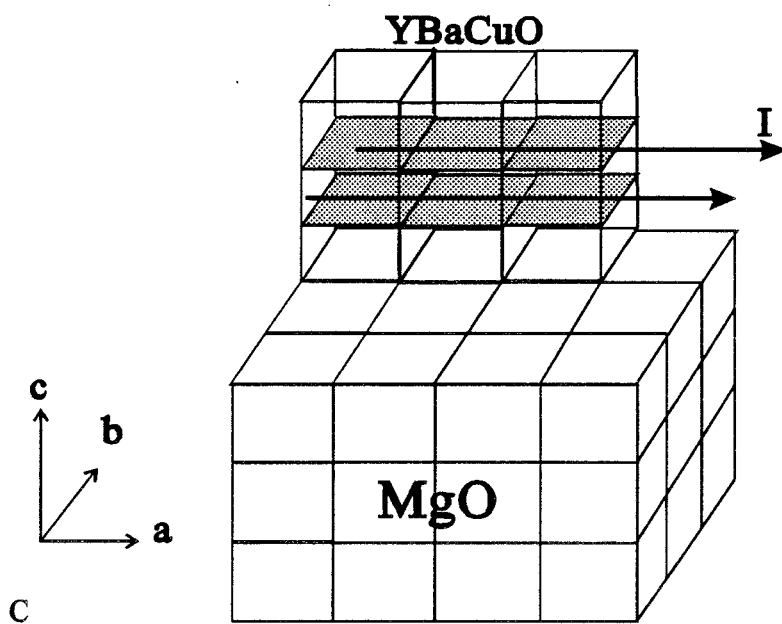
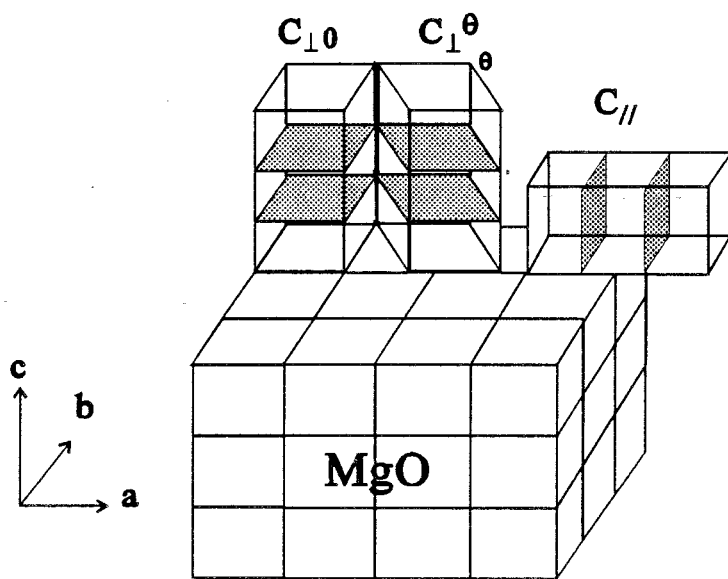


Figure 9-2



Vue de dessus:

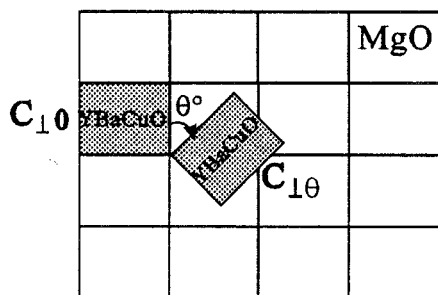


Figure 9-3

La rugosité de surface du film YBaCuO:

La résistance électrique des films conducteurs minces augmente avec la rugosité de surface [6]. En effet dans le cas d'une surface rugueuse les électrons ont un libre parcours moyen plus faible (figure 9-4).

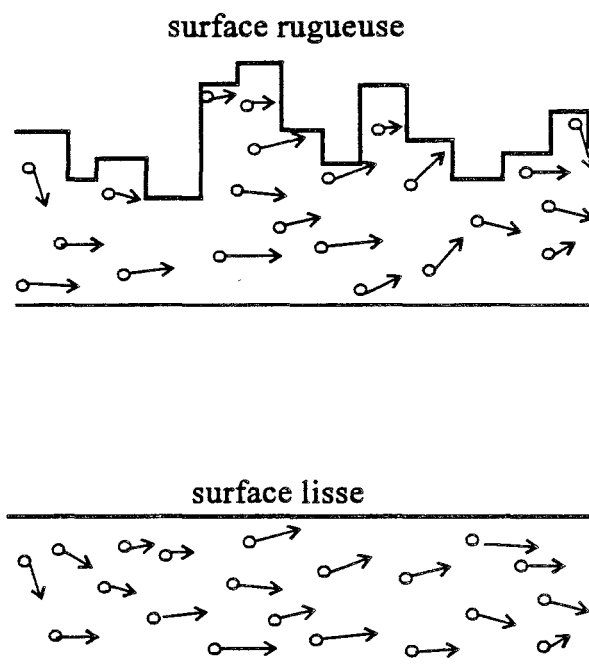


Figure 9-4

Pour le cas des films SHTC cela est d'autant plus vrai que la continuité des plans CuO_2 est moins assurée quand la surface est rugueuse. La discontinuité de ces plans crée des barrières dans le parcours des porteurs et augmente la résistance électrique.

Les mesures de rugosité sur les films YBaCuO sont effectuées sur une surface S de $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ par Microscopie à Force Atomique (MFA) et sont de type RMS.

$$(\text{Rugosité RMS})^2 = \frac{1}{S} \iint \{Z(x,y)^2 - \overline{Z(x,y)}^2\} dx dy$$

Z est la hauteur en un point du plan de coordonnées x, y

Effet de la température de dépôt sur le mode de croissance et la texture

Des conditions de dépôt identiques ont été utilisées pour tous les films étudiés. L'épaisseur des films est comprise entre 2700 et 3200 Å. La température du substrat lors du dépôt est le seul paramètre modifié. La texture des films et leur rugosité, uniforme sur $20 \times 20 \text{ mm}^2$, ont été étudiées en fonction de cette température.

La figure 9-5 représente l'influence de ce paramètre sur le taux de couverture des grains d'orientation $C_{//}$ et $C_{\perp 45}$. Au delà de 780°C , la proportion de grains $C_{\perp 45}$ augmente

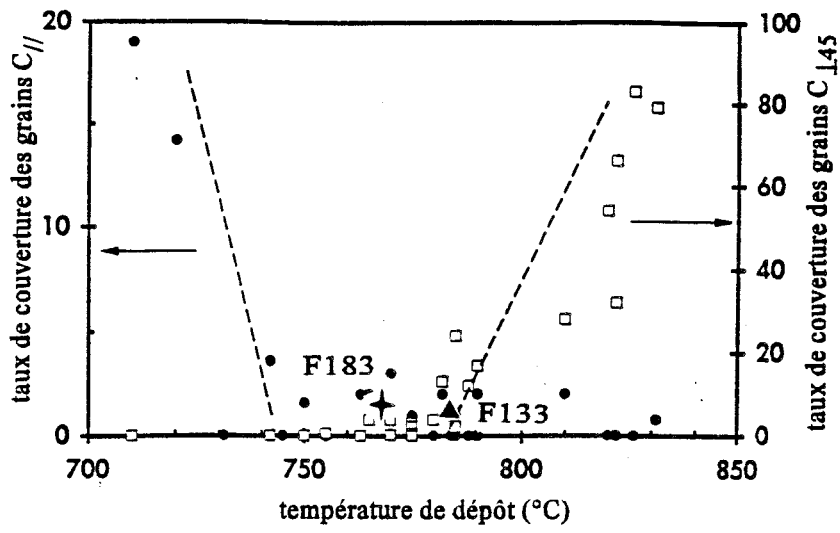


Figure 9-5

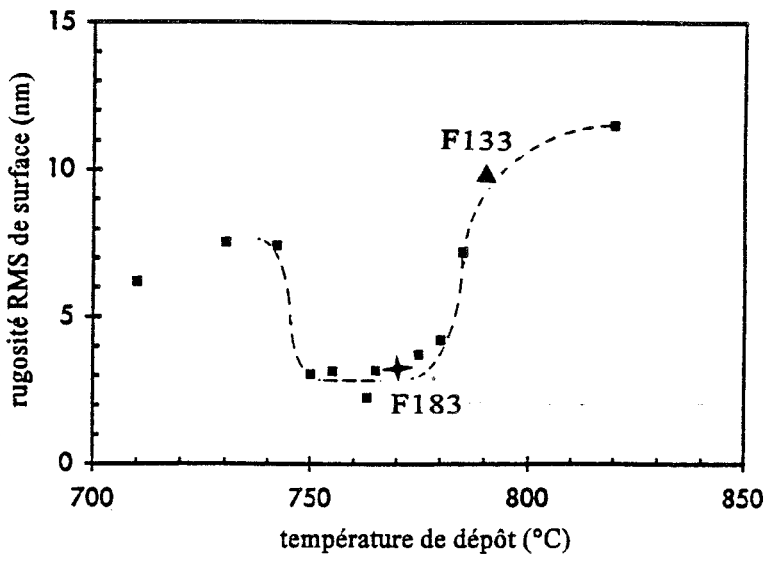


Figure 9-6

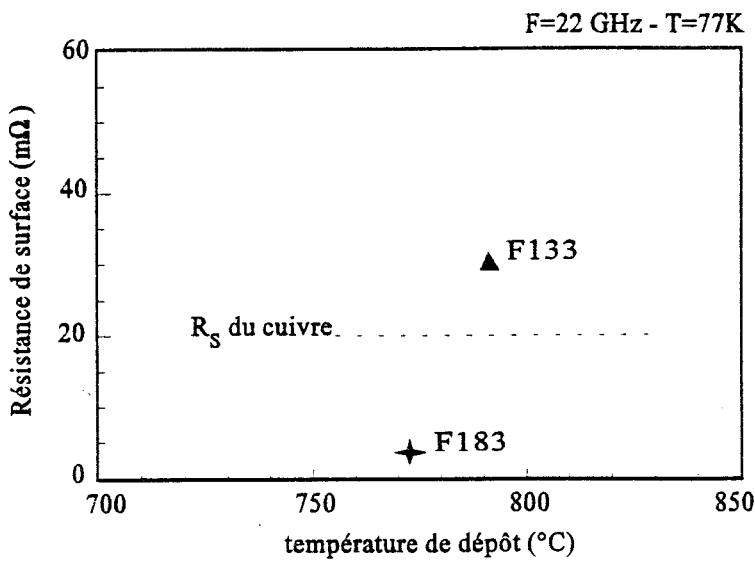


Figure 9-7

considérablement, alors que l'orientation $C_{//}$ devient importante en dessous de 730°C . Dans la fenêtre de 50°C comprise entre 730°C et 780°C , la texture est purement $C_{\perp 0}$.

Par ailleurs, la figure 9-6 présente les variations de la rugosité RMS des films en fonction de leur température de croissance dans la gamme [$710^{\circ}\text{C}, 820^{\circ}\text{C}$]. D'une manière générale, la rugosité augmente quand la température est hors de l'intervalle [$750^{\circ}\text{C}, 780^{\circ}\text{C}$] où la rugosité RMS est comprise entre 2.2 et 4.2 nm.

