



# Bruit en $1/f$ de films minces de manganite $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ pour application en bolométrie

Fan Yang

## ► To cite this version:

Fan Yang. Bruit en  $1/f$  de films minces de manganite  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  pour application en bolométrie. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Caen, 2005. Français. NNT : . tel-00130063

**HAL Id: tel-00130063**

**<https://theses.hal.science/tel-00130063>**

Submitted on 9 Feb 2007

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



**Université de Caen / Basse-Normandie**  
**U.F.R. de Sciences**  
**Ecole Doctorale S.I.M.E.M.**  
**Laboratoire GREYC - ENSICAEN**



## **Thèse**

*présentée par*

**Fan YANG**

*Soutenue le 21 Janvier 2005*

*En vue de l'obtention du titre de*

**Doctorat de l'Université de Caen**

**Spécialité : Electronique & Micro-électronique**

*(Arrêté du 25 Avril 2002)*

# **Bruit en 1/f de films minces de manganite $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ pour application en bolométrie**

Soutenue le vendredi 21 janvier 2005

---

### Membres du jury

---

|                                    |                              |                 |          |
|------------------------------------|------------------------------|-----------------|----------|
| Philippe Lecoeur (rapporteur)      | Professeur                   | IEF             | Orsay    |
| Claude Fermon (rapporteur)         | Ingénieur CEA                | DSM/DRECAM/SPEC | Saclay   |
| Bertrand Raquet (examineur)        | Maître de Conférences        | LNCMP           | Toulouse |
| Charles Simon (examineur)          | Directeur de recherches CNRS | CRISMAT         | Caen     |
| Laurence Méchin (examineur)        | Chargée de recherches CNRS   | GREYC           | Caen     |
| Didier Robbes (directeur de thèse) | Professeur                   | GREYC           | Caen     |

---



# Table des matières

|                                                                                                                     |          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| <b>Introduction.....</b>                                                                                            | <b>1</b> |
| <b>1 Etude bibliographique.....</b>                                                                                 | <b>3</b> |
| 1.1 Bolomètre : définitions.....                                                                                    | 5        |
| 1.1.1 Introduction.....                                                                                             | 5        |
| 1.1.2 Représentation schématique simplifiée du modèle thermique du bolomètre.....                                   | 5        |
| 1.1.3 Principaux facteurs de mérite .....                                                                           | 6        |
| 1.1.3.1 La sensibilité $\mathfrak{R}_V$ [ $V \cdot W^{-1}$ ] ou $\mathfrak{R}_A$ [ $A \cdot W^{-1}$ ] .....         | 6        |
| 1.1.3.2 La constante de temps de réponse $\tau_b$ [s] .....                                                         | 7        |
| 1.1.3.3 La puissance équivalente de bruit NEP [ $W \cdot Hz^{-1/2}$ ].....                                          | 7        |
| 1.1.3.4 La température équivalente de bruit NET [ $K \cdot Hz^{-1/2}$ ].....                                        | 8        |
| 1.1.3.5 La détectivité spécifique $D^*$ [ $cm \cdot Hz^{1/2} \cdot W^{-1}$ ].....                                   | 8        |
| 1.2 Sources de bruit.....                                                                                           | 10       |
| 1.2.1 Introduction.....                                                                                             | 10       |
| 1.2.2 Les sources de bruit dans un bolomètre.....                                                                   | 10       |
| 1.2.3 Bruit thermique ou de Johnson.....                                                                            | 13       |
| 1.2.4 Sources de bruit télégraphique.....                                                                           | 14       |
| 1.2.5 Sources de bruit excédentaire en $1/f$ .....                                                                  | 15       |
| 1.2.5.1 Explication de l'origine du bruit en $1/f$ par TLP ( <i>Two Level Process</i> ).....                        | 15       |
| 1.2.5.2 Relation semi-empirique de Hooge.....                                                                       | 16       |
| 1.2.6 La fréquence de recouvrement $f_C$ [Hz].....                                                                  | 17       |
| 1.2.7 Conclusion .....                                                                                              | 17       |
| 1.3 Résumé des propriétés structurales, magnétiques et électriques statiques du $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ (LSMO)..... | 18       |
| 1.3.1 Introduction.....                                                                                             | 18       |
| 1.3.2 Structure pérovskite.....                                                                                     | 18       |
| 1.3.3 Structure électronique et Effet Jahn Teller.....                                                              | 20       |
| 1.3.4 Les interactions d'échange et le mécanisme de conduction.....                                                 | 21       |
| 1.3.5 Caractéristiques d'aimantation et de résistance du composé $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ .....                      | 22       |
| 1.4 Coefficient de température et bruit en $1/f$ dans les couches minces de manganites.....                         | 25       |
| 1.4.1 Coefficient de température TCR ou $\beta$ dans les différents composés de manganites.....                     | 25       |
| 1.4.2 Bruit excédentaire à basse fréquence dans les couches minces de manganites .....                              | 28       |
| 1.4.2.1 Bruit excédentaire dans le composé $La_{1-x}Ca_xMnO_3$ (LCMO) ou LCMO dopé.....                             | 29       |
| 1.4.2.2 Bruit excédentaire dans le composé de LSMO .....                                                            | 32       |
| 1.4.2.3 Bruit excédentaire dans les autres composés.....                                                            | 36       |
| 1.4.2.4 Comparaison des paramètres de Hooge normalisés mesurés dans les différents films de manganites.....         | 36       |
| 1.4.2.5 Conclusion et discussion.....                                                                               | 37       |
| 1.5 Les bolomètres à la température ambiante.....                                                                   | 39       |
| 1.6 Conclusion.....                                                                                                 | 44       |

|          |                                                                                                              |           |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>2</b> | <b>Techniques expérimentales.....</b>                                                                        | <b>45</b> |
| 2.1      | Banc de mesure de bruit à basse fréquence .....                                                              | 47        |
| 2.1.1    | Introduction.....                                                                                            | 47        |
| 2.1.2    | Principe de la technique de mesure en 4 points : application aux mesures de bruit.....                       | 48        |
| 2.1.2.1  | Mesure en continu .....                                                                                      | 48        |
| 2.1.2.2  | Mesure de bruit en quatre points .....                                                                       | 49        |
| 2.1.3    | Description du système de mesure faible bruit en quatre points utilisé .....                                 | 53        |
| 2.1.3.1  | La source de courant .....                                                                                   | 53        |
| 2.1.3.2  | Les amplificateurs d'instrumentation.....                                                                    | 54        |
| 2.1.3.3  | Caractérisation du système.....                                                                              | 56        |
| 2.1.4    | Support d'échantillons chauffant .....                                                                       | 57        |
| 2.2      | Dépôt des couches minces de $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ : études bibliographiques .....     | 58        |
| 2.2.1    | Principe du dépôt par ablation laser pulsée (PLD).....                                                       | 58        |
| 2.2.2    | Influence du substrat .....                                                                                  | 59        |
| 2.2.3    | Effet de l'épaisseur déposée sur la contrainte.....                                                          | 62        |
| 2.2.4    | Effet de la taille des grains.....                                                                           | 63        |
| 2.2.5    | Importance des conditions de pression et température de dépôt.....                                           | 64        |
| 2.3      | Préparation des motifs par photolithographie et gravure ionique.....                                         | 69        |
| 2.3.1.1  | Principales étapes.....                                                                                      | 69        |
| 2.3.1.2  | Gravure ionique.....                                                                                         | 71        |
| 2.3.1.3  | Choix du masque .....                                                                                        | 72        |
| 2.3.1.4  | <i>Bonding</i> par ultrasons.....                                                                            | 74        |
| 2.4      | Caractérisation du film par diffraction de Rayons X.....                                                     | 75        |
| <b>3</b> | <b>Résultats expérimentaux.....</b>                                                                          | <b>77</b> |
| 3.1      | Introduction.....                                                                                            | 79        |
| 3.2      | Caractéristiques structurales, magnétiques et électriques statiques des couches minces de LSMO étudiées..... | 80        |
| 3.2.1    | Diffraction de rayons X .....                                                                                | 80        |
| 3.2.2    | Mesures d'aimantation.....                                                                                   | 82        |
| 3.2.3    | Evolution de la résistance en fonction de la température.....                                                | 83        |
| 3.2.4    | Magnétorésistance.....                                                                                       | 85        |
| 3.2.5    | Résumé des principales caractéristiques des films étudiés.....                                               | 86        |
| 3.3      | Mesures de bruit en $1/f$ .....                                                                              | 87        |
| 3.3.1    | Dépendance des spectres en fréquence.....                                                                    | 87        |
| 3.3.2    | Evolution du niveau de bruit en $1/f$ en fonction de la tension continue aux bornes de la résistance .....   | 89        |
| 3.3.3    | Evolution du niveau de bruit en $1/f$ en fonction de la géométrie.....                                       | 90        |
| 3.3.4    | Evolution du niveau de bruit en $1/f$ en fonction de la température de mesure.....                           | 92        |
| 3.3.5    | Cas d'un film bruyant (G045B et G091BB).....                                                                 | 94        |
| 3.3.6    | Comparaison du niveau de bruit entre les différents échantillons .....                                       | 96        |
| 3.3.7    | Evolution du paramètre de Hooge $\alpha_H$ en fonction de la température.....                                | 98        |
| 3.3.8    | Conclusion .....                                                                                             | 100       |
| 3.4      | Estimation des performances d'un microbolomètre en couche mince de LSMO.....                                 | 101       |

|                                  |                                                                 |            |
|----------------------------------|-----------------------------------------------------------------|------------|
| 3.4.1                            | Introduction.....                                               | 101        |
| 3.4.2                            | Coefficient de résistance en température $\beta$ ( ou TCR)..... | 101        |
| 3.4.3                            | La température équivalente de bruit (NET).....                  | 102        |
| 3.4.4                            | Réponse bolométrique du film FEX028.....                        | 106        |
| <b>Conclusion générale .....</b> |                                                                 | <b>113</b> |
| <b>Bibliographie .....</b>       |                                                                 | <b>115</b> |
| <b>Notations .....</b>           |                                                                 | <b>125</b> |



# Introduction

Un bolomètre est un détecteur qui transforme le rayonnement incident en une variation de température dans l'élément sensible. Un thermomètre permet alors de convertir cette élévation de température en signal électrique.

La sensibilité  $\mathfrak{R}$  (V/W), la température équivalente de bruit (NET) ou la puissance équivalente de bruit (NEP) sont des facteurs fondamentaux qui définissent les caractéristiques du bolomètre. Le NET et le NEP sont définis comme le rapport du niveau de bruit aux bornes du bolomètre sur la sensibilité  $\mathfrak{R}$  en température ou en puissance. NET et NEP dépendent donc directement du bruit intrinsèque du matériau utilisé comme thermomètre. On cherche donc idéalement un matériau présentant une forte variation de résistance en température et peu de bruit intrinsèque.

Les couches minces de manganites ayant un fort coefficient de température à température ambiante sont potentiellement intéressantes pour la réalisation de microbolomètres non refroidis. Malheureusement, des études récentes ont montré que le bruit à basse fréquence dans les manganites est très élevé par rapport celui dans les métaux et d'autres oxydes. D'avantage de recherches sur le bruit dans les manganites sont donc nécessaires avant d'envisager de réelles applications.

Le travail de thèse est donc consacré aux mesures de coefficient de température et du bruit à basse fréquence de films minces de manganite  $\text{La}_{2/3}\text{Sr}_{1/3}\text{MnO}_3$ . Le manuscrit est organisé en 3 chapitres qui permet de présenter le contexte, les méthodes expérimentales utilisées et les résultats obtenus.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique : principe du bolomètre, source de bruit, principales propriétés physiques et électriques des matériaux de la famille des manganites, bruit excédentaire dans les manganites, et performances actuelles des bolomètres non refroidis.

Les techniques expérimentales pour les mesures de bruit sont présentées dans le chapitre 2. D'abord, le système électronique utilisé pour la mesure de bruit excédentaire est montré. Puis la procédure de préparation des échantillons à caractériser est décrite.

Le chapitre 3 est dédié aux résultats des mesures de bruit en  $1/f$  dans les couches minces de manganite LSMO. Nous avons notamment cherché à vérifier la validité de la relation de semi-empirique de Hooge. Le calcul des caractéristiques d'un bolomètre réalisé dans une couche mince de LSMO à partir de nos résultats de mesures est effectué et discuté.





---

# **1 Etude bibliographique**



---

## 1.1 Bolomètre : définitions

### 1.1.1 Introduction

Le bolomètre est un détecteur thermique. Il mesure la puissance du rayonnement incident via l'élévation de température provoqué par son absorption dans le détecteur. On se limitera à l'étude des bolomètres résistifs qui utilisent des thermomètres résistifs pour convertir l'élévation de température en variation de résistance. Si le bolomètre est polarisé en courant, on obtient un signal en tension (cf. FIG. 1.1) ; s'il est polarisé en tension, on obtient un signal de sortie en courant. Une description très complète est donnée par Richards [Richards, 1994].

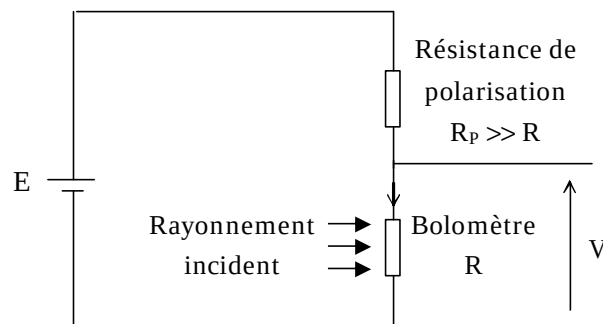


FIG. 1.1 – Schéma électrique de la polarisation en courant d'un bolomètre résistif, avec  $R_p$  la résistance de polarisation et  $R$  la résistance du bolomètre

### 1.1.2 Représentation schématique simplifiée du modèle thermique du bolomètre

La figure 1.2 donne une représentation schématique simplifiée du modèle thermique du bolomètre. Dans certains cas l'absorbant peut être le film thermosensible lui-même. On définit la conductance thermique  $G_b$  comme le lien thermique entre la partie sensible du bolomètre et le thermostat.

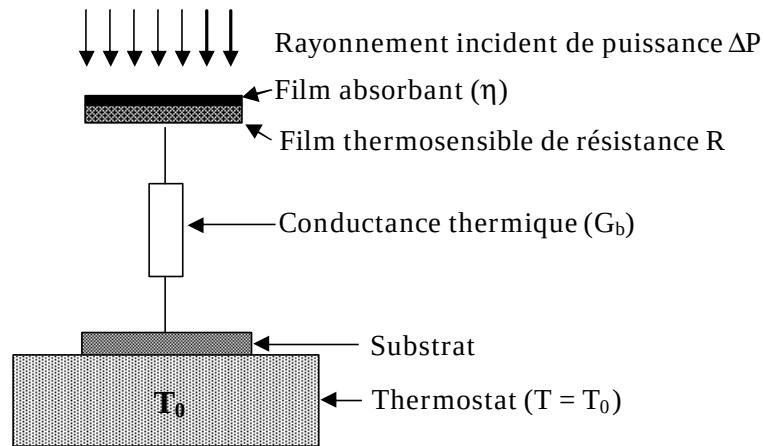


FIG. 1.2 – Représentation schématique simplifiée du modèle thermique du bolomètre.

### 1.1.3 Principaux facteurs de mérite

#### 1.1.3.1 La sensibilité $\hat{A}_V [V \cdot W^{-1}]$ ou $\hat{A}_A [A \cdot W^{-1}]$

La sensibilité  $\mathfrak{R}$  (ou la réponse) définit le rapport entre le signal de sortie (la quantité électrique mesurable) et le signal d'entrée (la puissance du rayonnement incident). Selon le type de polarisation (en courant ou en tension), la sensibilité  $\mathfrak{R}$  est exprimée respectivement soit en tension  $\mathfrak{R}_V [V \cdot W^{-1}]$ , soit en courant  $\mathfrak{R}_A [A \cdot W^{-1}]$ .

Dans le cas d'une polarisation en courant  $I$ , la sensibilité en tension  $\mathfrak{R}_V$  du bolomètre, modélisé à l'ordre 1, de résistance  $R$  peut s'exprimer par exemple en fonction de ses caractéristiques fondamentales définies ci-dessous, et pour une puissance lumineuse  $\Delta P$  incidente sinusoïdale de pulsation  $\omega$  comme :

$$\mathfrak{R}_V = \frac{\Delta V}{\Delta P} = \frac{h \times I}{G_b + j\omega C} \cdot \frac{dR}{dT} = \frac{h \times I \times R}{G_b + j\omega C} \cdot b \quad (1.1)$$

#### – Le coefficient d'absorption $h$ ( $0 < h < 1$ )

Le coefficient d'absorption  $\eta$  détermine la fraction de lumière incidente absorbée par le bolomètre.

#### – La dérivée relative de la résistance en fonction de la température $b = (1/R) \cdot (dR/dT) [K^{-1}]$ .

C'est un facteur qui ne dépend que des propriétés intrinsèques du matériau utilisé, car il s'écrit :  $\beta = (1/R) \cdot dR/dT = (1/\rho) \cdot d\rho/dT [K^{-1}]$  où  $\rho$  est la résistivité du matériau. Il est aussi noté TCR pour son

acronyme anglais *Temperature Coefficient Resistance*.

Le coefficient de température  $\beta$  est un coefficient très important pour comparer les propriétés thermiques des matériaux utilisés pour les thermomètres. On cherche les coefficients les plus élevés possible pour une plus grande sensibilité.

– **La conductance thermique  $G_b$  [ $W \cdot K^{-1}$ ].**

C'est le lien thermique entre le bolomètre et son environnement. Il est donc évident que plus ce lien est faible, plus l'échauffement dans le bolomètre (le film thermosensible) sera grand et plus le bolomètre sera sensible.

– **La capacité calorifique  $C$  [ $J \cdot K^{-1}$ ].**

Elle définit la capacité à conserver la chaleur apportée par l'énergie lumineuse absorbée dans le film thermosensible, et en conséquence la constante de temps de réponse du bolomètre (cf. section 1.1.3.2)

Dans cette approche simplifiée (cf. Eq. 1.1), il est évident que si on cherche une forte sensibilité dans la bande passante, on doit augmenter le coefficient d'absorption  $\eta$ , le courant de polarisation  $I$ , le coefficient  $\beta$ , la résistance  $R$  et diminuer la conductance thermique  $G_b$ .

### 1.1.3.2 La constante de temps de réponse $t_b$ [s]

La constante de temps de réponse  $\tau_b$  [s] caractérise le temps de conversion du signal lumineux en signal électrique. Il est défini par :

$$t_b = \frac{C}{G_b} \quad (1.2)$$

Afin de conserver un faible temps de réponse  $\tau_b$  avec une grande sensibilité liée à une faible conductance thermique  $G_b$ , on cherche à réduire  $C$  la capacité calorifique. Cela est possible en réduisant le volume actif et cela justifie l'intérêt des structures membranaires pour la réalisation de bolomètres.

### 1.1.3.3 La puissance équivalente de bruit NEP [ $W \cdot Hz^{-1/2}$ ]

La puissance équivalente de bruit NEP (*Noise Equivalent Power*) est une grandeur qui détermine la puissance minimum détectable du capteur dans une bande passante de 1 Hz. Elle est définie par le rapport de la densité spectrale de bruit totale (somme quadratique de toutes les contributions en bruit non corrélées du bolomètre) sur la sensibilité  $\mathfrak{R}$ . Selon le type de polarisation, elle peut s'exprimer par :

$$NEP_V = \frac{e_{nTotal}}{\mathfrak{R}_V} \quad \text{ou} \quad NEP_I = \frac{i_{nTotal}}{\mathfrak{R}_I} \quad (1.3)$$

#### 1.1.3.4 La température équivalente de bruit NET [ $\text{K}\cdot\text{Hz}^{1/2}$ ]

La température équivalente de bruit NET (*Noise Equivalent Temperature*) est une grandeur caractéristique d'un thermomètre. Elle détermine la plus petite variation de température détectable dans une bande passante de 1 Hz et est définie par le rapport de la densité spectrale de bruit totale sur la sensibilité du thermomètre.

$$NET = \frac{e_{nTotal}}{R \times I \times b} \quad (1.4)$$

#### 1.1.3.5 La détectivité spécifique D\* [ $\text{cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$ ]

Pour comparer les performances de détecteurs ayant différentes géométries, la détectivité spécifique D\* [ $\text{cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$ ], est couramment utilisée. Elle est une caractéristique normalisée en surface et est définie par le rapport de la racine carrée de la surface de détection S sur la puissance équivalente de bruit NEP :

$$D^* = \frac{\sqrt{S}}{NEP} \quad (1.5)$$

A titre d'exemple, les détectivités spécifiques D\* de différents types de détecteurs infrarouges fonctionnant à différentes températures en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  de la lumière incidente sont présentées dans la figure 1.3. Elle rassemble les détectivités des détecteurs infrarouges aux principes de fonctionnement variés, non seulement basés sur les propriétés thermiques des matériaux, mais aussi sur les effets photoconductifs (PC) et photovoltaïques (PV).

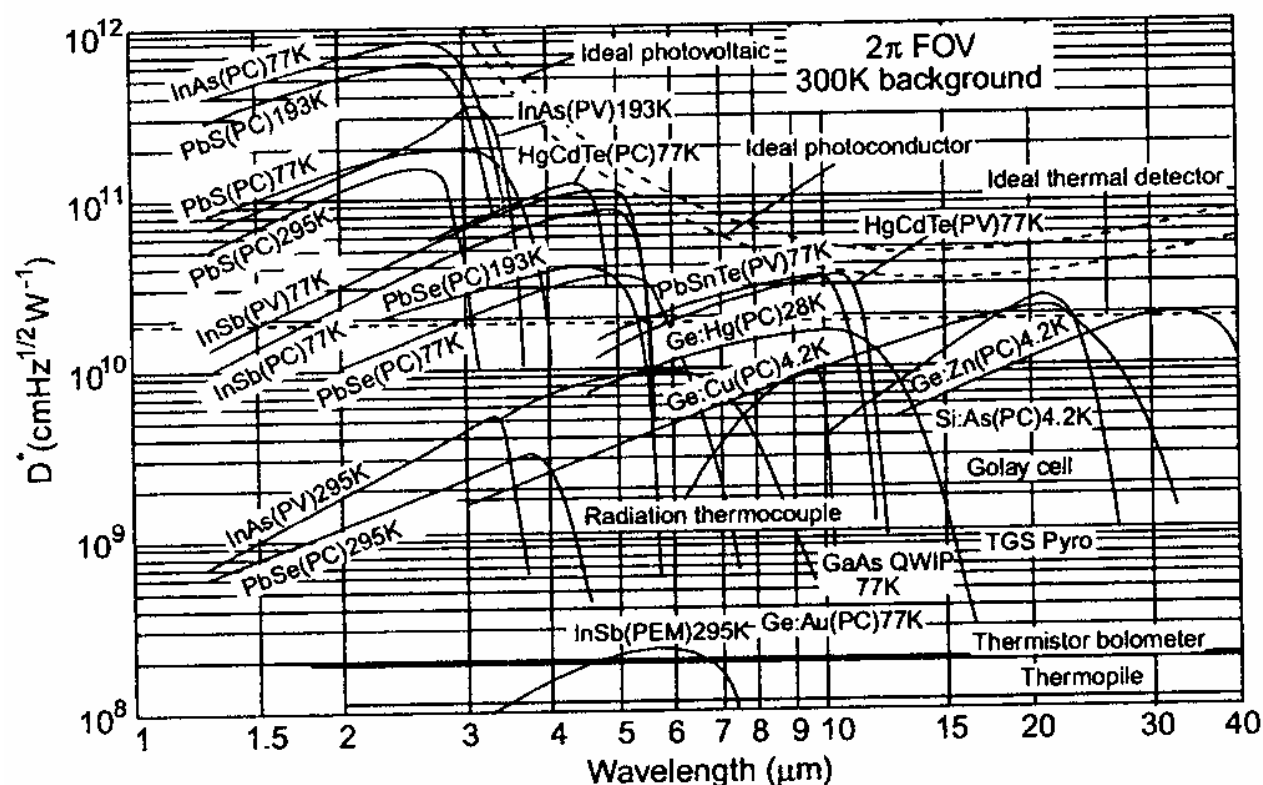


FIG. 1.3 – Comparaison des détectivités spécifiques  $D^*$  de différents détecteurs infrarouges fonctionnant à la température indiquée. La fréquence de coupure est 1kHz pour tous les détecteurs sauf les thermopiles (10Hz), les thermocouples (10Hz), les cellules de Golay (10Hz) et les détecteurs pyroélectriques (10Hz) [Rogalski, 2003].

Dans cette figure, on s'aperçoit que beaucoup de recherches sont concentrées sur la zone de MWIR (Middle Wavelength Infrared) : 3 – 5  $\mu\text{m}$  et la zone de LWIR (Long Wavelength Infrared) : 8 – 14  $\mu\text{m}$  où la transmission atmosphérique est la plus haute. A  $\lambda=10\mu\text{m}$ , les objets à 300K ont une émissivité maximum. On peut aussi constater que les détecteurs photoconductifs (PC) et les détecteurs photovoltaïques (PV) ont une bande passante limitée en longueur d'onde du rayonnement incident. Par exemple, pour les détecteurs à photoconduction (PbS et HgCdTe), l'énergie apportée par le photon doit excéder l'énergie de liaison de l'électron de valence pour le libérer ce qui limite la gamme de longueur d'onde où ces détecteurs sont sensibles. Les détecteurs photovoltaïques sont sensibles dans les longueurs d'onde  $\lambda$  inférieures à environ 12  $\mu\text{m}$ .

Les détecteurs thermiques sont intéressants car ils peuvent en principe fonctionner sur une très grande gamme de longueur d'onde  $\lambda$  en utilisant un absorbant adapté. Nous nous sommes intéressés aux manganites de type  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  qui présentent une forte variation de résistance en fonction de la température aux environs de la température ambiante, et sont donc des candidats potentiels pour la réalisation de bolomètres non refroidis.



## 1.2 Sources de bruit

### 1.2.1 Introduction

Le bruit désigne tous les signaux aléatoires indésirables qui coexistent avec les signaux déterministes désirés. Ces fluctuations proviennent du dispositif lui-même ou de l'extérieur (i. e. par le couplage électromagnétique).

Comme nous l'avons vu précédemment lors de la description des caractéristiques d'un bolomètre (cf. section 1.1), le bruit est une caractéristique très importante puisqu'il limite les performances du détecteur.

Quand les sources de bruit viennent de l'environnement, les blindages électriques et magnétiques peuvent les réduire très notablement. Par contre, les origines de bruit qui viennent du système lui-même (bruit intrinsèque) sont toujours compliquées et souvent mal connues. C'est ce bruit intrinsèque que nous avons étudié dans le cas des couches minces de LSMO. On peut chercher à le minimiser en améliorant la qualité du matériau et il informe sur les mécanismes de conduction.

### 1.2.2 Les sources de bruit dans un bolomètre

Le bruit est un signal aléatoire indésirable qui contribue au signal total mesuré en sortie du capteur. On l'exprime couramment en densité spectrale de bruit [ $V^2 \cdot \text{Hz}^{-1}$ ] dans le cas d'une fluctuation de tension. Dans un bolomètre, on peut trouver différentes sources de bruit. Voici ci-dessous la liste décrite brièvement avec les détails dans les sections 1.2.3 à 1.2.5. La dernière section 1.2.5 approfondira la notion de bruit excédentaire en  $1/f$ .

#### – Le bruit de photons

Le bruit de photons est lié à la fluctuation de photons de l'environnement. Il est ici considéré négligeable par rapport aux autres sources de bruit intrinsèque du détecteur. Il peut aussi être facilement réduit par l'utilisation d'écrans appropriés à faible émissivité (refroidis).

#### – Le bruit de l'environnement

Le bruit de l'environnement provient essentiellement des champs électromagnétiques terrestres. Il faut également réduire les perturbations parasites. Ces sources de bruit peuvent être réduites par des blindages magnétiques et électriques.

– **Le bruit de phonons**  $e_{n_{ph}}^2$  [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ]

Le bruit de phonons d'origine thermodynamique est lié à la fluctuation du nombre de phonons déplacés entre le film et le thermostat via la conductance thermique  $G_b$ . Il est relativement plus important que la fluctuation de photons. Il s'écrit :

$$e_{n_{ph}}^2 = \Re_v^2 \times 4k_B T^2 G_b \quad (1.6)$$

Avec  $k_B$  la constante de Boltzmann.

– **Le bruit de la chaîne de mesure**  $e_{n_{A_{Total}}}^2$  [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ]

Le bruit de la chaîne de mesure vient principalement des composants qui se trouvent dans le système d'amplification. Comme son origine est bien identifiée, il est possible de réduire ses effets. On représente habituellement les deux contributions de bruit à l'entrée du système de mesure, par les bruits en tension  $e_{n_A}$  et en courant  $i_{n_A}$  (modèle  $e_n, i_n$ ). Le bruit total est exprimé selon la formule :

$$e_{n_{A_{Total}}}^2 = e_{n_A}^2 + R^2 \cdot i_{n_A}^2 \quad (1.7)$$

où  $R$  est la résistance du bolomètre.

– **Le bruit du matériau thermosensible** [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ]

● Le bruit blanc du bolomètre  $S_V$  [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ]

Le bruit blanc du bolomètre  $S_V$  [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ] (ou bruit de Johnson) est lié à la fluctuation d'origine thermique des électrons dans un matériau (cf. section 1.2.3). Il dépend de la température absolue  $T$  et de la valeur de la résistance  $R$  du matériau. Sa densité spectrale [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ] dans une bande passante de 1 Hz s'écrit :

$$S_V = 4k_B T R \quad (1.8)$$

● Le bruit en  $1/f^b$   $S_V(f)$  [ $V^2 \cdot Hz^{-1}$ ]

Le bruit en  $1/f^b$  où le paramètre  $b$  est voisin de l'unité, est un bruit excédentaire dominant à basse fréquence. Le bruit excédentaire aux basses fréquences, dit ' $1/f$ ', dépend des propriétés intrinsèques du matériau utilisé. Son origine est souvent mal connue et il limite souvent les performances du détecteur à basse fréquence. Il est donc intéressant de chercher à comprendre son origine. D'autre part, il constitue une méthode très fine d'analyse des mécanismes de conduction et renseigne donc de façon très précise sur les propriétés des matériaux (cf. section 1.2.5).

- Le bruit télégraphique

Le bruit télégraphique ou RTN (*Random Telegraph Noise*), sa présence est souvent observée selon le type de matériaux utilisé dans le microbolomètre. Le bruit télégraphique est un type de bruit qui correspond à un signal qui possède deux états d'énergie ou plus, et dont la densité spectrale reste constante pour les fréquences inférieures à une fréquence caractéristique  $f_0$  et puis décroît en  $1/f^2$  (allure 'lorentzienne' du spectre).

Les sources de bruit présentes dans un bolomètre se séparent donc en 3 groupes (le bruit blanc, le bruit excédentaire en  $1/f$  et le bruit télégraphique). Il est plus facile de les distinguer dans le domaine fréquentiel (cf. FIG. 1.4).

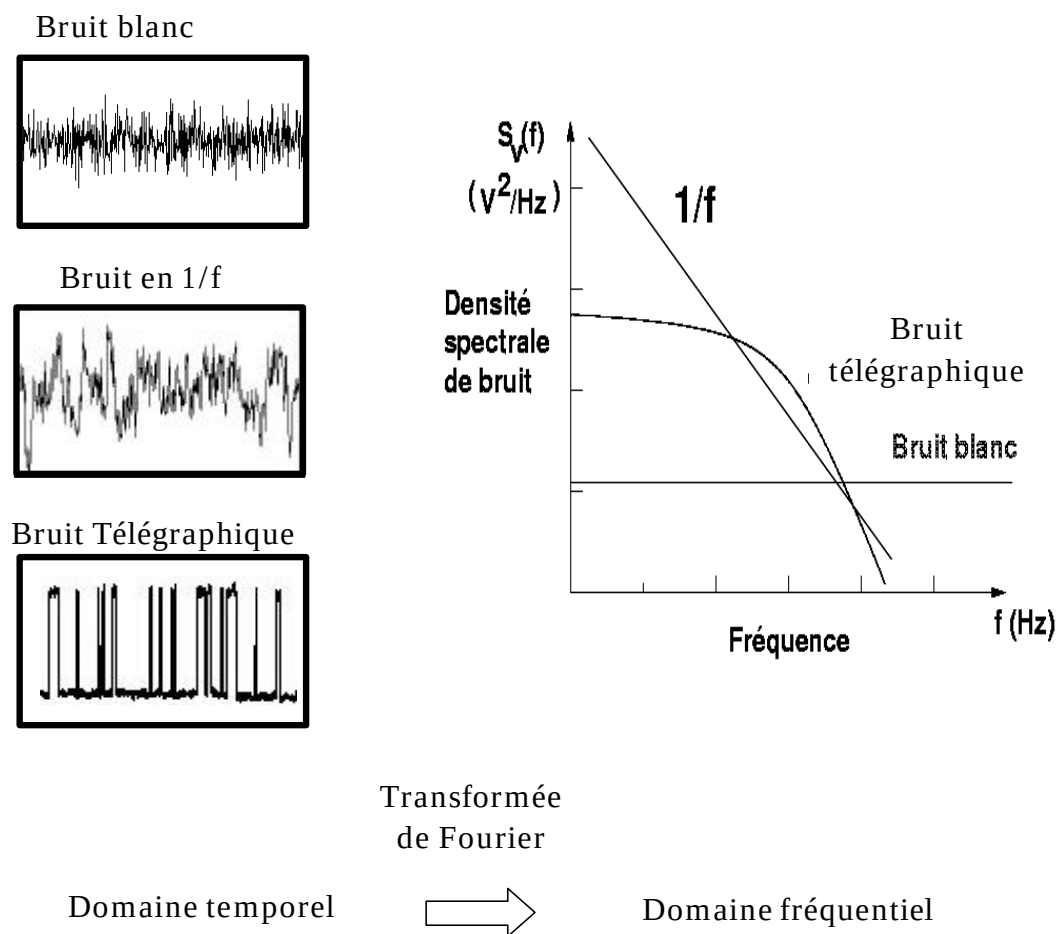


FIG. 1.4 – Présentation des trois types de bruit dans le domaine temporel (à gauche) et leur correspondance dans le domaine fréquentiel (à droite) [Mercha, 2000].

### 1.2.3 Bruit thermique ou de Johnson

Le bruit thermique est lié à l'agitation thermique des porteurs dans un conducteur. Dans un conducteur à une température  $T$  supérieure à zéro, les électrons sont en vibration aléatoire, qui dépend de la température. Cette source de bruit est indépendante du courant de polarisation.

Pour un conducteur quelconque, la puissance de bruit thermique dans une bande passante  $\Delta f$  [Hz] est exprimée par :

$$P_{th} = k_B \cdot T \cdot \Delta f \quad (1.9)$$

On obtiendra alors la racine de la puissance de bruit  $E_{th}$  exprimée en tension efficace d'une résistance  $R$  dans la bande passante d'un système de mesure  $\Delta f$  par :

$$E_{th} = \sqrt{4k_B T R \cdot \Delta f} \quad (1.10)$$

Pour comparer le niveau de bruit dans différents systèmes de mesure, la densité spectrale dans une bande passante de 1 Hz est souvent utilisée. Pour calculer le bruit dans un dispositif résistif, une résistance réelle (bruyante) peut être modélisée en une résistance idéale (sans bruit) en série avec une source de bruit soit en tension  $\sqrt{S_V}$  [V·Hz<sup>-1/2</sup>], soit en courant  $\sqrt{S_I}$  [A·Hz<sup>-1/2</sup>] (cf. FIG. 1.5) :

$$S_V = 4k_B T R \quad (1.11)$$

et

$$S_I = \frac{4k_B T}{R} \quad (1.12)$$

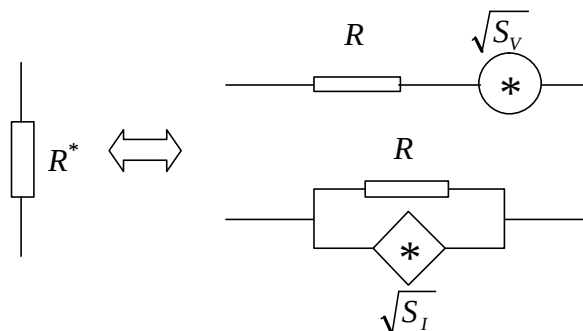


FIG. 1.5 – Circuit équivalent de bruit thermique d'une résistance réelle noté  $R^*$ .  $R$  est la résistance idéale non bruyante.

### 1.2.4 Sources de bruit télégraphique

Le bruit télégraphique, également appelé bruit lorentzien, bruit RTN (*Random Telegraph Noise*), bruit de *popcorn*, est observé dans certains matériaux inhomogènes et présente une contribution non-Gaussienne. Ce phénomène est expliqué par une procédure aléatoire de porteurs qui sautent entre deux états d'énergie, un état à haute énergie et un état à basse énergie (cf. FIG. 1.6).

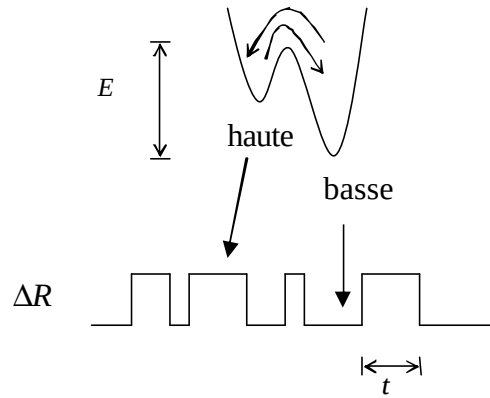


FIG. 1.6 – Modèle de bruit télégraphique correspondant aux sauts entre deux états d'énergie, où  $E$  et  $\tau$  correspondent respectivement à l'énergie et au temps passé dans un état,  $\Delta R$  est la variation de la résistance.

La durée  $\tau$  passée à état de plus haute énergie est caractérisée par une Loi d'Arrhenius :

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E}{k_B T}\right) \quad (1.13)$$

où  $\tau_0$  correspond à la fréquence de phonon dans les solides et  $E$  correspond à l'énergie d'activation pour un processus à deux états.

Le modèle de bruit télégraphique peut conduire à une contribution gaussienne (bruit en  $1/f$ ) par superposition des processus de sauts entre deux états avec une très large distribution de  $\tau_i$  (cf. section 1.2.5.1).