Parmi les films étudiés, les échantillons F133 et F183 ont été caractérisés en transmission.

La température de dépôt de F133 et de F183 était respectivement égale à 790 et 772°C . Nous avons indiqué la position de ces deux échantillons sur les figures 9-5 et 9-6. Nous remarquons que la température de dépôt de F183 est optimale aussi bien du point de vue de la texture que de la rugosité de surface. Par contre celle de F133 bien qu'elle soit correcte pour obtenir une texture $C_{\perp 0}$, est située dans la zone à forte rugosité.

Les mesures en hyperfréquences confirment la différence qui existe entre ces deux films. Sur la figure 9-8 nous pouvons comparer l'évolution de la partie réelle σ_1 de la conductivité en fonction de la température à 22 GHz pour les deux échantillons. Nous remarquons que

- pour $T > 90\text{K}$, la conductivité du film F183 est supérieure à celle de F133
- dans la transition supraconductrice ($T < 90\text{K}$), le pic de σ_1 est situé en plus hautes températures et il est moins large pour F183 que pour F133.

La figure 9-9 présente la résistance de surface des deux échantillons en fonction de la température. Nous observons une résistance de surface qui décroît plus rapidement et avec des valeurs plus faibles pour F183.

Sur la figure 9-7 nous avons reporté les deux valeurs de R_s dont nous disposons actuellement afin de déterminer la corrélation existant entre la température de dépôt et la résistance de surface des films YBaCuO. Des mesures systématiques sont nécessaires pour compléter cette figure et préciser, du point de vue hyperfréquence, les conditions optimales de fabrication de films supraconducteurs. Ces mesures nous aideraient aussi à comprendre si le pic de σ_1 est relié à la qualité du dépôt du film ou s'il a une autre origine.

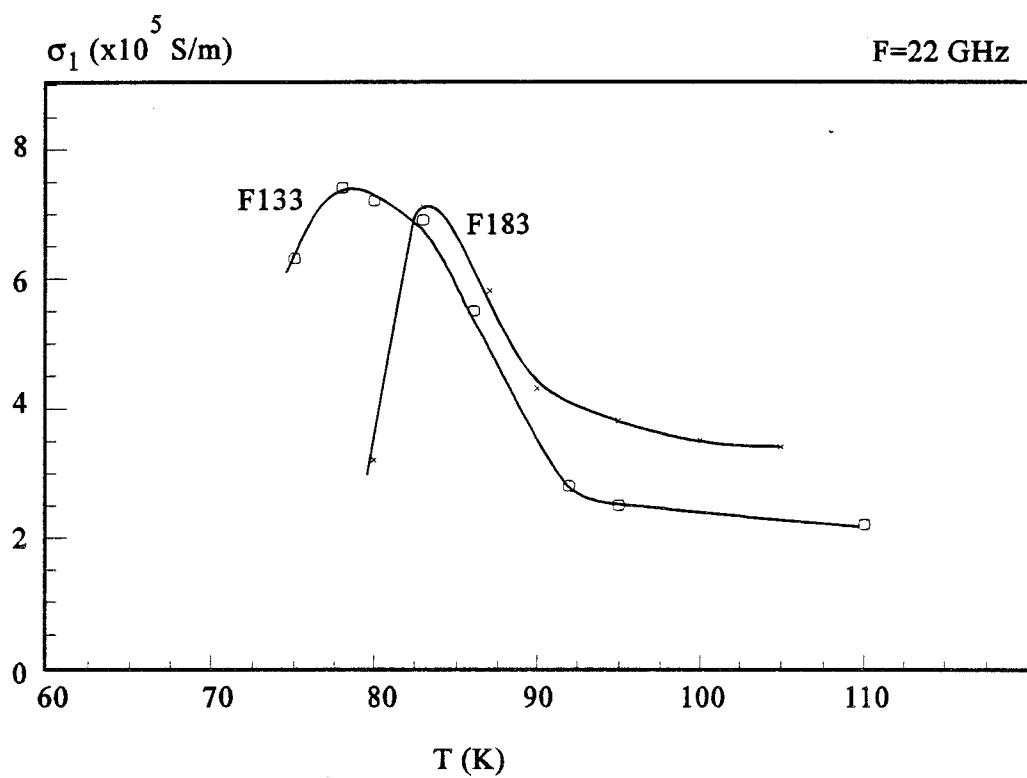


Figure 9-8

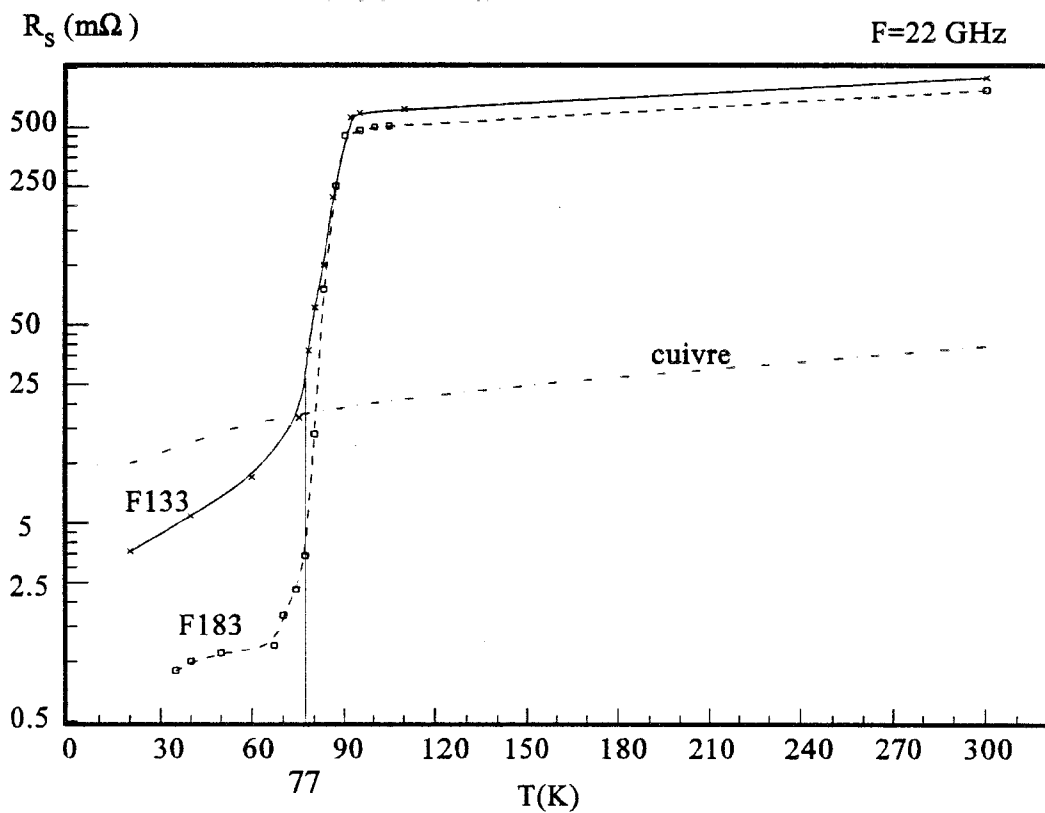
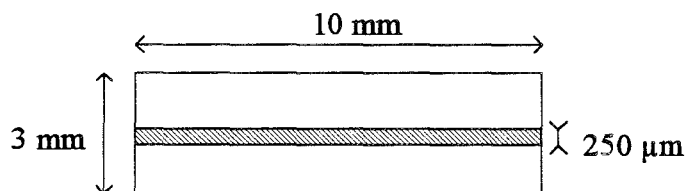


Figure 9-9

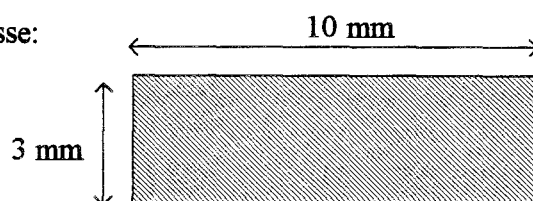
IX 2 - Etude appliquée: C.A.O. des composants hyperfréquences à base de films SHTC

Après avoir caractérisé l'échantillon F18361, nous y avons gravé un résonateur droit de caractéristiques ci-dessous:

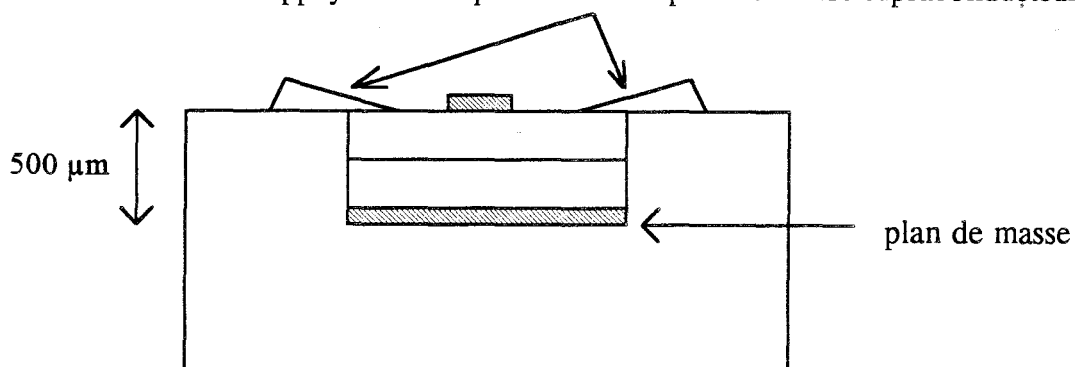
résonateur:



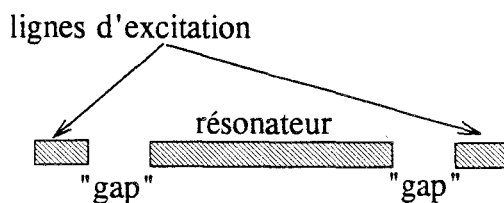
plan de masse:



le résonateur est appuyé mécaniquement sur le plan de masse supraconducteur



Il est couplé symétriquement et en série aux lignes d'excitation par des "gaps" d'environ 250 μm.



La gravure et la caractérisation de ce résonateur a été réalisé par D. Chauvel dans le cadre de sa thèse [7].

Nous avons tracé sur un même graphe (figure 9-10) le module du coefficient de transmission S_{21} du résonateur et celui du film non gravé en fonction de la température. Nous remarquons la même largeur de transition entre 86 et 70K. A noter que la résistance en continu s'annule à 86K.