### 1.2.5 Sources de bruit excédentaire en 1/f

Le bruit excédentaire a d'abord été observé par J. B. Johnson [Johnson, 1925]. Il s'est aperçu que quand un courant circule dans un dispositif résistif, un autre type de bruit apparaît à basse fréquence en plus du bruit blanc avec la densité spectrale inversement proportionnelle à la fréquence de mesure. Ce bruit est alors appelé bruit en 1/f ou aussi '*Flicker Noise*'.

Ce phénomène a ensuite été détaillé par W. Schottky [Schottky, 1926]. A partir de la mesure de Johnson, il a trouvé que ce bruit en 1/f est proportionnel au carré du courant de polarisation.

Le bruit excédentaire en 1/f est présent dans presque tous les systèmes et ses mécanismes sont assez compliqués. En général, on considère que le bruit en 1/f est lié aux fluctuations de la résistance puisqu'il n'apparaît que lors du passage d'un courant. L'origine de cette fluctuation de résistance n'est toujours pas complètement clarifiée, il est donc difficile de trouver un modèle exact pour le quantifier. Les désaccords existent toujours parmi les nombreux modèles proposés par les auteurs qui étudient l'origine du bruit en 1/f. Ces approches sont détaillées ci-après.

#### 1.2.5.1 Explication de l'origine du bruit en 1/f par TLP (*Two Level Process*)

Le modèle de TLP (*Two Level Process*) peut être utilisé pour expliquer le spectre de bruit en 1/f. Un spectre en 1/f peut être considéré comme une superposition de nombreux spectres lorentziens liés à un processus à deux niveaux statistiques et indépendants (cf. FIG. 1.7). Si on considère que chaque processus est indépendant et qu'il correspond à une durée de temps caractéristique  $D(\tau)$ , la densité spectrale de spectre Lorentzien non corrélé est alors :

$$S_v(f) \propto \int \frac{t}{\omega^2 t^2 + 1} D(t) dt \quad (1.14)$$

Si on considère que  $D(\tau)$  est proportionnelle à  $1/\tau$ , on obtient alors l'intégration de spectres Lorentziens pour des constantes de temps compris entre  $\tau_1$  et  $\tau_2$ , dans une gamme de fréquence telle que  $t_2^{-1} \leq f \leq t_1^{-1}$  :

$$S_v(f) \propto \frac{1}{f} \quad (1.15)$$

Pour un processus thermiquement activé,  $\tau$  est caractérisé par une Loi d'Arrhenius (cf. Eq. 1.13) Afin d'obtenir un spectre en 1/f entre la fréquence  $\tau_1^{-1}$  et  $\tau_2^{-1}$ ,  $D(E)$  doit être constante pour  $E_1 = k_B T \ln(t_1/t_0) \leq E \leq k_B T \ln(t_2/t_0) = E_2$ .

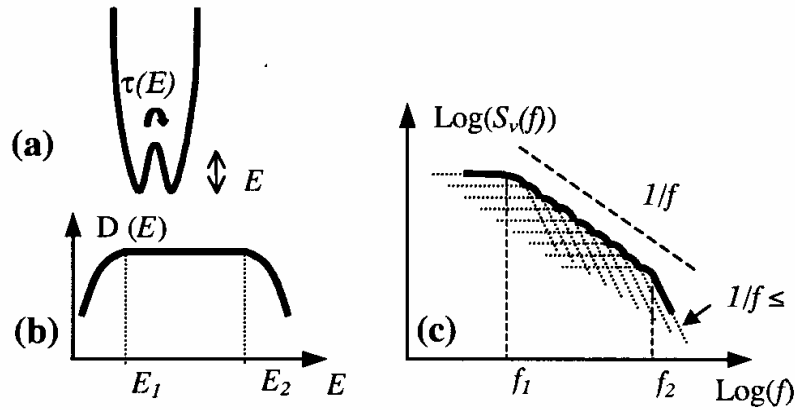


FIG. 1.7 – Origine du bruit en  $1/f$  par superposition de spectres Lorentziens avec (a) modèle d'énergie à deux niveaux, (b) la distribution d'énergie et (c) la superposition des spectres télégraphiques [Raquet, 2000].

### 1.2.5.2 Relation semi-empirique de Hooge

En 1969, Hooge a proposé une relation semi-empirique qui s'applique au cas des matériaux homogènes comme les métaux et les semi-conducteurs [Hooge, 1969, Hooge et Hoppenbrouwers, 1969]. Hooge considère que le bruit excédentaire en  $1/f$  est lié aux fluctuations de la mobilité dans un volume étudié. La relation de Hooge est généralement utilisée pour quantifier le niveau de bruit en  $1/f$  dans les différents types de matériaux. Elle s'écrit :

$$\frac{S_v(f)}{V^{2+\gamma}} = \frac{\alpha_H}{n_c} \cdot \frac{1}{\Omega \cdot f^b} \quad (1.16)$$

Avec  $V$  la tension aux bornes de la résistance [V],  $\alpha_H$  le paramètre de Hooge,  $n_c$  la concentration des porteurs [ $\text{m}^{-3}$ ],  $\Omega$  le volume de la résistance [ $\text{m}^3$ ],  $f$  la fréquence de mesure [Hz]. Le paramètre de Hooge  $\alpha_H$  est un paramètre sans dimension si  $b = 1$  et  $\gamma = 0$ . Il est souvent utilisé pour comparer le niveau de bruit entre les différents matériaux. Plus la qualité du matériau est bonne, plus  $\alpha_H$  est faible. On peut utiliser également le paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_c$  [ $\text{m}^3$ ].

On peut résumer ci-dessous quelques explications de l'origine du bruit excédentaire donnée par Hooge :

- Pour  $\gamma = 0$ , le niveau de bruit  $S_v(f)$  est proportionnel à  $V^2$ , ce qui montre que le bruit est lié à la fluctuation de la résistance.
- Le niveau de bruit  $S_v(f)$  est toujours inversement proportionnel au volume d'un échantillon pour un matériau homogène. Il a expliqué que le bruit excédentaire est un effet de volume et pas de surface, contrairement au modèle proposé par McWhorter [Hooge, 1969].
- $S_v(f)$  décroît en  $1/f^b$ , avec  $b$  proche de 1 ( $0,9 \leq b \leq 1,4$ ).

### 1.2.6 La fréquence de recouvrement $f_C$ [Hz]

La fréquence de recouvrement  $f_C$  est aussi un facteur couramment utilisé pour comparer quantitativement les caractéristiques de bruit de différents matériaux. Il est défini par la fréquence où le bruit en  $1/f$  est égal au bruit blanc. Dans le cas où le modèle de Hooge s'applique, on le définit par  $S_V(f_C) = 4k_B T R$ . En utilisant les l'équation 1.8 et 1.6, on obtient :

$$f_C = \frac{a_H}{n_C} \cdot \frac{I^2 \cdot R}{\Omega \cdot 4k_B T} \quad (1.22)$$

### 1.2.7 Conclusion

Lors de ce travail de thèse, nous avons cherché à vérifier la validité de la relation de Hooge dans le cas de couches minces de LSMO, notamment dans une gamme de température (300 – 400 K) où la transition ferromagnétique – paramagnétique a lieu, et donc où l'homogénéité du matériau n'est pas assurée. Le cas de films minces peut aussi être un cas particulier [Zhigal'skii, 1997].

Dans la formule de Hooge, le niveau de bruit en  $1/f$  est inversement proportionnel au nombre total de porteurs dans un matériau, si on suppose que les sources de fluctuations sont homogènes et indépendantes. Les premières mesures effectuées par Hooge ont montré un paramètre de Hooge  $\alpha_H$  égal à  $2 \times 10^{-3}$  dans différents matériaux homogènes. Dans les matériaux inhomogènes, le nombre de porteurs de charge actifs est en général inférieur au nombre total de porteurs, ce qui conduit à un paramètre de Hooge plus élevé. Il est donc important de déterminer le nombre exact de porteurs participant à la conduction pour bien définir le paramètre de Hooge du matériau. La valeur de  $2 \times 10^{-3}$  a été vérifiée dans les métaux et les semi-conducteurs. Elle peut être de 4 à 6 ordres de grandeurs moins élevée que celle observée dans certains matériaux magnétiques et certains oxydes.



### 1.3 Résumé des propriétés structurales, magnétiques et électriques statiques du $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ (LSMO)

#### 1.3.1 Introduction

Les oxydes de manganèse à valence mixte de formule  $\text{Re}_{1-x}\text{M}_x\text{MnO}_3$  ( $\text{Re} = \text{Rare-earth}$  trivalent La, Ba, Nd, Pr... et  $\text{M} =$  divalent Ca, Ba, Sr, Pb... ) ont été beaucoup étudiés dans les années 50-60 pour leurs propriétés remarquables : transition de phase entre métal et isolant (MI) au voisinage de la température de Curie  $T_C$  et effet de magnétorésistance colossale (noté CMR pour *Colossal MagnetoResistance*) [Zener, 1951] [Wollan et Koehler, 1955] [Goodenough, 1955] [Anderson and Hasegawa, 1955] [Gennest, 1960]. Cette famille de manganites possède une structure assez complexe et peut présenter différentes propriétés selon la composition. Différents domaines d'applications potentielles pour des dispositifs en couches minces ont été donnés par Venkatesan [Venkatesan et al., 1998].

Dans ce paragraphe, je présente un bref résumé des propriétés structurales, magnétiques, électriques statiques du composé  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ , noté LSMO par la suite.

#### 1.3.2 Structure pérovskite

La structure des oxydes de manganèse est celle d'une structure de pérovskite cubique  $\text{ABO}_3$ . Le site A situé au sommet du cube est un cation trivalent Re ou divalent M, soit respectivement Lanthane (La) ou Strontium (Sr) dans notre cas. Le site B situé au centre du cube est occupé par un métal de transition, ici le manganèse (Mn). Au centre de chaque face est placé un atome d'oxygène (cf. FIG. 1.8). Dans une manganite de formule générale  $\text{Re}_{1-x}^{3+}\text{M}_x^{2+}(\text{Mn}_{1-x}^{3+}\text{Mn}_x^{4+})\text{O}_3^{2-}$ , le rapport de cations Mn entre l'état  $\text{Mn}^{3+}$  et l'état  $\text{Mn}^{4+}$  est respectivement  $1-x$  et  $x$ .

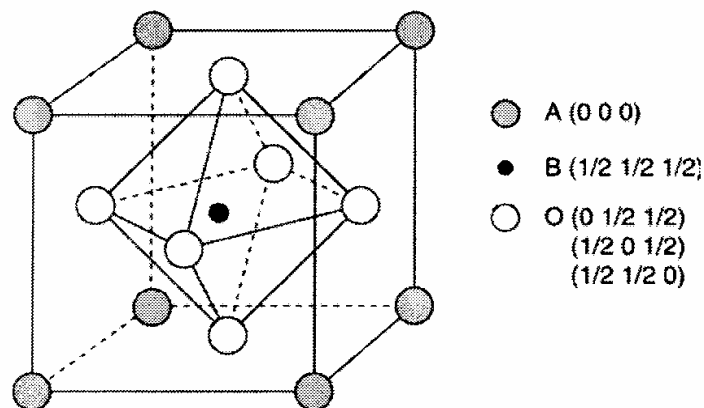


FIG. 1.8 – Schéma simplifiée de la structure pérovskite  $\text{ABO}_3$ , avec  $\text{A} = \text{La}$  ou  $\text{Sr}$ ,  $\text{B} = \text{Mn}$ .

La structure cubique est souvent déformée à cause de la taille des cations et l'effet Jahn Teller (cf. section 1.3.3). Pour donner un lien entre la stabilité de la structure pérovskite et les rayons des cations des sites A et B, le facteur de tolérance  $\sigma$  est utilisé :

$$s = \frac{(R_A + R_O)}{\sqrt{2}(R_B + R_O)} \quad (1.23)$$

Avec  $R_A$ ,  $R_B$  et  $R_O$  les rayons ioniques des cations des sites A, B et de l'oxygène.

Quand  $\sigma = 1$ , la structure pérovskite est idéale et cubique. Pour LSMO, avec  $x = 0,3$ , la structure est rhomboédrique, avec  $a = 0,549$  nm et  $c = 1,3356$  nm. Déposé sous forme de couches minces, sa structure devient pseudo-cubique avec  $a = 0,3889$  nm.

La figure 1.9 donne le diagramme de phase du  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  avec l'évolution de la température de transition en fonction de la concentration de dopage  $x$ .

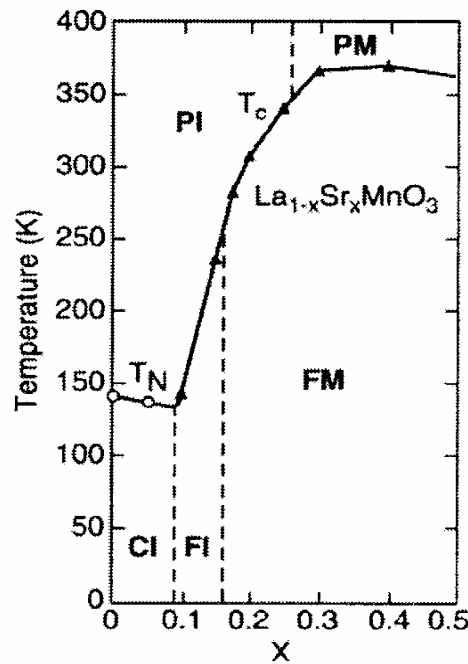


FIG. 1.9 – Diagramme de phase du  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  avec l'évolution de la température de transition en fonction de la concentration du dopage  $x$ .  $T_N$  est la température de Néel,  $T_C$  est la température de Curie. Notation, CI : *Charge-ordered Insulating*, FI : *Ferromagnetic Insulating*, PI : *Paramagnetic Insulating*, FM : *Ferromagnetic Metallic* et PM : *Paramagnetic Metallic* [Tokura et al., 1996].

Pour LSMO étudié dans cette thèse ( $x = 0,3$ ), le matériau passe d'un état ferromagnétique à un état paramagnétique pour une température de transition de 370 K environ.

### 1.3.3 Structure électronique et Effet Jahn Teller

Dans les manganites, les électrons des cations de manganèse sont tous sur le niveau d'énergie 3d. Pour les manganèses de valence  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{4+}$ , la configuration électronique est respectivement  $3d^4$  et  $3d^3$ . Les 5 orbitales de d se séparent en deux groupes d'énergie : 3 orbitales  $t_{2g}$  (faible niveau d'énergie) et 2 orbitales  $e_g$ . Les contributions des électrons sur ces deux niveaux d'énergie  $t_{2g}$  et  $e_g$  pour les ions  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{4+}$  sont représentées dans la figure 1.10.

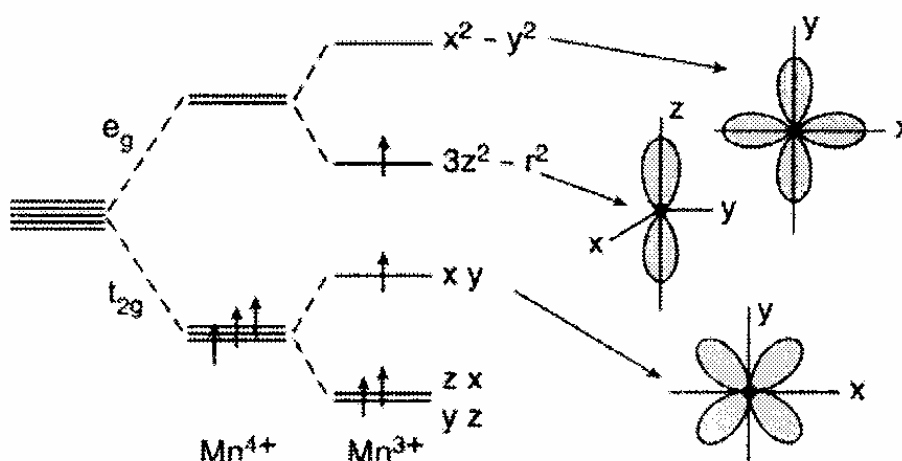


FIG. 1.10 – Niveaux d'énergie des électrons pour les ions  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{4+}$ .

Comme indiqué dans la figure 1.10, les trois électrons de  $\text{Mn}^{4+}$  sont tous dans les orbitales  $t_{2g}$ . Par contre, pour les 4 électrons de l'ion  $\text{Mn}^{3+}$ , trois sont situés sur les orbitales  $t_{2g}$  qui ont un faible niveau d'énergie. L'une des deux orbitales de  $e_g$  doublement dégénérées sera occupée par un seul électron. Cela permet de baisser l'énergie de  $\text{Mn}^{3+}$  et de faciliter les échanges d'électrons entre les cations de Mn et de l'oxygène (cf. section 1.3.2.3). La dégénérescence des orbitales provoque une distorsion sous forme d'un allongement des octaèdres  $\text{MnO}_6$  (cf. FIG. 1.11). Cette distorsion est appelée la distorsion Jahn Teller.

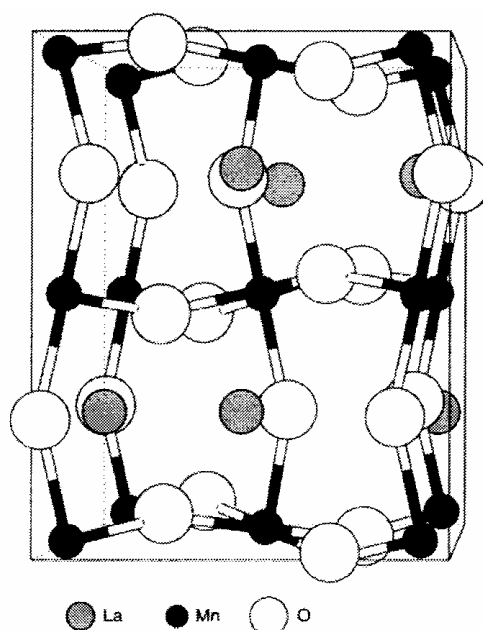


FIG. 1.11 – Structure orthorhombique de  $\text{LaMnO}_3$  avec une distorsion Jahn Teller [Pickett and Singh, 1996].

### 1.3.4 Les interactions d'échange et le mécanisme de conduction

L'interaction ferromagnétique entre un ion  $\text{Mn}^{3+}$  et un ion  $\text{Mn}^{4+}$  est décrite par le modèle de double échange introduit par Zener [Zener, 1951]. Le transfert des électrons entre les deux ions  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{4+}$  se fait par l'intermédiaire de  $\text{O}^{2-}$  (cf. FIG. 1.12).

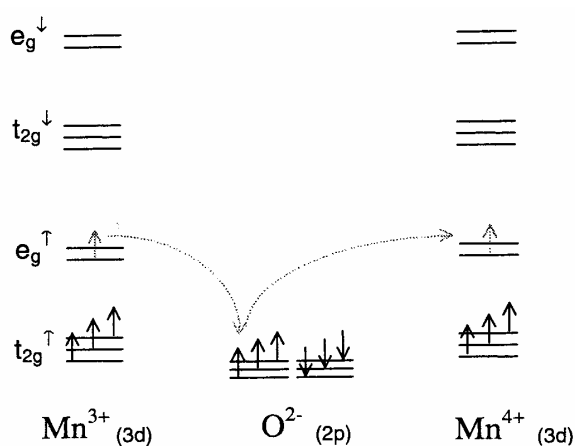


FIG. 1.12 – Mécanisme de double échange proposé par Zener.

Dans la théorie du double échange décrite par Zener, il faut que les spins d'électron de transfert soient parallèles (cf. FIG. 1.12). Peu de temps après, Anderson et Hasegawa ont proposé un autre modèle général du double échange qui inclut toutes les conditions du double échange [Anderson et Hasegawa, 1955]. Ils ont défini un angle  $\theta$  entre les moments d'électrons de  $\text{Mn}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{4+}$  (cf. FIG. 1.13). La probabilité de transfert d'électron d'entre les deux ions est alors écrite:

$$t = t_0 \cos \frac{\theta}{2} \quad (1.24)$$

Les mesures plus quantitatives de diffusion de neutron effectuées par Hwang et al. [Hwang et al., 1995] ont montré l'importance de l'angle  $\theta$  entre Mn–O–Mn pour les propriétés magnétiques et les propriétés de transports des manganites.

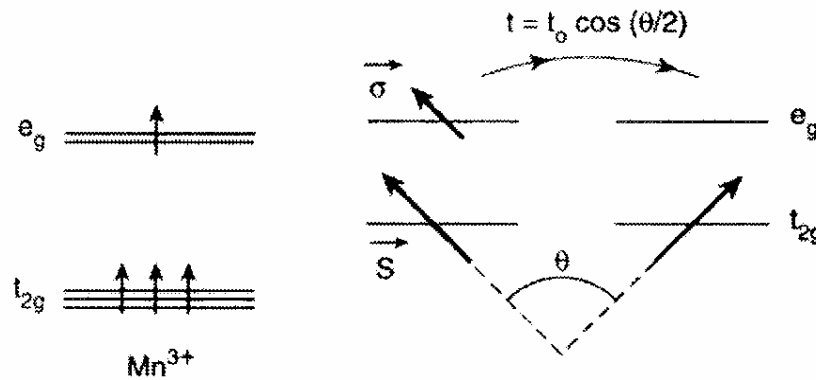


FIG. 1.13 – Mécanisme général de double échange proposé par Anderson et Hasegawa.

### 1.3.5 Caractéristiques d'aimantation et de résistance du composé $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$

Comme indiqué à la figure 1.9, le composé LSMO subit une transition ferromagnétique – métallique (FM) vers paramagnétique – isolant (PI) à la température de Curie noté  $T_C$ . Une courbe d'aimantation en fonction de la température typique de LSMO avec  $x = 0,3$  est donnée par Urushibara et al. [Urushibara et al. 1995] (cf. FIG. 1.14 ). Elle indique que la température de Curie vaut environ 370 K, ce qui est la plus élevée de la famille  $\text{Re}_{0,7}\text{M}_{0,3}\text{MnO}_3$  (cf. FIG. 1.15).

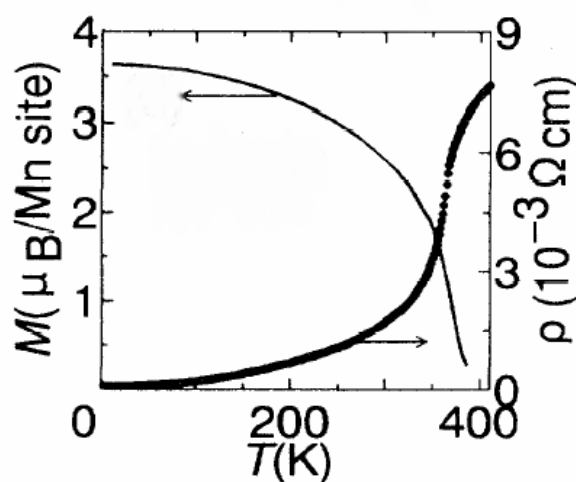


FIG. 1.14 – Aimantation et la résistivité en fonction de la température pour le composé  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  [Urushibara et al., 1995].

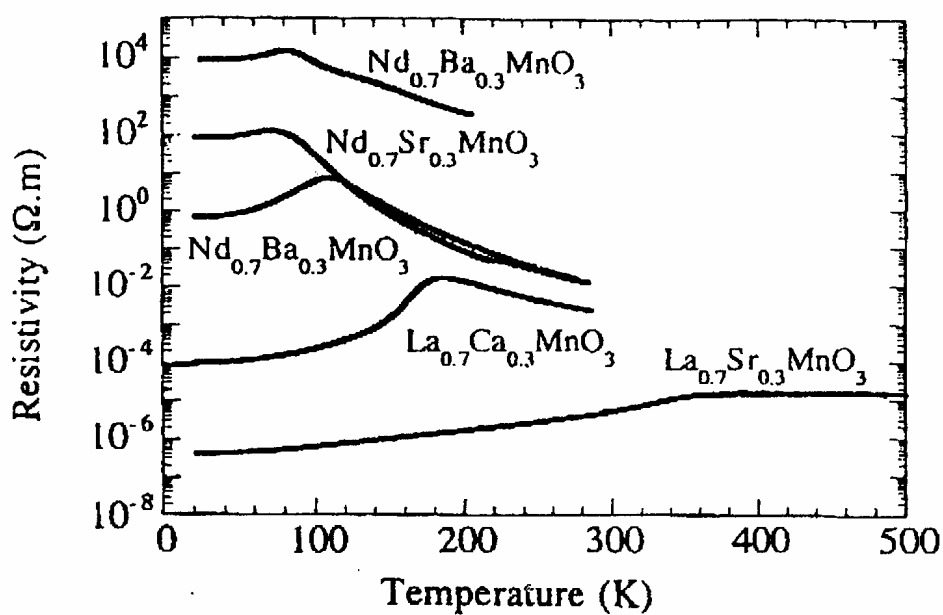


FIG. 1.15 – Résistivité en fonction de la température pour les différents composés mais avec le même niveau de la concentration  $x = 0,3$  [Coe et al., 1995].

La figure 1.16 présente la résistivité du composé  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  pour différentes valeurs de  $x$ . On définit également la température de pic, notée  $T_p$ , comme la température où la résistivité atteint un maximum. Pour notre composition  $x = 0,3$ , la valeur de résistivité à 300 K est environ  $10 \mu\Omega\cdot\text{m}$ .

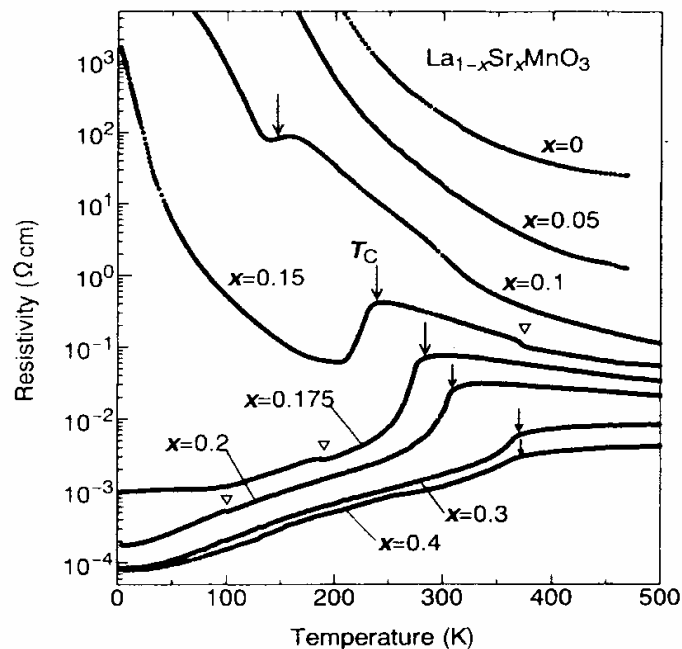


FIG. 1.16 – Résistivité en fonction de la température pour le composé  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  avec différents valeurs de concentration  $x$ . Les flèches indiquent les valeurs des température de Curie [Urushibara et al., 1995].

### 1.4 Coefficient de température et bruit en 1/f dans les couches minces de manganites

Dans cette partie, j'ai résumé quelques résultats de mesures de coefficient TCR ou  $\beta$  et de bruit en  $1/f$  dans les films minces de manganites issus de la bibliographie.

#### 1.4.1 Coefficient de température TCR ou b dans les différents composés de manganites

On a décrit précédemment que les propriétés de transport des oxydes de manganites sont fortement liées à la microstructure du film. Les films de différents composés présentent différentes propriétés structurales. Les propriétés de transport sont caractérisées par la probabilité du transfert d'électrons de double échange déterminée par la taille moyenne des cations du site A, la longueur et l'angle de Mn-O-Mn.

La figure 1.17 montre une évolution du coefficient de température (TCR ou  $\beta$ ) en fonction de la température de pic  $T_p$  de différents composés avant et après un recuit.

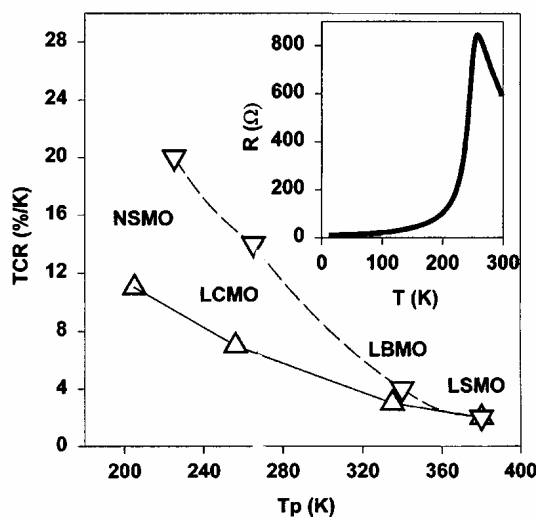


FIG. 1.17 – Comparaison du coefficient de température (TCR) en fonction de  $T_p$  de différents films  $\text{Nd}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  (NSMO),  $\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LCMO),  $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LBMO),  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LSMO) sur substrat  $\text{LaAlO}_3$  avant et après le recuit avec les symboles  $\Delta$  et  $\nabla$  respectivement. La résistivité en fonction de la température du film de LCMO est montrée dans l'encadré [Goyal et al., 1997].



On remarque que le coefficient de température est inversement proportionnel à la température de pic  $T_p$  et l'importance d'un recuit pour améliorer le TCR. Le TCR du film de NSMO est plus élevé que celui de  $\text{La}_{0.7}\text{Mn}_{0.3}\text{MnO}_3$ . Cela peut s'expliquer par l'effet du rayon ionique du site A. Le rayon du cation  $\text{La}^{3+}$  est plus grand que celui du cation  $\text{Nd}^{3+}$ , la longueur Mn-O-Mn du  $\text{La}_{0.7}\text{Mn}_{0.3}\text{MnO}_3$  est donc moins longue que celle du NSMO, ce qui favorise un transfert d'électrons plus rapide et plus facile que dans le système du NSMO et une température de transition  $T_p$  plus élevé. Parmi les différents films  $\text{La}_{0.7}\text{Mn}_{0.3}\text{MnO}_3$ , la différence du  $T_p$  entre LCMO et LBMO peut aussi être expliquée par le rayon ionique du cation A, mais le film de LSMO montre une plus forte  $T_p$  avec un plus petit rayon du cation. Les films les plus homogènes LSMO et LBMO présentent le plus faible TCR, puisqu'ils ont une meilleure structure cristalline, l'effet de recuit est alors moins important que pour les films LCMO et NSMO.

Un autre résumé de TCR maximum en fonction de la température de Curie  $T_C$  des différents films est donné par Laisauskas et al. (cf. FIG. 1.18) [Laisauskas et al., 2000].

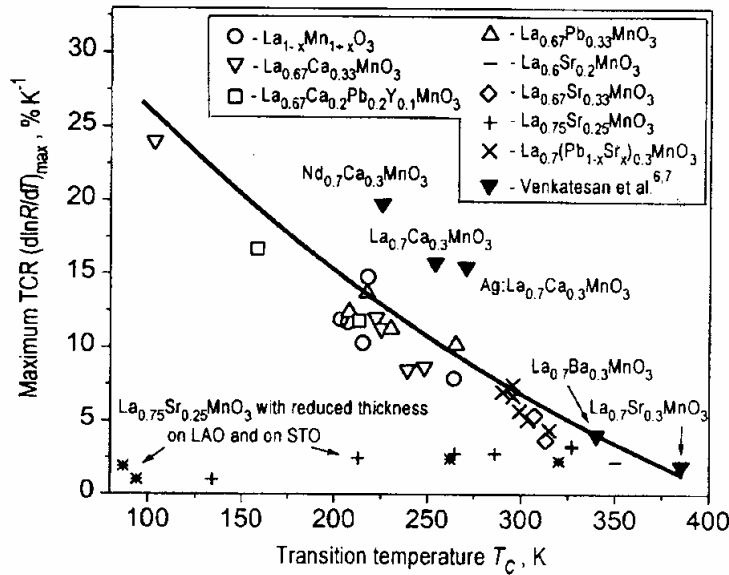
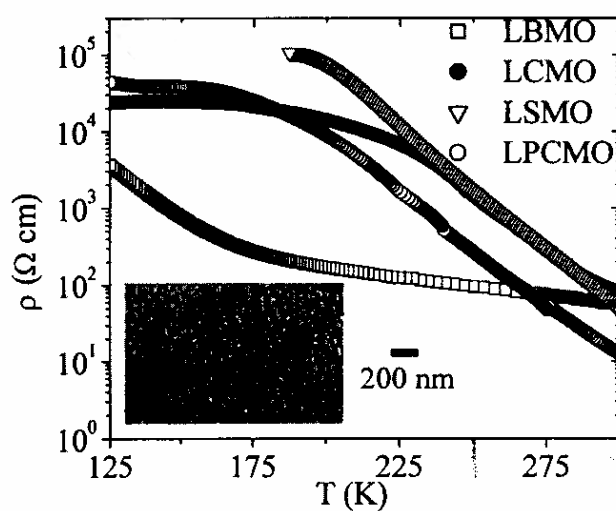
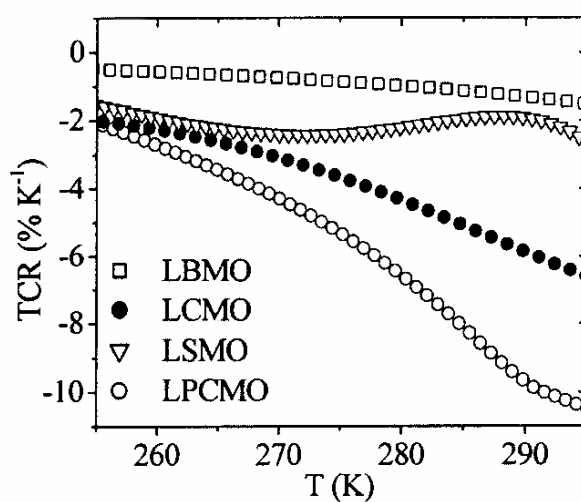


FIG. 1.18 – Comparaison des coefficients de résistance en température TCR en fonction de la température de Curie dans différents composés [Laisauskas et al., 2000].

Le mécanisme de TCR semble être relié au comportement intrinsèque lié à la résistivité du film. Sur la figure 1.19, on a présenté une autre mesure de la résistivité et du TCR en fonction de la température de mesure effectuée par Choudhary et al. [Choudhary et al., 2004]. Choudhary et al. souligne cependant que les films qui présentent un fort TCR présente aussi un très fort niveau de bruit en  $1/f$ , ( C'est le cas de  $(\text{La}_{0.6}\text{Pr}_{0.4})_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  et de  $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  (LCMO)).



(a)



(b)

FIG. 1.19 – Dépendance en température de la résistivité (a) et du coefficient de température TCR (b) pour différents films déposés sur substrat de silicium, dont  $\text{La}_{0,5}\text{Ba}_{0,5}\text{MnO}_3$  (LBMO),  $\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LCMO),  $\text{La}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{MnO}_3$  (LSMO) et  $(\text{La}_{0,6}\text{Pr}_{0,4})_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{MnO}_3$  (LPCMO) [Choudhary et al., 2004].

On verra à la section 2.2 que les propriétés électriques des films minces de manganites sont souvent liées aux conditions de préparation comme le choix de la méthode de croissance, les conditions du dépôt, la technologie de recuit, l'adaptation entre le film et le substrat et l'épaisseur du film.

On résume dans le tableau 1.4 les coefficients de température  $\beta$  publiés pour différentes couches minces de manganites.

| Matériaux                                     | T<br>[K]   | $\rho$<br>[ $\mu\Omega\cdot m$ ] | $\beta$<br>[% $\cdot K^{-1}$ ] | Référence                |
|-----------------------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------------------|--------------------------|
| $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3/Si$                    | 300        | $\sim 8,6 \times 10^5$           | 7                              | [Choudhary et al., 2004] |
| $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3/NGO$                   | 252        | $\sim 110$                       | 32                             | [Todd et al., 2004]      |
| $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3/LAO$                   | $\sim 250$ | 400                              | 7                              | [Goyal et al., 1997]     |
| Ag doped $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3/LAO$          | 270        | 60                               | 16                             | [Shreekala et al., 1999] |
| $La_{0,5}Sr_{0,5}MnO_3/Si$                    | 300        | $\sim 5,9 \times 10^5$           | 2                              | [Choudhary et al., 2004] |
| $La_{0,5}Ba_{0,5}MnO_3/Si$                    | 300        | $\sim 5,8 \times 10^5$           | 1,5                            | [Choudhary et al., 2004] |
| $La_{0,7}Ba_{0,3}MnO_3/LAO$                   | $\sim 330$ | –                                | 3                              | [Goyal et al., 1997]     |
| $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/LAO$                   | $\sim 380$ | –                                | 2                              | [Goyal et al., 1997]     |
| $Nd_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/LAO$                   | $\sim 225$ | –                                | 10                             | [Goyal et al., 1997]     |
| $Nd_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$                       | 235        | 400                              | 32                             | [Rajeswari et al.]       |
| $(La_{0,6}Pr_{0,4})_{0,67}Ca_{0,33}MnO_3/Si$  | 300        | $\sim 1,4 \times 10^5$           | 10                             | [Choudhary et al., 2004] |
| $La_{0,37}Pr_{0,30}Ca_{0,33}MnO_3$            | 230        | 2000                             | 58                             | [Rajeswari et al.]       |
| $La_{0,7}(Pb_{0,63}Sr_{0,37})_{0,3}MnO_3/LAO$ | 295        | –                                | 7,4                            | [Lisaukas et al., 2001]  |
| $La_{0,7}(Pb_{0,7}Sr_{0,3})_{0,3}MnO_3/STO$   | 296        | $\sim 350$                       | 6,1                            | [Lisaukas et al., 2001]  |
| $La_{0,67}(Sr, Ca)_{0,33}MnO_3/.../Si$        | 294        | 48                               | 4,4                            | [Kim et al., 2003]       |

TAB. 1.4 – Comparaison de caractéristiques électriques publiées.

#### 1.4.2 Bruit excédentaire à basse fréquence dans les couches minces de manganites

Le bruit excédentaire à basse fréquence dans les films minces et les composés massifs de manganites est généralement plus élevé que celui des métaux. Du bruit télégraphique a aussi été observé dans certains composés magnétique ou voisinage de la transition.

Les origines du bruit en  $1/f$  dans les manganites ne sont pas claires et sont très différentes selon la composition du matériau. On a résumé ci-dessous quelques résultats de mesures de bruit en  $1/f$  et les

origines généralement discutées pour chaque composition.

#### **1.4.2.1 Bruit excédentaire dans le composé $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ (LCMO) ou LCMO dopé**

##### **– Observation de bruit télégraphique**

Depuis l'observation de bruit télégraphique dans le composé LCMO, beaucoup d'auteurs cherchent à comprendre ses origines [Hardner et al., 1997, Raquet et al., 2000, Palanisami et al., 2001, 2003]. Ces fluctuations à deux niveaux peuvent être liées à la coexistence de deux phases différentes au voisinage de la transition de phases. Plus la température est proche de la température de transition, plus l'effet observé est important. Les mesures mésoscopiques et macroscopiques ont quantitativement montré le phénomène de séparation de phases dans le LCMO [Chen et al., 2003, Merithew et al., 2000]. Chen et al. ont aussi observé que la percolation entre deux phases à une température  $T$  proche de celle de transition de phase  $T_C$  (avec  $T$  toujours inférieure et proche de  $T_C$ ) est souvent plus forte et plus sensible au champ magnétique que celle observée à plus basse température [Chen et al., 2003]. Par contre, les mesures réalisées par Raquet et al. ont montré la présence de bruit télégraphique à très basse température (4 – 170 K pour  $T_C \approx 210\text{K}$ ). La présence de ces fluctuations observées à très basse température par rapport à la température de Curie  $T_C$  reste à comprendre.

Une dépendance du bruit télégraphique avec le champ magnétique appliqué est attendue puisque la fluctuation entre deux phases est sensible au champ magnétique, [Palanisami et al., 2003]. D'ailleurs, les études du bruit télégraphique en fonction du courant de polarisation ont prouvé le lien entre l'amplitude et la durée moyenne à chaque état et le courant de polarisation [Yuzhelevski et al., 2001].

##### **– Dépendance du bruit en 1/f avec la température**

Des mesures de bruit en 1/f en fonction de la température ont été effectuées par nombreux auteurs [Rajeswari et al., 1996, Reutler et al., 2000, Podzorov et al., 2000, Podzorov et al., 2001, Khare et al., 2001]. La plupart des mesures de bruit en 1/f dans le film de LCMO ou avec quelque pourcent de dopage en  $\text{Pr}^{3+}$  ( $\text{La}_{5/8-x}\text{Pr}_x\text{Ca}_{3/8}\text{MnO}_3$  avec  $x = 0,35$ ) ont montré un pic de paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_C$  de 2 à 4 ordres de grandeur à la température de transition par rapport à la valeur mesurée loin de la transition (cf. FIG. 1.19) [Reutler et al., 2000, Podzorov et al., 2000, Podzorov et al., 2001, Todd et al., 2004]. Ce pic peut parfois être éliminé par un champ magnétique de quelques teslas, j'en reparlerai dans la partie sur l'influence du champ magnétique sur le bruit en 1/f.

On a aussi remarqué que ce type pic n'a pas été observé par Khare et al. [Khare et al., 2001] bien qu'ils ont utilisé la même composition  $\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3/\text{STO}$  que celui étudié par Reutler et al. [Reutler et al., 2000]. La différence entre les deux mesures reste à comprendre.

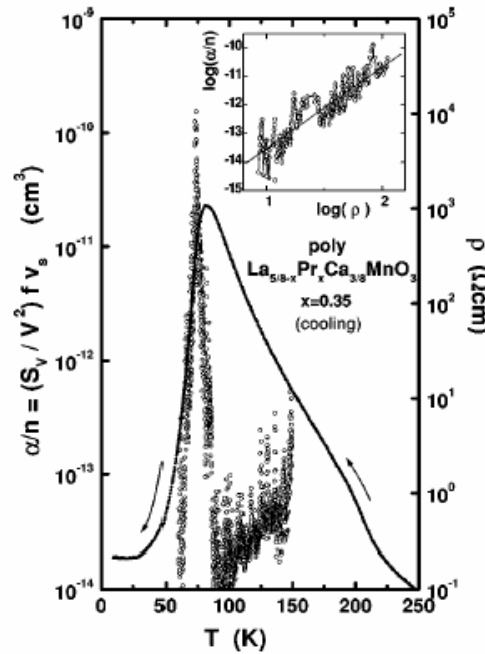


FIG. 1.19 – Résistivité et paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_C$  à 10 Hz pour le film de LPCMO en fonction de la température. La dépendance du paramètre  $\alpha_H/n_C$  en fonction de la résistivité est donnée dans l'encadré [Podzorov et al., 2000].

#### – Influence du champ magnétique sur le bruit en $1/f$

Le lien entre le bruit en  $1/f$  dans les films de LCMO et le champ magnétique a également été étudié [Reutler et al., 2000, Khare et al., 2001]. Parmi tant de mesures, différents résultats sont obtenus. Nous les résumons ci-dessous pour éclairer les différents mécanismes proposés par les auteurs.

##### ✓ Diminution du bruit en $1/f$ par d'application de champ magnétique à haute température ( $T \geq T_C$ )

Les mesures effectuées par Reutler et al. ont montré que le paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_C$  dans les films minces de  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  (avec  $x = 1/3$ ) déposé sur le substrat NdGaO augmente avec la température de deux ordres de grandeur de 100 K en phase ferromagnétique à 300 K en phase paramagnétique [cf. FIG. 1.20]. Sur la figure 1.20, on observe qu'à la haute température ( $T \geq T_C$ ), le bruit en  $1/f$  a été diminué par l'application d'un champ magnétique de 2 T et le pic du bruit normalisé à la transition de phase a été complètement éliminé. Par contre, le niveau de bruit en  $1/f$  à basse température ( $T < T_C$ ) n'a pas été influencé par le champ magnétique appliqué. Ce phénomène peut être expliqué par l'élimination des fluctuations de magnétisation.

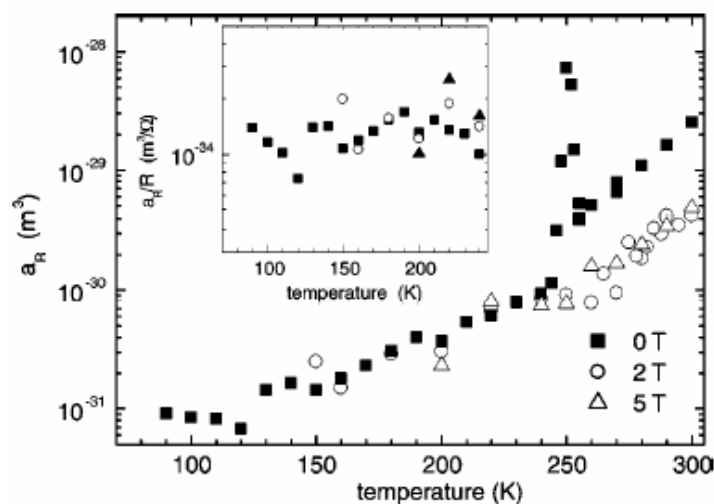


FIG. 1.20 – Dépendance en température du paramètre de Hooge normalisé  $a_R = \alpha_H/n_C$  mesuré dans un film de  $\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3$  déposé sur NGO avec différents champs magnétiques appliqués. La dépendance en température de  $(\alpha_H/n_C) \cdot (1/R)$  est présentée dans l'encadré [Reutler et al., 2000].

✓ **Diminution de bruit en 1/f par d'application de champ magnétique à basse température ( $T < T_C$ )**

Contrairement aux résultats précédents, les mesures effectuées par Khare et al. dans le film mince de LCMO avec la même composition n'ont pas montré la dépendance de bruit en 1/f avec le champ magnétique appliqué pour  $T \geq T_C$ . Par contre, le bruit mesuré à basse température ( $T < T_C$ ) a été diminué par un champ magnétique de 1 kOe (cf. FIG. 1.21). Ce résultat est alors expliqué par les réductions des fluctuations dues à l'alignement des spins dans la phase ferromagnétique.

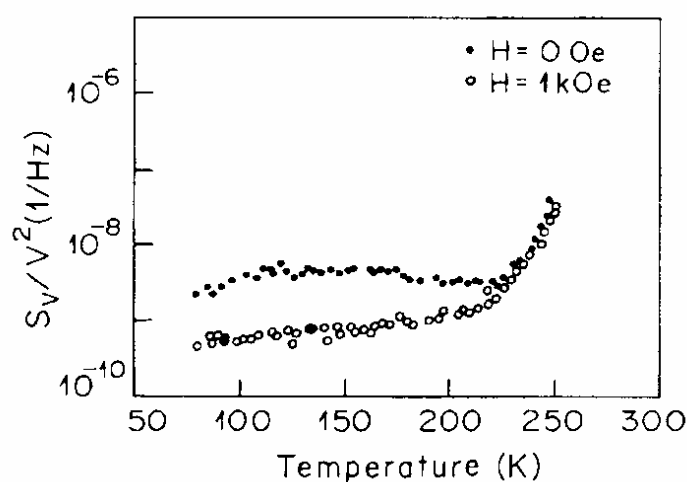


FIG. 1.21 – Dépendance en température de  $S_V/V^2$  mesuré à  $f = 7$  Hz avec ou sans champ magnétique, où  $V$  est la tension aux bornes de l'échantillon.

### – Effet de la qualité cristalline

Le comportement du bruit en  $1/f$  dans les films minces de manganites en référence de la contrainte est aussi intéressant à étudier. Les mesures de bruit en  $1/f$  par Reutler et al. dans les films minces de LCMO sur différents substrats ont montré l'influence de cette variable.

Le film LCMO déposé sur le substrat NGO possède une contrainte beaucoup plus faible que celle du film déposé sur STO. Il est donc facile à comprendre que le premier film présentera un plus faible bruit en  $1/f$  puisque le bruit en  $1/f$  est fortement lié à la qualité cristalline du film. Comparons le niveau de bruit normalisé présenté à la figure 1.20 et 1.22, on résume qu'un écart de l'ordre de 6 ordres de grandeurs.

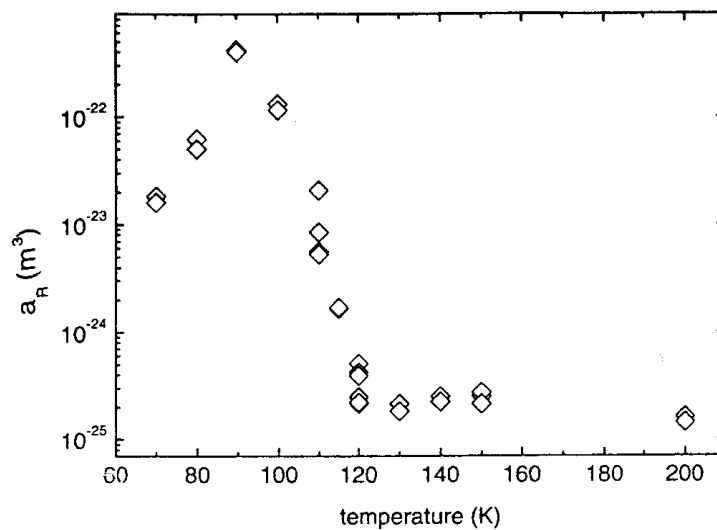


FIG. 1.22 – Température dépendance de bruit normalisé  $a_R = \alpha_H/n_C$  mesuré dans le film de  $La_{2/3}Ca_{1/3}MnO_3$  déposé sur le substrat STO [Reutler et al., 2000].

#### 1.4.2.2 Bruit excédentaire dans le composé de LSMO

##### – Observation de différences entre le film de LCMO et de LSMO

Par comparaison avec les études de bruit excédentaire dans les films de LCMO, très peu de travaux ont été réalisés sur le bruit excédentaire de couches minces de LSMO [Lisaukas et al., 1999a, 1999b, 2000, 2001, Raquet et al., 1999, Han et al., 2002, Palanisami et al., 2002]. Dans la littérature sur les mesures de bruit dans le composé LSMO, aucun bruit télégraphique n'est observé. Cette différence avec le composé LCMO manifeste un mécanisme de conduction certainement différent.

Le bruit en fonction du champ magnétique et de la température notamment lors du passage de transition de phase a été mesuré et comparé pour des films de LCMO et de LSMO [Mira et al., 1999, Merithew, 2000, Palanisami et al., 2002, Merithew et al., 2003]. Si la transition de phase est du 1<sup>er</sup>

ordre, dans un milieu où on a la coexistence de deux phases, la conductivité saute entre une valeur élevée et faible, ce qui conduit à un fort bruit excédentaire. Cela a été observé dans le cas de LCMO. Dans les mesures de bruit dans les films minces de LSMO effectuées par Palanisami et al., l'absence de fort bruit excédentaire à la transition de phase a tendance à montrer l'absence de coexistence de deux phases. Cela peut être un argument en faveur d'une transition de phase du 2<sup>ème</sup> ordre pour LSMO. Les différentes origines de bruit en 1/f dans les films minces de LSMO seront discutées dans la suite.

#### – Dépendance du bruit en 1/f avec la température

Parmi toutes les mesures de bruit en 1/f dans les films minces de LSMO, aucune dépendance importante du niveau de bruit en 1/f avec la température n'a été observée. Notamment aucun pic n'a été mesuré au passage de la transition. Un exemple est présenté à la figure 1.23 où une variation de 1 à  $4 \cdot 10^{-32} \text{ m}^3$  est mesurée dans la gamme de température 300 – 400 K. Dans cet exemple, on remarque également que l'effet du champ magnétique n'est pas très évident. Ces deux comportements peuvent laisser penser que les fluctuations n'ont pas d'origines magnétiques évidentes.

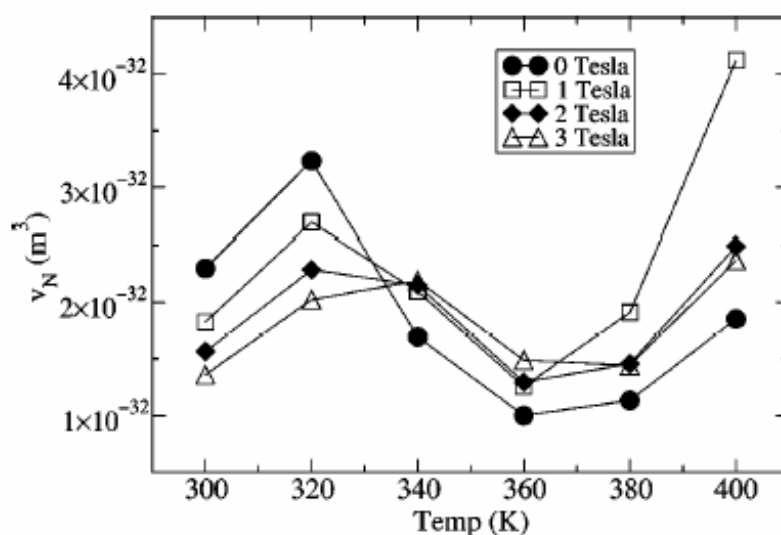


FIG. 1.23 – Dépendance du paramètre de Hooge normalisé  $v_N = \alpha_H/n_C$  en température sous l'effet du champ magnétique dans un film mince de  $\text{La}_{0,72}\text{Sr}_{0,28}\text{MnO}_3$  déposé sur STO [Palanisami et al., 2002].

#### – Influence du champ magnétique sur le bruit en 1/f

Dans le cas des films minces de LSMO, des résultats contradictoires sur l'effet du champ magnétique ont été obtenus par différents auteurs. Pour certains [Raquet et al., 1999], une diminution significative du bruit en 1/f est obtenue lorsque le champ magnétique augmente pour  $T < T_C$  (cf. FIG. 3.24). Par contre, Han et al. ont observé une augmentation du bruit pour  $T < T_C$  [Han et al., 2002].



Pour ces auteurs, l'origine du bruit est attribuée soit à des fluctuations lors l'alignement des spins [Raquet et al., 1999], soit à des fluctuations des domaines magnétiques [Han et al., 2002]. D'autres auteurs, enfin, n'ont pas obtenu de variation simplificatrice du bruit en  $1/f$  avec le champ magnétique [Lisaukas et al., 1999, Palanisami et al., 2002] (cf. FIG. 1.23 et 1.25). Plus de mesures dans ce domaine sont nécessaires afin d'éclairer le lien entre le bruit en  $1/f$  et le champ magnétique.

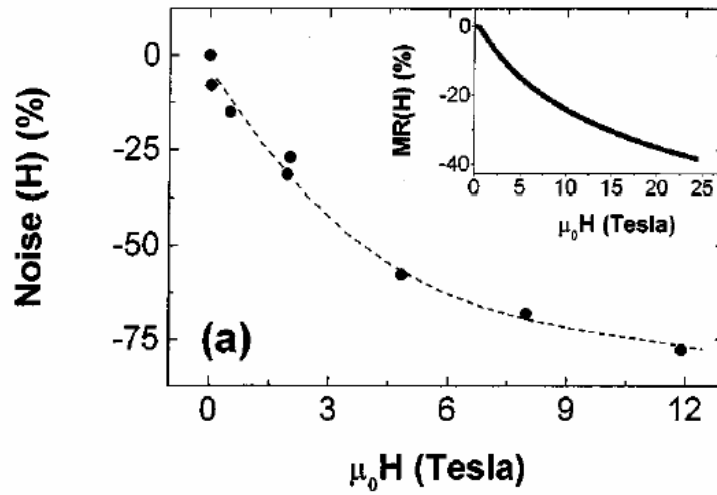


FIG. 1.24 – Variation relative du bruit normalisé en fonction du champ magnétique.  $\text{Noise (H)} = [S_V/V^2(H) - S_V/V^2(0)]/[S_V/V^2(0)]$  avec  $H = 12$  T,  $f = 12$  Hz à 300 K [Raquet et al., 1999].

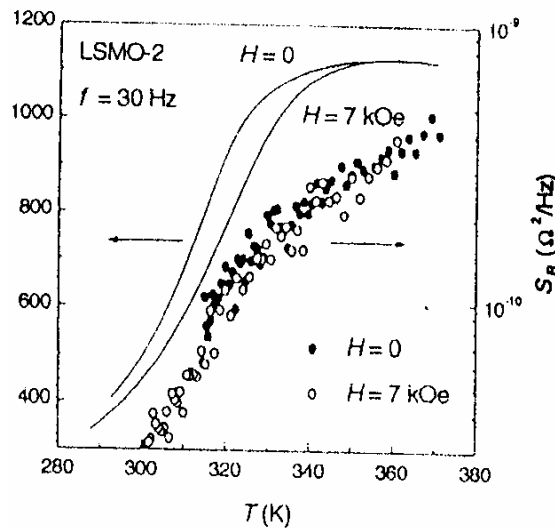


FIG. 1.25 – Comparaison de la dépendance en température de la résistance et du bruit en  $1/f$  mesurée avec et sans champ magnétique [Lisaukas et al., 1999].

### – Effet des joints de grain

Les films minces avec joints de grain sont aussi intéressants à étudier. Les propriétés magnétiques et électriques sont sensibles au champ magnétique, qui facilite l'alignement de l'aimantation dans la région du joint de grain. Les mesures de bruit dans le film cristallin de LSMO effectué par Mathieu et al., ont montré une dépendance claire du bruit en 1/f en fonction du champ magnétique. Une contribution de bruit télégraphique (effet très faible) en plus du bruit en 1/f a aussi été observé sous un faible champ magnétique de 0,02 T [Mathieu et al., 2001]. Cela indique que le bruit excédentaire comme la résistance est fortement lié à la présence de joints de grain.

### – Effet de l'épaisseur

Le bruit en 1/f mesuré pour différentes épaisseurs (42 Å, 100 Å et 600 Å) de films de  $\text{La}_{0,75}\text{Sr}_{0,25}\text{MnO}_3$  a montré une forte dépendance avec la microstructure du film (cf. FIG. 1.26) [Lisaukas et al., 1999].

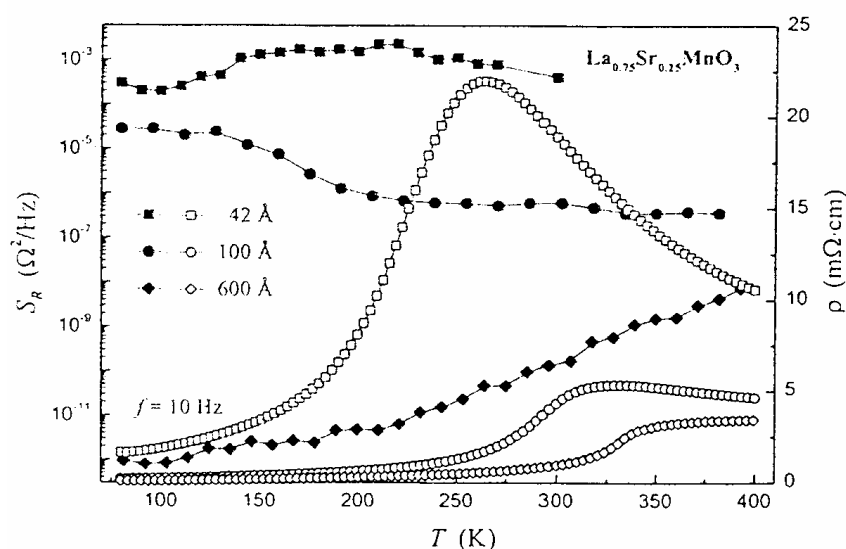


FIG. 1.26 – Résistivité (symboles ouverts) et bruit excédentaire en 1/f (symboles fermés) de films de  $\text{La}_{0,75}\text{Sr}_{0,25}\text{MnO}_3$  sur STO (001) en fonction de la température pour différentes épaisseurs [Lisaukas et al., 1999]

La plus grande variation de bruit en 1/f par augmentation de la température de 100 K à 400 K d'environ 4 ordres de grandeur a été observée dans le film de 600 Å épais ; pour le film le plus fin (42 Å), le bruit est quasiment constant sur toute la gamme de la température. Pour le film avec une épaisseur de 100 Å, le niveau de bruit en 1/f a légèrement diminué avec la température et ne suit pas la température dépendance de la résistance avec la température et du bruit télégraphique a été observé à plus basse température que 150 K. Cela manifeste l'importance de l'épaisseur du film.

### 1.4.2.3 Bruit excédentaire dans les autres composés

Dans la famille des oxydes de manganèse, le bruit des composés de PCMO, PSMO et NCMO spécialement à état de CO (*Charge Ordered*) a aussi été étudié par de nombreux auteurs [Anane et al., 2000, Guha et al., 1999, Wei et al., 2002]. Un niveau de bruit en  $1/f$  très élevé à haute température et un bruit télégraphique correspondant au modèle de percolation à basse température ont été observés. Nous ne détaillerons pas plus ces résultats ici.

### 1.4.2.4 Comparaison des paramètres de Hooge normalisés mesurés dans les différents films de manganites

Une comparaison du paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_C$  dans les films de différentes compositions est donné à la figure 1.27 [Palanisami et al., 2002]. Elle montre clairement que pour une même composition mais différents substrats, le niveau de bruit peut être très différent. Sur un substrat avec un meilleur accord de maille, le film présente moins de bruit en  $1/f$  (par exemple, le film de LCMO sur NGO (f) est moins bruyant que celui sur STO (c)). Par ailleurs, l'existence d'un joint de grain conduit à un plus fort niveau de bruit en  $1/f$  (par exemple, LSMO avec joint de grain (d) par rapport au film monocristallin (g)). Sur cette figure, le meilleur résultat est obtenu dans le film mince de LSMO déposé sur STO avec un paramètre de Hooge normalisé de l'ordre de  $10^{-32} \text{ m}^3$ . Une comparaison de la résistivité et du paramètre de Hooge normalisé des différents films est donnée dans le tableau 1.5.

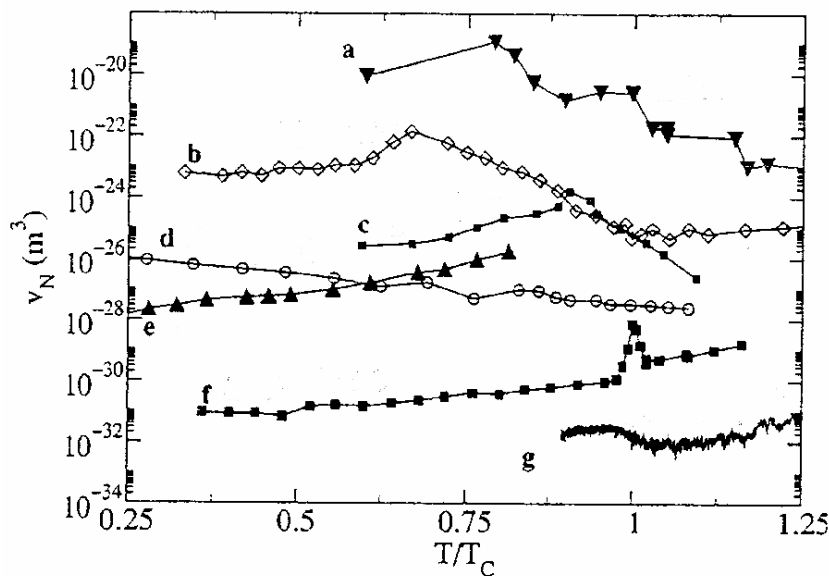


FIG. 1.27 – Comparaison du bruit normalisé  $v_N = \alpha_H/n_C$  des différents composés [Palanisami et al., 2002]. (a) LCMO déposé par ablation laser pulsée [Hardner et al., 1997] ; (b)  $\text{La}_{0.6}\text{Y}_{0.07}\text{SrMnO}_3$  déposé par ablation laser pulsée [Alers et al., 1996] ; (c) LCMO sur STO [Merithew et al., 2000] ; (d) LSMO avec joint de graine [Mathieu et al., 2001] ; (e) LSMO déposé par ablation laser pulsée [Raquet et al., 1999] ; (f) LCMO sur NGO par MBE [Reutler et al., 2000] ; (g) LSMO sur STO.

| Matériaux                                                                                       | T <sub>p</sub><br>[K] | $\rho_{300K}$<br>[ $\mu\Omega \cdot m$ ] | T<br>[K] | $\alpha_H / n_C$<br>[m <sup>3</sup> ] | Référence                 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|------------------------------------------|----------|---------------------------------------|---------------------------|
| La <sub>0,67</sub> Ca <sub>0,33</sub> MnO <sub>3</sub> /LAO                                     | 200                   | ~ 5                                      | 295      | $\sim 2 \times 10^{-23}$              | [Rajeswari et al., 1996]  |
| La <sub>2/3</sub> Ca <sub>1/3</sub> MnO <sub>3</sub> /NGO                                       | 250                   | ~ 200                                    | 300      | $1,6 \times 10^{-29}$                 | [Reutler et al., 2000]    |
| La <sub>2/3</sub> Ca <sub>1/3</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                       | 110                   | $1,5 \times 10^5$                        | 90       | $2 \times 10^{-22}$                   | [Reutler et al., 2000]    |
| La <sub>0,7</sub> Ca <sub>0,3</sub> MnO <sub>3</sub> /NGO                                       | 256                   | ~ 150                                    | 254      | $1,5 \times 10^{-28}$                 | [Todd et al., 2004]       |
| La <sub>0,67</sub> Ca <sub>0,33</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                     | 140                   | –                                        | 140      | $1,4 \times 10^{-18}$                 | [Khare et al., 2001]      |
| La <sub>0,75</sub> Sr <sub>0,25</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                     | 260                   | ~ 190                                    | –        | $5 \times 10^{-26} - 10^{-22}$        | [Lisaukas, 2001]          |
| La <sub>0,75</sub> Sr <sub>0,25</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                     | 325                   | ~ 55                                     | –        | $10^{-26} - 10^{-22}$                 | [Lisaukas, 2001]          |
| La <sub>0,75</sub> Sr <sub>0,25</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                     | 370                   | ~ 35                                     | –        | $10^{-25} - 10^{-24}$                 | [Lisaukas, 2001]          |
| La <sub>0,7</sub> Sr <sub>0,3</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                       | 360                   | ~ 90                                     | 300      | $5,6 \times 10^{-24}$                 | [Han et al., 2002]        |
| La <sub>0,72</sub> Sr <sub>0,28</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                     | 380                   | ~ 15                                     | 300      | $\sim 10^{-32}$                       | [Palanisami et al., 2002] |
| La <sub>2/3</sub> Sr <sub>1/3</sub> MnO <sub>3</sub> /STO                                       | ~<br>360              | ~ 22                                     | 300      | $1,6 \times 10^{-26}$                 | [Raquet et al., 1999]     |
| Pr <sub>0,67</sub> Sr <sub>0,33</sub> MnO <sub>3</sub> /LAO                                     | 150                   | ~ 1                                      | –        | $10^{-21}$                            | [Rajeswari et al., 1996]  |
| La <sub>0,7</sub> (Pb <sub>0,63</sub> Sr <sub>0,37</sub> ) <sub>0,3</sub> MnO <sub>3</sub> /LAO | 310                   | –                                        | 295      | $3 \times 10^{-21}$                   | [Lisaukas et al., 2000]   |
| La <sub>0,67</sub> (Sr,Ca) <sub>0,33</sub> MnO <sub>3</sub> /.../Si                             | 320                   | ~ 70                                     | 294      | $1,6 \times 10^{-26}$                 | [Kim et al., 2003]        |

TAB. 1.5 – Comparaison de la résistivité et du paramètre de Hoogenormalisé des différents films minces de manganites.

#### 1.4.2.5 Conclusion et discussion

L'ensemble des résultats indique que le niveau de bruit en 1/f est fortement lié à la qualité cristalline du film pour toutes les compositions. La préparation du film est donc importante, et notamment la teneur en oxygène.

Les études de la dépendance du bruit en 1/f et de la résistivité en champ magnétique et en température ont montré des comportements très différents notamment pour les composés LCMO et LSMO : à la transition de phase, un pic de bruit et l'apparition de bruit télégraphique sont rapportés pour LCMO, alors que ce n'est pas le cas pour LSMO. Comme cela est suggéré par Palanisami et al. au fait que la transition de phase soit du 1<sup>er</sup> ordre pour LSMO et 2<sup>ème</sup> ordre pour LCMO [Palanisami et al., 2002].

La dépendance du bruit dans LSMO en fonction du champ magnétique est contradictoire selon les

auteurs.

La plupart des résultats de mesures de bruit excédentaire dans les films minces de manganite montre un bruit en  $1/f$  plus élevé que dans les métaux. Parmi les films minces de manganites, le paramètre de Hooge normalisé de l'ordre de  $10^{-32} \text{ m}^3$  mesuré par Palanisami et al. pour LSMO est le meilleur résultat publié actuellement.

Il faut noter enfin qu'on cherche à obtenir un grand rapport signal sur bruit SNR (*Signal Noise Ratio*) pour la réalisation d'un capteur. Bien que le film mince de LCMO présente un fort coefficient en température  $\beta$  à la température proche de celle de la transition de phase, il n'est pas considéré idéal pour la fabrication de bolomètre puisque ce fort  $\beta$  s'accompagne d'un pic du bruit en  $1/f$ . Dans la littérature, aucun pic de bruit en  $1/f$  n'est observé pour le film mince de LSMO (cf. section 1.4.2.2). C'est pourquoi nous considérons que ce film est très intéressant pour la réalisation de microbolomètre à température ambiante malgré son plus faible coefficient de température. Nous verrons ces potentialités au chapitre 3

## 1.5 Les bolomètres à la température ambiante

Les matériaux étudiés actuellement pour la fabrication de bolomètres à température ambiante sont par exemple les oxydes de vanadium  $\text{VO}_x$ , les semi-conducteurs amorphes et certains manganites. Un résumé est donné par Zerov et Malyarov [Zerov et Malyarov, 2001].

### – Les oxydes de vanadium $\text{VO}_x$

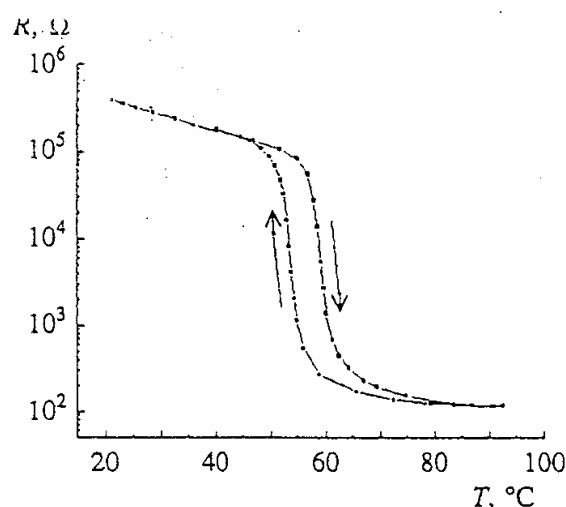


FIG. 1.28 – Résistance en fonction de la température pour un oxyde de vanadium [Zerov et al., 2001].

Les oxydes de vanadium  $\text{VO}_x$  sont utilisés pour la fabrication de microbolomètres commerciaux non refroidis. La variation de la résistance des oxydes de vanadium est remarquable. Ils présentent un fort coefficient de température  $\beta$  qui est de 5 à 10 fois plus grand que celui des métaux et un plus faible niveau de bruit en  $1/f$  que celui observé dans les semi-conducteurs.

Les films minces de dioxyde de vanadium  $\text{VO}_2$  présentent également une transition de phase. Cette transition n'est malheureusement pas utilisable facilement car elle présente notamment un hystérésis (cf. FIG. 1.28). La température de fonctionnement est alors généralement choisie plus basse que la température de transition de phase pour s'éloigner de la zone d'hystérésis. Le coefficient de température  $\beta$  de  $2\% \text{ K}^{-1}$  a été mesuré dans une très grande gamme de température de 250 à 400 K [Wada et al., 1998]. Les coefficients de température  $\beta$  des oxydes de vanadium sont autour de  $3\% \text{ K}^{-1}$  pour une résistivité du film  $\rho$  de 1-20  $\Omega\cdot\text{cm}$  à 300 K [Zerov et al., 2001].

Le bruit en  $1/f$  a été mesuré dans les films minces d'oxyde de vanadium. Pour un courant de polarisation de  $19,3 \mu\text{A}$ , le paramètre de Hooge normalisé  $\alpha_H/n_C$  est de l'ordre de  $10^{-23} \text{ cm}^3$  [Marshall et al., 1996]. Des détectivités spécifiques de  $10^8 \text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$  ont aussi été obtenues pour des microbolomètres basés sur ces films minces d'oxydes de vanadium.

## – Les films de semi-conducteurs amorphes et polycristallins de Si, Ge et leurs composés

Les films minces de semi-conducteurs amorphes sont beaucoup utilisés pour la réalisation de microbolomètres non refroidis principalement pour leurs facilités d'intégration avec la microélectronique semi-conductrice sur silicium. Les compositions de semi-conducteurs amorphes utilisés en bolométrie sont assez variées selon les conditions et le critère d'utilisation. Le principal inconvénient est le fort bruit excédentaire lié à la nature amorphe ou polycristalline du matériau.

### ✓ Les films minces de silicium amorphe hydrogéné (a-Si : H)

Le comportement du bruit excédentaire présent dans les couches de silicium amorphe hydrogéné (**a-Si : H**) est assez varié. Parfois, ils présentent un spectre en  $1/f$  [Johanson et al., 2000, Johanson et al., 2002] avec un paramètre de Hooge  $\alpha_H$  de  $2 \times 10^{-3}$  [Parman et al., 1993]. Parfois, ils montrent une contribution non Gaussienne avec du bruit télégraphique [Johanson et al., 2000, Parman et al., 1993].

Les films minces de silicium amorphes hydrogénés préparés en technologie PCVD (*Plasma Chemical Vapor Deposition*) présentent toujours un plus fort coefficient de température  $\beta$  que ceux préparés par pulvérisation anodique. Par contre, le bruit excédentaire dans les films préparés par le procédé de pulvérisation anodique est de 3 ordres de grandeur plus faible à 10 Hz que celui des films préparés par le procédé de PCVD [Unewisse et al., 1995]. Le tableau 1.6 donne une comparaison des caractéristiques de microbolomètres mesurés par Unewisse et al..

| Matériaux | Surface<br>[ $\mu\text{m}^2$ ] | R<br>[k $\Omega$ ] | Technologie            | TCR<br>[% K <sup>-1</sup> ] | D*<br>[cm·Hz <sup>1/2</sup> ·W <sup>-1</sup> ] |
|-----------|--------------------------------|--------------------|------------------------|-----------------------------|------------------------------------------------|
| a-Si : H  | 40×40                          | 1550               | PCVD                   | 4,5                         | $1,7 \times 10^7$                              |
|           |                                |                    | pulvérisation anodique | 2,1                         | $1,6 \times 10^8$                              |
| a-Si      | 70×70                          | 22                 | pulvérisation anodique | 1,8                         | $3,2 \times 10^8$                              |

TAB. 1.6 – Comparaison des caractéristiques de microbolomètres basés sur les films préparés par les différents procédés de dépôt [Unewisse et al., 1995].

### ✓ Les films minces de silicium amorphe (a-Si)

Suivant la condition de dépôt, le coefficient de température  $\beta$  des films minces de silicium amorphe (**a-Si**) peut varier de 0,018 K<sup>-1</sup> jusqu'à 0,06 K<sup>-1</sup>.

Le bruit excédentaire dans les films de silicium poly-cristallin suit une loi en  $1/f$ . Le paramètre de Hooge  $\alpha_H$  est de l'ordre de  $4 \times 10^{-3}$  et est inversement proportionnel à la concentration de porteurs [Graaff et al., 1983].

Les films de silicium amorphes préparés par pulvérisation anodique présentent moins de bruit excédentaire par rapport à celui observé dans les films de silicium amorphe hydrogénés [Zerov et Malyarov, 2001]. Un NET proche de  $232 \text{ mK}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  à 1 Hz mesuré à 300K est obtenu par Mottin et al. [Mottin et al., 2002].

✓ **Les films minces de germanium amorphe hydrogéné (a-Ge : H)**

Pour la même valeur de coefficient de température  $\beta$ , la résistance et le bruit excédentaire des films de germanium amorphe sont plus faibles que ceux des films de silicium amorphes préparés par le même procédé de fabrication : pulvérisation anodique. La détectivité  $D^*=4,7\times 10^8 \text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$  pour un microbolomètre de  $70\times 70 \mu\text{m}^2$  à partir de a-Ge : H est donc plus élevé que celle du Si amorphe présenté dans le tableau 1.6 [Unewisse et al., 1995].

✓ **Les films minces du composé  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  amorphe hydrogéné (a- $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  : H)**

Les microbolomètres basés sur les films minces de  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  amorphe hydrogéné présentent une meilleure performance due au minimum de bruit excédentaire et une faible résistivité en variant la concentration X ( $0 \leq X \leq 0,5$ ). Une détectivité supérieure à  $10^9 \text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$  est obtenue par Unewisse et al. [Unewisse et al., 1995].