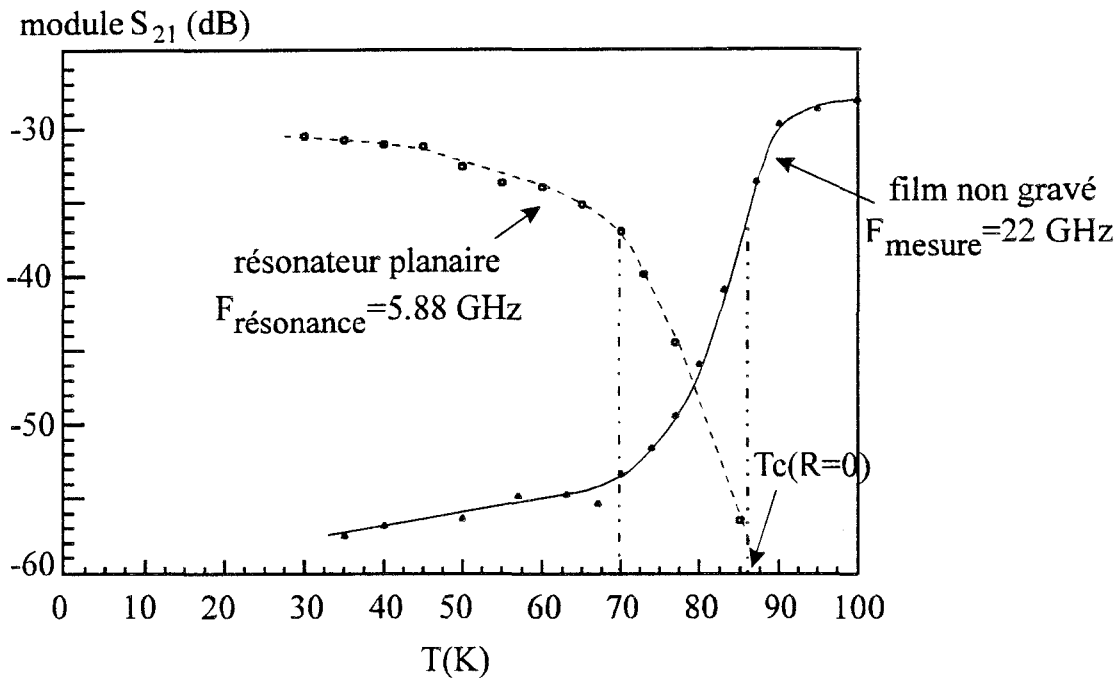


Figure 9-10

La figure 9-11 présente l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la température. Il existe deux phénomènes qui font varier cette fréquence en fonction de T :

- la contraction thermique du résonateur sur sa longueur. Elle peut être calculée si l'on connaît le coefficient d'expansion thermique (CET) du substrat.
- l'inductance cinétique du supraconducteur qui varie en fonction de la température.

La contraction thermique est un phénomène qui existe sur toute la gamme de température tandis que l'inductance cinétique, comme on voit sur la figure 9-11, a un effet dominant seulement pour les températures proches de T_c .

Pour avoir un résonateur à fréquence stabilisée, il faut se situer dans la zone de température où $X_{s\Box}$ n'évolue presque plus. De plus pour que le résonateur ait un coefficient de qualité Q élevé, il faut travailler dans la zone où la résistance de surface est faible. D'après les figures 9-10 et 9-11, dans les deux cas, il est préférable de travailler à des températures nettement plus basses que $T_c(R=0)$ c'est à dire en dessous de 70K.

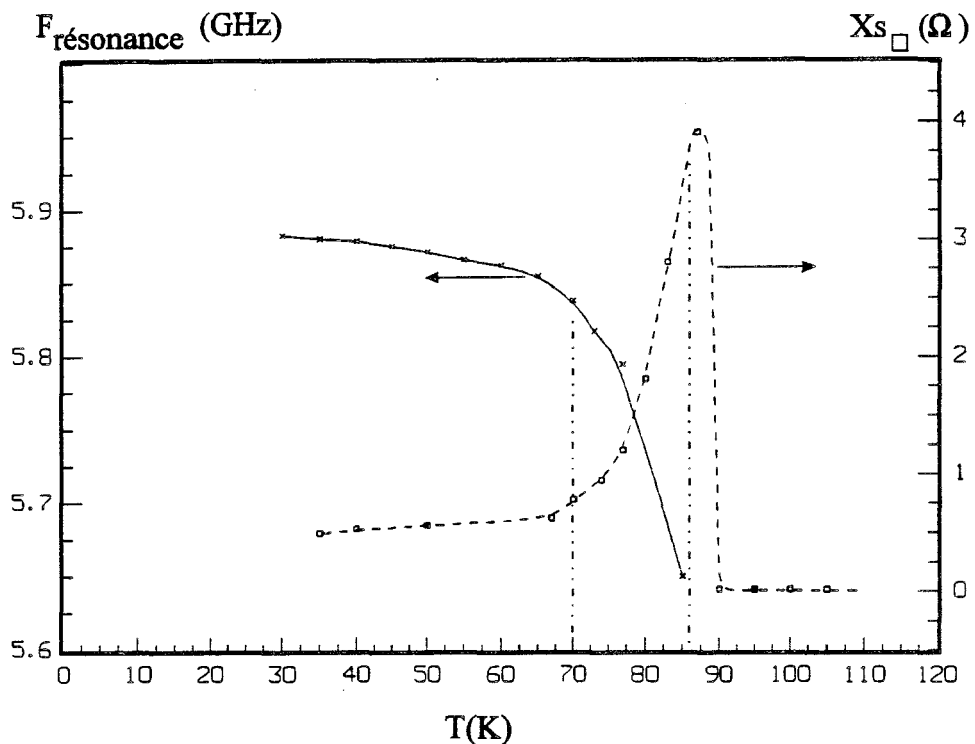


Figure 9-11 Fréquence de résonance du résonateur droit gravé sur F18361 et la réactance $X_{s\Box}$ du film non gravé à 22 GHz

La simulation numérique de ce résonateur a été effectuée en utilisant un logiciel créé au laboratoire par C.Delabie [8]. Ce logiciel est basé sur l'analyse dans le domaine spectral [9].

En première approximation, on suppose que des "gaps" de 250 μm sont suffisamment larges pour que la perturbation apportée au résonateur, par rapport à ce qu'il serait s'il était libre, reste très faible. Dans ce cas, la simulation peut être effectuée en régime libre. La structure théorique utilisée pour la simulation est présentée figure 9-12. La cellule métallique est complètement fermée pour tenir compte de la cavité constituée par la canne du cryostat.

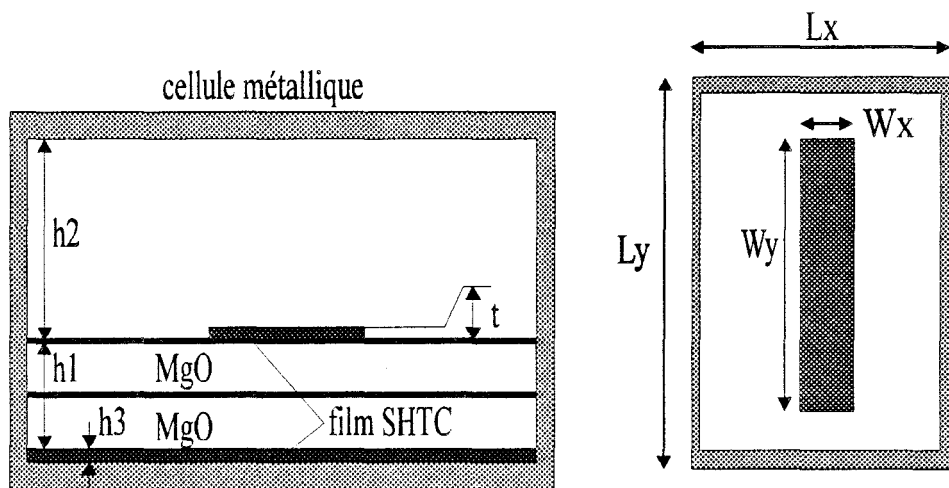


Figure 9-12 (figure aimablement communiquée par C.Delabie)

$h_1=500 \mu\text{m}$, $h_2=4 \text{ cm}$, $h_3=t=3000\text{\AA}$,
 $W_x=250 \mu\text{m}$, $W_y=1 \text{ cm}$, $L_x=0.5 \text{ cm}$, $L_y=2.1 \text{ cm}$

Des mesures préliminaires en cavité résonante [10], sur un substrat MgO de 500 μm ont donné $\text{tg}\delta$ égal à 10^{-4} à 300K et 25 GHz. C'est cette valeur qui a été utilisée dans la simulation.

Comme le film SHTC avait été caractérisé auparavant, sa conductivité complexe en fonction de la température était connue à 22 GHz. Pour se ramener à 6 GHz, nous avons utilisé le modèle à deux fluides pour déduire les valeurs de σ_1 et σ_2 . Dans ce modèle, σ_1 est invariant et σ_2 est inversement proportionnel à la fréquence. Les valeurs ainsi obtenues ont été utilisées dans la simulation du résonateur.

Les coefficients de qualité Q mesuré et simulé sont présentés en fonction de la température sur la figure 9-13.

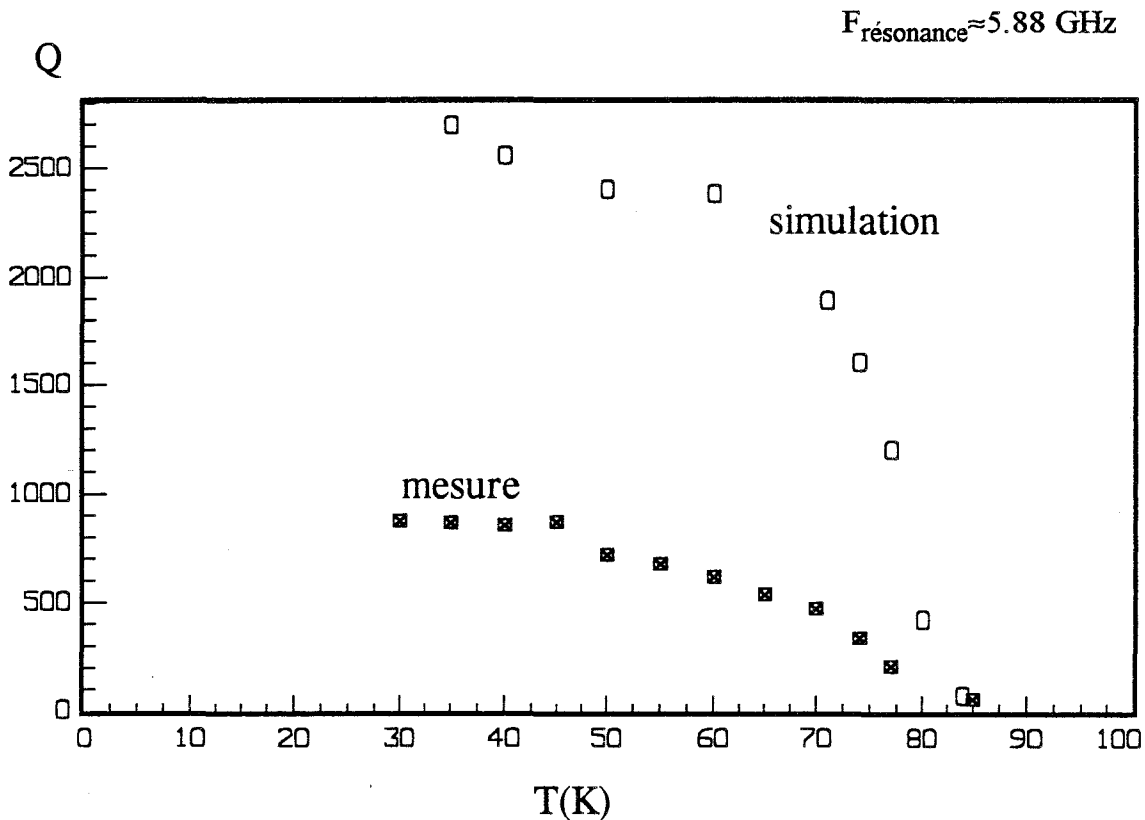


Figure 9-13

A 35K, il y a un rapport de 3.5 environ entre les deux coefficient Q. Cet écart peut être dû à 3 causes principales:

- 1- La valeur de $\text{tg}\delta$ de MgO est prise égale à 10^{-4} mais à cause de l'hydrophilie de ce matériau, ses pertes diélectriques peuvent augmenter après les processus de gravure.
- 2- Nous avons supposé qu'un "gap" de 250 μm est suffisant pour que les pertes par couplage soient négligeables. Mais une autre simulation qui tient compte de ces pertes, montre que ce n'est pas le cas. Cela a été étudié plus amplement dans la thèse de C.Delabie [8].