Les films minces de SiGe polycristallins sont aussi beaucoup étudiés. Une détectivité de  $10^8 \text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$  en moyenne a été mesurée par Sedky et al. [Sedky et al., 1998]. A partir de leurs mesures, une détectivité optimale de  $1,5\times 10^{10} \text{ cm}\cdot\text{Hz}^{1/2}\cdot\text{W}^{-1}$  peut être estimée [Sedky et al., 1999]. Ces films peuvent donc aussi être utilisés pour la fabrication de microbolomètres non refroidis.

– **Les films de Y-Ba-Cu-O semi-conducteurs**

Les films de YBaCuO sont surtout utilisés dans les bolomètres refroidis à la température de l'azote liquide [Méchin et al., 1997]. Récemment, des films de YBCO à l'état semi-conducteur amorphe ont été étudiés pour la fabrication de microbolomètres non refroidis en raison de leur compatibilité avec le microélectronique sur silicium [Shan et al., 1996, Almasri et al., 2002].

Des études détaillées sur le coefficient de température  $\beta$  de films obtenus par différentes conditions de fabrication sont publiées par Yildiz et al. [Yildiz et al., 2002]. Des valeurs intéressantes de la résistance et du coefficient de résistance en température sont observées quand la concentration en oxygène augmente. Comme indiqué dans la figure 1.29, un fort coefficient de température  $\beta$  d'environ  $2,5 - 3,3 \text{ \% K}^{-1}$  (deux fois plus grand que celui de  $\text{VO}_x$ ) peut être obtenu dans une grande gamme de température proche de la température ambiante.



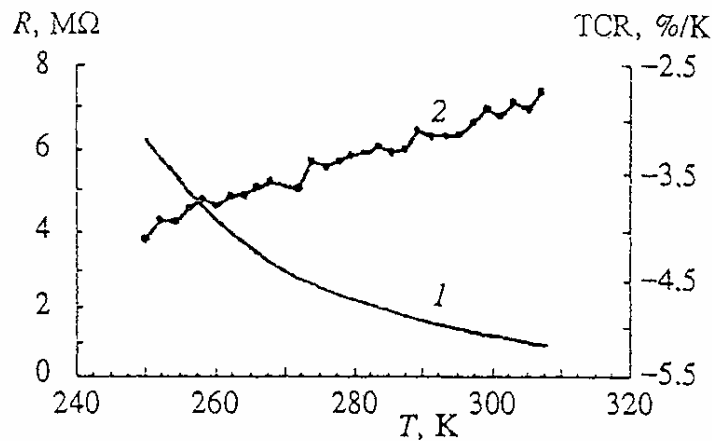


FIG. 1.29 – Résistance  $R$  et coefficient de la température  $TCR$  en fonction de la température du film de YBCO [Yildiz et al., 2002].

Le bruit excédentaire dans les films de YBaCuO à semi-conducteur amorphe est du même niveau ( $\alpha_H/n_C = 10^{-23} \text{ cm}^3$ ) que celui observé dans les films d'oxydes de vanadium [Çelik-Butler et al., 1997]. Une détectivité de  $10^8 \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{-1/2} \cdot \text{W}^{-1}$  à 1 Hz qui est comparable avec celui de  $\text{VO}_x$  est obtenue par la plupart des auteurs [Shan et al., 1996, Almasri et al., 2002]

#### – Les films minces de manganites

Grâce à la transition de phase métal-isolant au voisinage de la température ambiante, la famille des manganites est une candidate potentielle pour la fabrication de microbolomètres non refroidis (cf. section 1.4). Le coefficient de température des différents composés résumé dans le tableau 1.4 montre qu'il peut varier de quelque  $\% \text{ K}^{-1}$  jusqu'à quelques dizaines  $\% \text{ K}^{-1}$ . On a aussi remarqué qu'un fort coefficient de température s'accompagne d'une plus faible température de fonctionnement et d'un bruit excédentaire relativement fort. Afin d'obtenir un meilleur rapport signal sur bruit, un compromis entre tous ces facteurs est nécessaire.

#### – Comparaison des performances obtenues dans la bibliographie pour les manganites et les autres matériaux couramment utilisés

Les films utilisés pour la fabrication de microbolomètres doivent non seulement avoir un fort coefficient de température  $TCR$ , un faible bruit en basse fréquence, mais aussi doivent être compatibles avec les procédés de fabrication standard de la microélectronique sur silicium. Comme le montre le tableau 1.7, aucun film n'est idéal pour la fabrication de microbolomètre, chaque type de film présente des avantages et des inconvénients selon l'application visée.

| Matériaux                 | Avantages                       | Inconvénients                                                                         |
|---------------------------|---------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| Oxydes de vanadium        | –                               | Difficile à intégrer                                                                  |
| Métaux                    | Faible bruit excédentaire       | Coefficient de température peu élevé                                                  |
| Semi-conducteurs amorphes | Facile à intégrer               | Fort bruit excédentaire                                                               |
| YBaCuO semi-conducteurs   | –                               | Bon contact ohmique difficile                                                         |
| Manganites de LSMO        | Bruit relativement faible       | Pas directement compatible avec Si (nécessite des couches tampons [Kim et al., 2003]) |
| Autres manganites         | Fort coefficient de température | Bruit élevé et température de fonctionnement basse                                    |

TAB. 1. 7 – Comparaison des différents matériaux utilisés pour la fabrication de microbolomètres non refroidis.

Dans le tableau 1.8, on a résumé quelques résultats obtenus pour les différents matériaux utilisés dans les microbolomètres fonctionnant à la température ambiante à partir du travail fait par Guillet [Guillet, 2003].

| Matériaux           | T<br>[K] | $\beta$<br>[K <sup>-1</sup> ] | NET à 1 Hz<br>[10 <sup>-6</sup> K·Hz <sup>-1/2</sup> ] | Référence                                       |
|---------------------|----------|-------------------------------|--------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| YBCO semiconducteur | 294      | -0,031                        | 492                                                    | [shan et al., 1995]                             |
| a-Si/a-Ge/a-Si :H   | 300      | 0,02 à 0,06                   | 100 à 400                                              | [Zerov et Malyarov, 2001]<br>[Malyarov, 2002]   |
| SiGe poly           | 300      | -0,007                        | ~ 45                                                   | [Sedky et al., 1999]                            |
| VO <sub>x</sub>     | 296      | -0,033                        | 294                                                    | [Zerov et al., 2001]                            |
| VO <sub>2</sub>     | 300      | -0,017                        | 805                                                    | [Gruzdeva et al., 1997]<br>[Chen et al., 2001b] |
| LSCMO/.../Si        | 294      | 0,044                         | 6,6                                                    | [Kim et al., 2003]                              |
| LPSMO               | 295      | 0,074                         | 0,66                                                   | [Lisaukas et al., 2000]                         |
| LSMO                | 300      | 0,014                         | 1,26                                                   | [Yang et al., 2003]                             |

TAB. 1. 8 – Comparaison des valeurs de NET obtenues avec les valeurs publiées pour des microbolomètres à la température ambiante.

## **1.6 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons rappelé brièvement la définition et les principaux facteurs de mérite d'un bolomètre, ainsi que les principales sources de bruit. Nous avons ensuite résumé les principaux résultats de la littérature concernant les propriétés et les mesures de bruit dans les manganites. Nous avons conclu par l'état de l'art des microbolomètres non refroidis.

Nous présentons au chapitre 2 les principales techniques expérimentales que nous avons utilisé.

---

## **2 Techniques expérimentales**



Le chapitre 2 est d'abord dédié à la description du travail préalablement effectué pour la mesure de bruit à basse fréquence dans les films minces de manganite LSMO. Le système de mesure complet développé au laboratoire GREYC est présenté. Ses caractéristiques et les conditions d'utilisation sont aussi décrites (cf. section 2.1).

Dans la suite, une étude bibliographie montre l'importance de la contrainte, de la relaxation, de la taille des grains et des conditions de dépôt sur les propriétés des couches minces. Enfin, nous décrivons les techniques de microlithogravure utilisé pour définir les motifs.

## 2.1 Banc de mesure de bruit à basse fréquence

### 2.1.1 Introduction

Le système de mesure qui a été réalisé au cours de cette thèse permet la mesure de la résistance électrique et de la tension équivalente de bruit des films de manganite. Une configuration 'à quatre points' au niveau de l'échantillon permet, sous certaines conditions instrumentales de réduire l'influence des résistances de contact.

Le schéma simplifié du système de mesure est présenté à la figure 2.1. Il est composé de trois parties :

- Une source de courant  $I$  pour polariser la résistance.
- La couche mince à caractériser de résistance  $R_M$  qui comporte quatre plots de contact (masque décrit en section 2.2.2) :  $I^+$ ,  $I^-$ ,  $V^+$ ,  $V^-$ . Le courant de polarisation  $I$  circule entre  $I^+$  et  $I^-$ , et la tension de sortie est mesurée entre  $V^+$  et  $V^-$ ,
- La tension aux bornes de l'échantillon ( $V^+ - V^-$ ) est mesurée en continu par un voltmètre pour avoir la valeur de la résistance  $R_M$  sans les résistances de contact. En parallèle, le signal de bruit (sans la composante continue) est amplifié par un amplificateur d'instrumentation faible bruit, puis analysé dans le domaine fréquentiel grâce à un analyseur de spectre HP3562A.

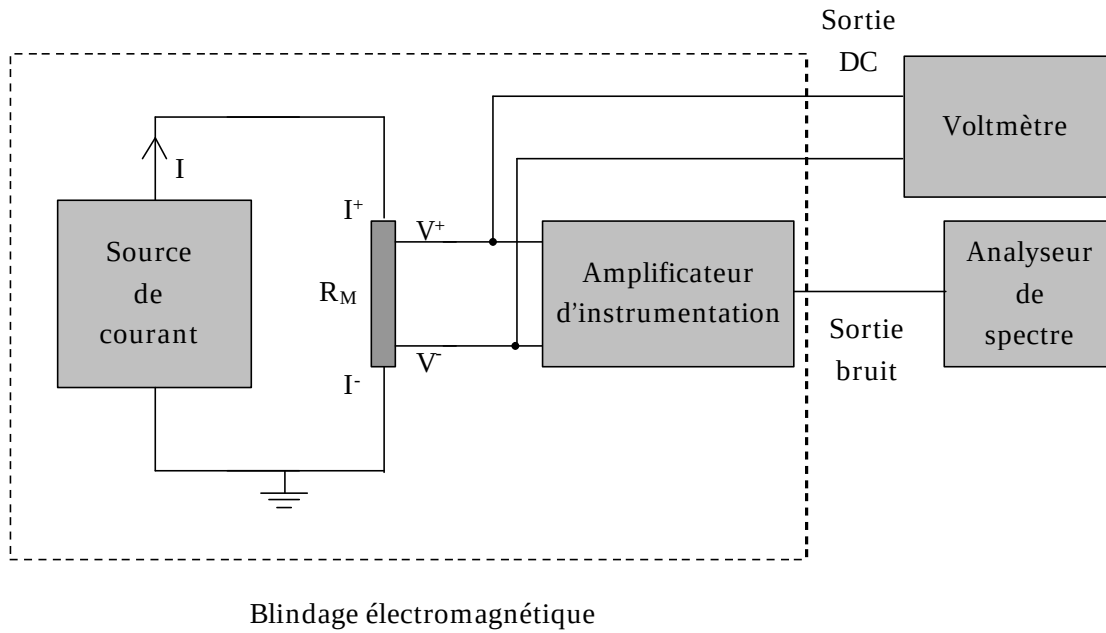


FIG. 2.1 – Schéma simplifié du système de caractérisation du bruit excédentaire à quatre points ( $I^+$ ,  $I^-$ ,  $V^+$ ,  $V^-$ ), où  $R_M$  est la résistance à mesurer.

Dans les paragraphes suivants, je détaillerai la technique de mesure en 4 points pour les mesures de bruit et les caractéristiques du système électronique réalisé.

## 2.1.2 Principe de la technique de mesure en 4 points : application aux mesures de bruit

### 2.1.2.1 Mesure en continu

Le schéma de principe de la mesure de la valeur de la résistance en quatre points est présenté à la figure 2.2.  $R_{I^+}$  et  $R_{I^-}$  sont les résistances de contact des prises de courant par lesquelles la résistance  $R_M$  est polarisée ;  $R_{V^+}$  et  $R_{V^-}$  sont les résistances de contact des prises de tension par lesquelles le signal de sortie est mesuré.  $R_i$  est la résistance de sortie de la source de courant. Un voltmètre mesure la tension  $V_{MES}$ .

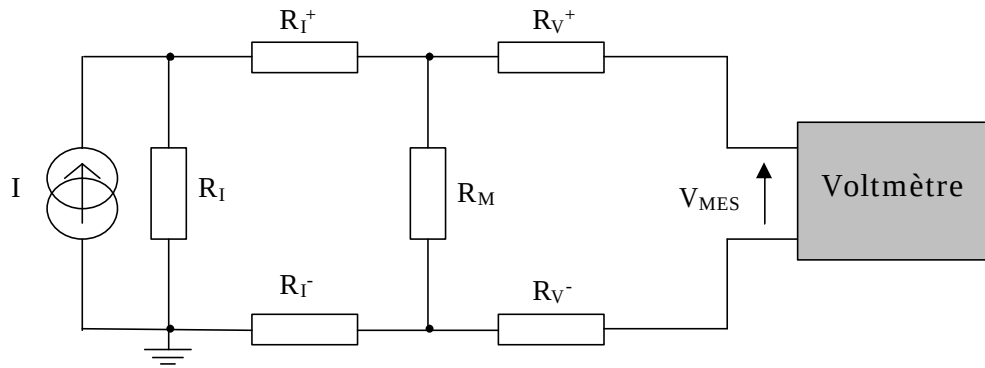


FIG. 2.2 – Schéma du principe de la mesure de résistance en quatre points ; avec  $I$  le courant de polarisation,  $R_I$  la résistance de sortie de la source de courant,  $R_{I^+}$ ,  $R_{I^-}$ ,  $R_{V^+}$ ,  $R_{V^-}$  les quatre résistances de contact de la résistance  $R_M$  sous test,  $V_{MES}$  la sortie de la tension continue mesurée par le voltmètre.

Dans le cas où l'impédance d'entrée du voltmètre est infinie, la tension aux bornes de la résistance  $R_M$  est donnée par :

$$V_{MES} = \frac{R_I}{R_I + R_{I^+} + R_{I^-} + R_M} \times I \times R_M \quad (2.1)$$

Instrumentalement, l'estimation correcte de la valeur de la résistance  $R_M$  nécessite de réaliser une source de courant telle que son impédance de sortie soit très grande devant  $R_{I^+} + R_{I^-} + R_M$ . Il est aisé de montrer que l'erreur introduite par la source de courant qui ne possède pas une impédance de sortie infinie conduit à une incertitude relative donné par :

$$\frac{\Delta V_{MES}}{V_{MES}} = \frac{R_{I^+} + R_{I^-} + R_M}{R_I} \quad (2.2)$$

En conséquence, une incertitude de 1 % sur  $V_{MES}$  nécessite que  $R_I$  soit 100 fois supérieure à la résistance de l'échantillon  $R_{I^+} + R_{I^-} + R_M$  mesurée en deux points.

### 2.1.2.2 Mesure de bruit en quatre points

La caractérisation correcte du bruit de la couche mince nécessite de ne mesurer que le bruit de celle-ci. L'instrumentation à réaliser doit donc :

- (1) permettre de s'affranchir du bruit des résistances de contact de l'échantillon
- (2) posséder un niveau de bruit tel que le bruit de l'échantillon domine celui de l'instrumentation





$$\begin{aligned}
e_{n_i}^2 &= \frac{e_{n_S}^2}{A^2} \\
&= \underbrace{e_{n_{R_{V^+}}}^2 + e_{n_{R_{V^-}}}^2 + \left( \frac{R_I + R_{I^+} + R_{I^-}}{\sum R} \right)^2 \times e_{n_{R_M}}^2 + \left( \frac{R_M}{\sum R} \right)^2 \times (e_{n_{R_{I^+}}}^2 + e_{n_{R_{I^-}}}^2)}_{e_{n_M}^2} \\
&\quad + \underbrace{\left( \frac{R_M \cdot R_I}{\sum R} \right)^2 \times i_n^2}_{e_{n_{Source}}^2} \\
&\quad + \underbrace{e_{n_A}^2 + \left[ \frac{R_{V^+} \cdot \sum R + R_M \cdot (R_{I^+} + R_{I^-})}{\sum R} \right]^2 \times i_{n_A^+}^2 + \left( \frac{R_{V^-} \cdot \sum R + R_M \cdot R_{I^-}}{\sum R} \right)^2 \times i_{n_A^-}^2}_{e_{n_{amplificateur}}^2}
\end{aligned} \tag{2.3}$$

où  $e_{n_M}^2$  est le bruit de l'échantillon LSMO,  $e_{n_{Source}}^2$  est le bruit de la source de courant de polarisation,  $e_{n_{amplificateur}}^2$  est le bruit total de la chaîne d'amplification.

– **Condition (1) :**  $e_{n_M}^2 = e_{n_{R_M}}^2$  **en terme de bruit en 1/f.**

Dans l'équation 2.3, chaque terme de densité spectrale contient un terme de bruit blanc  $S_V$  et un terme de bruit en 1/f  $S_V(f)$ . Dans le cas des sources de bruit associées aux résistances, le terme de bruit en 1/f est proportionnel au courant continu au carré circulant dans la résistance. Ainsi, si l'impédance d'entrée de l'amplificateur différentiel est infinie, il ne circule aucun courant dans les résistances  $R_{V^+}$  et  $R_{V^-}$ . Le bruit en 1/f de l'échantillon s'écrit alors :

$$S_{V_M}(f) = \left( \frac{R_I + R_{I^+} + R_{I^-}}{\sum R} \right)^2 \times S_{V_{R_M}}(f) + \left( \frac{R_M}{\sum R} \right)^2 \times (S_{V_{R_{I^+}}}(f) + S_{V_{R_{I^-}}}(f)) \tag{2.4}$$

Si  $R_I > 200R_M$ , on montre :

- Que la contribution à  $S_{V_M}(f)$  de  $S_{V_{R_{I^+}}}(f)$  et  $S_{V_{R_{I^-}}}(f)$  est négligeable même si le bruit de contact est 100 fois plus élevé que le bruit de la couche.
- Que  $S_{V_M}(f) = S_{V_{R_M}}(f)$  avec une erreur d'incertitude égale à 1 %.

Lors des mesures, nous avons cherché à nous approcher au mieux de cette condition.

– **Condition (2) : bruit instrumental inférieur à celui de l'échantillon.**

Pour l'analyse de cette condition, on pose quelques hypothèses simplificatrices :

- La résistance  $R_I$  est infinie.

- Les résistances de contact sont négligeables.
- On ne s'intéresse qu'au bruit blanc.

Ainsi l'expression du bruit ramené à l'entrée de la chaîne d'amplification se simplifie et devient :

$$e_{n_i}^2 = 4k_B T R_M + R_M^2 i_n^2 + e_{n_A}^2 + R_M^2 i_{n_{A^+}}^2 + R_M^2 i_{n_{A^-}}^2 \quad (2.5)$$

La condition que le bruit de l'échantillon domine celui d'instrumentation de mesure impose que le bruit de la source de courant soit négligeable soit :

$$i_n^2 \ll \frac{4k_B T}{R_M} \quad (2.6)$$

Elle impose également que le bruit de l'amplificateur différentiel soit négligeable soit :

$$4k_B T R_M \gg e_{n_A}^2 + R_M^2 i_{n_{A^+}}^2 + R_M^2 i_{n_{A^-}}^2 \quad (2.7)$$

Dans le cas où  $i_{n_{A^+}} = i_{n_{A^-}}$ , on obtient finalement :

$$4k_B T R_M \gg e_{n_A}^2 + R_M^2 i_{n_A}^2 \quad (2.8)$$

Les différentes inégalités obtenues ici sont discutées dans la prochaine section sur la description du système réalisé.

### 2.1.3 Description du système de mesure faible bruit en quatre points utilisé

Le schéma du système de mesure faible bruit utilisé est présenté à la figure 2.4. Nous décrivons les différents éléments et ses caractéristiques dans les paragraphes suivants.

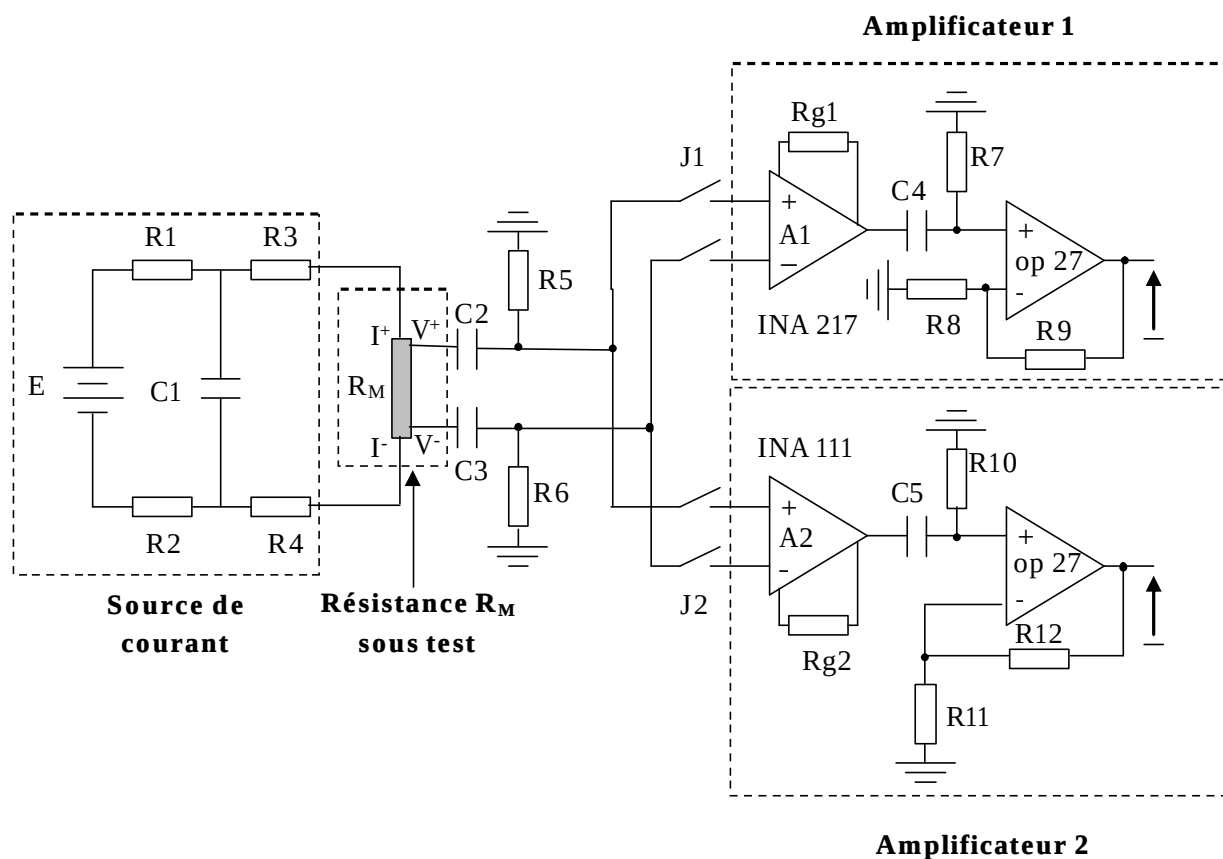


FIG. 2.4 – Schéma du système de mesure. Deux amplificateurs différentiels (Amplificateur 1 et Amplificateur 2 au choix selon la valeur de la résistance à mesurer) et une source de courant sont utilisés pour estimer le bruit de la résistance  $R_M$ .

#### 2.1.3.1 La source de courant

- Une source de tension YOKOGAWA 7651 impose une tension continue  $E$  à l'entrée du montage.
- Un filtre passe-bas ( $R_1$ ,  $R_2$ ,  $C_1$ ) filtre les composantes alternatives résiduelles à basse fréquence de la source de tension YOKOGAWA. La fréquence de coupure est égale à 0,36 Hz avec  $R_1 = R_2$

$= 100 \, \Omega$  ;  $C = 2200 \, \mu\text{F}$ .

- $R_3$  et  $R_4$  sont les résistances d'injection qui déterminent la valeur du courant  $I$  et la résistance de sortie de la source de courant. En supposant  $R_3 = R_4 \gg R_1$  et  $R_M$ , le courant qui circule dans la résistance  $R_M$  est alors :

$$I = \frac{E}{(R_3 + R_4)} \quad (2.9)$$

- Pour minimiser l'incertitude de mesure discutée dans la section 2.1.2, on cherche l'impédance de sortie  $R_I = R_3 + R_4$  la plus grande possible. Pour  $R_3 + R_4 = 100R_M$ , une erreur d'incertitude est calculé à 1 %. Par contre, l'équation 2.9 indique que plus les résistances d'injection  $R_3 + R_4$  sont grandes, plus la valeur du courant sera petite. Cela limite la valeur du courant injecté surtout lorsque les valeurs de  $R_M$  entre les deux prises de courant sont grandes car  $E$  est limitée à 30 V. Lors de nos mesures de bruit, on a choisi  $R_3$  et  $R_4$  au moins dix fois plus grande que la valeur de la résistance  $R_M$  en deux points mesurée avec un multimètre entre  $V^+$  et  $V^-$  ( $R_{V^+} + R_{V^-} + R_M$ ) pour chercher un compromis entre l'incertitude de mesure et la gamme de courant de polarisation.

### 2.1.3.2 Les amplificateurs d'instrumentation

Nous avons choisi des amplificateurs différentiels commerciaux INA 217 et INA 111 câblé en interne suivant la structure d'amplificateurs d'instrumentation. En fonction de la technologie utilisée dans la réalisation de l'étage d'entrée, ceux-ci possèdent deux caractéristiques distinctes :

- Technologie bipolaire : faible  $e_{n_A}$  mais fort  $i_{n_A}$
- Technologie JFET : fort  $e_{n_A}$  mais faible  $i_{n_A}$

En conséquence, en fonction de la valeur de  $R_M$ , on utilise l'un ou l'autre des amplificateurs différentiels pour que l'équation 2.8 soit vérifiée. Le choix de l'un ou l'autre des amplificateurs s'effectue à l'aide des interrupteurs  $J_1$  et  $J_2$ . Les gains d'amplification sont déterminés respectivement par les résistances  $R_{g1}$  et  $R_{g2}$ . Nous avons choisi le gain 1000 pour le premier étage.

Pour chaque amplificateur, un deuxième étage d'amplification de gain 10 est réalisé à l'aide d'un amplificateur opérationnel OP 27 avec  $R_7 = R_{10} = 1 \, \text{M}\Omega$ ,  $R_9 = R_{12} = 1 \, \text{M}\Omega$ ,  $R_8 = R_{11} = 90 \, \text{k}\Omega$  et  $C_4 = C_5 = 1 \, \mu\text{F}$ .

Cette configuration présente le désavantage de nécessiter l'utilisation de deux filtres passe-haut ( $C_2 = C_3 = 100 \, \mu\text{F}$ ,  $R_5 = R_6 = 10 \, \text{k}\Omega$ ) qui éliminent la composante continue à l'entrée de l'amplificateur de façon à éviter la saturation en sortie en raison d'un gain en tension élevé. Pour s'affranchir d'effet de fréquence sur la gamme de mesure, la fréquence de coupure est égale à 0,16 Hz. En raison des courants 'd'offset' et de polarisation de l'amplificateur d'instrumentation, la valeur de  $R_5$  et  $R_6$  est limitée à 10 k $\Omega$  ce qui ne permet pas d'obtenir une impédance d'entrée infinie pour l'amplificateur différentiel.

Les niveaux de bruit de ces amplificateurs d'instrumentation utilisés et la gamme de  $R_M$  correspondante sont donnés dans le tableau 2.1. Pour les plus grandes valeurs de  $R_M$ , c'est le bruit en

courant qui est limitant, on a donc choisi un amplificateur à faible courant de bruit (INA 111). Pour les petites valeurs de  $R_M$ , c'est le bruit en tension qui est limitant. On a donc choisi le composant INA 217 qui présente un faible bruit en tension.

| Ampli<br>d'instru | $e_{n_A}$<br>à 10 Hz<br>[nV·Hz <sup>-1/2</sup> ] | $e_{n_A}$<br>à infini<br>[nV·Hz <sup>-1/2</sup> ] | $i_{n_A}$<br>à 10 Hz<br>[pA·Hz <sup>-1/2</sup> ] | $i_{n_A}$<br>à infini<br>[pA·Hz <sup>-1/2</sup> ] | $R_{opt}$<br>à 10 Hz<br>[Ω] | $R_{opt}$<br>à infini<br>[Ω] |
|-------------------|--------------------------------------------------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| INA 217           | 1,5                                              | 1,26                                              | 3                                                | 0,8                                               | 135 < R < 1656              | 100 < R < 25,9 k             |
| INA 111           | 13                                               | 10                                                | $2 \times 10^{-3}$                               | $0,8 \times 10^{-3}$                              | 10 k < R < 4 G              | 6 k < R < 25,9 G             |

TAB. 2.1 – Caractéristiques de bruit  $e_{n_A} - i_{n_A}$  de l'amplificateur d'instrumentation INA 217 et INA 111 et la résistance optimale  $R_{opt}$  correspondante.

Pour les échantillons de LSMO présentés dans ce travail, la valeur de la résistance est toujours inférieure à 6 kΩ. Nous avons donc choisi de n'utiliser que la chaîne d'amplification avec INA 217 pour caractériser les échantillons. Cependant, pour valeurs élevées de résistance, il est nécessaire de d'appliquer un terme correctif lié aux résistances  $R_5$  et  $R_6$  (cf. FIG. 2.4). Ainsi, l'estimation de la densité spectrale des fluctuations de tensions localisées en série avec la résistance  $R_M$  est :

$$S_{v_{R_M}}(f)^2 = \frac{e_{n_S}^2}{A^2 \times C^2} \quad (2.10)$$

Pour le cas où l'impédance de sortie de la source de courant peut être considérée infinie, le terme correctif est donné par :

$$C = \frac{R_5 + R_6}{R_M + R_5 + R_6} \quad (2.11)$$

### 2.1.3.3 Caractérisation du système

Dans cette partie, je présente brièvement les caractérisations en bruit du système de mesure soit  $e_{n_A}^2$ ,  $i_{n_A}^2$ , ainsi que la configuration utilisée pour caractériser ces différentes quantités.

#### – Densité spectrale de la tension équivalente de bruit $e_{n_A}^2$ de l'INA 217.

Pour effectuer cette caractérisation, on déconnecte la source de courant et la résistance  $R_M$  est remplacée par un court-circuit. La densité spectrale  $e_{n_A}^2$  est indiquée à la figure 2.5.

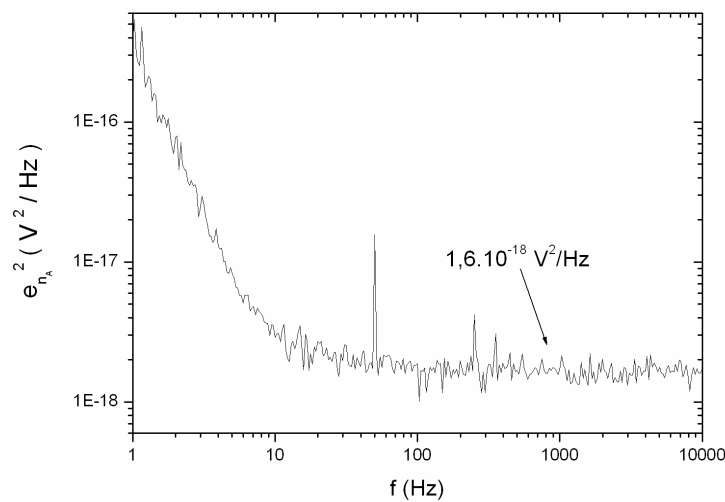


FIG. 2.5 – Le spectre du bruit en tension du système ramené à l'entrée de l'amplificateur INA 217.

Le niveau de bruit obtenu est conforme aux données ( $1,26 \text{ nV} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ ) fournies par le constructeur. On peut noter le comportement en  $1/f^2$  à basse fréquence. L'obtention d'une telle pente lors des caractérisations des échantillons sera un indice de l'éventuelle présence du bruit instrumental.

#### – Densité spectrale du courant équivalente de bruit $i_{n_A}^2$ de l'INA 217.

Pour effectuer cette caractérisation, on remplace la résistance  $R_M$  par une résistance de  $1 \text{ M}\Omega$  et on déconnecte la source DC.

La densité spectrale obtenue dans ces conditions et indiquée à la figure 2.6.

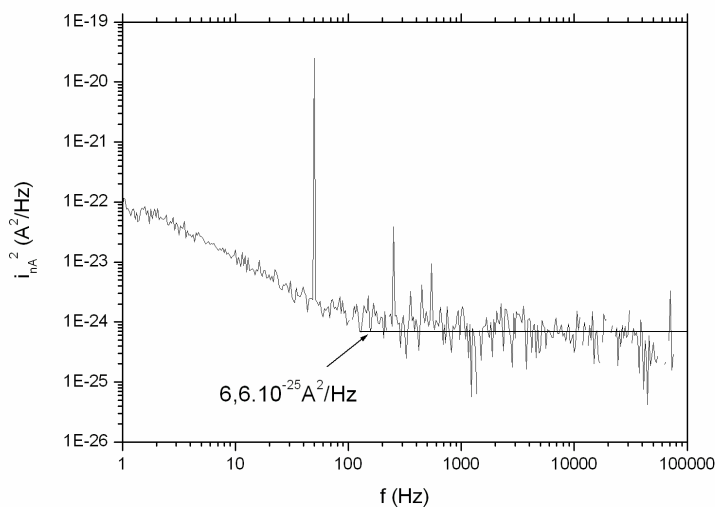


FIG. 2.6 – Le spectre du bruit en courant du système ramené à l'entrée de l'amplificateur INA 217

Le niveau de bruit relevé tant en bruit blanc ( $0,8 \text{ pA}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ ) qu'en zone de bruit excédentaire est conforme aux données du constructeur.

#### 2.1.4 Support d'échantillons chauffant

Pour étudier les caractéristiques de nos échantillons de LSMO en fonction de la température, nous avons mis en place un système de chauffage très simple qui permet de faire varier la température de 300 à 400 Kelvin. L'échauffement est réalisé à l'aide d'une résistance de chauffage en constantan enroulée sur un support en cuivre (cf. FIG. 2.7). Notre film de LSMO sous test est collé directement sur le support avec de la laque argent pour réaliser un bon contact. La température de l'ensemble du système est mesurée par une sonde de température en platine de type Pt 100 et régulée par un régulateur de température de type Eurotherm 847 inséré dans un contrôleur MARLOW SE5010.

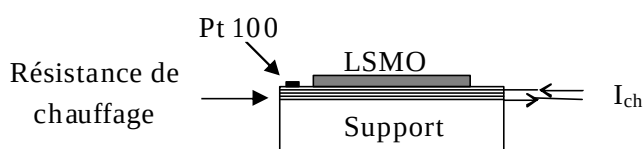


FIG. 2.7 – Système de chauffage.



## 2.2 Dépôt des couches minces de $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ : études bibliographiques

Depuis la découverte de l'effet de magnéto-résistance colossale dans les films de  $\text{LaMnO}_3$  dopés [von Helmolt et al., 1993], les caractéristiques du film mince de  $\text{LaMMnO}_3$  ( $M = \text{Ca}$  ou  $\text{Sr}$ ) ont été beaucoup étudiées [Jin et al., 1994] [Lebedev et al., 1998] [Lebedev et al., 2001].

Comme cela a été présenté dans les sections précédentes, une petite distorsion de la structure cristalline (i.e. l'augmentation de la longueur de Mn-O et la réduction de l'angle de Mn-O-Mn) changera remarquablement les propriétés du manganite massif. En conséquence, les propriétés physiques et électriques des films minces de manganites sont dominées par la microstructure cristalline du film.

Il est évident que la plupart des applications ont besoin d'un film avec les bonnes propriétés magnétiques et électriques, il est donc important de pouvoir préparer un film avec une très bonne qualité cristalline.

Dans cette section, je vais présenter les principaux paramètres technologiques de la croissance du film (pression de l'oxygène, la température du substrat, la distance cible substrat, effet de recuit, ...), la contrainte induite par la nature du substrat utilisé et les liens entre ces paramètres et les propriétés du film.

### 2.2.1 Principe du dépôt par ablation laser pulsée (PLD)

La croissance épitaxiale dépend de beaucoup de paramètres comme la composition cristalline du substrat, du film, l'orientation de la surface du substrat et les interactions entre les atomes à l'interface film-substrat.

Les films de manganites, utilisent les techniques de dépôt développées pour les films minces de supraconducteurs à haute température critique dans les années 80. Les techniques du dépôt sont assez variées : pulvérisation cathodique, épitaxie par jet moléculaire MBE (*molecular beam epitaxy*), MOCVD (*metal – organic chemical vapour deposition*) et le dépôt par ablation laser pulsée (PLD) [Prellier et al., 2001].

Parmi ces techniques de dépôt, la méthode la plus utilisée est l'ablation laser pulsée. C'est également celle que nous utilisons au laboratoire.

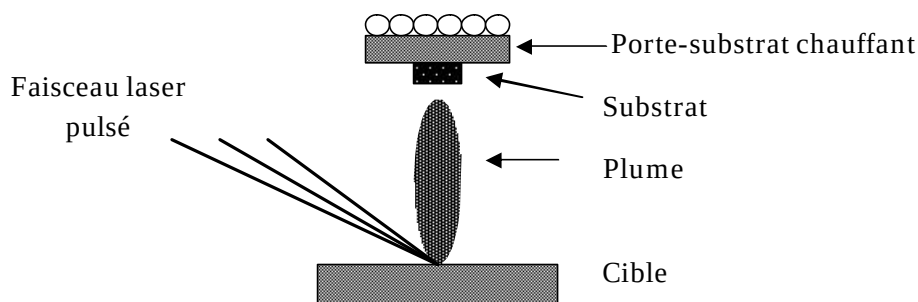


FIG. 2.8 – Schéma simplifié du principe du dépôt par ablation laser pulsée.

Comme indiqué à la figure 2.8, un faisceau laser pulsé est envoyé sur la cible et vaporise le matériau avec la pression de ce vapeur largement supérieure à celle de l'enceinte à vide de dépôt. Le plasma impacté par le laser est appelé la plume. Le matériau est donc transféré par la plume vers le substrat chauffé en gardant la même stœchiométrie de la cible. Le laser à KrF est souvent utilisé pour le dépôt du film de manganites [Rajeswari et al., 1998, Koubaa et al., 2003]. La technique de l'ablation laser est très bien décrite par Chrisey et Hubler [Chrisey et Hubler, 1994]. Une étude très complète des conditions de dépôt de LSMO par ablation laser (pression, température, distance cible-substrat) a été réalisée par Koubaa et al. [Koubaa, thèse et Koubaa et al., 2003].

Les propriétés spécifiques liées aux microstructures des couches minces de manganites seront présentées dans la suite de cette section.

### 2.2.2 Influence du substrat

#### – Définition de la contrainte

Des distorsions microstructurales existent dans les films épitaxiés puisque les films et les substrats ont une structure cristalline différente. La distorsion provoquée par la différence de paramètre de maille entre le film à déposer et le substrat est appelée la contrainte. Différentes études ont montré que les propriétés magnétiques et électriques sont fortement liées à la contrainte due au substrat utilisé [Zandbergen et al., 1999, Aarts et al., 1998]. Il est donc nécessaire de bien contrôler cet effet afin de pouvoir obtenir les propriétés désirées.

Il est évident que, pour obtenir une bonne qualité du film épitaxié déposé, la structure et le paramètre de maille du substrat et celles du film doivent être proches. Le désaccord de maille  $\Delta$  est utilisé pour déterminer quantitativement la différence entre les paramètres de maille du substrat et du film :

$$\Delta = \frac{a_s - a_f}{a_s} \quad (2.12)$$

avec  $a_s$  et  $a_f$  respectivement les paramètres de maille du substrat et du film.

Pour une croissance idéale, ce désaccord  $\Delta$  doit être minimum, sinon une déformation élastique de la structure du film aura lieu, nommée contrainte. Selon le rapport entre le paramètre de maille de substrat et celui du film, les contraintes peuvent être séparées en deux types : élongation ou compression dans le plan du film ce qui correspond respectivement à une compression or une élongation hors du plan du film (cf. TAB. 2.2) (cf. FIG. 2.9).

| Désaccord de maille          | Contrainte dans le plan | Contrainte hors plan |
|------------------------------|-------------------------|----------------------|
| $\Delta > 0$ ( $a_s > a_f$ ) | élongation              | compression          |
| $\Delta < 0$ ( $a_s < a_f$ ) | compression             | élongation           |

TAB. 2.2 – Définition des contraintes.

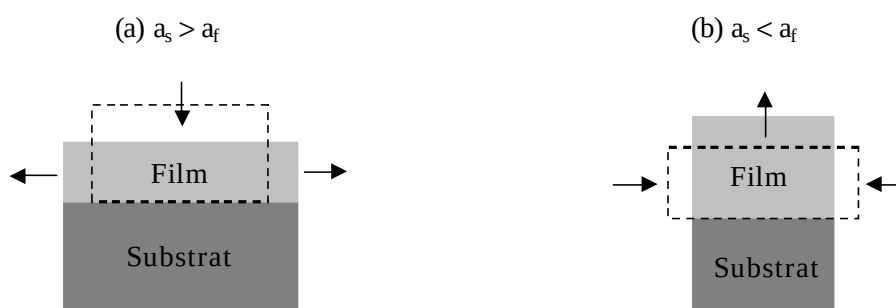


FIG. 2.9 – Schéma simplifié des contraintes de croissance. (a) élongation dans le plan; (b) compression dans le plan.

#### – Substrats couramment utilisés pour la croissance de LSMO

Il est évident que le premier facteur important qui détermine la qualité du dépôt du film est sans doute le substrat. Les substrats couramment utilisés pour le dépôt du film de manganites sont donnés dans le tableau suivant (cf. TAB. 2.3) :

| Substrat                                                         | Structure        | Paramètre de maille (Å)                 |
|------------------------------------------------------------------|------------------|-----------------------------------------|
| $\text{SrTiO}_3$ (STO)                                           | cubique          | $a = 3,905$                             |
| $\text{LaAlO}_3$ (LAO)                                           | Pseudo – cubique | $a = 3,788$                             |
| MgO                                                              | cubique          | $a = 4,205$                             |
| $\text{NdGaO}_3$ (NGO)                                           | orthorhombique   | $a = 5,426$ ; $b = 5,502$ ; $c = 7,706$ |
| $(\text{LaAlO}_3)_{0,3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0,7}$ (LSAT) | cubique          | $a/2 = 3,868$                           |
| Si                                                               | cubique          | $a = 5,43$                              |

TAB. 2.3 – Paramètre de maille des substrats [Prellier et al., 2001].

On attend donc par exemple une elongation de la maille de LSMO dans le plan sur substrat  $\text{SrTiO}_3$  (cas a de la figure 2.9) et une compression dans le plan sur  $\text{LaAlO}_3$  ou LSAT (cas b de la figure 2.9).

#### – Effet du substrat sur les propriétés

Tsui et al. ont donné par exemple une comparaison des caractéristiques d'aimantation d'un film de  $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{MnO}_3$  épitaxié sur différents substrats [Tsui et al., 2000]. Ils ont montré que la présentation de la contrainte due au substrat peut provoquer une anisotropie magnétique du film (cf. FIG. 2.10). Le phénomène d'anisotropie magnétique est considéré comme une superposition d'une anisotropie uniaxiale en (100) et une anisotropie biaxiale en (110). Son origine n'est pas clairement expliquée, mais le désaccord de maille entre le film et le substrat et la symétrie du substrat sont considérés comme un facteur très important.

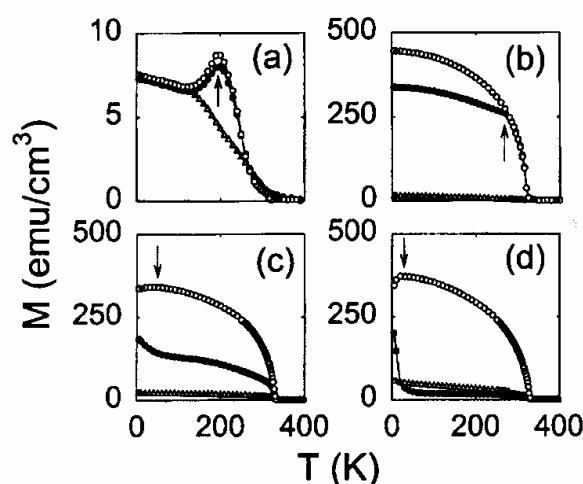


FIG. 2.10 – Comparaison de l'aimantation (mesurée à 5 Oe) du film  $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{MnO}_3$  déposé sur différents substrats. (a)  $\text{LaAlO}_3$  (001) ; (b)  $\text{SrTiO}_3$  (001) ; (c) LSAT (001) et (d)  $\text{NdGaO}_3$  (110). La direction par rapport aux substrats est : pour (a) (b), dans le plan (110) – ronds ouverts, (100) – ronds fermés, hors plan (001) – triangles ; pour (c) (d), dans le plan – ronds et hors plan – triangles [Tsui et al.,

2000].

### 2.2.3 Effet de l'épaisseur déposée sur la contrainte

Pour un film sous contrainte associée au substrat, un effet de relaxation a lieu à partir d'une certaine épaisseur déposée. L'épaisseur critique de l'effet de relaxation a été observée à environ 60 nm par la mesure de microscopie haute résolution de l'interface du film de LSMO sur STO effectuée par Haghiri-Gosnet et al. [Haghiri-Gosnet et al., 2000]. Pour les films plus épais que 60 ou 80 nm, le film va se séparer en deux régions dans le sens de croissance, avec une partie contrainte en bas et une partie relaxée en haut avec une interface contenant beaucoup des défauts [Wiedenhorst et al., 1999, Haghiri-Gosnet et al., 2000]. La mesure de paramètre de maille du film de LSMO déposé sur STO par Lyonnet a quantitativement prouvé cet effet [Lyonnet, 2001].

La microstructure change avec l'épaisseur du film déposé, ce qui entraîne une modification des propriétés magnétiques et électriques. Plus l'épaisseur du film sous contrainte est petite, plus les propriétés sont différentes de celles du massif, menant à une résistivité plus grande et une température de Curie  $T_C$  plus faible (cf. FIG. 2.11).

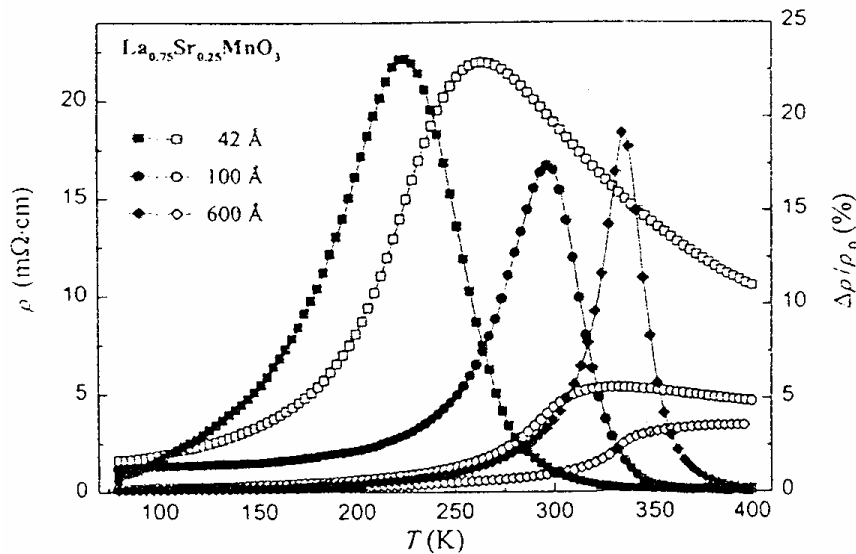


FIG. 2.11 – Résistivité et magnétorésistance (à  $H = 1$  T) du film  $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$  sur STO (001) en fonction de la température avec différentes épaisseurs déposées. La résistivité est représentée avec symboles ouverts et la magnétorésistance est avec des symboles fermés [Lisauskas et al., 1999].

### 2.2.4 Effet de la taille des grains

Le rapport entre la taille des grains et les propriétés électriques a également été très étudié. L'existence de joints de grain dans les films de manganites modifie non seulement les propriétés physiques mais aussi les propriétés électriques du film. Evidemment, les propriétés électriques des films avec grains sont moins bonnes que celles de films sans grain. Beaucoup d'études ont montré que, plus la taille des grains est importante, plus les propriétés électriques seront bonnes. C'est-à-dire, une diminution de la résistivité accompagnée d'une élévation de la température de pic  $T_p$  (cf. FIG. 2.12).

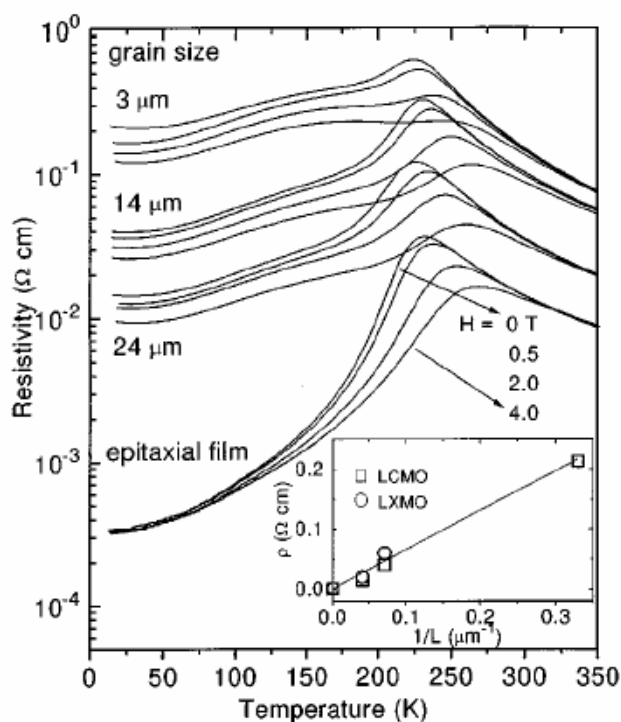


FIG. 2.12 – Résistivité en fonction de la température pour différentes tailles de grains du film LCMO. La résistivité mesurée à 10 K en fonction de l'inverse de la taille de grains est donnée dans l'encadré [Gupta et al., 1996].

### 2.2.5 Importance des conditions de pression et température de dépôt

#### – Pression de dépôt

Les propriétés magnétiques et électriques du film mince de manganites sont fortement corrélées avec leur homogénéité magnétique, qui dépend à la stœchiométrie d'oxygène. Dans ce cas là, la pression de gaz ( $O_2$  ou  $NO_2$ ) pendant le dépôt est sans doute un facteur important. Des modifications plus importantes sur les propriétés structurales et électriques avec les différentes pression d'oxygène et de nitrogène ont été observées dans les films minces de  $Nd_{0,67}Sr_{0,33}MnO_3$  par Rajeswari et al. (cf. FIG. 2.13). Ils ont montré une variation de la température de pic  $T_p$  en fonction de la pression de dépôt, ce qui montre l'importance de la pression de gaz pour la variation du paramètre de maille. Une pression de dépôt optimale permet d'obtenir une température de transition maximum et une résistivité électrique minimum.

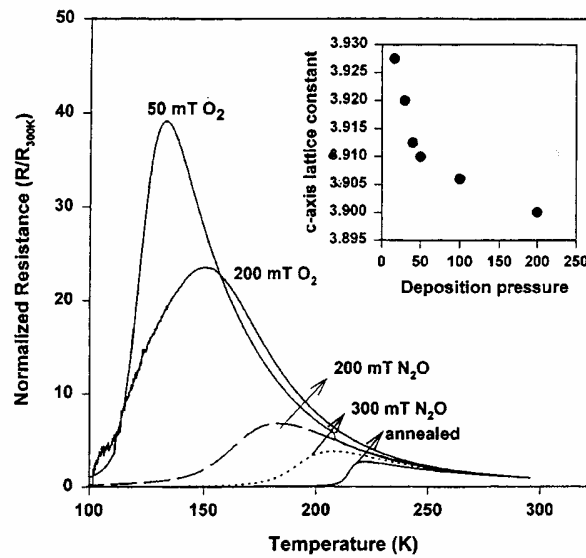


FIG. 2.13 – Résistance normalisée en fonction de la température sous différentes pressions d'oxygène et d'azote dans les films de  $Nd_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$  sur LAO. La variation de paramètre de maille (axe c) est montrée dans l'encadré [Rajeswari et al., 1998].

Il a été également rapporté par Goyal et al. que les caractéristiques de la température de pic  $T_p$  et du coefficient de température  $\beta$  (noté TCR) en fonction de la pression d'oxygène  $P_{O_2}$  des films de  $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3$  évoluent (cf. FIG. 2.14). Sur cette figure on voit bien que les paramètres  $T_p$  et  $\beta$  dépendent de la pression partielle d'oxygène  $P_{O_2}$ . Ces comportements ont aussi été observés par Lyonnet dans les films de  $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$  [Lyonnet, 2001].

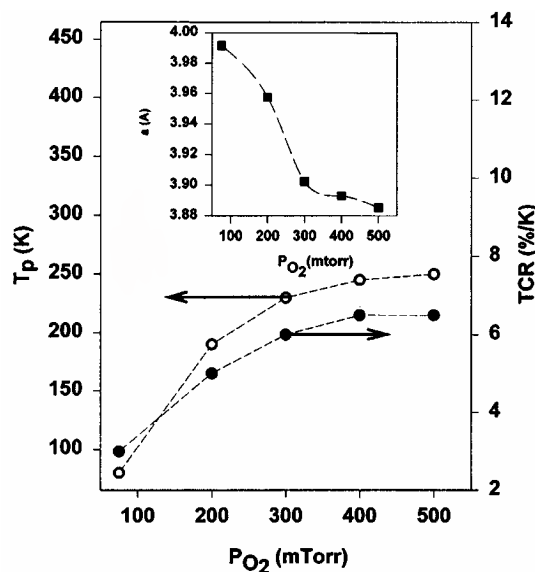


FIG. 2.14 –  $T_p$  et TCR de films de  $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  sur LAO en fonction de la pression d'oxygène  $P_{\text{O}_2}$  lors du dépôt. L'encadré montre une évolution du paramètre de maille  $a$  dans le plan avec la pression partielle d'oxygène  $P_{\text{O}_2}$  [Goyal et al., 1997].

#### – La température du substrat $T_s$

La température du substrat  $T_s$  influence la mobilité de particules en surface pendant la croissance. Elle dépend toujours du matériau à déposer et doit s'adapter à la pression d'oxygène.

Dans un film de LSMO sur MgO avec un désaccord de maille  $\Delta = + 7,5 \%$ , un léger décalage de la température par rapport à la température optimale ( $680^\circ\text{C}$ ) provoque quelques ordres de grandeur d'élévation de la résistivité et une diminution de la température de pic  $T_p$  (cf. FIG. 2.15).

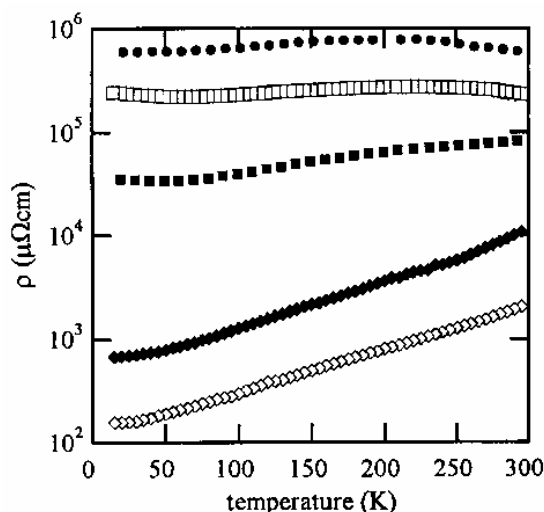


FIG. 2.15 – Résistivité du film de  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  d'épaisseur 60 nm sur MgO avec différentes températures de substrat. Avec  $T_s = 650^\circ\text{C}$  en points ronds noirs;  $T_s = 660^\circ\text{C}$  en carrés ouverts;  $T_s = 670^\circ\text{C}$  en carrés noirs;  $T_s = 680^\circ\text{C}$  en losanges ouverts et  $T_s = 690^\circ\text{C}$  en losanges noirs [Borges et al., 2001].



Une courbe représentant le rapport entre  $T_p$  et TCR avec la température de dépôt est tracée à la figure 2.16. Ce changement de propriétés est expliqué par les défauts cristallins et par la présence de grains. Il faut noter que pour une température de substrat entre 660 C° et 680 C°, le paramètre de maille des films sont plus proche de celui du massif et augmente à partir de 690 C° [Borges et al., 2001].

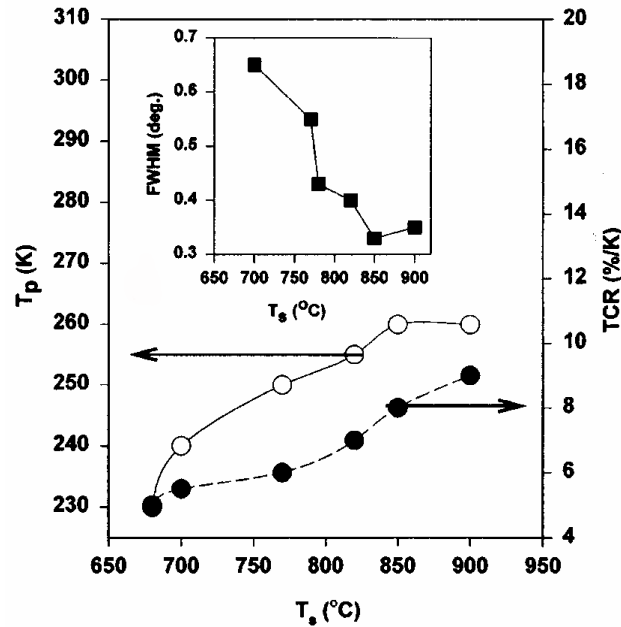


FIG. 2.16 – Température de pic  $T_p$  et coefficient de température  $\beta$  noté TCR de films de  $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  sur LAO en fonction de  $T_s$ . La mesure de FWHM (*Full Width at Half-Maximum*) en fonction de la température du substrat est dans l'encadré [Goyal et al., 1997]

## – Recuit

Suivant la nature du film et les conditions du dépôt, le recuit est utilisé pour remplir l'oxygène manquant dans la microstructure ou bien enlever l'oxygène d'accès.

Des recuits sous  $\text{O}_2$  ou sous  $\text{NO}_2$  sont nécessaire puisqu'il puisse modifier la concentration de l'oxygène et la microstructure de la couche afin d'optimiser les propriétés du film. Voici des exemples de changement de propriétés par le recuit sous oxygène:

- L'effet de magnétorésistance MR augmente (cf. FIG. 2.17).
- La résistivité  $\rho$  diminue (cf. FIG. 2.17).
- La température de transition métal-isolant  $T_p$  augmente (cf. FIG. 2.17).
- la température de Curie  $T_C$  augmente (cf. FIG. 2.18).
- Le coefficient de température  $\beta$  (TCR) augmente (cf. FIG. 2.19).

- Le bruit excédentaire en basse fréquence  $S_V(f)$  diminue (cf. FIG. 2.20).

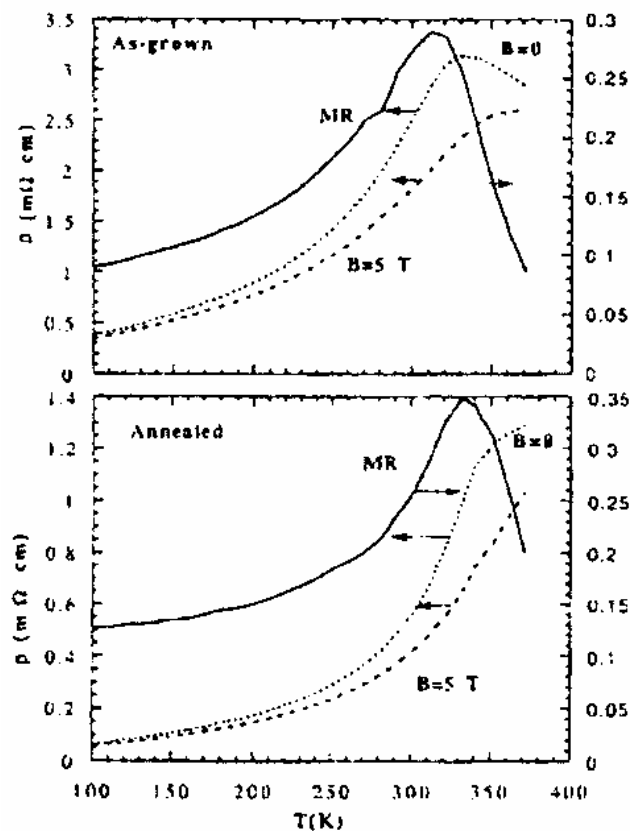


FIG. 2.17 – Comparaison de la résistivité et de la magnétorésistance en fonction de la température du film  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$  avant et après la recuit. Le recuit est effectué à 950 C° pendant 10 h sous azote pur [Ju et al., 1994].

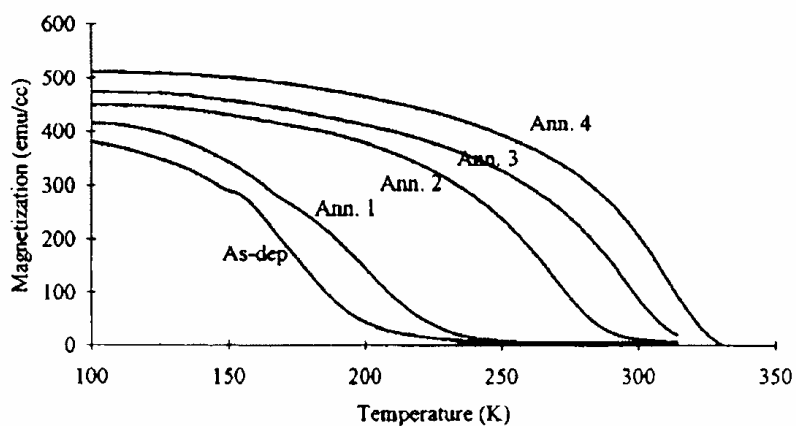


FIG. 2.18 – Comparaison de l'aimantation avant et après le recuit. Les conditions de recuit sont : 1 : à 600 C° pendant 3 h, 2 : 600 C° pendant 24 h, 3 : 700 C° pendant 3 h et 4 : 800 C° pendant 3 h [Pignard et al., 1997].

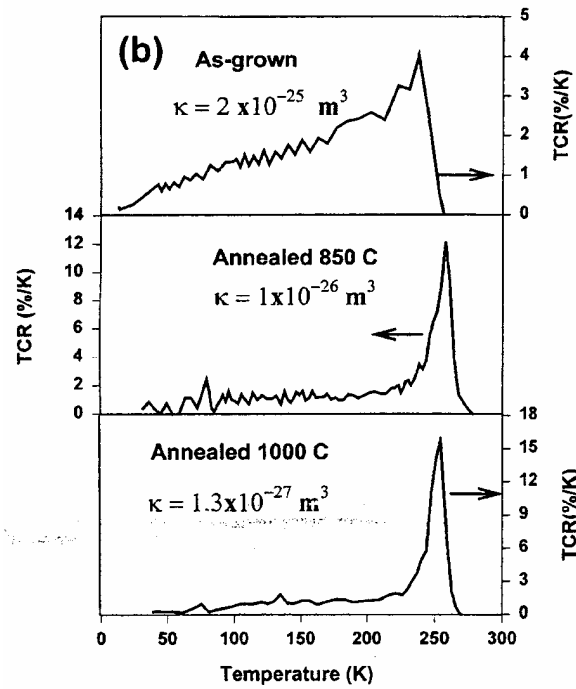


FIG. 2.19 – Comparaison de coefficient de température TCR du film  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  avant et après le recuit sous oxygène à différentes températures [Rajeswari et al., 1998].

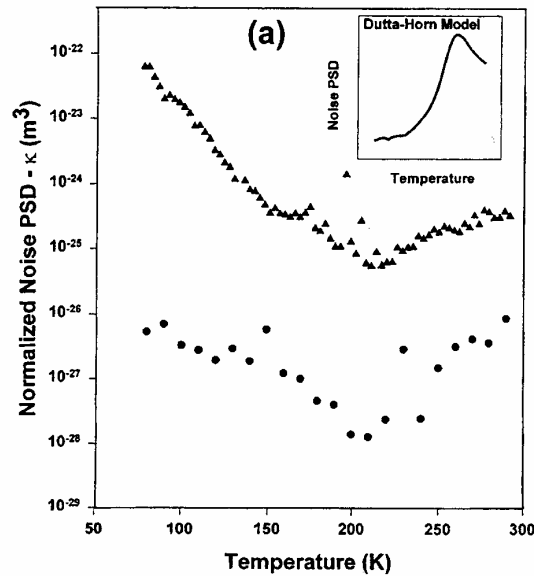


FIG. 2.20 – Comparaison de niveau de bruit excédentaire normalisé du film  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  avant et après le recuit sous oxygène, avec les triangle avant recuit et les points ronds après le recuit [Rajeswari et al., 1998].

Dans la partie de mesure de bruit en  $1/f$ , je vais encore présenter l'importance de recuit dans la préparation du film à partir de nos mesure de  $R(T)$  et de bruit (cf. Section 3).

## 2.3 Préparation des motifs par photolithographie et gravure ionique

### 2.3.1.1 Principale étapes

Après le dépôt du film de LSMO sur le substrat par ablation laser pulsée, la mise en forme des motifs a été effectuée par photolithographie de contact en lumière UV. Elle permet de transférer les motifs du masque dans la résine déposée sur le film de LSMO. Enfin les motifs sont gravés dans le film par gravure ionique. Les principales étapes sont présentées à la figure 2.2.1.

#### – Résinage de l'échantillon

Pour réaliser le photomasquage, une couche de résine photosensible positive est étalée sur l'échantillon. La surface du film doit être propre et sans poussière. Nous travaillons donc en salle blanche.

La résine est étalée à l'aide d'une tournette. Pour obtenir une épaisseur de  $1,3\ \mu\text{m}$  avec la résine Shipley S1813. On dépose une goutte de résine au centre de l'échantillon et on démarre la tournette à une vitesse de 4000 tours/min pendant 40 secondes. Ensuite, l'échantillon recouvert de résine est déposé sur une plaque chauffante à  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 5 min pour faire évaporer le solvant et donc durcir la résine.

#### – Insolation et révélation

On choisit le masque à utiliser et on le nettoie soigneusement. Puis on dépose le masque propre et sec sur un support de masque installé dans la machine d'insolation de type Karl Suss MJB3. On positionne les motifs intéressants dans le centre de la fenêtre par laquelle le rayonnement UV traverse. On pose ensuite l'échantillon résiné sur le support en dessous du masque, et on aligne l'échantillon par rapport à la position des motifs sur le masque sous le microscope à l'aide des vis micrométriques. Une fois bien positionné, l'échantillon est mis en contact avec le masque, et on commence l'insolation UV avec  $\lambda \approx 365\text{ nm}$ . Selon le vieillissement de la lampe UV, on allonge la durée de l'insolation. Typiquement, la durée varie entre trois et cinq secondes.

On passe ensuite l'échantillon insolé dans le révélateur pendant environ 30 secondes, puis on le rince à l'eau déminéralisée et on le sèche. On vérifie enfin sous microscope que les motifs sont bien définis.

#### – Gravure des motifs

La gravure des plots d'or peut être simplement réalisée par une solution KI avec 1,2 g  $\text{I}_2$ , 4 g KI et 20  $\text{cm}^3$   $\text{H}_2\text{O}$ . La durée de gravure du film d'or de 500 nm est d'environ 1min30 s.

Une fois la gravure du film d'or terminée, on nettoie l'échantillon dans l'acétone pour enlever la résine et puis on répète les étapes de résinage, insolation et révélation pour graver les motifs dans le film

de LSMO.

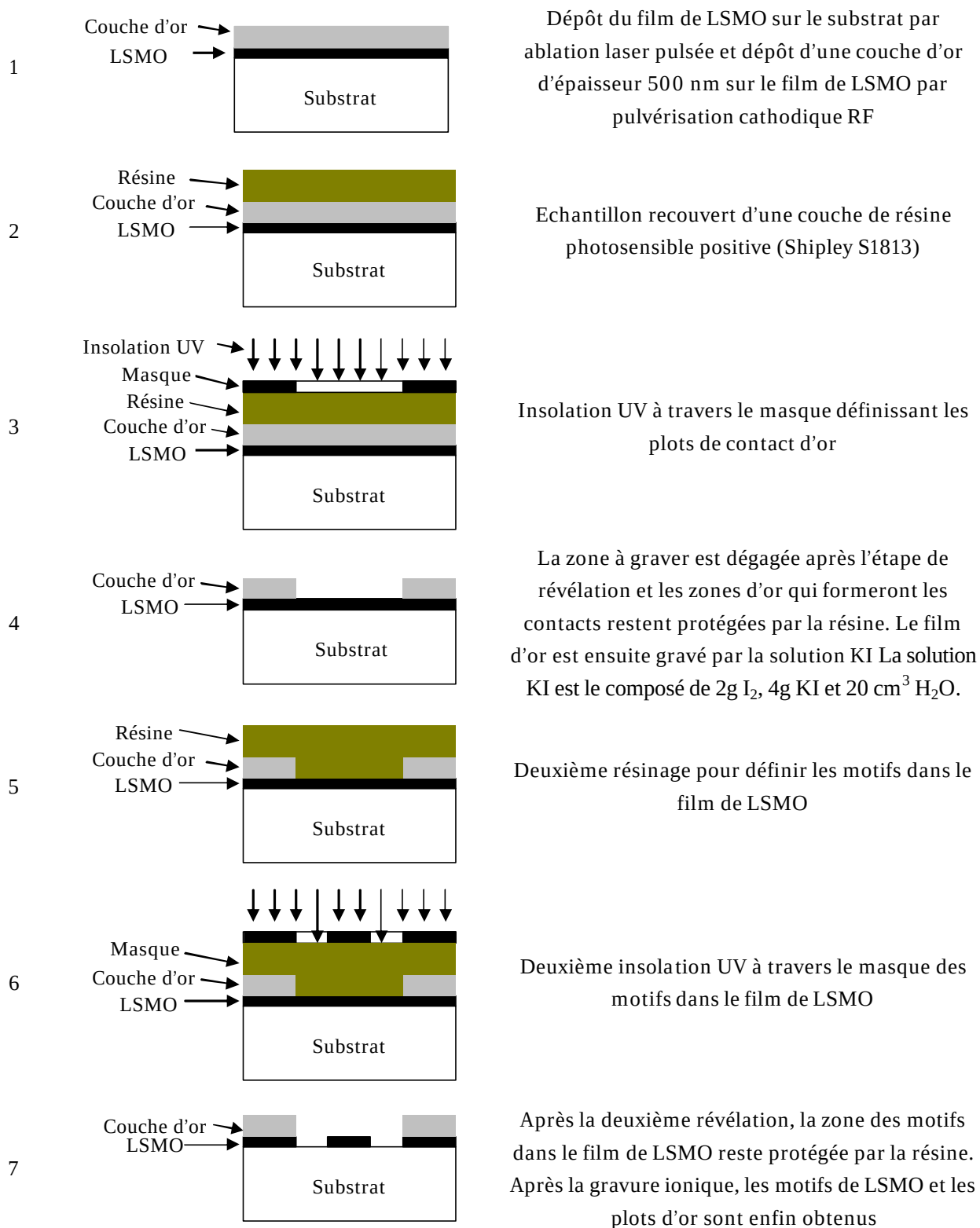


FIG. 2.21 – Etapes de la préparation des motifs dans le film de LSMO.

### 2.3.1.2 Gravure ionique

La gravure ionique est considérée comme une gravure ‘sèche’ par rapport à la gravure dite ‘à humide’ dans les bains chimiques, par exemple la gravure du film d’or par la solution KI. Le principe de fonctionnement de la gravure ionique est d’envoyer un faisceau de particules accélérées (Argon) sur la surface de l’échantillon. Ces particules éliminent les zones de l’échantillon non protégées par la résine. Notre porte-échantillon est incliné à  $45^\circ$  par rapport au faisceau incident et subit une rotation continue pour améliorer l’uniformité de gravure. Le schéma de principe est présenté dans la figure 2.22.

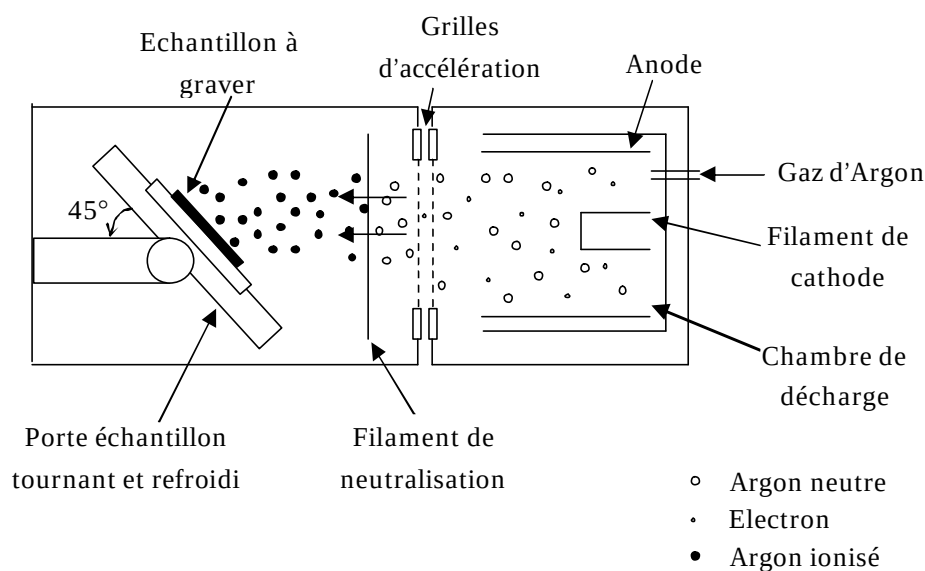


FIG. 2.22 – Principe de la gravure ionique.

### 2.3.1.3 Choix du masque

Nous avons réfléchi à une géométrie intéressante pour l'étude du bruit à basse fréquence. A partir du schéma simplifié d'échantillon de la figure 2.23, nous pouvons résumer quelques points essentiels.

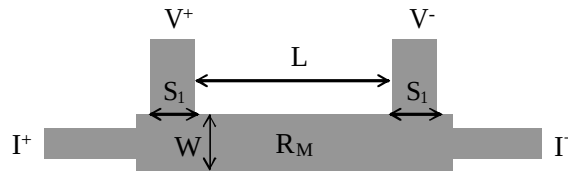


FIG. 2.23 – Schéma simple illustratif de la résistance  $R_M$  gravée en quatre points.

- Des motifs avec différentes longueurs, différentes largeurs et donc différents volumes pour étudier le bruit excédentaire dans le film de LSMO en fonction de la géométrie.
- Des petites largeurs  $S_1$  pour des pris de contact de tension de façon à bien définir le volume effectif du  $R_M$ .
- Une faible résistance des prises de tensions  $V^+$  et  $V^-$ , pour réduire le bruit blanc parasite qui se superpose au bruit d'échantillon utile. Ce bruit nécessite une optimisation avec le point précédent : la résistance de contact est inversement proportionnel à la largeur  $S_1$ .
- Une faible résistance entre  $I^+$  et  $I^-$  en série avec  $R_M$  pour pouvoir imposer un courant élevé (cf. section 2.1.2).

Dans la suite, je présenterai les deux masques de motifs utilisés dans notre travail.

#### – Masque Rice

Ce masque avait été réalisé pour d'autres mesures (cf. FIG. 2.24). Nous l'avons utilisé pour les premières mesures de bruit. Sur ce masque de motifs, on dispose de trois différentes géométries de ponts (cf. FIG. 2.24.a) :  $10\ \mu\text{m} \times 575\ \mu\text{m}$  (F) ;  $50\ \mu\text{m} \times 575\ \mu\text{m}$  (M) et  $100\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$  (L) (partie noire). Les plots de contact en or de dimension environ  $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$  sont situés aux extrémités de chaque carré de  $1\ \text{mm} \times 1\ \text{mm}$  (cf. FIG. 2.24.b) (partie claire).