Connaissant la variation de la fréquence de résonance en fonction de la température, on peut déduire, par une méthode d'ajustage basée sur le modèle à deux fluides classique, la valeur de la profondeur de pénétration $\lambda_L(0)$. Pour ce résonateur, $\lambda_L(0)=6800 \text{ \AA}$, ce qui est en bon accord avec la valeur $6200 \pm 200 \text{ \AA}$ déterminée d'une façon indépendante en transmission.

On peut faire deux remarques à propos de la valeur de $\lambda_L(0)$:

i) Nous avons trouvé des valeurs supérieures à 6000 \AA pour $\lambda_L(0)$ et cela par deux méthodes indépendantes. Cette valeur nettement plus élevée que celle de 1500 \AA "intragrain" peut refléter les effets "intergrains" observés en ondes centimétriques.

ii) Une profondeur de pénétration si élevée diminue beaucoup le coefficient de qualité Q. Pour montrer cela nous avons effectué des simulations. Dans ces calculs nous avons annulé les pertes par rayonnement (structure complètement fermée) et les pertes par couplage (régime de résonance libre). Les pertes diélectriques sont supposées être faibles ($\text{tg}\delta=6.1 \times 10^{-6}$). En conséquence, il ne reste que les pertes du conducteur, en l'occurrence celle du film supraconducteur.

Nous avons alors étudié l'effet de la valeur de la profondeur de pénétration sur celle du coefficient de qualité du résonateur cité ci-dessus.

Nous prenons $T_c=91\text{K}$

$$\sigma_c = \sigma(T=T_c) = 5 \times 10^5 \text{ S/m}$$

$$\lambda_L(0) = 1500 \text{ ou } 6200 \text{ \AA}$$

En utilisant le modèle à deux fluides, nous pouvons calculer la conductivité complexe $\sigma_1 + j\sigma_2$ et à partir des programmes de simulation déduire le coefficient de qualité du résonateur:

T=40K et F=6 GHz		
$\lambda_L(0)$	$\sigma_1 + j \sigma_2$	Q
1500 \AA	$19000 - j 9 \times 10^8 \text{ S/m}$	890000
6200 \AA	$19000 - j 5.3 \times 10^7 \text{ S/m}$	5850

Nous remarquons une grande différence de valeur pour le coefficient Q suivant celle de la profondeur de pénétration.

Des études similaires à celles effectuées dans ce paragraphe mais sur d'autres films supraconducteurs sont nécessaires pour identifier les paramètres importants qui diminuent le coefficient de qualité d'un résonateur supraconducteur. Avec de telles études pluridisciplinaires (caractérisation de matériaux, conception assisté par ordinateur, réalisation et caractérisation de composants) nous pourrons d'une part mieux connaître les films SHTC et d'autre part optimiser les composants microondes réalisés avec ces films.

IX 3 - Etude théorique: compréhension du mécanisme de conduction dans les SHTC

Dans cette étude, nous avons plusieurs fois fait appel au modèle à deux fluides pour prévoir ou expliquer l'évolution des grandeurs électriques en fonction de la température. Il est légitime de se demander si les films SHTC sont conformes à ce modèle. Si cela est le cas, les parties réelle et imaginaire de la conductivité complexe doivent suivre les expressions:

$$\sigma_1 = \sigma_c \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \quad (9-1)$$

$$\sigma_2 = - \frac{1}{\omega \mu_0 \lambda_L(0)^2} \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right] \quad (9-2)$$

Pour vérifier ce modèle, nous avons pris le cas de l'échantillon F183 pour lequel, d'après les mesures

$T_c(K)^*$	$\sigma_c(\times 10^5 \text{ S/m})$	$\lambda_L(0)$	F(GHz)
90	4.3	6200	22

* T_c n'est pas pris égal à $T_c(R=0)$ mesuré en continu mais il correspond à la température à partir de laquelle la conductivité microonde est un nombre complexe.

Les paramètres et expressions ci-dessus ont été utilisés pour calculer σ_1 et σ_2 .

La figure 9-14 présente les évolutions de σ_1 en fonction de la température, l'une prévue par le modèle à deux fluides et l'autre mesurée. Nous pouvons noter que le pic de σ_1 n'existe pas dans le modèle à deux fluides classique. D'après ce modèle, pour $T < T_c$, σ_1 doit décroître rapidement avec la température.

σ_2 augmente en valeur absolue pour T décroissant et cela aussi bien dans le cas du modèle que celui des mesures. Cependant l'allure de cette évolution diffère d'un cas à l'autre (figure 9-15).

Nous pouvons nous demander qu'elles seraient les allures des courbes du module $\tau(T)$ et de la phase $\phi(T)$, si les propriétés électriques du matériau étaient conformes au modèle à deux fluides. Sur les figures 9-16 et 9-17, nous pouvons constater que dans ce cas la transition supraconductrice aurait dû être plus raide (comme dans le cas des anciens supraconducteurs [11]). L'écart entre les points mesurés et ceux déduits du modèle à deux fluides est nettement supérieur à l'incertitude de mesure. De façon générale, avec tous nos échantillons, les mesures en transmission que nous avons effectuées ne peuvent pas être ajustées à l'aide du modèle à deux fluides classique. En conséquence, à notre avis, le pic de σ_1 n'est pas un artefact de mesure.