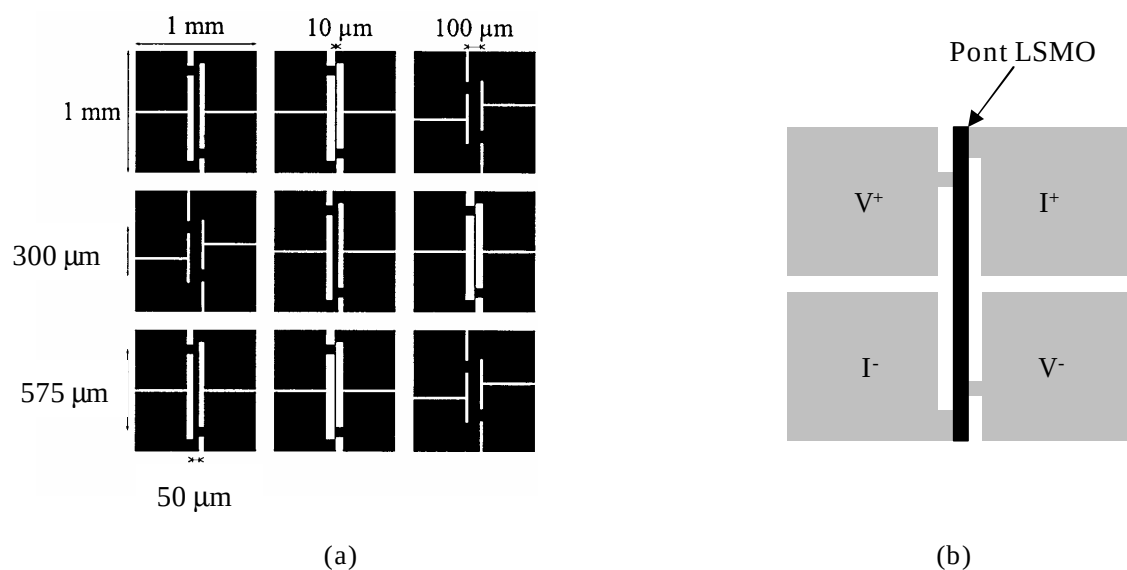


FIG. 2.24 – Schéma du Masque Rice, avec (a) les motifs de gravure dans LSMO ; (b) un motif de LSMO et les quatre plots de contact en or.

#### – Masque 2004

Ce masque présenté à la figure 2.25 a été dessiné spécialement pour les mesures de bruit en basse fréquence dans les films de manganite.

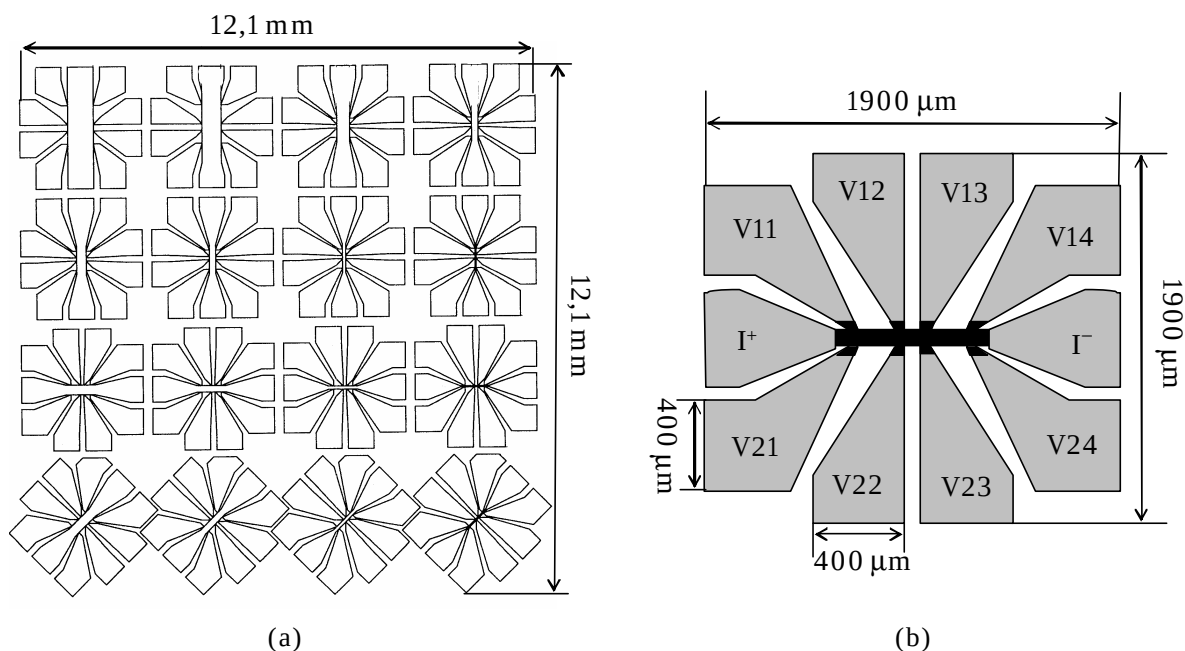


FIG. 2.25 – Schéma du Masque 2004, avec (a) pour graver les motifs dans le film de LSMO et (b) Un pont de LSMO (en noir) et les plots d'or (en gris).



Voici quelques caractéristiques du masque :

- L'or recouvre le maximum de surface sur les prises de tension pour minimiser le bruit blanc parasite.
- Les prises de tension sont doublées pour permettre de faire des mesures de bruit en corrélation. Elles permettent également des mesures d'effet Hall.
- Différentes orientations : quatre lignes de motifs (respectivement A, B, C et D) permettent de faire passer le courant à 45 °, parallèle ou perpendiculaire par rapport à une maille cristalline de LSMO.
- Six largeurs possibles : 20  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$ , 300  $\mu\text{m}$  et 400  $\mu\text{m}$ .
- Différentes longueurs sur le même motif : quatre prises de tension situées de chaque côté du pont permettent de former cinq différentes longueurs (cf. FIG. 2.25.b) : 50  $\mu\text{m}$  (V12 – V13), 100  $\mu\text{m}$  (V11 – V12), 150  $\mu\text{m}$  (V11 – V13 et V13 – V14), 200  $\mu\text{m}$  (V12 – V14) et 300  $\mu\text{m}$  (V11 – V14). La connexion entre la prise de tension et le pont présente une largeur de 5  $\mu\text{m}$ .

#### 2.3.1.4 *Bonding* par ultrasons

Pour connecter l'échantillon à notre système de mesure, nous avons réalisé des supports d'échantillon en cuivre sur lesquels nous collons une plaque d'époxy avec des pistes de cuivre pour souder les fils électriques (cf. FIG. 2.26). Le *bonding* par ultrasons avec un fil d'aluminium de diamètre 50  $\mu\text{m}$  est alors utilisé pour faire les contacts entre les pistes de cuivre de l'époxy et les plots d'or. On peut remarquer que la surface des films de LSMO est très peu rugueuse. Cela pose parfois des problèmes d'adhérence de la couche d'or sur LSMO. Des recuits ont parfois été réalisés pour améliorer ces contacts.

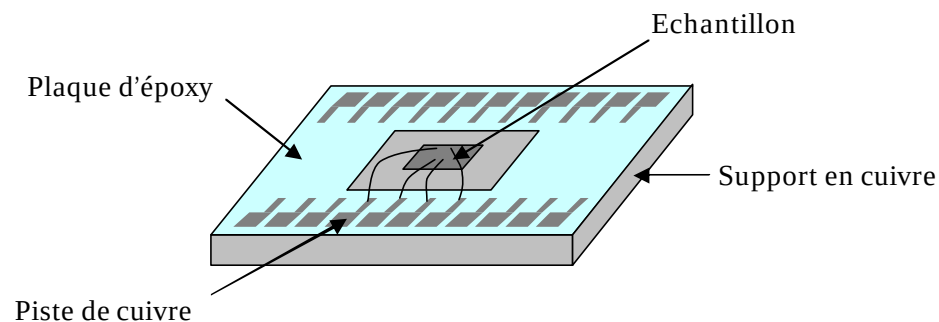


FIG. 2.26 – Support d'échantillon.

## 2.4 Caractérisation du film par diffraction de Rayons X

La qualité cristalline des couches de LSMO a été étudiée par diffraction de rayons X au CRISMAT (SEIFERT) XRD 3000p par L. Méchin. Celle-ci permet de déterminer non seulement la texture du film, mais aussi les paramètres de maille et la présence éventuelle de phases parasites.

Selon les différentes configurations du système d'analyse de diffraction de rayons X, différentes caractéristiques sont réalisées.

### – Configuration $\theta - 2\theta$

Avec une configuration de mesure de type  $\theta - 2\theta$  montrée dans la figure 2.27, la texture de la croissance du film peut être déterminée.

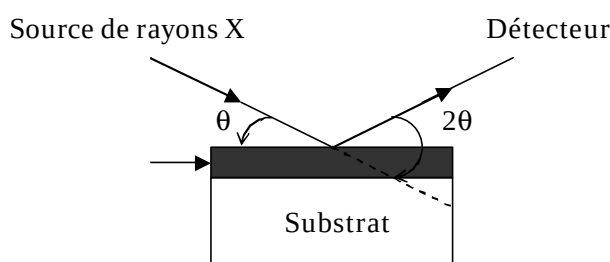


FIG. 2.27 – Configuration de mesure de spectre  $\theta - 2\theta$  par diffraction de rayons X.

Le spectre de diffraction obtenu peut donner ces informations sur la structure cristalline du film déposé :

- La position de pics montre l'orientation du film et celle du substrat.
- A partir des conditions de diffraction de Bragg, il est possible de déterminer le paramètre de maille dans le plan et hors plan par :

$$2d_{hkl} \times \sin \theta = n\lambda \quad (2.13)$$

où  $d_{hkl}$  est la distance entre les plans réticulaires (hkl),  $\theta$  est l'angle d'incidence des rayons X (cf. FIG. 2.27),  $n$  est l'ordre de réflexion, et  $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X.

### – Configuration $\omega$ - scans ou *rocking curves*

Pour mesurer le spectre  $\omega$  - scans, on garde la même configuration que celle présentée à la figure 2.27. Mais on fixe la source de rayons X et le détecteur en position  $\theta - 2\theta$ , et on fait tourner le film

légèrement autour de l'angle  $\theta$ .

Dans le spectre  $\omega$  – scans mesuré, la largeur à mi-hauteur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) des pics permet de caractériser la désorientation cristalline de la direction de texture obtenue par l'analyse de spectre  $\theta - 2\theta$ . Plus la largeur à mi-hauteur FWHM est petite, plus le film présente une bonne qualité cristalline.

– **Configuration  $\chi$  - scans**

Le spectre  $\phi$  – scans est souvent utilisé pour déterminer l'orientation cristalline de la couche dans le plan. La configuration de mesure est présentée dans la figure 2.28. On choisit une position  $\theta - 2\theta$ , et on fait tourner le film autour de l'axe  $\phi$ . Dans un film ne possédant qu'une seule orientation dans le plan, les quatre pics obtenus se séparent de  $90^\circ$ .

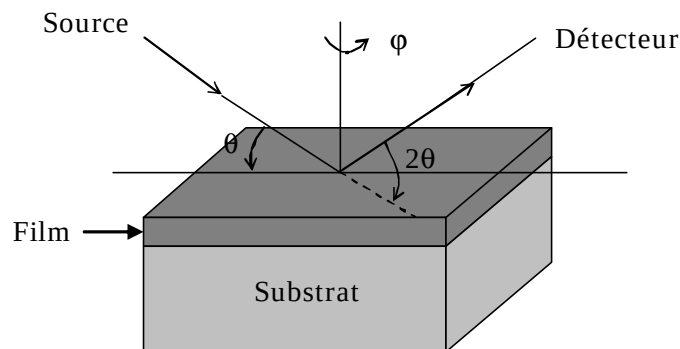


FIG. 2.28 – Configuration de mesure de spectre  $\phi$ -scans.

Les résultats de mesures de diffraction de Rayons X de nos films seront présentés dans le chapitre 3.

---

## **3 Résultats expérimentaux**



### 3.1 Introduction

Les couches de LSMO que j'ai caractérisées ont été déposées par ablation laser pulsée soit au GREYC par L. Méchin, soit à l'Université de Birmingham par R. A. Chakalov. Parmi les nombreux échantillons testés, j'ai choisi de présenter les mesures de bruit réalisées sur cinq films caractéristiques. Voici ci-dessous un résumé de conditions de dépôt préalablement utilisées (pression d'oxygène  $PO_2$  et température de substrat  $T_s$ ) de nos couches minces de LSMO. Le film G091 a été recuit sous oxygène à 500 °C pendant 30 minutes.

|                                       | Nom    | Matériaux                    | $P_{O_2}$<br>[Torr] | $T_s$<br>[C°] | Recuit | Epaisseur<br>[nm] | Masque |
|---------------------------------------|--------|------------------------------|---------------------|---------------|--------|-------------------|--------|
| Au GREYC                              | G091   | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | 0,3                 | 700           | Oui    | ~ 150             | 2004   |
|                                       | G045   | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | 0,3                 | 700           | Non    | ~ 75              | 2004   |
| A<br>l'Université<br>de<br>Birmingham | FEX028 | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | 0,7                 | 780           | Non    | ~ 200             | Rice   |
|                                       | PHY077 | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | 0,7                 | 780           | Non    | ~ 100             | 2004   |
|                                       | FEX044 | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/LSAT$ | 0,7                 | 780           | Non    | ~ 200             | 2004   |

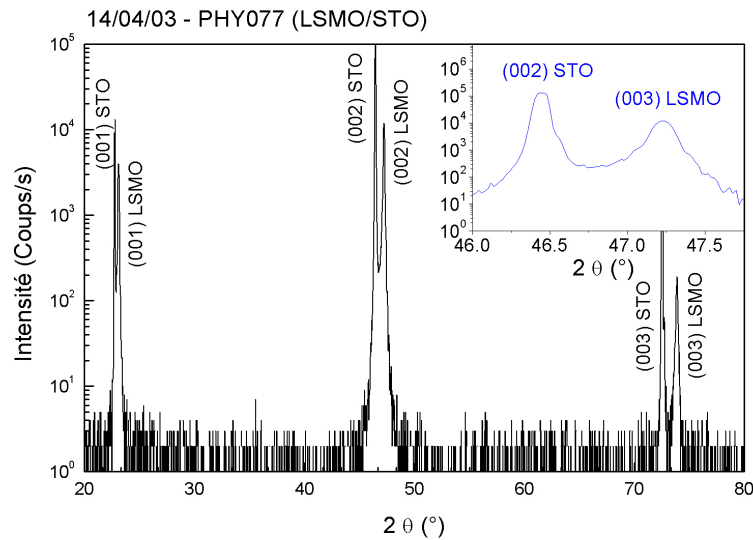
TAB. 3.1 – Résumé des principales caractéristiques des films étudiés.

Nous présentons tout d'abord, les caractéristiques structurales, magnétiques et électriques statiques des couches. Les mesures de bruit en  $1/f$  en fonction du courant de polarisation, de la géométrie et de la température (dans la gamme 300 – 400 K) sont exposées à la suite. Nous concluons par l'estimation des performances d'un microbolomètre réalisé à partir de tels thermomètres.

## 3.2 Caractéristiques structurales, magnétiques et électriques statiques des couches minces de LSMO étudiées

### 3.2.1 Diffraction de rayons X

Le désaccord de maille  $\Delta$  entre le film de LSMO et le substrat est défini par  $\Delta = \frac{a_S - a_F}{a_S}$  où  $a_S$  est le paramètre de maille du substrat ( $a_S = 0,3905$  nm pour STO et  $a_S = a_{\text{LSAT}}/2 = 0,387$  nm pour LSAT) et  $a_F$  est le paramètre de maille du film, ici la maille pseudo-cubique du  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ , noté LSMO dans le texte ( $a_F = 0,3889$  nm). Il est égal à 0,41% dans le cas du substrat  $\text{SrTiO}_3$  et à - 0,49 % dans le cas du substrat LSAT. Dans chaque cas, le désaccord de maille n'est pas très grand, mais indique que la maille du LSMO est légèrement étirée dans plan du STO (donc comprimé hors du plan) et légèrement comprimé dans le plan dans le cas du LSAT (donc étiré hors du plan). Cela a été effectivement confirmé par l'étude en diffraction de rayons X en configuration  $\theta - 2\theta$  (cf. section 2.4). Les diffractogrammes des films PHY077 et FEX044 sont présentés à la figure 3.1. Ces films sur STO présentent tous des spectres similaires à celui de PHY077. Les largeurs à mi-hauteur (FWHM) des pics (200) de tous les films de LSMO mesurés en configuration  $\omega$ -scan sont rassemblés dans le tableau 3.1. Elles sont de l'ordre de  $0,3^\circ$  pour les échantillons G045B et PHY077 sur STO et un peu plus élevée, respectivement égales à  $0,39^\circ$  et  $0,374^\circ$  pour FEX044 sur LSAT et pour G091BB sur STO (cf. TAB. 3.2).



(a)

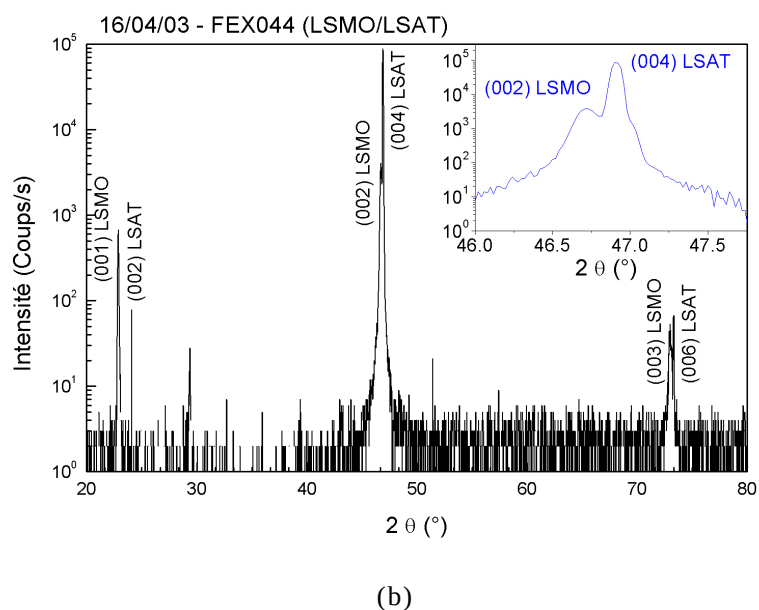


FIG. 3.1 – Diffractogrammes de rayons X en configuration  $\theta - 2\theta$  de deux couches significatives de LSMO étudiées.

| Nom    | Matériaux                                                | Epaisseur<br>[nm] | a<br>[nm] | FWHM (200) LSMO<br>[°] |
|--------|----------------------------------------------------------|-------------------|-----------|------------------------|
| G091BB | $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3/\text{STO}$  | $150 \pm 10$      | 0,3859    | 0,347                  |
| GO45B  | $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3/\text{STO}$  | $75 \pm 10$       | 0,3854    | 0,311                  |
| PHY077 | $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3/\text{STO}$  | $100 \pm 2,3$     | 0,3847    | 0,333                  |
| FEX044 | $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3/\text{LSAT}$ | $200 \pm 10$      | 0,3885    | 0,390                  |

TAB 3.2 – Résumé des principales caractéristiques structurales des films étudiés. a est le paramètre de la maille pseudo-cubique du LSMO en couche mince dans la direction hors du plan. FWHM correspond à la largeur à mi-hauteur des pics (002) de LSMO en configuration  $\omega$ -scan.

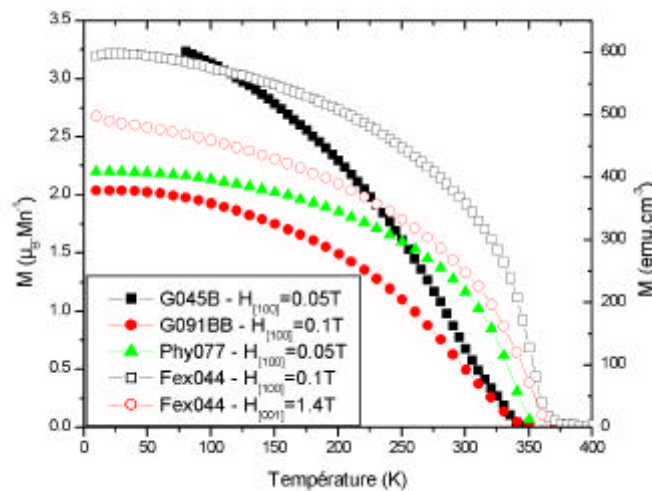


### 3.2.2 Mesures d'aimantation

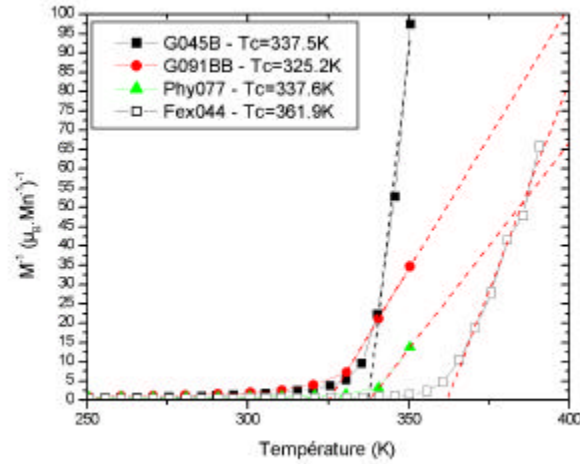
L'aimantation des couches de LSMO a été mesurée par un magnétomètre à SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) au CRISMAT (par C. Simon). Les échantillons ont été refroidis en champ nul et l'aimantation a été mesurée lors de la montée en température sous champ magnétique de 0,05 T, pour G045B et PHY077 ou 0,1 T, pour G091BB et FEX044. Les courbes d'aimantation en fonction de la température  $M(T)$  sont présentées à la figure 3.2.a.

La température de Curie notée  $T_C$ , correspondant à la transition ferromagnétique – paramagnétique, a été déterminée par l'intersection de la tangente de l'inverse de l'aimantation avec l'axe des températures selon la loi de Curie-Weiss (FIG. 3.2.b). Les formes des courbes correspondant à FEX044 et PHY077 sont similaires et indiquent que ces échantillons présentent de bonnes propriétés magnétiques. Les moments à saturation à basse température valent  $3,2 \mu_B \cdot \text{Mn}^{-1}$  ( $595 \text{ emu} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) pour FEX044 et  $2,2 \mu_B \cdot \text{Mn}^{-1}$  ( $409 \text{ emu} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) pour PHY077. Ils sont donc inférieures à la valeur théorique de  $3,7 \mu_B \cdot \text{Mn}^{-1}$  attendue pour la composition  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  étudiée. L'écart entre la valeur expérimentale et théorique est souvent attribuée à la présence de couches non magnétiques, soit à l'interface couche – substrat, soit à la surface de la couche.

La courbes de G045B et G091BB présentent une incurvation différente au voisinage de  $T_C$ , ce qui traduit également de moins bonnes propriétés magnétiques provenant peut être d'une sous-oxygénation des couches.



(a)

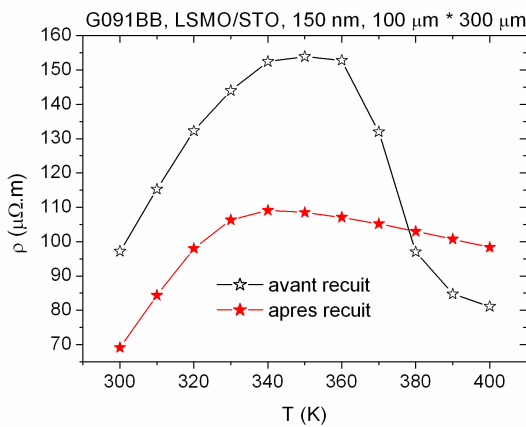


(b)

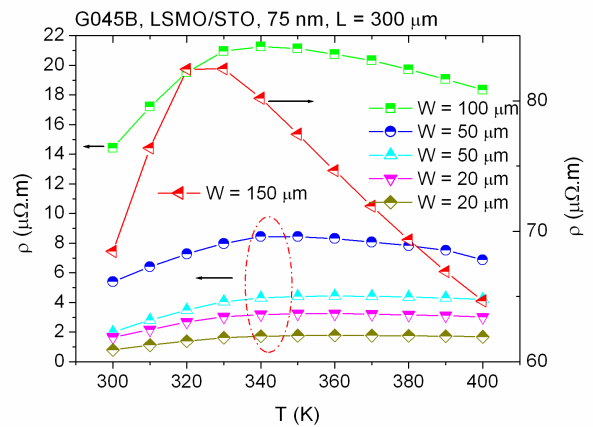
FIG. 3.2 – Courbes d'aimantation en fonction de la température des couches de LSMO étudiées.

### 3.2.3 Evolution de la résistance en fonction de la température

La figure 3.3 rassemble les caractéristiques  $R(T)$  décrivant l'évolution de la résistance en fonction de la température de différents ponts gravés dans les couches minces de LSMO dans les conditions décrites en section 2.2. On rappelle que le film FEX028 a été gravé avec les motifs du Masque\_Rice. Il existe trois géométries différentes : (largeur/longueur) = (100  $\mu\text{m}$ /300  $\mu\text{m}$ ), (50  $\mu\text{m}$ /575  $\mu\text{m}$ ) et (10  $\mu\text{m}$ /575  $\mu\text{m}$ ), notées par la suite respectivement L (Large), M (Moyen) et F (Fin) (cf. section 2.3.1.3). Les films G091BB, G045B, PHY077 et le film FEX044 ont été gravés avec le Masque\_2004. Sur ce masque, nous disposons de beaucoup plus de géométries possibles. Les courbes des figures 3.3.b, 3.3.d et 3.3.e correspondent à la résistance de ponts de longueur 300  $\mu\text{m}$  et de différentes largeurs notées sur les graphes.



(a)



(b)

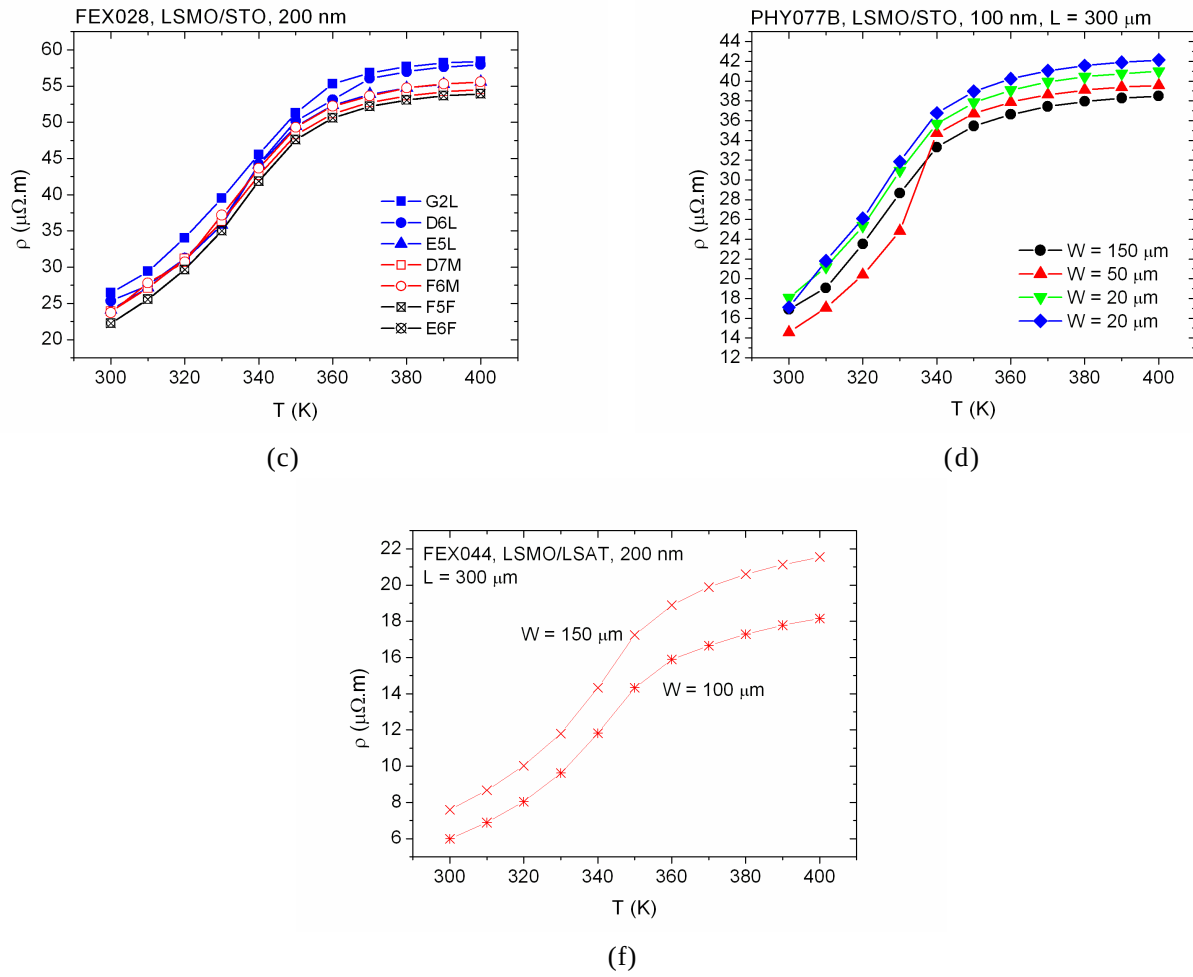


FIG. 3.3 – Dépendance de la résistivité des différents films en fonction de la température.

Dans le cas des échantillons FEX028, PHY077 et FEX044, les résistivités calculées pour chaque motif se superposent, indiquant que les films sont très uniformes. Ce n'est pas le cas des échantillons G045B et G091BB. Cela confirme la moins bonne qualité de ces échantillons déjà observée lors des mesures d'aimantation. Il faut remarquer également la moins bonne homogénéité en épaisseur de ces deux couches.

Pour ces trois échantillons FEX028, PHY077 et FEX044, l'uniformité de la résistivité mesurée sur tout la surface de l'échantillon nous permet d'étudier l'évolution du bruit en fonction de la géométrie.

Une résistivité de l'ordre de 20  $\mu\Omega\cdot m$  à 300 K est mesurée pour FEX028 et PHY077 déposées sur STO. La résistivité du film FEX044 déposé sur LSAT est de l'ordre de 8  $\mu\Omega\cdot m$  à 300 K. Le maximum de résistivité à 300 K est de l'ordre de 70  $\mu\Omega\cdot m$  pour le film de G091BB et G045B. Les valeurs de résistivité de 8 à 20  $\mu\Omega\cdot m$  de nos couches de LSMO sont conformes aux résultats de la littérature [Palanisami et al., 2002, Raquet et al., 1999, Coey et al., 1995, Urushibara et al., 1995]

### 3.2.4 Magnétorésistance

La résistance des manganites varie beaucoup sous effet du champ magnétique, c'est l'effet appelé *Colossal Magnetoresistance* (CMR). On définit la magnétorésistance  $MR(H, T)$  par :

$$MR(H, T) = \frac{R(H, T) - R(0T, T)}{R(0T, T)} \quad (3.1)$$

Les mesures de résistance sous champ magnétique ont été réalisées au CRISMAT par C. Simon.

Les magnétorésistances des films G091BB, PHY077B et FEX044 sont similaires. Nous présentons à la figure 3.4 les mesures réalisées sur PHY077B. Le maximum de magnétorésistance à 7 T est obtenu à 325 K est compris entre 0,35 à 0,4 (cf. FIG. 3.5).

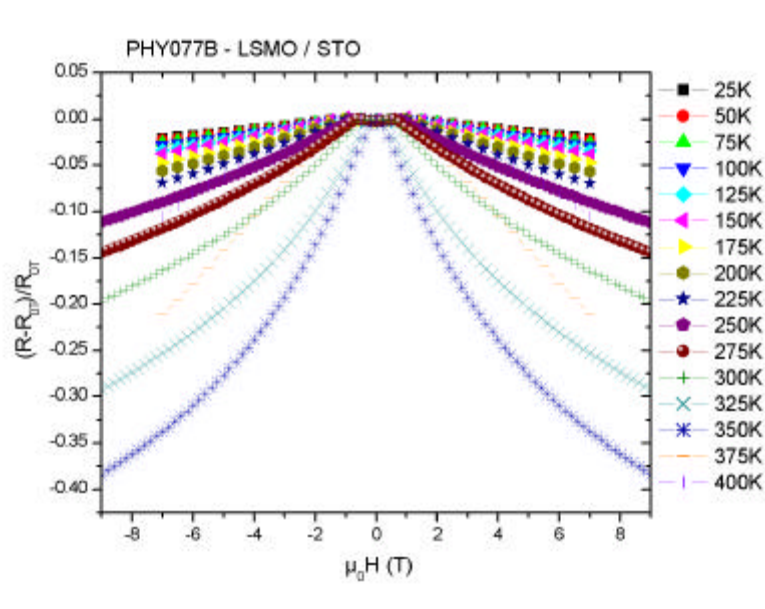


FIG. 3.4 – Magnétorésistance du film PHY077 mesuré entre 25 K et 400 K.

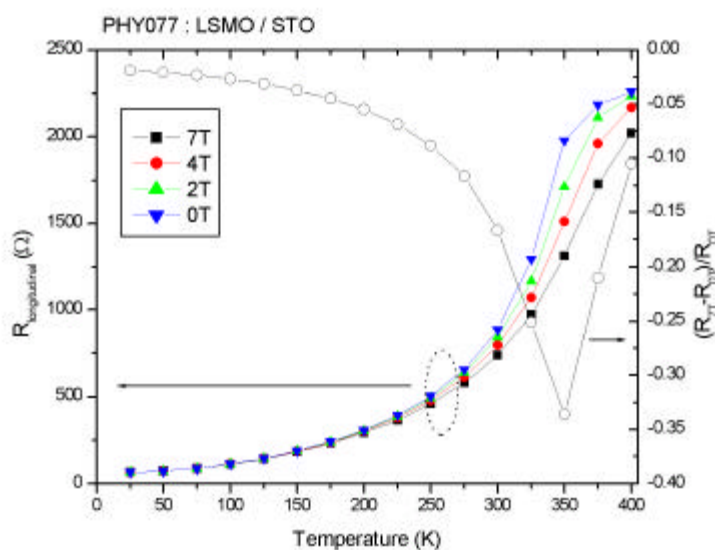


FIG. 3.5 – Evolution de la résistance en fonction de la température du film PHY077B sous champ magnétique.

### 3.2.5 Résumé des principales caractéristiques des films étudiés.

| Nom     | Matériaux                    | Epaisseur<br>[nm] | FWHM [°]<br>(200) LSMO | $\rho_{300K}$<br>[ $\mu\Omega \cdot m$ ] | $T_C$<br>[K] | $T_P$<br>[K] |
|---------|------------------------------|-------------------|------------------------|------------------------------------------|--------------|--------------|
| G091BB  | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | $150 \pm 10$      | 0,347                  | $\sim 70$                                | 325,3        | 340 – 350    |
| GO45B   | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | $75 \pm 10$       | 0,311                  | 1 – 70                                   | 337,5        | 320 – 340    |
| FEX028  | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | $200 \pm 10$      | –                      | 22 – 27                                  | –            | > 400        |
| PHY077B | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/STO$  | $100 \pm 2,3$     | 0,333                  | 14,5 – 18                                | 337,6        | > 400        |
| FEX044  | $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3/LSAT$ | $200 \pm 10$      | 0,390                  | 6 – 7,5                                  | 361,9        | > 400        |

TAB. 3.3 – Résumé des principales caractéristiques structurales, électriques statiques et magnétiques des films étudiés.

### 3.3 Mesures de bruit en 1/f

Afin d'étudier l'origine de bruit en 1/f dans l'échantillons de LSMO, nous avons d'abord cherché à vérifier la relation de Hooge couramment utilisée pour décrire le comportement de bruit en 1/f dans différents matériaux. Celle-ci est en effet valable pour des matériaux homogènes (et densité de courant homogène), ce qui peut poser des problème dans le cas de LSMO lors de la transition. Nous présentons dans cette section les mesures de bruit en 1/f en fonction de la fréquence, du courant de polarisation et de la géométrie des motifs. Les mesures en fonction de la température sur une gamme 300 – 400 K qui comprend la température de transition ( $T_P$  et  $T_C$ ) et quelques mesures de bruit sous faible champ magnétiques complètent cette étude.

#### 3.3.1 Dépendance des spectres en fréquence

Les spectres mesurés présentent toujours deux régions : un bruit blanc indépendant de la fréquence (pour  $f > f_{\text{recouvrement}}$ ) et le bruit excédentaire à basse fréquence qui dépend du courant de polarisation (cf. FIG. 3.6 et FIG. 3.7). Nous avons fait varier le courant de polarisation également de 100  $\mu\text{A}$  à 2 mA.

Le bruit excédentaire à basse fréquence observé suit une loi en  $1/f^\alpha$ , avec  $\alpha$  proche de l'unité. Ce coefficient ne dépend pas de la densité de courant de polarisation (cf. FIG. 3.6), ni de la température (cf. FIG. 3.7).

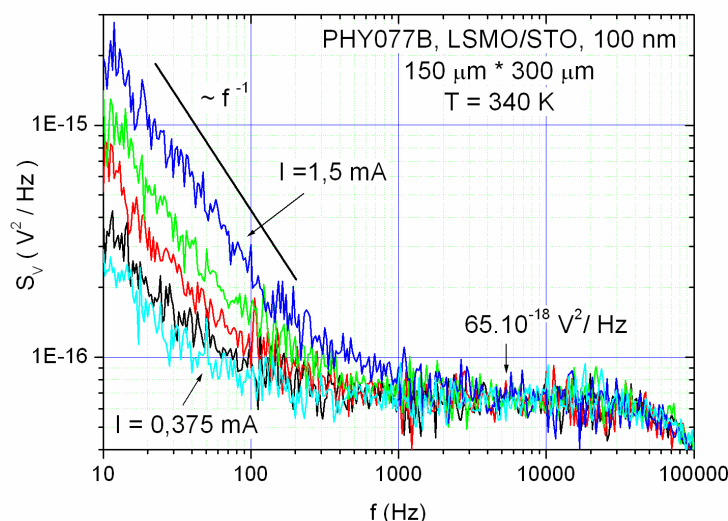


FIG. 3.6 – Spectres de bruit en tension mesurés dans l'échantillon de PHY077B pour différents courant de polarisation  $I$  qui augmentent de bas en haut. Le type du film et la géométrie caractérisée sont

indiquées sur la figure.