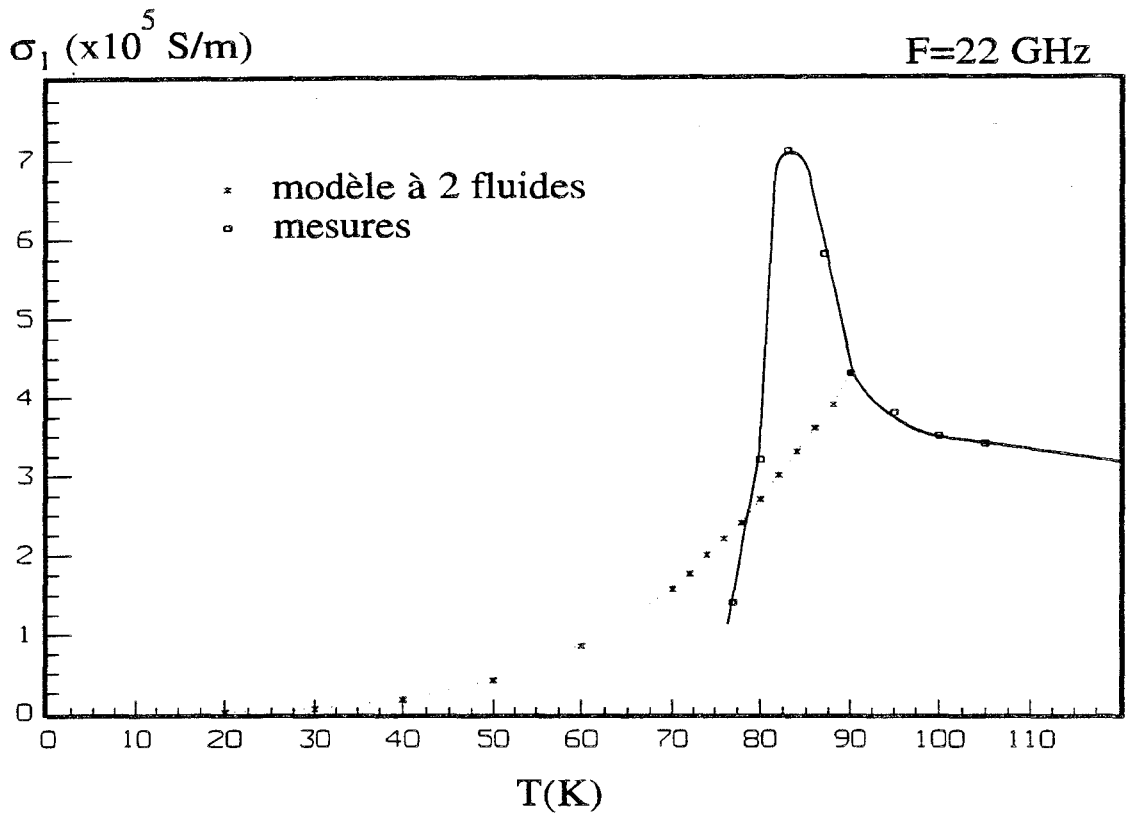


Figure 9-14

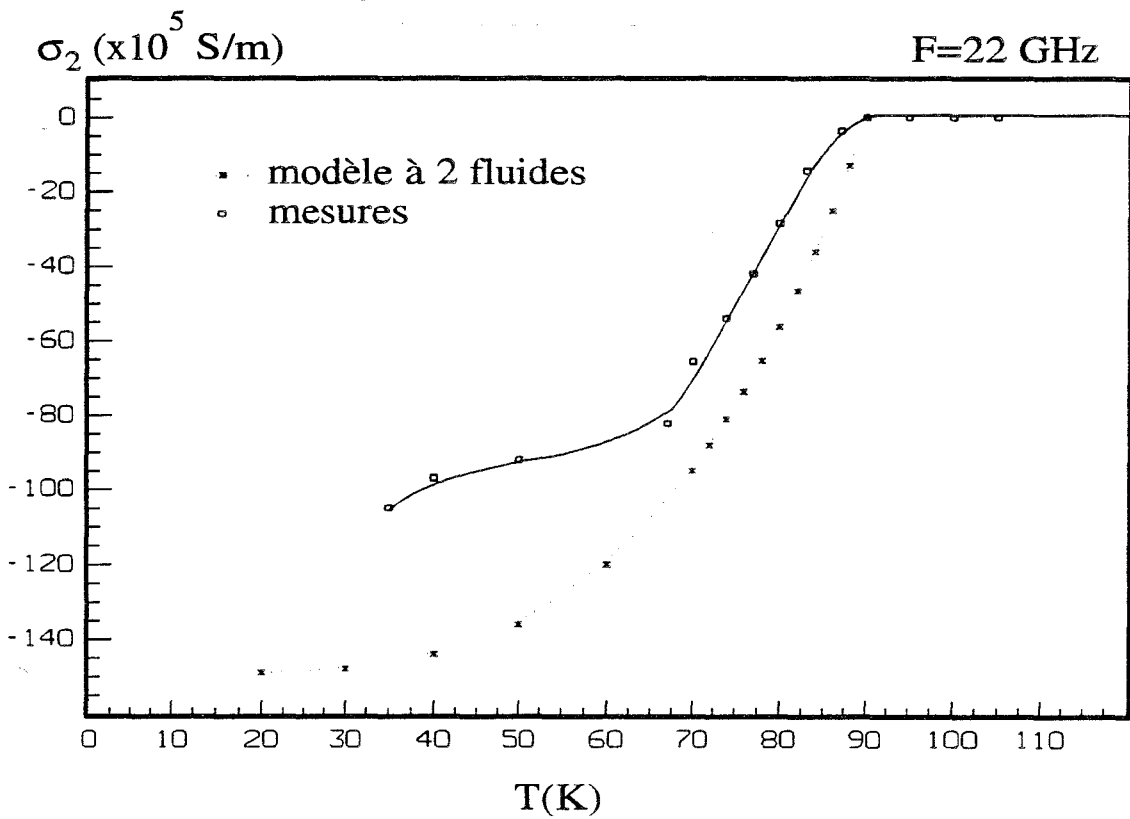


Figure 9-15

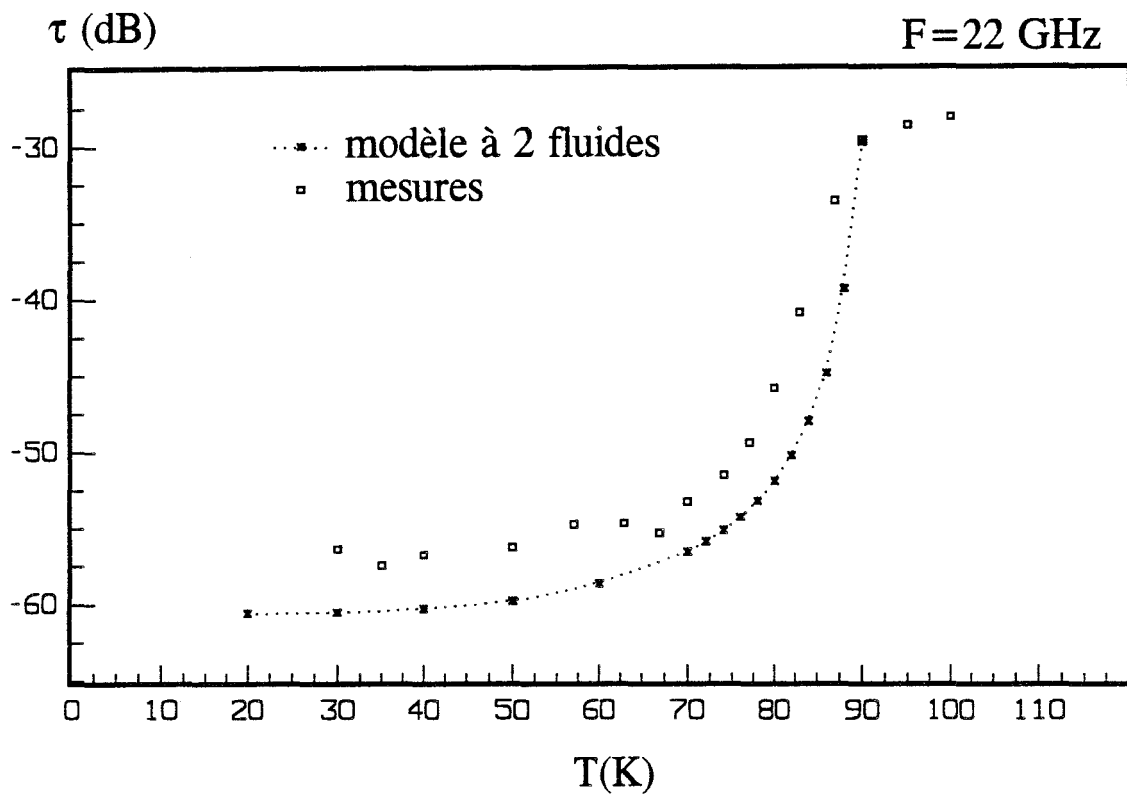


Figure 9-16

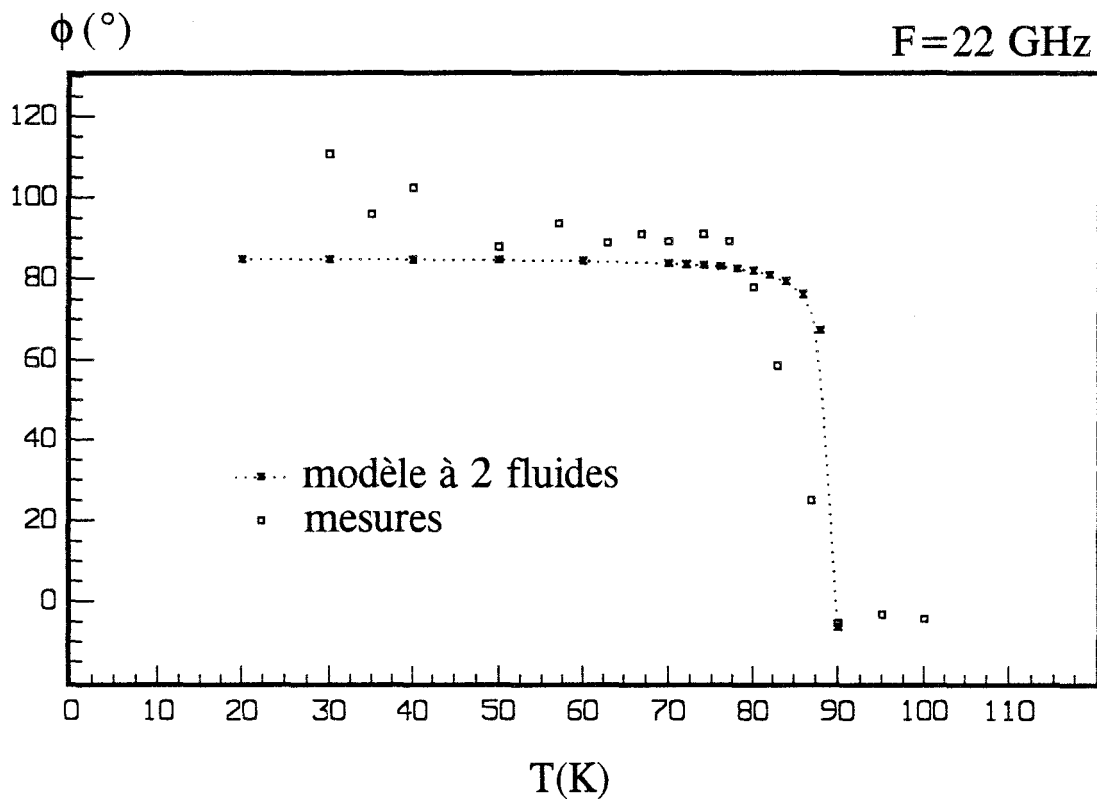


Figure 9-17

L'origine du pic de σ_1 est actuellement très controversée. On peut l'attribuer à un phénomène intrinsèque au supraconducteur prévu dans la théorie BCS et appelé "pic de cohérence" [12]. Ce pic peut aussi être dû à une augmentation rapide du libre parcours moyen l , ou du temps de relaxation τ , lorsque T décroît pour $T < T_c$. Si cela est vrai, aussi bien le modèle à deux fluides [13] que la théorie BCS [14] peuvent être modifiés et interpréter ainsi les résultats expérimentaux. Il faut signaler que d'autres auteurs expliquent ce phénomène par des effets extrinsèques au matériau supraconducteur. Ces effets briseraient les paires de Cooper au voisinage de T_c : par exemple des fluctuations thermiques [15], une distribution de température critique suivant les grains... Enfin rien n'empêche de penser que des effets intrinsèques et extrinsèques coexistent [16].

Beaucoup d'études théoriques et expérimentales sont encore nécessaires pour préciser ce phénomène et pour qu'un consensus se dégage progressivement. Ce que l'on peut affirmer est que la version classique du modèle à deux fluides ne prévoit pas d'une façon satisfaisante l'évolution de la conductivité complexe en fonction de la température.

-
- [1] S.S.Laderman, R.C.Taber, R.D.Jacowitz, J.L.Moll, C.B.Eom, T.L.Hylton, Phys. Rev. B, V.43, n°4, pp. 2922-2933, 1991.
- [2] M.Schieber, Y.Ariel, Appl. Phys. Lett., V.61, n°8, pp.970-972, 1992.
- [3] D.Keller, A.Gervais, D.Chambonnet, C.Belouet, C.Audry, actes des 3^{èmes} Journées SEE d'Etudes Supraconducteurs à Haute Température Critique, Caen, Novembre 1993. A paraître dans le numéro spécial du Journal de Physique III de l'année 1994.
- [4] D.Keller, Thèse, Paris VI (à paraître en 1994).
- [5] D.Chambonnet, C.Fages, C.Belouet, H.Moriceau, M.Schwerdtfeger, J.C.Villégier, D.Keller, Journal of Alloys and compounds, V.195, pp 243, 1993.
- [6] U.Jacob, J.Vancea, H.Hoffmann, Phys. Rev. B, V.41, n°17, pp. 11852-11857, 1990.
- [7] D.Chauvel, Thèse de l'Université de Lille I, Novembre 1993.
- [8] C.Delabie, Thèse de l'Université de Lille I, A paraître septembre 1994.
- [9] T.Itoh, IEEE MTT, V.22, n°11, pp. 946-952, 1974.
- [10] P.Lepercq, Thèse de l'Université de Lille I, A paraître 1995.
- [11] R.V.D'Aiello, S.J.Freedman, Journ. of Appl. Phys., V. 40, pp. 2156-2160, 1969.
- [12] O.Klein, K.Holczer, G.Grüner, G.A.Emelchenko, J. Phys. I, V.2, pp.517-522, 1992.
- [13] F.Gao, J.W.Kruse, C.E.Platt, M.Feng, M.V.Klein, Appl. Phys. Lett., V.63, pp.2274-2276, 1993.
- [14] N.E.Glass, W.F.Hall, Phys. Rev. B, V. 44, pp. 4495-4502, 1991.
- [15] M.L.Horbach, W. van Saarloos, Phys. Rev. B, V. 46, pp. 432-436, 1992.
- [16] Dawei Zhang, D.V.Plant, H.R.Fetterman, N.E.Glass, J.T.Cheung, P.H.Kobrin, Appl. Phys. Lett., V. 62, pp. 1298-1300, 1993.

CONCLUSION

CONCLUSION

Nous avons mis au point une méthode de caractérisation non destructive de films minces Supraconducteurs à Haute Température Critique (SHTC) entre 18 et 26.5 GHz et pour des températures comprises entre 300 et 30 . Avec cette méthode, pour déterminer la conductivité complexe $\sigma^ = \sigma_1 + j\sigma_2$ de ces matériaux, nous mesurons le module et la phase de l'onde transmise à travers l'échantillon.*

La cellule de mesure est constituée de deux transitions de type guide rectangulaire-coaxial. L'échantillon est inséré entre les brides des transitions et entouré d'une feuille d'indium afin d'assurer la continuité du courant électrique. Le substrat sur lequel le film est déposé doit être découpé en 13 x 7 mm² mais son épaisseur peut être quelconque. L'épaisseur du film ne doit pas dépasser 3000 Å pour rester dans les limites de la sensibilité des appareils.