Pour chaque spectre tracé sur la figure 3.6, le niveau de bruit blanc correspond à la somme quadratique de bruit blanc de la couche  $R_M$ , de bruit blanc de la résistance de contact  $R_{V+}$ ,  $R_{V-}$ , de la chaîne d'amplification différentielle. A partir de la valeur  $65 \cdot 10^{-18} \text{ V}^2 \cdot \text{Hz}^{-1}$  notée sur la figure 3.6, on obtient la valeur de la résistance équivalente  $R_{eq}$  :

$$R_{eq} = R_M + R_{V+} + R_{V-} = \frac{65 \times 10^{-18} - e_{n_A}^2}{4k_B T} = 3373 \Omega \quad (3.1)$$

Pour la valeur de la résistance qui vaut  $666 \Omega$ , la somme des résistances de contact  $R_{V+} + R_{V-}$  est estimée à  $2707 \Omega$ .

Pour l'ensemble des échantillons testés, la somme des résistances de contact  $R_{V+} + R_{V-}$  est estimée entre  $1 \text{ k}\Omega$  et  $3 \text{ k}\Omega$ , la somme des résistances de contact  $R_{I+} + R_{I-}$  entre  $200 \Omega$  et  $2 \text{ k}\Omega$ .

La variation du niveau de bruit blanc observée sur la figure 3.7 correspond à la variation de la valeur de la résistance de l'échantillon avec la température lors de ces caractéristiques en fonction de la température.

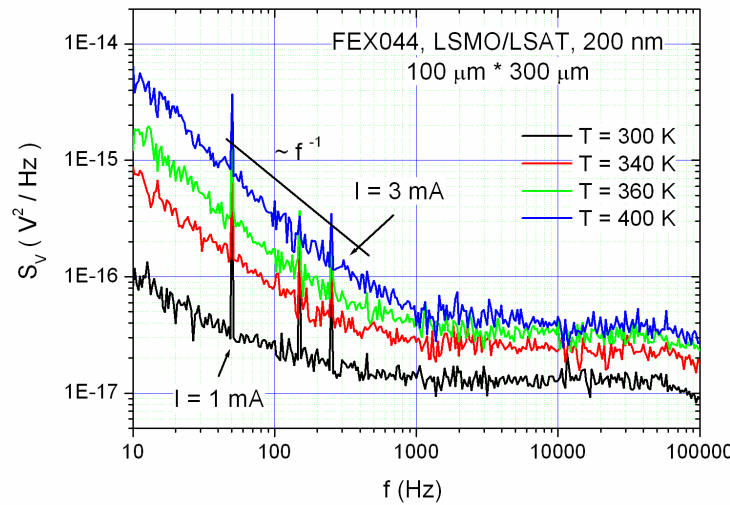


FIG. 3.7 – Spectres de bruit en tension mesurés dans un échantillon de FEX044 à différentes températures de mesure.

Il faut noter que la plupart du temps, nous n'avons pas observé de bruit télégraphique dans nos échantillons. Nous allons plus précisément étudier par la suite l'évolution du bruit à  $1 \text{ Hz}$  en fonction du courant de polarisation, de la température et du volume de l'échantillon. Pour déterminer ce niveau de bruit à  $1 \text{ Hz}$ , nous avons multiplié le spectre mesuré par  $f$ , la fréquence de mesure. La valeur retenue est

celle du plateau à basse fréquence (cf. FIG. 3.8). Pour faciliter la comparaison de niveau de bruit en 1/f dans la suite du document, le niveau de bruit en 1/f est toujours donné à 1 Hz. Pour certains spectres, une allure en lorentzienne (i.e. une densité spectrale donnée par  $B/[1+(f/f_0)^2]$  (avec  $B$  et  $f_0$  des constantes) a été observée en plus du bruit blanc et du bruit en 1/f. Dans ces conditions, un algorithme d'ajustement a été utilisé pour extraire le niveau de bruit en 1/f. Pour l'ensemble des spectres, la fréquence de recouvrement évolue de 100 à 1 kHz environ.

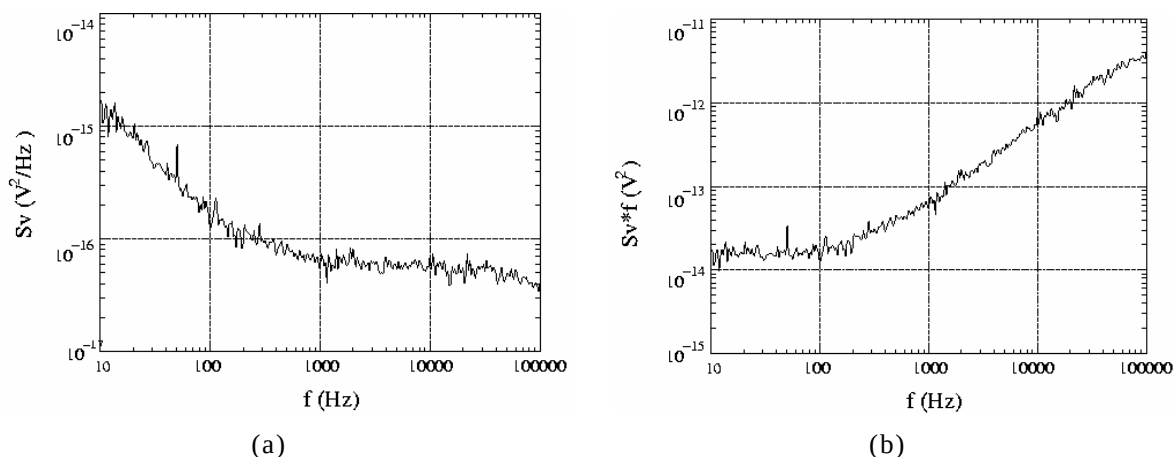


FIG. 3.8 – Détermination du niveau de bruit en 1/f à 1 Hz. (a) spectre direct mesuré ; (b) spectre multiplié par  $f$ , la fréquence de mesure. Le plateau donne donc le niveau de bruit à 1 Hz.

### 3.3.2 Evolution du niveau de bruit en 1/f en fonction de la tension continue aux bornes de la résistance

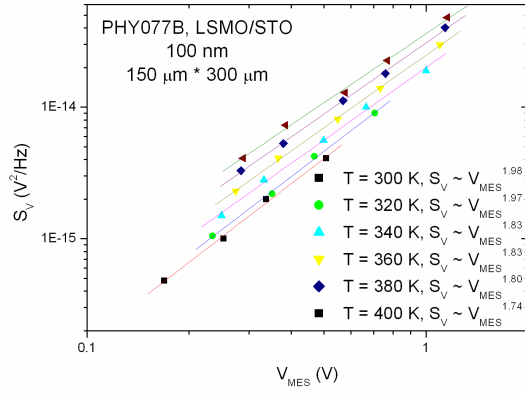
L'évolution de la densité spectrale de bruit en tension à 1 Hz en fonction de la tension continue aux bornes de la résistance  $R_M$  à différentes températures est représentée à la figure 3.9 en échelle log-log pour les échantillons PHY077B, FEX028, FEX044 et G045B. Pour toutes ces mesures, la densité spectrale  $S_V$  évolue avec la tension  $V_{MES}$  aux bornes de la résistance sous la forme  $V_{MES}^a$  avec le coefficient  $a$  compris entre 1,67 et 2,02. Il est quasiment égal à 2 pour FEX028 pour toute la gamme de température, dans les plus faibles températures pour PHY077B et FEX044 et aux températures plus élevées pour G045B. Une pente légèrement différente de 2 a aussi été signalée par certains auteurs [Lisaukas, 2001]. Dans notre cas, différentes raisons peuvent être invoquées :

- Pour certains composants à certaines températures, des lorentziennes apparaissent dans les spectres, ce qui introduit une erreur sur l'estimation du bruit en 1/f..
- La gamme de courant de polarisation ne s'étend que sur une seule décade, l'estimation du niveau de bruit à 1 Hz pour le courant de polarisation le plus faible est difficile car la fréquence de recouvrement est de l'ordre de grandeur de la fréquence minimale de mesure (imposé par le bruit propre de l'ampli). Des mesures en corrélation pourrait permettre de s'affranchir de ce bruit d'amplificateur [Kumar et al., 1996, Glatli et al., 1997, Ferrari et Sampietro, 2002,

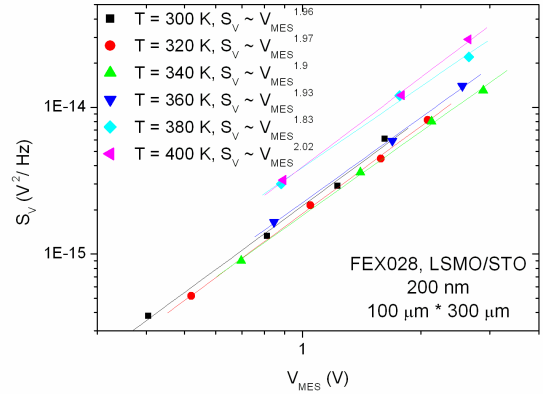


Leturcq, 2002].

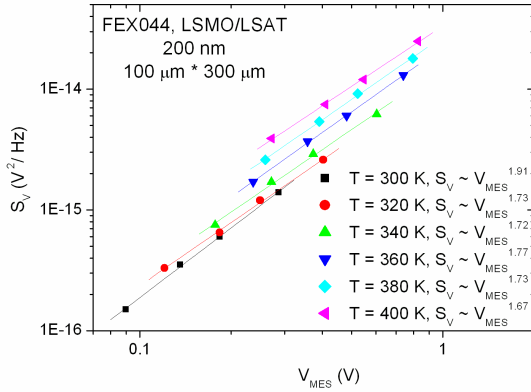
D'après la relation de Hooge, on s'attend à ce que l'exposant soit égal à 2. Nous considérerons par la suite que la relation quadratique est quasiment vérifiée, indiquant que le bruit provient de fluctuations de résistance, et nous utilisons le bruit normalisé de Hooge  $\alpha_H/n_C$ , qui correspond à la valeur du bruit à 1 Hz normalisée par la tension aux bornes de l'échantillon multipliée par le volume de l'échantillon (cf. Eq. 1.20) pour comparer le niveau de bruit de nos échantillons à ceux de la littérature. Ce paramètre est calculé à partir des mesures de bruit  $S_V(f)$  effectuées à courant fort.



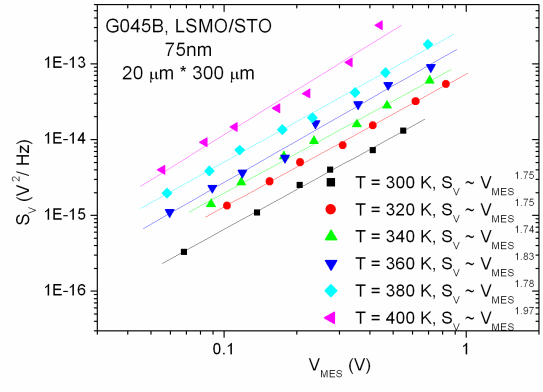
(a)



(b)



(c)



(d)

FIG. 3.9 – Evolution de la densité spectrale de bruit en tension à 1 Hz en fonction de la densité de courant de polarisation à différentes températures pour les échantillons PHY077B, FEX028, FEX044 et G045B.

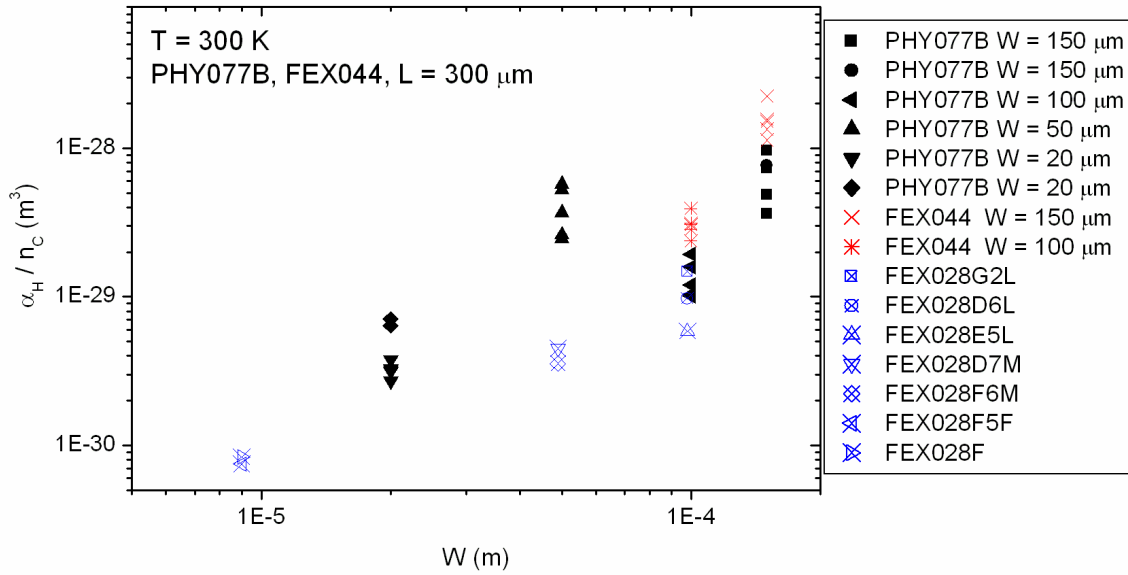
### 3.3.3 Evolution du niveau de bruit en 1/f en fonction de la géométrie

Dans la relation de Hooge présentée à la section 1.2.3, le paramètre de Hooge normalisé est donné

par :

$$\frac{a_H}{n_c} = \frac{S_V(f)}{V^2} \cdot \Omega \cdot f \quad (3.2)$$

Après la dépendance quadratique en fonction de  $V$ , nous avons étudié l'évolution du niveau de bruit en  $1/f$  en fonction de la géométrie. Pour les études suivantes, nous nous sommes intéressés aux échantillons FEX028 (LSMO/STO, 200 nm), PHY077B (LSMO/STO, 100 nm) et de FEX044 (LSMO/LSAT, 200 nm) qui ont montré des propriétés électriques statiques uniformes. Les deux autres films (G045B et G091BB) ne présentent pas de propriétés statiques uniformes sur toute la surface de la couche, nous n'avons pas pu les utiliser pour les études systématiques en fonction de la géométrie. Le paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz en fonction de la largeur et de la longueur du motif est tracé à la figure 3.10. Le paramètre  $\alpha_H/n_c$  est constant pour les différentes longueurs étudiées, mais de façon inattendue, il dépend de la largeur des motifs.



(a)

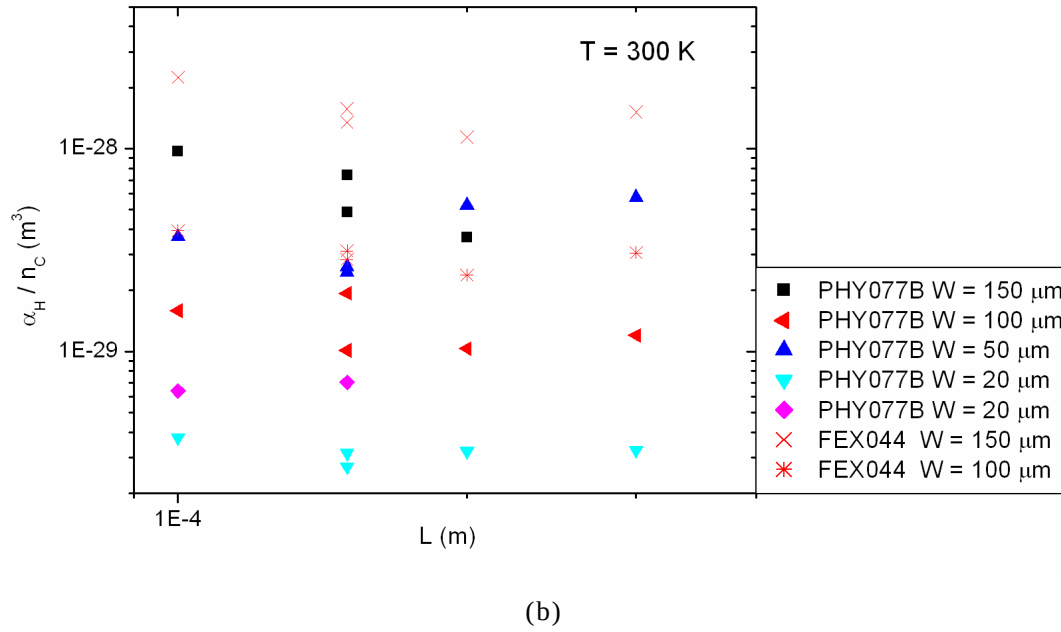


FIG. 3.10 – Paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz en fonction de la largeur (a) et de la longueur (b) des motifs. Le même symbole correspond au même pont mais avec différentes longueurs.

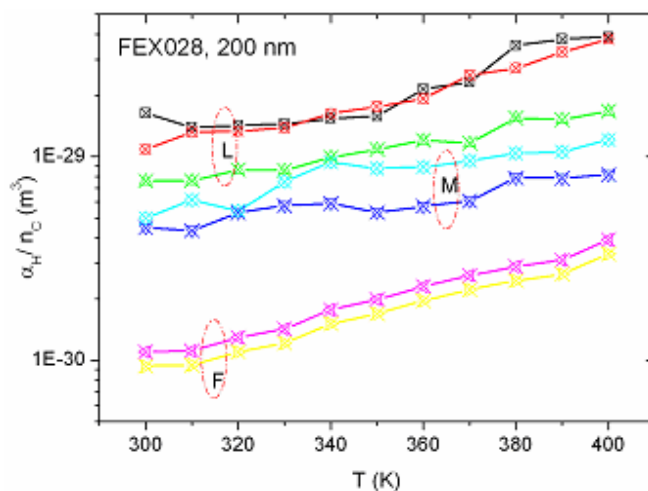
Dans nos mesures, les motifs les moins larges présentent moins de bruit en  $1/f$ , mais nous n'avons pas réussi à établir une loi générale en fonction de la largeur ou la surface des échantillons. Ces résultats semblent indiquer que les sources de bruit sont réparties de façon homogène sur la longueur de l'échantillon, mais pas sur la largeur. Nous n'avons pas d'explication définitive à donner. Nous avons vérifié que cette dispersion sur la largeur n'est pas liée aux résistances de contact  $R_t^+$  et  $R_t^-$ . D'autres mesures sur d'autres géométries et d'autres échantillons sont nécessaires pour plus de statistique.

### 3.3.4 Evolution du niveau de bruit en $1/f$ en fonction de la température de mesure

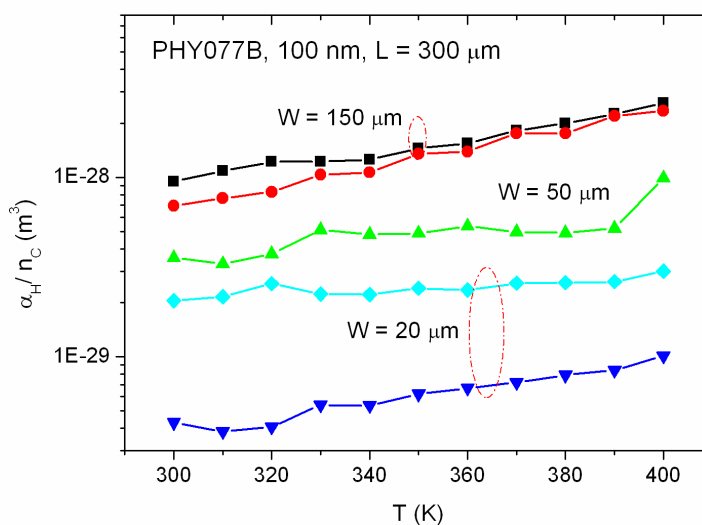
Les valeurs des paramètres de Hooge normalisés  $\alpha_H/n_C$  sont tracées pour chaque échantillon et pour différentes géométries en fonction de la température à la figure 3.11. Sur la figure 3.11, nous constatons à nouveau que le niveau de bruit normalisé se sépare en plusieurs groupes selon la largeur des motifs. Nous observons que la valeur du paramètre de Hooge normalisé varie très peu dans toute la gamme de température (300 K à 400 K) pour chaque motif caractérisé. Il n'y a pas de pic de bruit lors du passage de la transition de phase (comme cela a été observé dans LCMO, qui peut être de plusieurs ordres de grandeur [Reutler et al., 2000]). Nos mesures de bruit en  $1/f$  confirment la théorie proposée par Palanisami et al. : l'absence de fort bruit excédentaire à la transition de phase peut manifester l'absence de la coexistence de deux phases. Cela peut être un argument en faveur d'une transition de phase du 2<sup>ème</sup> ordre de transition pour les films de LSMO [Palanisami et al., 2002] (cf. section 1.4.2.2).

On a pu noter également dans nos mesures qu'aucun effet de la direction du courant de polarisation

(selon [100] ou [110]) n'a été observé. Parmi les films caractérisés, le motif le moins bruyant avec un paramètre de Hooge normalisé de l'ordre de  $10^{-30} \text{ m}^3$  se trouve dans le film FEX028. Avec la valeur  $10^{-32} \text{ m}^3$  obtenue par Palanisami et al. dans un film de  $\text{La}_{0.72}\text{Sr}_{0.28}\text{MnO}_3$  déposé sur STO [Palanisami et al., 2002], le niveau de bruit mesuré dans nos couches est le meilleur comparé aux résultats de la littérature pour les manganites (cf. TAB. 1.15). Un résumé du niveau de bruit normalisé de nos échantillons est donné dans le tableau 3.4 dans le paragraphe de discussion.



(a)



(b)

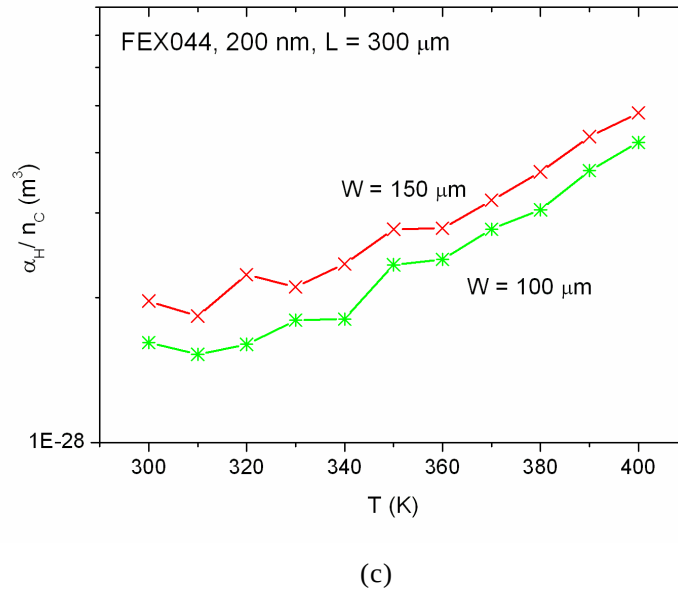


FIG. 3.10 – Paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz en fonction de la température de mesure.

### 3.3.5 Cas d'un film bruyant (G045B et G091BB)

#### – Film G045B

La caractérisation de la résistivité du film G045B avait montré une grande inhomogénéité certainement en épaisseur sur toute la surface de l'échantillon. Cette inhomogénéité ne permet pas de comparer les résultats entre les motifs. La dépendance du paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz et la résistivité en température de chaque pont sont présentées à la figure 3.11.

Nous observons que l'évolution de niveau de bruit en fonction de la température du film G045B est similaire à celle des bons films (FEX028, PHY077B et FEX044) avec une augmentation régulière de 300 à 400 K malgré des caractéristiques  $R(T)$  parfois très différentes. Cette fois encore, aucun pic de bruit n'est observé lors du passage de la transition.

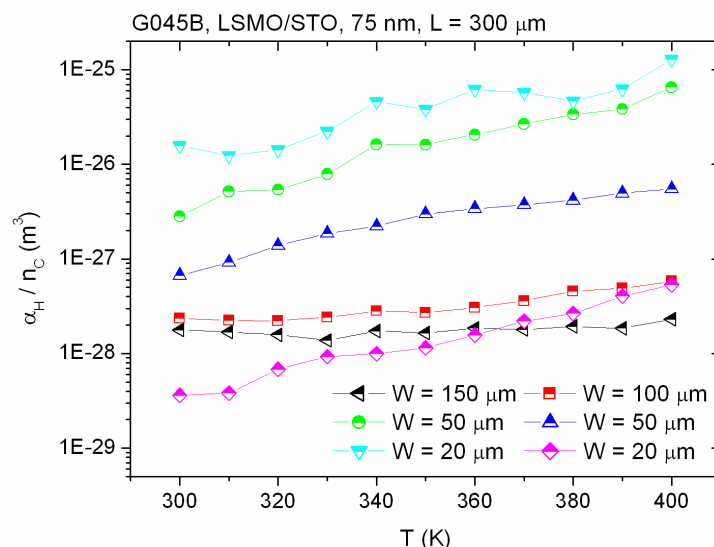


FIG. 3.11 – Paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz en fonction de la température de mesure pour les différents ponts de G045B.

#### – Film G091BB

Le film G091BB (LSMO/STO, 150 nm) a subi un recuit sous  $O_2$  à 500 °C pendant 30 minutes. Avant recuit, ce film présentait un bruit très élevé et instable, qui le rendait non mesurable. On a vu à la figure 3.3.a que sa caractéristique  $R(T)$  a été beaucoup modifiée par ce recuit. Il en est de même pour le bruit. Après le recuit, sa résistivité a chuté (cf. FIG. 3.3.a) et il est devenu possible de mesurer le bruit en 1/f de cette couche. Cette couche a aussi été caractérisée sous un champ magnétique faible.

Nous avons effectué des mesures de bruit excédentaire à basse fréquence sous champ magnétique de 0,0025 T à 0,015 T.  $H$  a été appliqué dans différentes directions ( $H$  parallèle ou à 45 degré par rapport au courant de polarisation dans le plan ou perpendiculaire au plan du film). Le paramètre de Hooge normalisé d'un pont après recuit mesuré sous champ magnétique et sous un champ de 0,015 T appliqué dans différentes orientations par rapport au sens du courant est présenté à la figure 3.12. Le champ magnétique n'a pas d'effet sur la résistance. On observe un léger effet sur le paramètre de Hooge normalisé. Cet effet reste cependant très faible et ne permet pas de conclure sur un éventuel effet du champ magnétique sur le bruit. Il faudrait appliquer un champ magnétique beaucoup plus élevé pour éventuellement observer une influence.

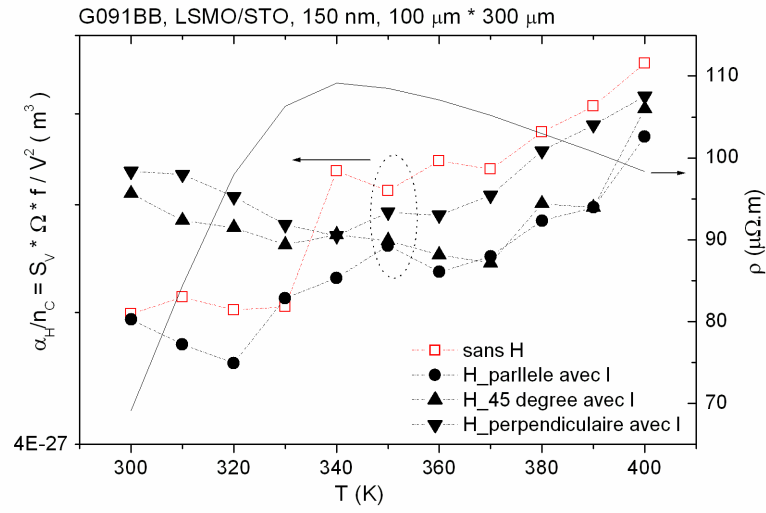


FIG. 3.12 – Dépendance de la résistance et du paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz sous champ magnétique de 0,015 T, appliqué dans différentes directions par rapport à la direction du courant.

### 3.3.6 Comparaison du niveau de bruit entre les différents échantillons

Un résumé des paramètres de Hooge normalisé mesurés dans nos films est donné dans le tableau 3.4.

| Film | W<br>[ $\mu\text{m}$ ] | L<br>[ $\mu\text{m}$ ] | S<br>[ $\text{m}^2$ ] | $\Omega$<br>[ $\text{m}^3$ ] | $\alpha_H/n_C$ à 300 K<br>[ $\text{m}^3$ ] |
|------|------------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|--------------------------------------------|
|------|------------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|--------------------------------------------|

|                         |     |     |                       |                         |                                |
|-------------------------|-----|-----|-----------------------|-------------------------|--------------------------------|
| FEX028<br>(t = 200 nm)  | 98  | 300 | $2,94 \times 10^{-8}$ | $5,88 \times 10^{-15}$  | $6 \times 10^{-30} - 10^{-29}$ |
|                         | 49  | 575 | $2,82 \times 10^{-8}$ | $5,64 \times 10^{-15}$  | $4 \times 10^{-30}$            |
|                         | 9   | 575 | $5,18 \times 10^{-9}$ | $1 \times 10^{-15}$     | $8 \times 10^{-31}$            |
| PHY077B<br>(t = 100 nm) | 150 | 300 | $4,5 \times 10^{-8}$  | $4,5 \times 10^{-15}$   | $4 - 9 \times 10^{-29}$        |
|                         | 50  | 300 | $1,5 \times 10^{-8}$  | $1,5 \times 10^{-15}$   | $2 - 5 \times 10^{-29}$        |
|                         | 20  | 300 | $6 \times 10^{-9}$    | $6 \times 10^{-16}$     | $2 - 10 \times 10^{-30}$       |
| FEX044<br>(t = 200 nm)  | 150 | 300 | $4,5 \times 10^{-8}$  | $9 \times 10^{-15}$     | $2 \times 10^{-28}$            |
|                         | 100 | 300 | $3 \times 10^{-8}$    | $6 \times 10^{-15}$     | $3 \times 10^{-29}$            |
| G045B<br>(t = 75 nm)    | 150 | 300 | $4,5 \times 10^{-8}$  | $3,375 \times 10^{-15}$ | $1,8 \times 10^{-28}$          |
|                         | 100 | 300 | $3 \times 10^{-8}$    | $2,25 \times 10^{-15}$  | $2,2 \times 10^{-28}$          |
|                         | 50  | 300 | $1,5 \times 10^{-8}$  | $1,125 \times 10^{-15}$ | $7 - 25 \times 10^{-28}$       |
|                         | 20  | 300 | $6 \times 10^{-9}$    | $4,6 \times 10^{-16}$   | $1,5 \times 10^{-26}$          |
| G091BB<br>(t = 150 nm)  | 100 | 300 | $3 \times 10^{-8}$    | $4,5 \times 10^{-15}$   | $5 \times 10^{-27}$            |

TAB. 3.4 – Résumé des paramètres de Hooge normalisés mesurés dans nos films.

Il paraît clair que les films de moins bonne qualité, en terme d'homogénéité et de propriétés magnétiques et électriques statiques, présentent un bruit plus élevé. Nous avons cherché à mettre en évidence une relation plus évidente entre le paramètre  $\alpha_H/n_C$  et la résistivité des couches en traçant  $\alpha_H/n_C$  en fonction de  $\rho$  (cf. FIG. 3.13).

La figure confirme la dispersion des valeurs de  $\alpha_H/n_C$  selon les différentes géométries étudiées dans les films de bonnes qualités FEX028, FEX044 et PHY077, malgré la bonne homogénéité de résistivité. Cependant, pour ces trois films, il apparaît que ce n'est pas le film le moins bruyant qui présente la plus grande résistivité. Cela est assez étonnant puisqu'on attend plutôt à constater qu'une bonne qualité cristalline (souvent révélée par une faible résistivité) entraîne un faible niveau de bruit. Nous n'avons pas d'explication à cette observation. Le cas de G045B est difficile à commenter étant donné l'inhomogénéité de son épaisseur sur toute la surface et donc incertitude sur les valeurs de  $\alpha_H/n_C$  et  $\rho$  extraites. Seul le point correspondant à G091BB montre à la fois un bruit et une résistivité élevées.



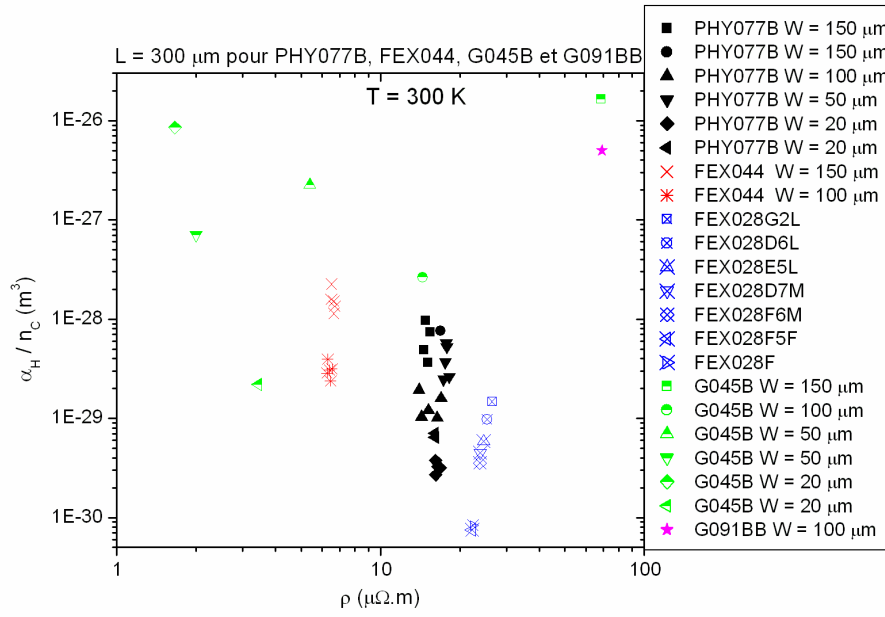


FIG. 3.13 – Evolution du paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz en fonction de la résistivité pour les différents motifs.

### 3.3.7 Evolution du paramètre de Hooge $\alpha_H$ en fonction de la température

Nous nous sommes intéressés précédemment à l'évolution du paramètre de Hooge  $\alpha_H/n_c$  en fonction de la température lors de la transition. L'interprétation sur l'évolution est faussée par une éventuelle variation de la densité des porteurs dans cette gamme de température.

Très récemment, nous avons cherché à extraire la densité de porteurs en fonction de la température à partir de mesures par effet Hall (réalisées par C. Simon au CRISMAT) sur un pont de largeur 100  $\mu m$  de FEX044. Ces mesures ont été réalisées sur la gamme 25 – 375 K. Ses valeurs ont été extrapolées pour les températures 380, 390 et 400 K. Nous avons effectué la même chose pour la mobilité (cf. FIG. 3.14).

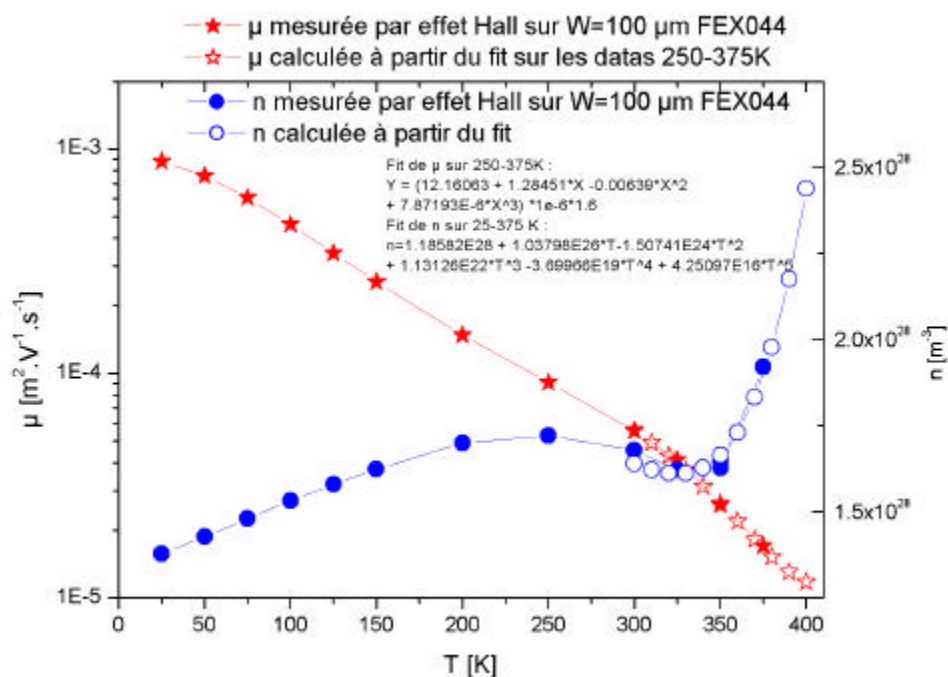


FIG. 3.14 – Dépendance de la concentration de porteurs  $n_C$  et de la mobilité  $\mu$  en température.

Nous avons alors tracé  $\alpha_H(T)$  à partir de  $(\alpha_H/n_C) * n_C$ , ainsi que  $\rho(T)$  et  $M(T)$  pour situer la température de Curie. Nous avons aussi ajouté les valeurs de  $\alpha_H(T)$  quand  $n_C$  est issue de la formule (c'est à dire constant et égal à  $5.6 \times 10^{27} \text{ m}^{-3}$ ). Les barres d'erreur sur  $\alpha_H$  proviennent des mesures de Hall.

Dans les deux cas, le paramètre  $\alpha_H$  varie très peu en fonction de la température. Dans le cas où la densité des porteurs provient des mesures de Hall, il semble que le bruit augmente plus franchement au dessus de  $T_C$ . Cependant, il faut remarquer que les points représentant  $\alpha_H$  à  $T = 390 \text{ K}$  et  $400 \text{ K}$  ne sont pas des résultats de mesures mais une extrapolation à partir des mesures dans la gamme  $25 - 375 \text{ K}$ .

De plus, la validité de l'extraction de la densité des porteurs à partir de mesures de Hall est toujours un sujet controversé en raison de la nature ferromagnétique de matériau [Jakob et al., 1998, Westerborg et al., 2000, Lyanda-Geller et al., 2001]. Cette étude nécessite un approfondissement pour permettre de conclure sur l'évolution du paramètre  $\alpha_H$  en fonction de la température.