Nous avons étudié le comportement électrique des éléments hyperfréquences qui sont refroidis lors des mesures et avons montré que pour ces mesures il est nécessaire d'effectuer un calibrage très précis (calibrage TRL) en fonction de la température. Ces calibrages préliminaires font que cette méthode n'est pas adaptée à des caractérisations de routine.

Comme la conductivité des supraconducteurs est très élevée en basses températures, l'atténuation de l'onde peut atteindre des valeurs inférieures à -60 dB. Cela nous a conduit à étudier la sensibilité des appareils de mesure. Dans notre configuration, l'analyseur de réseaux HP8510B a une limite de sensibilité d'environ -80 dB. Cela implique que les grandeurs auxquelles nous nous intéressons sont détectables.

Pour étudier la précision de la méthode, nous avons modélisé les erreurs de différentes natures: erreurs systématiques, erreurs aléatoires et erreurs de dérive thermique. Ainsi, la précision de mesure du module et de la phase du coefficient de transmission a été déterminée en fonction de l'atténuation de l'onde.

Les résultats de caractérisation de trois films YBaCuO déposés sur des substrats de MgO sont présentés dans ce mémoire. A partir des mesures, il est possible de déterminer la partie imaginaire de la conductivité σ_2 , la partie imaginaire de l'impédance de surface X_s et la profondeur de pénétration λ avec une précision meilleure que 10%. La méthode de transmission permet aussi de mesurer, avec une moindre précision, la conductivité réelle σ_1 et la résistance de surface R_s , et cela dans la zone de température où σ_1 est supérieure ou du même ordre de grandeur que σ_2 . L'imprécision sur σ_1 et R_s peut atteindre des valeurs supérieures à 50%. Dans la zone de transition supraconductrice, nous avons mis en évidence le passage de la conductivité réelle σ_1 par une valeur maximale. Ce pic a une origine actuellement controversée. En basses températures, pour des conductivités où $\sigma_2 \gg \sigma_1$, cette méthode ne peut pas fournir d'information sur σ_1 et R_s car à ces températures, il n'est

pas possible de mesurer une variation de phase inférieure au degré. Nous avons remarqué que pour tous les échantillons, vers 30K, le module du coefficient de transmission sature vers -60 dB. Une fuite de puissance autour de l'échantillon n'est pas à écarter.

Après avoir décrit la méthode de caractérisation, nous avons discuté des applications potentielles de la mesure de la conductivité complexe.

Tout d'abord, nous avons vu qu'il est possible de trouver des corrélations entre les propriétés physiques, cristallographiques et hyperfréquences des films SHTC. Par exemple, pour les deux films déposés à deux températures différentes, il y a une corrélation directe entre la rugosité de leur surface et la valeur de leur résistance de surface à 22 GHz.

Nous avons montré aussi que les valeurs mesurées de la conductivité complexe peuvent être introduites dans des logiciels de simulation, pour effectuer la CAO des composants fabriqués à base de films SHTC. Dans une étude préliminaire que nous avons menée, le film caractérisé en transmission est gravé sous forme d'un résonateur. Nous avons comparé les coefficients de qualité mesurés de ce dernier avec ceux du résonateur simulé et obtenu un accord satisfaisant.

Enfin, comme cette méthode n'est basée sur aucun modèle théorique préétabli sur les supraconducteurs, elle peut fournir des informations intéressantes pour comprendre les mécanismes de la conduction électrique dans ces matériaux. D'après les mesures en transmission, la conductivité des films SHTC ne suit pas la loi d'évolution en fonction de la température prévue par le modèle à deux fluides classique.

Les perspectives de prolongement de ce travail résident dans les deux directions suivantes:

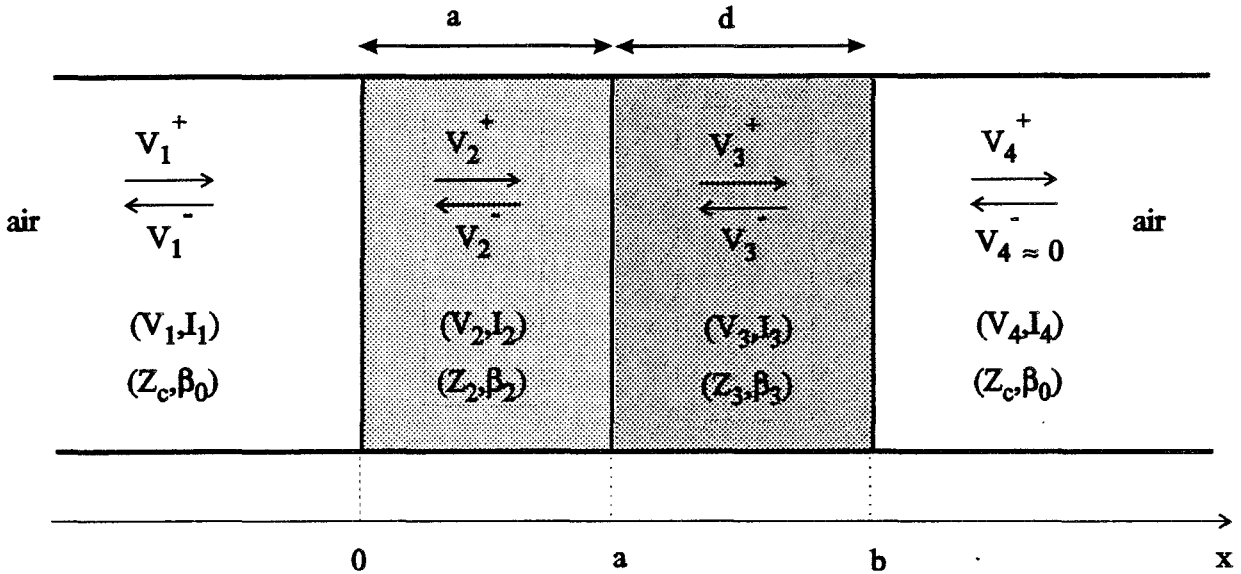
- Pour rendre cette méthode de caractérisation plus souple et rapide, nous envisageons d'utiliser un cryogénérateur. Dans le montage en cours d'étude, les seuls éléments refroidis sont des guides en inox. Ainsi nous espérons réduire les problèmes liés au gradient thermique et surtout à la durée des mesures.

- Pour mieux comprendre le comportement électrique des films SHTC, nous envisageons de mettre au point une seconde cellule fonctionnant entre 26 et 40 GHz. Cela nous permettra d'avoir accès aux grandeurs électriques sur une bande de fréquences plus large (18-40 GHz). Nous étudions aussi la possibilité d'effectuer les mesures en transmission en fonction d'un champ magnétique statique. L'influence de ce dernier sur les grandeurs électriques peut fournir des informations supplémentaires sur le mécanisme de la supraconductivité dans les films.

ANNEXES

**ANNEXE 1: Calcul de l'expression du coefficient de transmission
en fonction de la conductivité complexe**

Les calculs ont été effectués par J.C.Carru à l'aide du formalisme des lignes de transmission.



V_i et I_i sont la tension et le courant dans le milieu i .

V_i^+ est la tension qui se propage dans le sens des x croissants, dans le milieu i .

V_i^- est la tension qui se propage dans le sens des x décroissants, dans le milieu i .

Z_c , Z_2 et Z_3 sont les impédances d'onde respectivement dans l'air et dans les milieux 2 et 3.

β_0 , β_2 et β_3 sont les constantes de phase respectivement dans l'air et dans les milieux 2 et 3.

D'après le formalisme des lignes de transmission,

pour $x \leq 0$,

$$V_1 = V_1^+ \cdot e^{-j\beta_0 x} + V_1^- \cdot e^{+j\beta_0 x} \quad (1)$$

$$I_1 = \frac{1}{Z_c} (V_1^+ \cdot e^{-j\beta_0 x} - V_1^- \cdot e^{+j\beta_0 x})$$

pour $0 \leq x \leq a$,

$$V_2 = V_2^+ \cdot e^{-j\beta_2 x} + V_2^- \cdot e^{+j\beta_2 x} \quad (2)$$

$$I_2 = \frac{1}{Z_2} (V_2^+ \cdot e^{-j\beta_2 x} - V_2^- \cdot e^{+j\beta_2 x})$$

pour $a \leq x \leq b$,

$$V_3 = V_3^+ \cdot e^{-j\beta_3(x-a)} + V_3^- \cdot e^{+j\beta_3(x-a)} \quad (3)$$

$$I_3 = \frac{1}{Z_3} (V_3^+ \cdot e^{-j\beta_3(x-a)} - V_3^- \cdot e^{+j\beta_3(x-a)})$$

pour $b \leq x$,
$$V_4 = V_4^+ \cdot e^{-j\beta_0(x-b)} \tag{4}$$

$$I_4 = \frac{1}{Z_c} \cdot V_4^+ \cdot e^{-j\beta_0(x-b)}$$

Les conditions aux limites:

en $x = 0$, $V_1(0) = V_2(0)$ et $I_1(0) = I_2(0)$ (C1)

en $x = a$, $V_2(a) = V_3(a)$ et $I_2(a) = I_3(a)$ (C2)

en $x = b$, $V_3(b) = V_4(b)$ et $I_3(b) = I_4(b)$ (C3)

Les coefficients de réflexion:

en $x = 0$,
$$\rho_1 = \frac{Z_2 - Z_c}{Z_2 + Z_c}$$

en $x = a$,
$$\rho_2 = \frac{Z_3 - Z_2}{Z_3 + Z_2}$$

en $x = b$,
$$\rho_3 = \frac{Z_c - Z_3}{Z_c + Z_3}$$

Les coefficients de transmission:

pour $0 < x < a$ $t_2 = e^{-j\beta_2 a}$

pour $a < x < b$ $t_3 = e^{-j\beta_3 d}$

D'après les relations (1), (2) et (C1)

$$V_1^+ + V_1^- = V_2^+ + V_2^-$$

$$\frac{1}{Z_c}(V_1^+ - V_1^-) = \frac{1}{Z_2}(V_2^+ - V_2^-)$$

si on ajoute ces deux équations membre à membre, nous obtenons:

$$2 \cdot V_1^+ = \left(1 + \frac{Z_c}{Z_2}\right) \cdot V_2^+ + \left(1 - \frac{Z_c}{Z_2}\right) \cdot V_2^-$$

d'où

$$V_1^+ = \left(\frac{1}{1+\rho_1} \right) \cdot V_2^+ + \left(\frac{\rho_1}{1+\rho_1} \right) \cdot V_2^- \quad (5)$$

D'après (2), (3) et (C2)

$$V_2^+ \cdot t_2 + V_2^- \cdot \frac{1}{t_2} = V_3^+ + V_3^-$$

$$\frac{1}{Z_2} (V_2^+ \cdot t_2 - V_2^- \cdot \frac{1}{t_2}) = \frac{1}{Z_3} (V_3^+ - V_3^-)$$

de la même façon nous déduisons:

$$V_2^+ = \frac{1}{t_2} \left[\left(\frac{1}{1+\rho_2} \right) V_3^+ + \left(\frac{\rho_2}{1+\rho_2} \right) V_3^- \right]$$

et (6)

$$V_2^- = t_2 \left[\left(\frac{\rho_2}{1+\rho_2} \right) V_3^+ + \left(\frac{1}{1+\rho_2} \right) V_3^- \right]$$

D'après (3), (4) et (C3)

$$V_3^+ \cdot t_3 + V_3^- \cdot \frac{1}{t_3} = V_4^+$$

$$\frac{1}{Z_3} (V_3^+ \cdot t_3 - V_3^- \cdot \frac{1}{t_3}) = \frac{1}{Z_c} V_4^+$$

de la même façon nous déduisons:

$$V_3^+ = \frac{1}{t_3} \cdot V_4^+ \left(\frac{1}{1+\rho_3} \right)$$

et (7)

$$V_3^- = t_3 \cdot V_4^+ \left(\frac{\rho_3}{1+\rho_3} \right)$$

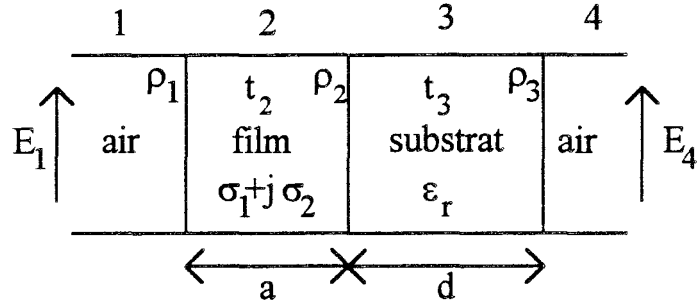
avec les relations (5), (6) et (7), nous calculons V_1^+ en fonction de V_4^+ :

$$V_1^+ = \left(\frac{1}{1+\rho_1} \right) \cdot \frac{1}{t_2} \cdot \left\{ \left(\frac{1}{1+\rho_2} \right) \cdot \frac{1}{t_3} \cdot \left(\frac{1}{1+\rho_3} \right) \cdot V_4^+ + \left(\frac{\rho_2}{1+\rho_2} \right) \cdot t_3 \cdot \left(\frac{\rho_3}{1+\rho_3} \right) \cdot V_4^+ \right\} +$$

$$\left(\frac{\rho_1}{1+\rho_1} \right) \cdot t_2 \cdot \left\{ \left(\frac{\rho_2}{1+\rho_2} \right) \cdot \frac{1}{t_3} \cdot \left(\frac{1}{1+\rho_3} \right) \cdot V_4^+ + \left(\frac{1}{1+\rho_2} \right) \cdot t_3 \cdot \left(\frac{\rho_3}{1+\rho_3} \right) \cdot V_4^+ \right\}$$

$$V_1^+ = V_4^+ \cdot \left(\frac{1}{1+\rho_1}\right) \cdot \left(\frac{1}{1+\rho_2}\right) \cdot \left(\frac{1}{1+\rho_3}\right) \cdot \frac{1}{t_2 t_3} \cdot [1 + t_3^2 \cdot \rho_2 \cdot \rho_3 + \rho_1 \cdot t_2^2 \cdot (\rho_2 + t_3^2 \cdot \rho_3)]$$

Nous avons donc l'expression de S_{21} en fonction des coefficients de réflexion aux différentes interfaces et des coefficients de transmission dans les milieux 2 et 3. S_{21} est aussi le rapport du champ électrique transmis E_4 au champ incident E_1 .



$$S_{21} = \frac{V_4^+}{V_1^+} = \frac{E_4}{E_1} = \frac{(1+\rho_1)(1+\rho_2)(1+\rho_3)t_2 t_3}{1 + \rho_1 \rho_2 t_2^2 + \rho_3 t_3^2 (\rho_2 + \rho_1 t_2^2)} \quad (8)$$

Le milieu 2 est constitué du film supraconducteur d'épaisseur "a" ayant une conductivité complexe:

$$\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$$

que nous pouvons relier à une permittivité complexe par la relation:

$$\epsilon_r^* = -j\sigma^*/\omega\epsilon_0 \quad \text{par hypothèse, } \mu_r = 1$$

et le milieu 3 est le substrat d'épaisseur "d" caractérisé par sa constante diélectrique:

$$\epsilon_r \quad \text{pour les substrats utilisés, } \text{tg } \delta \approx 0$$

On suppose que seul le mode TE_{10} se propage.

Les impédances d'onde des différents milieux sont donc:

$$Z_c = \frac{120\pi}{\sqrt{1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}$$

$$Z_2 = Z_{\text{sup ra}} = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_r^* - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}} \approx \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_r^*}}$$

$$Z_3 = Z_{\text{diélectrique}} = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_r - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}$$

et les constantes de phase des milieux 2 et 3 sont:

$$\beta_2 = \beta_{\text{supra}} = \frac{2\pi}{v} \sqrt{\epsilon_r^* F^2 - F_c^2} \approx \frac{2\pi F}{v} \sqrt{\epsilon_r^*}$$

$$\beta_3 = \beta_{\text{diélectrique}} = \frac{2\pi}{v} \sqrt{\epsilon_r F^2 - F_c^2}$$

avec:

$$F = \frac{\omega}{2\pi} = \text{fréquence de mesure}$$

$$F_c = \text{fréquence de coupure du mode TE}_{10} \\ = 14.047 \text{ GHz, dans la bande K}$$

$$v = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$$

Nous pouvons donc donner les expressions des ρ_i et des t_i en fonction des caractéristiques des différents milieux:

$$\rho_1 = \frac{\sqrt{1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2} - \sqrt{\epsilon_r^*}}{\sqrt{1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2} + \sqrt{\epsilon_r^*}}$$

$$\text{avec } \sqrt{\epsilon_r^*} = \sqrt{\frac{-j\sigma^*}{\omega\epsilon_0}} = \frac{1}{\sqrt{2\omega\epsilon_0}} \left[\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} + \sigma_2} - j\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_2} \right] = \frac{1}{\sqrt{2\omega\epsilon_0}} (\gamma - j\eta)$$

$$\text{en posant } A = 1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2$$

$$\rho_1 = \frac{\sqrt{2\omega\epsilon_0 A - \gamma + j\eta}}{\sqrt{2\omega\epsilon_0 A + \gamma - j\eta}}$$

$$\rho_2 = \frac{\sqrt{\epsilon_r^*} - \sqrt{\epsilon_r - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}{\sqrt{\epsilon_r^*} + \sqrt{\epsilon_r - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}$$

en posant $B = \left(\frac{F_c}{F}\right)^2$

$$\rho_2 = \frac{\gamma - j\eta - \sqrt{2\omega\epsilon_0(\epsilon_r - B)}}{\gamma - j\eta + \sqrt{2\omega\epsilon_0(\epsilon_r - B)}}$$

$$\rho_3 = \frac{\sqrt{\epsilon_r - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2} - \sqrt{1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}{\sqrt{\epsilon_r - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2} + \sqrt{1 - \left(\frac{F_c}{F}\right)^2}}$$

$$\rho_3 = \frac{\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}}{\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A}}$$

$$t_2 = \exp\left(-j\frac{2\pi F}{v} a\sqrt{\epsilon_r^*}\right) = \exp\left(-ja\sqrt{\frac{\omega\mu_0}{2}}(\gamma - j\eta)\right)$$

$$t_3 = \exp\left(-j\frac{2\pi}{v} d\sqrt{\epsilon_r F^2 - F_c^2}\right)$$

Expression générale du coefficient de transmission S_{21}^*

Nous remplaçons dans la relation (8), les ρ_i par leur expression et nous déduisons:

$$S_{21}^* = \frac{8\sqrt{2\omega\epsilon_0 A(\epsilon_r - B)} \cdot t_2 \cdot t_3}{\left\{ \begin{aligned} &\sqrt{2\omega\epsilon_0} \cdot (1 + t_2^2) \cdot \left[(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A})^2 - (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A})^2 t_3^2 \right] \\ &+ (\gamma - j\eta) \cdot (1 - t_2^2) \cdot \left[(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A}) + (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}) t_3^2 \right] \end{aligned} \right\}} \quad (9)$$

avec:

$$A = 1 - (F_c / F)^2 \quad B = (F_c / F)^2$$

$$F = \frac{\omega}{2\pi} = \text{fréquence de mesure} \quad F_c = \text{fréquence de coupure du mode TE}_{10}$$

$$\epsilon_r = \text{permittivité du substrat} \quad \epsilon_0 = \text{permittivité du vide}$$

$$\gamma - j\eta = \sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} + \sigma_2} - j\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_2}$$

pour aboutir à cette expression, nous avons négligé

$$\omega\epsilon_0 \quad \text{devant} \quad \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}, \text{ ce qui est justifié car à 20 GHz } \omega\epsilon_0 \approx 1$$

En utilisant un nombre important de variables intermédiaires, nous séparons les parties réelle et imaginaire du numérateur et du dénominateur et le calcul aboutit aux expressions du module et de la phase de S_{21} . Nous donnons le programme correspondant en Turbo Pascal.

```

uses crt;
const
  Fc=14.047e9;
  F=22e9;
  epsilon=9.7;d=250e-6;
  e=3000e-10;
  c=3e8;
  mu=4*PI*1E-7;
  eps0=1/(36*pi*1E9);
  max=8;
var
  indic:integer;
  u,v,k0,a,FFc,b,coeff:real;
  alpha,beta:real;
  x1,x2,y1,y2,x11,x22,y11,y22:real;
  t1,t2,t3,t4,t5,t6,t7,t8,t9,t10,t11,t12:real;
  term1,term2,term3,term4:real;
  num,denom:real;
  modS21,phS21:real;
  sig1,sig2:real;
begin
  clrscr;
  indic:=1;
  while indic<=max do begin

    write('sigma1 (*1e5 S/m) = ');readln(sig1);sig1:=sig1*1E5;
    write('sigma2 (*1E7 S/m) = -');readln(sig2);sig2:=-sig2*1E7;

    u:=e*sqrt(2*2*pi*F*mu);
    v:=sqrt(2*2*pi*F*eps0);
    k0:=(2*pi/c)*sqrt(epsilon*sqr(F)-sqr(Fc));
    FFc:=sqr(Fc/F);
    a:=sqrt(1-FFc)+sqrt(epsilon-FFc);
    b:=sqrt(epsilon-FFc)-sqrt(1-FFc);
    coeff:=8*sqrt(2*2*pi*F*eps0*(1-FFc)*(epsilon-FFc));
    x2:=cos(k0*d);
    y2:=-sin(k0*d);
    x22:=sqr(x2)-sqr(y2);
    y22:=2*x2*y2;
    alpha:=sqrt(sqrt(sqr(sig1)+sqr(sig2))+sig2);
    beta:=sqrt(sqrt(sqr(sig1)+sqr(sig2))-sig2);
    x1:=exp(-u*beta/2)*cos(u*alpha/2);
    y1:=-exp(-u*beta/2)*sin(u*alpha/2);
    x11:=sqr(x1)-sqr(y1);
    y11:=2*x1*y1;
  end

```

```

t1:=1+x11;
t2:=sqr(a) - (sqr(b)*x22);
t3:=-sqr(b)*y22;
t4:=1-x11;
t5:=a+(b*x22);
t6:=b*y22;
t7:=t1*t2-y11*t3;
t8:=y11*t2+t1*t3;
t9:=alpha*t4-beta*y11;
t10:=beta*t4+alpha*y11;
t11:=t9*t5+t10*t6;
t12:=t9*t6-t5*t10;
term1:=x1*x2-y1*y2;
term2:=y1*x2+x1*y2;
term3:=v*t7+t11;
term4:=v*t8+t12;
phS21:=ArcTan(term2/term1)-ArcTan(term4/term3);
phS21:=phS21*180/pi;

num:=sqrt(sqr(term1)+sqr(term2));
denom:=sqrt(sqr(term3)+sqr(term4));

modS21:=coeff*(num/denom);
modS21:=20*Ln(modS21)/Ln(10);

writeln;writeln;
writeln('          MODULE (dB) = ',modS21);
writeln('          PHASE (°) = ',phS21);
writeln('          PHASE (°)+180° = ',phS21+180);

indic:=indic+1;

end;{while}
readln;

end.

```

Cas où l'épaisseur du film "a" est faible par rapport à la profondeur de pénétration λ

nous pouvons poser

$$t_2 = \exp(-j \frac{a}{\lambda}) \quad \text{avec} \quad \lambda = \sqrt{\frac{2}{\omega \mu_0} \frac{1}{\gamma - j\eta}}$$

$$|\lambda| = \sqrt{\frac{2}{\omega \mu_0} \frac{1}{\sqrt{\gamma^2 + \eta^2}}} = \frac{1}{\sqrt{\omega \mu_0 \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}}}$$

si $a \ll \lambda$, en première approximation, t_2 s'écrit:

$$t_2 \approx 1 - j \frac{a}{\lambda}$$

Nous remplaçons dans la relation (8), ρ_i et t_i par leurs expressions et nous déduisons l'expression du coefficient S_{21}^* :

$$S_{21}^* = \frac{4\sqrt{\epsilon_r - B} \cdot \exp(-j\beta_2 a) \cdot \exp(-j\beta_3 d)}{\left[\begin{aligned} &(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A})(1 + \sqrt{\frac{\epsilon_r - B}{A}}) + (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A})(1 - \sqrt{\frac{\epsilon_r - B}{A}}) \cos(2\beta_3 d) \\ &+ \sigma_1 a Z_{10} \cdot [(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A}) + (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}) \cos(2\beta_3 d)] \\ &+ \sigma_2 a Z_{10} \cdot (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}) \sin(2\beta_3 d) \end{aligned} \right]} + j \cdot \left[\begin{aligned} &\sigma_2 a Z_{10} [(\sqrt{\epsilon_r - B} + \sqrt{A}) + (\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A}) \cos(2\beta_3 d)] \\ &-(\sqrt{\epsilon_r - B} - \sqrt{A})(1 - \sqrt{\frac{\epsilon_r - B}{A}}) + \sigma_1 a Z_{10} \sin(2\beta_3 d) \end{aligned} \right] \quad (10)$$

pour aboutir à cette expression, nous avons négligé

$$j \frac{a}{\lambda} \quad \text{devant} \quad 1 \quad \text{dans certaines expressions}$$

et

$$\omega \epsilon_0 \sqrt{A(\epsilon_r - B)} \quad \text{devant} \quad (\sigma_2 - j\sigma_1)$$

A partir de la relation (10), nous calculons les expression du module et de la phase de S_{21}^* :

$$\begin{aligned}
 |S_{21}|^2 &= \frac{4 \cdot (\varepsilon_r - B)}{\left\{ A \cdot \left[\left(1 + \frac{\varepsilon_r - B}{A} + C \right)^2 + D^2 \right] + (\varepsilon_r - 1) \cdot \left[\frac{1 - \varepsilon_r}{A} + 2C + C^2 + D^2 \right] \cos^2 \beta_3 d \right.} \\
 &\quad \left. + (\varepsilon_r - 1) D \sqrt{\frac{\varepsilon_r - B}{A}} \sin 2\beta_3 d \right\}} \\
 \text{Arg}(S_{21}) &= -\text{Arctg} \left\{ \frac{\sqrt{A} \cdot \left[1 + \frac{\varepsilon_r - B}{A} + C \right] \sin \beta_3 d + D \sqrt{\varepsilon_r - B} \cos \beta_3 d}{\sqrt{\varepsilon_r - B} (2 + C) \cos \beta_3 d - D \sqrt{A} \sin \beta_3 d} \right\} \quad (11)
 \end{aligned}$$

avec:

a = épaisseur du film d = épaisseur du substrat ε_r = permittivité du substrat

F = fréquence de mesure F_c = fréquence de coupure du mode TE_{10}

$$A = 1 - (F_c / F)^2 \quad B = (F_c / F)^2$$

$$C = \sigma_1 a Z_{10} \quad D = \sigma_2 a Z_{10} \quad \sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$$

$$\beta_3 = \beta_{\text{diélectrique}} = \frac{2\pi}{v} \sqrt{\varepsilon_r F^2 - F_c^2} \quad v = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$$

$$Z_{10} = 120\pi \left[1 - (F_c / F)^2 \right]^{-1/2} = \text{impédance d'onde du mode } TE_{10} \text{ dans un guide rempli d'air}$$

ANNEXE 2: Calcul de la profondeur de pénétration

l'expression de la constante de propagation K pour un milieu conducteur est égale à

$$K = \frac{1}{\delta}(1-j) = \sqrt{\pi F \mu_0 \sigma}(1-j)$$

Pour un matériau supraconducteur, nous remplaçons la conductivité σ par $\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$,

$$K = \sqrt{\pi F \mu_0} \sqrt{\sigma_1 + j\sigma_2}(1-j)$$

Posons

$$\sqrt{\sigma_1 + j\sigma_2} = x_1 + jx_2$$

$$\text{avec } x_1 = \pm \frac{\sigma_2}{\sqrt{2} \sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1}}$$

et

$$x_2 = \frac{\sigma_2}{2x_1} = \pm \sqrt{\frac{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1}{2}}$$

Il faut remarquer qu'avec la notation $\sigma_1 + j\sigma_2$, σ_2 est négatif et par conséquent x_1 et x_2 sont de signes contraires.

Nous avons

$$\begin{aligned} K &= \sqrt{\pi F \mu_0} (x_1 + jx_2)(1-j) \\ &= \sqrt{\pi F \mu_0} (x_1 + x_2 + j(x_2 - x_1)) = K' - jK'' \end{aligned}$$

Comme K'' est le terme d'atténuation de l'onde suivant le sens de propagation, nous déduisons la profondeur de pénétration λ :

$$\lambda = \frac{1}{K''}$$

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{\pi F \mu_0} (x_1 - x_2)}$$

Etant donné que x_1 et x_2 sont de signes contraires et que λ est un nombre positif,

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{\pi F \mu_0} \cdot |x_1 - x_2|}$$

la profondeur de pénétration est donc égale à

$$\lambda = \sqrt{\frac{2}{\pi F \mu_0}} \cdot \frac{\sqrt{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} - \sigma_1}}{|\sigma_1 + \sigma_2 - \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}|}$$

ANNEXE 3: Notation des grandeurs physiques

$ S_{21} , \tau$	module du coefficient de transmission S_{21}
ϕ	phase du coefficient de transmission S_{21}
σ^*	conductivité complexe $\sigma^* = \sigma_1 + j\sigma_2$
$Z_{s\Box}$	impédance de surface carrée $Z_{s\Box} = R_{s\Box} + jX_{s\Box}$
$R_{s\Box}$	résistance de surface carrée
$X_{s\Box}$	réactance de surface carrée
$Z_{s_{\text{massif}}}, Z_s$	impédance de surface ramenée à l'état massif $Z_{s_{\text{massif}}} = R_{s_{\text{massif}}} + j X_{s_{\text{massif}}}$
$R_{s_{\text{massif}}}, R_s$	résistance de surface ramenée à l'état massif
$X_{s_{\text{massif}}}, X_s$	réactance de surface ramenée à l'état massif
λ	profondeur de pénétration de l'onde dans le matériau supraconducteur
$\lambda_0, \lambda_L(0)$	λ à T=0K

Les paramètres d'erreurs systématiques sans calibrage:

(lettres majuscules)

D_{es}	paramètre d'erreur dû à la désadaptation de source
D_{ec}	paramètre d'erreur dû à la désadaptation de charge
C	paramètre d'erreur d'isolation
R_t	paramètre d'erreur dû à la réponse fréquentielle en transmission
E_d	paramètre d'erreur lié à la dynamique du système

Les paramètres d'erreurs systématiques avec calibrage (erreurs systématiques résiduelles):

(lettres minuscules)

d_{ec}	paramètre d'erreur résiduel dû à la désadaptation de source
d_{es}	paramètre d'erreur résiduel dû à la désadaptation de charge
c	paramètre d'erreur résiduel d'isolation
r_t	paramètre d'erreur résiduel dû à la réponse fréquentielle en transmission

ANNEXE 4: Liste des échantillons cités dans le texte

1 - Echantillons du Laboratoire de Chimie du Solide et Inorganique Moléculaire - Université de Rennes I

référence de l'échantillon	L285Y6	L392Y
date de réception	7/92	3/93
épaisseur film YBaCuO	3000 Å	2000 Å
épaisseur MgO	500 µm	550 µm
surface MgO	12 x 6 mm	13 x 7 mm
caractérisations physiques	diffraction Rayons X rocking-curves mesure résistive (T)	diffraction Rayons X rocking-curves mesure résistive (T) mesure inductive (T)
température critique	$T_c (R=0)=83 \text{ K}$	$T_c (R=0)=86.5\text{K}$ $T_c (\text{inductif})=87.6\text{K}$
caractérisation en cavité	-	cavité laiton
caractérisation en résonateur	-	résonateur droit (pas de résonance observé)

2 - Echantillons du Laboratoire d'Alcatel Alsthom Recherche de Marcoussis

référence de l'échantillon	F13362	F18361	F25081
date de réception	17/6/93	11/10/93	22/4/94
épaisseur film YBCO	3000 Å	3000 Å	2200 Å
substrat	MgO	MgO	Al ₂ O ₃ - coupe R
épaisseur substrat	250 µm	250 µm	430 µm
surface substrat	13x7 mm	13x7 mm	13x7 mm
couche tampon	non	non	oxyde de cérium 650 Å
caractérisations physiques	diffraction Rayons X étude de la texture: prédominance $c_{\perp 0}$ taux de $c_{//} = 2\%$ mesure résistive (T) avant et après caractérisation en transmission $\sigma_{n DC} = 1.2 \cdot 10^5$ S/m à 300K	diffraction Rayons X étude de la texture: taux de $c_{//} = 4\%$ taux de $c_{\perp 45} = 0.6\%$	diffraction Rayons X étude de la texture: taux de $c_{\perp 0} \approx 100\%$
température critique	$T_c(R=0) = 84K$	$T_c(R=0) = 86K$	$T_c(R=0) = 88K$
caractérisation en résonateur	résonateur en anneau début de résonance à 30K	résonateur droit $Fr \approx 6$ GHz $Q(30K) = 870$	en attente

$\sigma_{n DC}$: conductivité à l'état normal, en continu

Fr : fréquence de résonance

Q : coefficient de qualité