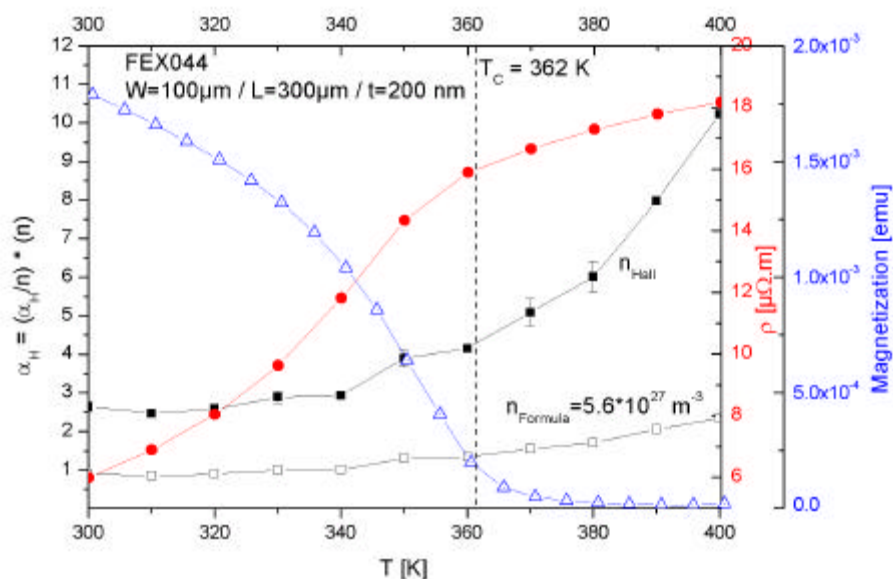


FIG. 3.15 – Dépendance de la résistivité, de l'aimantation et du paramètre de Hooge à 1 Hz en température.

### 3.3.8 Conclusion

Nous avons effectué les mesures de la dépendance en température de la résistivité et du bruit en  $1/f$  de nos films de LSMO. Nous avons cherché à vérifier la validité de la loi de Hooge sur 3 films de bonne qualité. Une dépendance inexpliquée du paramètre de Hooge normalisé en fonction de la largeur des motifs a notamment été observée.

A partir de ces mesures, nous allons estimer au paragraphe suivant les performances d'un microbolomètre réalisé à partir de telles couches.

## 3.4 Estimation des performances d'un microbolomètre en couche mince de LSMO

### 3.4.1 Introduction

Nous présentons dans cette section les valeurs de  $\beta$  (coefficient de résistance en température) et de NET mesuré. A partir de ces données, nous estimons les valeurs de NEP et de détectivité d'un bolomètre en couche mince de LSMO.

### 3.4.2 Coefficient de résistance en température $\beta$ ( ou TCR)

Le coefficient de résistance en température  $\beta$  (ou TCR) préalablement défini à la section 1.1.3 est important car il est relié à la facilité de mise en oeuvre du matériau utilisé pour en faire un dispositif sensible à la température et permet de caractériser les performances statiques d'un bolomètre. Evidemment, plus  $\beta$  est grand, plus le thermomètre aura une grande sensibilité. La valeur de référence est souvent prise comme celle obtenues avec les matériaux purs (Cu, Pt, Ag, Au, ...) avec  $\beta \approx 3 - 4 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  à 300 K. A partir de nos mesures des caractéristiques  $R(T)$  présentées en section 3.2.3, nous avons tracé  $\beta$  en fonction de la température pour FEX028, PHY077 et FEX044 (cf. FIG. 3.16).

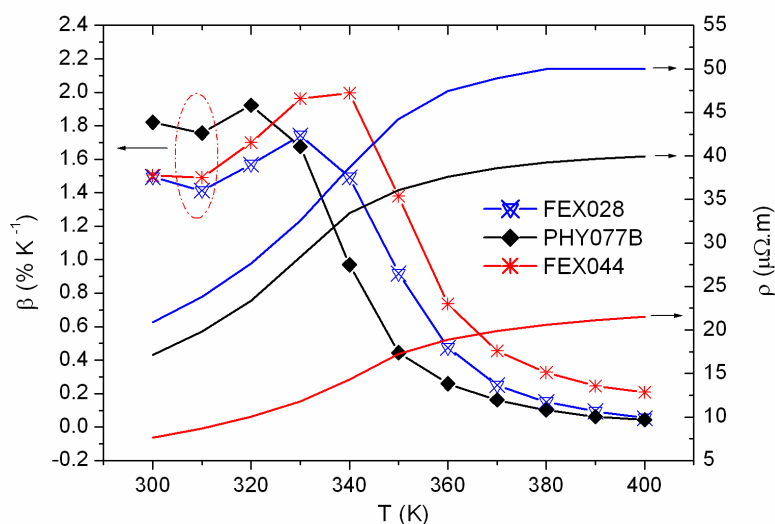


FIG. 3.16 – Dépendance en température du coefficient de température.

Les allures des courbes de  $\beta$  (TCR) sont similaires pour les trois films. Un maximum de  $\beta$  de  $2\text{ }\% \cdot \text{K}^{-1}$  est mesuré à  $T = 320\text{ K}$  pour PHY077 et  $340\text{ K}$  pour FEX044. A  $300\text{ K}$ , il varie de  $1,4\text{ }\% \cdot \text{K}^{-1}$  à  $1,82\text{ }\% \cdot \text{K}^{-1}$  pour les différentes résistances (cf. TAB. 3.4). Ces valeurs sont de 5 à 7 fois supérieures à celles des matériaux métalliques et de même ordre que celui de l'oxyde de vanadium [Gruzdeva et al., 1997, Chen et al., 2001b]. Ils rendent nos films potentiellement intéressants pour la fabrication de microbolomètres à la température ambiante.

De plus, dans le domaine de température pour lequel  $\beta$  est maximal, la résistivité des films minces est de  $10$  à  $30\text{ }\mu\Omega \cdot \text{m}$ , soit un facteur de l'ordre de  $100$  à  $1000$  fois supérieur à celui des métaux nobles. Cette constatation est importante pour la conception du bolomètre, car la résistance du dispositif sera à fixer, relativement au bruit de l'amplificateur ou à l'impédance caractéristique de référence des systèmes haute fréquence. Donc, à une valeur de résistance donnée ( $10 - 100\text{ }\Omega$  au point de repos), le rapport de la longueur à la section  $S$  du thermomètre à base de film mince de manganite pour être réduit d'un facteur de l'ordre de  $100$  à  $1000$  par rapport aux films métalliques. Cette déduction faite uniquement en continu, à partir de l'équation de base  $R = \rho \times (l/S)$ , amène à une réduction de volume  $\sim$  de  $100$  à  $1000$  de la partie active du thermomètre pour une section utile donnée. Cette réduction de volume est très utile pour le design de l'ensemble du bolomètre, pour lequel une faible capacité calorifique  $C$  est recherchée puisque  $C$  est proportionnel du volume ainsi que la constante de temps du bolomètre.

### 3.4.3 La température équivalente de bruit (NET)

#### – Evolution du NET en fonction de la fréquence et du courant de polarisation

La température équivalente de bruit NET préalablement définie à la section 1.1.3.4 est inversement proportionnel au produit  $R_M \times I \times \beta$  où  $I$  est le courant de polarisation du thermomètre. Si on considère que le thermomètre est réalisé à partir de nos couches de LSMO et que la contribution de bruit ne contient que les termes de bruit blanc  $4k_B T R_M$  et de bruit en  $1/f$   $S_V(f)$ , la température équivalente de bruit s'écrit alors :

$$NET = \frac{e_{mTotal}}{R_M \times I \times b} = \frac{\sqrt{S_V(f) + 4k_B T R_M}}{R_M \times I \times b} \quad (3.1)$$

Considérons que  $V_{MES} = R_M \times I$ , la relation de Hooge peut s'écrire :

$$S_V(f) = \frac{a_H}{n_C} \cdot \frac{1}{\Omega \cdot f} \cdot R_M^2 \cdot I^2 \quad (3.2)$$

L'équation 3.1 s'écrit alors :

$$NET = \frac{\sqrt{\frac{a_H}{n_C} \cdot \frac{1}{\Omega \cdot f}}}{b} \quad \text{et} \quad NET = \frac{\sqrt{\frac{4k_B T}{R_M}}}{I \times b} \quad (3.3)$$

L'équation 3.3 montre clairement que, à  $R_M$  fixé (10 – 100  $\Omega$ ) et à un courant de polarisation identique entre un thermomètre manganite et un thermomètre métallique ordinaire, le NET est amélioré d'un facteur  $\beta_{\text{manganite}}/\beta_{\text{métallique}}$ . Finalement, cette équation permet aussi de comprendre que, à un NET donné, on peut diminuer notablement le courant de polarisation entre les deux technologies, menant aussi à une puissance de chauffage (parasite) dissipée dans le thermomètre qui est fortement diminué puisqu'elle dépend du carré du courant de polarisation. Par exemple, pour une résistance de 100  $\Omega$  de type Pt<sub>100</sub>, fonctionnant à 1 mA, la puissance de chauffage est de 100  $\mu$  watt. Par contre, elle ne serait que de 2 à 4  $\mu$  watt pour 100  $\Omega$  du film mince de manganite. Cet aspect est très important dans la conception de radiomètres absolus de grande sensibilité.

Dans l'équation 3.3, on obtient visiblement un terme provenant du bruit en  $1/f$  qui dépend de la fréquence (à basse fréquence), mais pas du courant de polarisation et un terme de bruit blanc qui dépend du courant de polarisation, mais pas de la fréquence (à haute fréquence). La fréquence de recouvrement est définie par l'équation 1.22. Pour une fréquence de fonctionnement inférieure à la fréquence de recouvrement, la performance en bruit du thermomètre est limitée par son bruit en  $1/f$  et pour une fréquence de fonctionnement supérieure à la fréquence de recouvrement, la performance est limitée par la partie du bruit blanc du thermomètre.

A partir des spectres de bruit mesurés, nous avons tracé le NET en fonction de la fréquence de mesure (cf. FIG. 3.17). Ceci confirme l'analyse que nous venons de décrire : à basse fréquence, le NET est indépendante du courant de polarisation et inversement proportionnel à la fréquence de mesure ; par contre à haute fréquence, le NET est indépendant de la fréquence de mesure mais inversement proportionnel du courant de polarisation. Sur la figure 3.17, nous pouvons aussi facilement constater que la fréquence de recouvrement  $f_c$  augmente avec le courant de polarisation  $I$ . La relation entre le courant de polarisation et la fréquence de recouvrement sera encore décrite dans la suite.

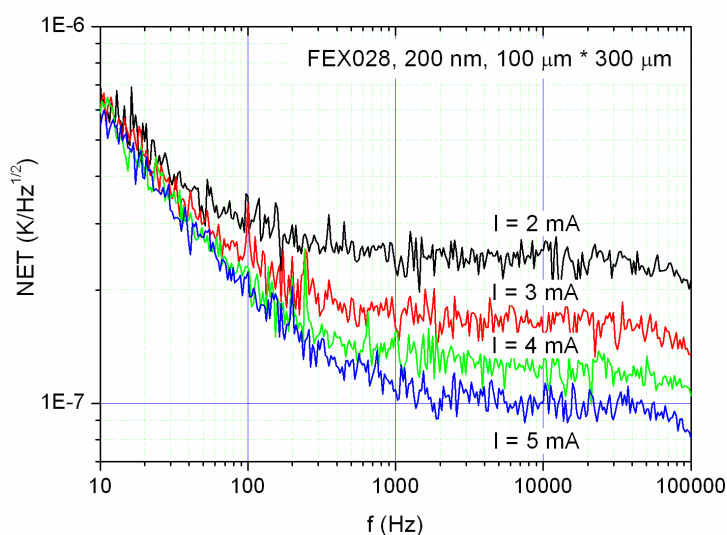


FIG. 3.17 – Fréquence dépendance de la température équivalente de bruit NET mesuré à 300 K.

### – Choix du courant de polarisation optimal à une fréquence de fonctionnement fixée

Afin d'obtenir une relation quantitative entre le courant de polarisation et la fréquence de mesure, on définit un courant de polarisation optimal  $I_{opt}$  d'un thermomètre à partir d'une fréquence de recouvrement  $f_c$  par :

$$I_{opt} = \sqrt{\frac{f_c}{\frac{a_H}{n_C} \cdot \frac{1}{\Omega} \cdot \frac{R_M}{4k_B T}}} \quad (3.4)$$

Le courant de polarisation  $I_{opt}$  calculé en fonction de la fréquence de recouvrement est tracé à la figure 3.18 suivant la définition donnée dans l'équation 3.4 pour un échantillon de FEX028.

Etant donnée une fréquence de fonctionnement  $f$ , si le courant de polarisation  $I$  est inférieur au courant de polarisation optimal, la température équivalente de bruit NET est limitée par la contribution du bruit blanc (le deuxième terme de l'équation 3.3) (le NET est plus grand que celui à  $I_{opt}$ ). Par contre, pour un courant de polarisation supérieur au courant de polarisation optimal  $I_{opt}$ , le NET est déterminé par le bruit en  $1/f$  (le première terme de l'équation 3.3), qui est invariable avec le courant de polarisation et reste à égal la valeur mesuré à  $f = f_c$ . On peut donc dire que, une fois la fréquence de fonctionnement choisie, on calcule le courant de polarisation optimal  $I_{opt}$  à partir de l'équation 3.4 pour obtenir le NET minimum. Il faut noter que, pour un courant de polarisation supérieur au courant de polarisation optimal, la valeur de NET reste toujours minimum, mais l'effet d'emballement thermique peut limiter cette valeur de courant de fonctionnement.

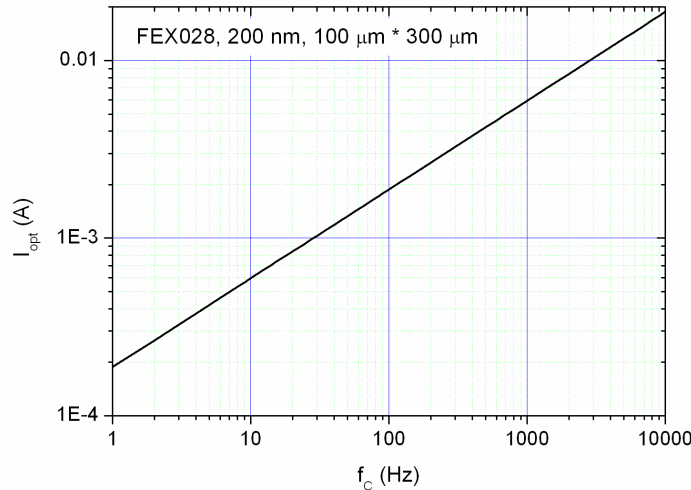


FIG. 3.18 – Fréquence de recouvrement  $f_c$  dépendance du courant optimal de polarisation  $I_{opt}$  de thermomètre.

### – Mesures de la température équivalente de bruit NET

La température équivalente de bruit NET calculée à 1 Hz par la formule  $NET = \frac{e_{\eta_{Total}}}{R \times I \times b}$  avec le courant de polarisation I de 150  $\mu\text{A}$  à 2 mA pour le film FEX028 est présentée dans la figure 3.19.

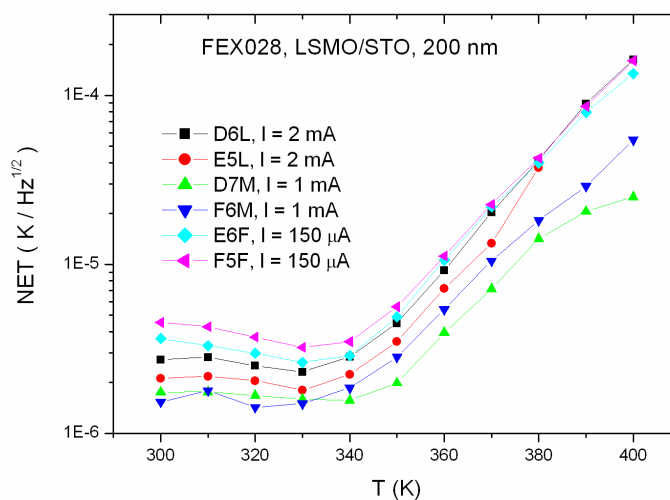


FIG. 3.19 – Dépendance en température de la température équivalente de bruit NET calculée à 1 Hz.

Le NET calculé à 300K varie de 1,5 à 10  $\mu\text{K} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ , et reste presque constant jusqu'à 340 K, puis augmente ensuite rapidement avec la température.

Une comparaison de NET de nos couches mesurées à 1 Hz 300 K à la littérature est donnée dans le tableau 3.4.

| Film         | T<br>[K] | $\rho$<br>[ $\mu\Omega \cdot \text{m}$ ] | $\beta$<br>[%K <sup>-1</sup> ] | NET<br>[ $\mu\text{K} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ ] | I<br>[mA] | $f_c$<br>[Hz] | Réf                      |
|--------------|----------|------------------------------------------|--------------------------------|-------------------------------------------------|-----------|---------------|--------------------------|
| FEX028       | 300      | 23                                       | 1,5                            | 1,5                                             | 1         | 73,5          |                          |
| PHY077B      | 300      | 18                                       | 1,7                            | 4                                               | 0,2       | 44            |                          |
| FEX044       | 300      | 6 – 7,5                                  | 1,5                            | 10                                              | 1         | 271           |                          |
| LSCMO/.../Si | 294      | 92                                       | 4,4                            | 6,6                                             | –         | –             | [Kim et al., 2003]       |
| LPSMO        | 295      | –                                        | 7,4                            | 0,66                                            | –         | –             | [Lisauskas et al., 2000] |

TAB. 3.4 – Comparaison de  $\rho$ ,  $\beta$  et NET mesuré à 1 Hz.



La plus petite valeur de NET est  $1,5 \mu\text{K}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  et a été obtenue dans le film de FEX028 (cf. TAB. 3.4). Les valeurs des autres films utilisés dans le domaine de thermomètre (ou microbolomètre) fonctionnant à 300 K ont été données dans le tableau 1.8. Les résultats que nous présentons sont meilleurs d'environ de 2 ordres de grandeur que les autres films couramment utilisés et aussi meilleurs que les films de manganite rapportés dans le tableau 3.4.

#### 3.4.4 Réponse bolométrique du film FEX028

Le principe de fonctionnement d'un bolomètre est de convertir la puissance (ou l'énergie) du signal incident en chaleur et de mesurer l'élévation de température qui en résulte au moyen du thermomètre associé au corps du bolomètre. Pour des expériences préliminaires à partir d'un film mince de manganite sur son substrat massif, il est assez commode d'utiliser le film mince lui-même comme absorbant et comme thermomètre. La grandeur absorbée peut être un flux de puissance lumineuse, pourvu que le coefficient d'absorption  $\eta$  de la couche soit suffisant aux longueurs d'ondes de la source.

L'interaction de lumière avec un matériau, mesuré par une modification de propriété de transport électrique peut être de plusieurs natures (effet photoconductif, photovoltaïque, Seebeck ...). Pour identifier l'origine bolométrique ou non de la réponse, la technique standard est de comparer la réponse à l'excitation lumineuse en fonction de la température du point de repos à celle de  $dR/dT$  en fonction de  $T$ . Si après normalisation des pics de la réponse et du  $dR/dT$ , les évolutions coïncidentes alors la réponse du film sous flux lumineux est clairement de nature bolométrique.

Cette expérience a été réalisée sur l'un des échantillons FEX028. Un pont de  $100 \mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$  a été exposé à un spot de rayon  $9 \mu\text{m}$  d'un laser ( $\lambda = 533 \text{ nm}$  et  $P = 3,6 \text{ mW}$ ) focalisé. Pour préciser les dimensions de la zone du film chauffée directement par le spot, un balayage transversal a été effectué, reporté en figure 3.20. En première analyse le rayon du spot laser est d'environ  $10 \mu\text{m}$ , repéré par la chute de la réponse optique lorsque le spot sort du micropont. Si le spot n'éclaire que le pont, alors une réponse plus ou moins constant est obtenue, maximale au centre du pont et atteignant 1,1 % de variation relative de résistance au voisinage de 330 K.

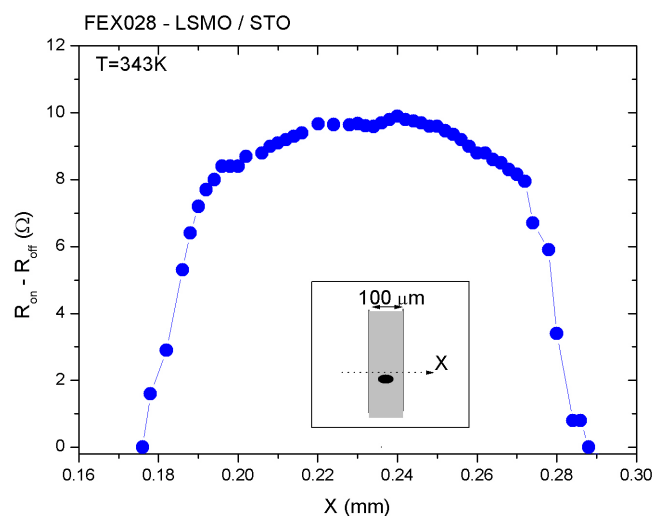


FIG. 3.20 – Mesure de réponse bolométrique.

Pour préciser la nature de la réponse, celle-ci a été mesurée en fonction de la température de 260 à 390 K. Le résultat est reporté en figure 3.21 avec  $R_{on}$  correspondant à la valeur de la résistance lorsque le pont est éclairé et  $R_{off}$  lorsque le pont n'est pas éclairé.

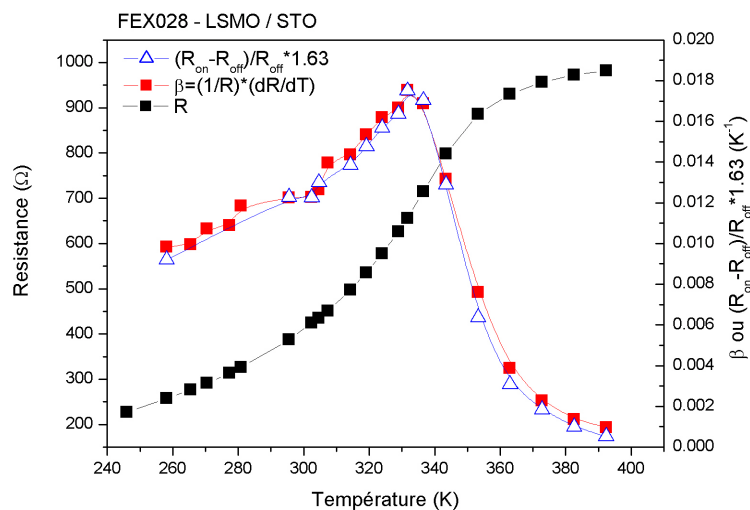


FIG. 3.21 – Réponse bolométrique.

La figure 3.21 montre très clairement une superposition de la réponse optique et de la courbe dérivée de  $R$  par rapport à la température, impliquant la nature bolométrique de l'effet. Cependant, la variation de  $R$  de l'ordre de 1,1 % au maximum, qui est beaucoup plus important que le rapport de la

surface chauffée par le spot à la surface non chauffée, estimé à 0,75 %. Ceci nécessite de préciser les écoulements de chaleur au sein du film et du substrat sous-jacent via une éventuelle résistance thermique d'interface film-substrat. Une modélisation ancienne [Langlois, 1993], dans le cas de supraconducteurs à haute température critique, a été effectuée en première approche. Au niveau le plus élémentaire, il y était admis que le substrat pouvait être considéré comme un puits thermique (à température constante), le volume chauffé dans le film par le spot de surface voisine de celle du spot, en raison de la faible épaisseur du film et de la conductance thermique d'interface du film grande devant celle se développant dans le plan du film. Si ces conditions sont adéquates pour l'échantillon de FEX028, alors un modèle électrique élémentaire de la réponse développé dans les thèses de Langlois et Chèenne [Langlois, 1993, Chèenne, 1992] peut être établi. Un pont de manganite éclairé en son centre par un spot de  $20\text{ }\mu\text{m}$  de diamètre peut être assimilé à une résistance électrique avec deux parties équivalentes suivant qu'il est ou non éclairé (cf. FIG. 3.22).

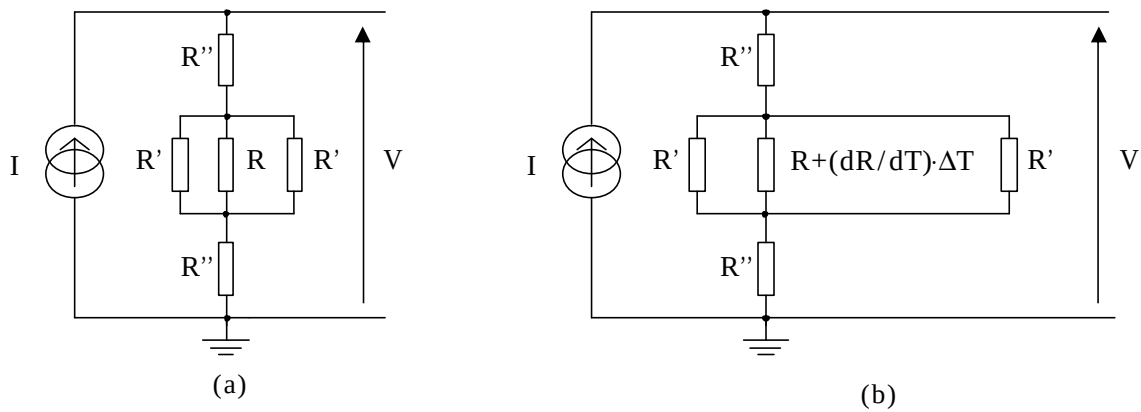


FIG. 3.22 – Modélisation de la résistance du pont éclairé.

Pour identifier rapidement l'ordre de grandeur des résistances utiles  $R$  et  $R'$  dans la variation totale de Résistance du ruban ( $R''$  en série, n'est pas utile), on assimile le spot central de surface  $\pi \cdot r^2$  avec  $r \approx 10\text{ }\mu\text{m}$  a un spot carré de surface identique  $c^2 = \pi \cdot r^2$ , donc  $c \approx 18\text{ }\mu\text{m}$ . Dans cette modélisation grossière, la région centrale du ruban est celle de la figure 3.23, le carré hachuré représentant la région éclairée.

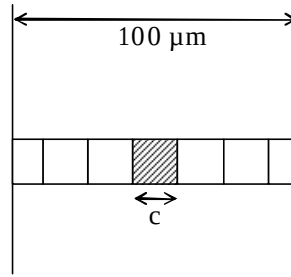


FIG. 3.23 – Modélisation de la résistance du pont.

Si on introduit la résistance par carré du film, notée  $R_{\bar{y}}$ , on assimile immédiatement par identification des figures 3.22 et 3.23 :  $R = R_{\bar{y}}$  et  $R'$ , association de  $R_{\bar{y}}$  en parallèle 4,5 fois. En l'absence d'éclairement, la résistance équivalente de la bande de côté 'c' est  $R_{eq,off} = R_{\bar{y}}/5.5$  et en présence d'éclairement, un calcul simple mène à  $R_{eq}$ , on :

$$\frac{5,5}{b \cdot \Delta T} = \frac{R_{off}}{R_{on} - R_{off}} - 4,5 \quad (3.5)$$

où  $\Delta T$  est l'élévation moyenne de température de la zone chauffée par le spot central. Il vient  $\Delta T \approx 5$  K. Or la puissance apportée par le spot laser est de 3,6 mW, à pondérer par le coefficient de réflexion du film. Celui-ci est estimé à 0,85 %, soit 3 mW absorbé au niveau du spot central. Par conséquent, la sensibilité d'un bolomètre de surface active (pixel)  $18 \mu\text{m} \times 18 \mu\text{m}$ , en terme de température peut s'exprimer par :

$$S^T = \frac{\Delta T}{\Delta P} = 1666 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1} \quad (3.6)$$

Ainsi compte tenu de la température équivalente de bruit mesuré au cours de la thèse, la puissance équivalente de bruit NEP que l'on peut déduire est :

$$NEP = \frac{NET_{pixel}}{S^T} \quad (3.7)$$

Le  $NET_{pixel}$  doit être estimé à partir de nos mesures. Sachant que le dispositif mesuré est un motif de  $300 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ , sa résistance totale est de  $3 R_{\bar{y}}$ , par conséquent le  $NET_{pixel}$  en zone du bruit blanc doit être égal au  $NET$  mesuré pondéré par un facteur à déterminer.

D'après l'équation 3.1, limité au terme de bruit blanc, en substituant  $R_M = 3R_{\bar{y}}$ , on obtient pour le  $NET_{pixel}$  :

$$NET_{\text{pixel}} = \frac{\sqrt{\frac{4k_B T}{3R}}}{I \times b} \quad (3.8)$$

Finalement, pour un pixel carré, le NEP est :

$$NEP = \frac{\sqrt{\frac{4k_B T}{3R}}}{I \times b \times S^T} \quad (3.9)$$

Pour un courant de polarisation de 1 mA, correspondant à la mesure sur la figure 3.23 et 3.24, on obtient un NEP de  $\sim 2,3 \times 10^{-10} \text{ W} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ . Il est alors possible d'en déduire la détectivité de ce pixel :

$$D^* = \frac{\sqrt{S}}{NEP} = 1,7 \times 10^8 \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2} \cdot \text{W}^{-1} \quad (3.10)$$

Cette valeur, quoique modeste, peut très probablement être améliorée, notamment s'il est possible de faire croître le film sur une membrane. L'amélioration serait alors de l'ordre de grandeur de celle obtenue par exemple sur les films d'YBaCuO [Méchin, 1996]. Au moins deux ordres de grandeurs seront envisageables. Le pixel étant de 18  $\mu\text{m}$ , il est en principe possible de coupler du rayonnement jusqu'à 36  $\mu\text{m}$  de longueur d'onde qui correspond au premier mode du pixel dans le vide. Pour un tel détecteur, adapté à l'infrarouge extrêmement lointain, les potentialités sont donc extrêmement intéressantes car il est très difficile d'obtenir des détectivité supérieures à quelque  $10^9 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}$  à 300 K au delà de 10  $\mu\text{m}$  de longueur d'onde.

Un second moyen de diminuer la puissance équivalente de bruit (compatible avec la technique sur membrane) est d'adapter une structure en méandre. Ainsi dans un carré de 20  $\mu\text{m}$  de côté, il serait possible de graver un méandre de 2  $\mu\text{m}$  de large avec 2  $\mu\text{m}$  d'interpiste pour mener une résistance totale  $\sim R_y$  et une diminution du NEP d'un facteur  $\sqrt{60} \approx 8$ . La détectivité pourrait ainsi être améliorée d'un même facteur, à condition d'adjoindre une couche absorbante.

Une dernière solution consiste à coupler le rayonnement par une structure d'antenne métallique (large bande ou accordée) dont la charge est constituée d'un micropont de manganite, dont la résistivité haute fréquence doit être adaptée à l'antenne, c'est-à-dire de valeur en général de l'ordre de 50 à 150  $\Omega$ . Il semble que les propriétés des manganites soient la aussi très bien adaptées. La détectivité est alors associée à la surface équivalente d'antenne donnée par :

$$S_{\text{eff}} = \frac{l^2 \cdot g}{4p} \quad (3.11)$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde captée par l'antenne et  $g$  son gain de directivité. Pour des antennes large bande de type papillon,  $g \approx 10$ . Admettant une charge égale à  $R_y$  de surface 1  $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ , des détectivités de l'ordre de  $10^8 \text{ cm} \cdot \text{W}^{-1} \cdot \text{Hz}^{1/2}$  sont possible sur substrat et largement supérieur sur membrane si  $\lambda > 20$

$\mu\text{m}$ . Il est donc vraisemblable que les films minces de LSMO puissent permettre la réalisation de détecteurs performants dans le domaine submillimétrique, pour lequel il existe actuellement de nombreux besoins.



## Conclusion générale

Ce travail de thèse a été consacré à l'étude du bruit en  $1/f$  dans des films minces de LSMO déposé sur deux substrats différents (STO et LSAT) en vue de réaliser un microbolomètre fonctionnant à la température ambiante. Dans ce manuscrit, nous avons d'abord présenté quelques notions de base sur les microbolomètres et les différentes sources de bruit rencontrées dans un matériau. Ensuite, la bibliographie sur les propriétés générales et plus précisément les mesures de bruit dans les manganites est présentée. Les performances des différents microbolomètres existants et fonctionnant au voisinage de la température ambiante terminent le premier chapitre.

Le chapitre 2 décrit les principales méthodes expérimentales utilisées, notamment le banc de mesure de bruit en  $1/f$  que nous avons mis en place. A partir des données bibliographiques, nous avons donné les spécificités des couches minces en ce qui concerne les propriétés électriques et magnétiques.

Nos films minces de LSMO ont été préparés par ablation laser pulsée et gravés sous forme de motifs ayant différentes géométries. Ils ont été caractérisés par diffraction de Rayons X, puis les mesures d'aimantation, de magnétorésistance et de  $R(T)$  qui nous ont permis de connaître les propriétés générales électriques et magnétiques des films sont présentées. D'après ces caractérisations, nous avons remarqué que les films FEX028, PHY077 et FEX044 présentent une très bonne homogénéité. Ils nous ont permis de faire des études du bruit en fonction de la géométrie. La température de Curie  $T_C$  à partir de la mesure d'aimantation est comprise entre 325 K et 360 K pour tous les films caractérisés. Une résistivité moyenne comprise entre  $8 \mu\Omega\cdot m$  et  $20 \mu\Omega\cdot m$  à 300 K a été obtenue pour les trois meilleurs films choisis conformément à la littérature.

Le bruit à basse fréquence dans les motifs de LSMO suit une loi en  $1/f$ , qui évolue quasi quadratiquement avec la tension continue aux bornes de la résistance. Aucun effet de la géométrie et de la température de mesure sur cette pente n'est remarqué. Le niveau de bruit en  $1/f$  augmente très légèrement avec la température dans la gamme de 300 à 400 K, donc au passage de la transition de phase. Aucun pic de bruit excédentaire n'est mesuré lors de la transition. Le paramètre de Hooge normalisé à 1 Hz varie de  $8\cdot 10^{-31}$  à  $10^{-28} m^3$  pour les différents films, ce qui se place parmi les meilleurs résultats publiés.

A partir de nos mesures de bruit en  $1/f$ , nous avons estimé les performances d'un microbolomètre basé sur un film de LSMO. Le coefficient de résistance en température  $\beta$  de  $1,5$  à  $1,8 \text{ } \%/K$  à 300 K obtenu à partir de la mesure de  $R(T)$  est de 5 à 7 fois supérieur à ceux des métaux purs et rend nos films de LSMO potentiellement intéressants pour la fabrication de microbolomètre à la température ambiante. La température équivalente de bruit NET calculé à 300 K varie de  $1,5$  à  $10 \mu K\cdot Hz^{-1/2}$  à 1 Hz selon les échantillons, et reste constant jusqu'à 340 K. Comparé avec les autres matériaux utilisés dans la fabrication de bolomètres non refroidis, nos résultats en terme de NET sont meilleurs d'environ deux ordres de grandeur et de même ordre que les meilleurs résultats observés dans les manganites. Nous avons vérifié que la réponse optique obtenue avec un spot laser localisé se superposait à la courbe dérivée de  $R$ , indiquant ainsi la nature bolométrique de la réponse optique. La puissance équivalente de bruit NEP est estimée à environ  $2 \times 10^{-10} W\cdot Hz^{-1/2}$ . Une détectivité  $D^*$  de  $1,7 \times 10^{-8} cm\cdot W^{-1}\cdot Hz^{1/2}$  pour un



pixel de  $18\text{ }\mu\text{m} \times 18\text{ }\mu\text{m}$  est alors déduite. En modifiant la technique de fabrication et la géométrie (sur membrane, en méandre ou avec antenne), on peut encore espérer une amélioration de  $D^*$  de deux ordres de grandeurs environ.

Nous concluons finalement que les films minces étudiés ont de réelle potentialité pour réaliser des microbolomètres à température ambiante, qui pouvaient notamment être très intéressants au domaine extrême infrarouge et submillimétrique.

## Bibliographie

[Aarts et al., 1998] Aarts, J., Freisem, S., Hendrikx, R., and Zandbergen, H. W. (1998). Disorder effects in epitaxial thin films of (La, Ca)MnO<sub>3</sub>. *Appl. Phys. Lett.*, 72 (23) : 2975 – 2977.

[Alers et al., 1996] Alers, G. B., Ramirez, A. P., et Jin, S. (1996). 1/f resistance noise in the large magnetoresistance manganites. *Appl. Phys. Lett.*, 68 (25) : 3644 – 3646.

[Almasri et al., 2002] Almasri, M., Student member, IEEE, Çelik-Butler, Z., Senior member, IEEE, Butler, D. P., Senior member, IEEE, Yaradanakul, A., Student member, IEEE, and Yildiz, A. (2002). Uncooled multimirror broad – band infrared microbolometers. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 11 (5) : 528 – 535.

[Alsop et al., 1992] Alsop, D. C., Inman, C., Lange, A. E., and Wilbanks, T. (1992). Design and construction of high – sensitivity, infrared bolometer for operation at 300 mK. *Appl. Opt.*, 31 (31): 6610 – 6615.

[Anane et al., 1995] Anane, A., Dupas, C., Le Dang, K., Renard, J. P., Veillet, P., Leon Guevara, A. M., Millot, F., Pinsard, L., and Revcolevschi, A. (1995). Transport properties and magnetic behaviour of La<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>MnO<sub>3</sub> single crystals. *J. Phys. : Condens. Matter*, 7 (35) : 7015 – 7021.

[Anane et al., 2000] Anane, A., Raquet, B., von Molnár, S., Pinsard-Godart, L., et Revcolevschi, A. (2000). Electrical noise from phase separation in Pr<sub>2/3</sub>Ca<sub>1/3</sub>MnO<sub>3</sub> single crystal. *J. Appl. Phys.*, 87 (9) : 5025 – 5027.

[Anderson and Hasegawa, 1955] Anderson, P. W. and Hasegawa, H. (1955). Considerations on double exchange. *Phys. Rev.*, 100 (2) : 675 – 681.

[Borges et al., 2001] Borges, R. P., Guichard, W., Lunney, J. G., Coey, J. M. D., and Ott, F. (2001). Magnetic and electric “dead” layers in (La<sub>0.7</sub>Sr<sub>0.3</sub>)MnO<sub>3</sub> thin films. *J. Appl. Phys.*, 89 (7) : 3868 – 3873.

[Çelik-Butler et al., 1997] Çelik-Butler, Z., Jahanzeb, A., Butler, D. P., and Travers, C. (1997). Noise in semiconducting YBaCuO microbolomètres and its implications. *Proc. ICNF' 97*, 309 – 312.

[Chèenne, 1992] Cheenne, N. (1992). Synthèse de films minces de type superréseau pour la réalisation et l'étude de micro-bolomètres. Rôle des interfaces sur la transmission des phonons. *PhD thesis*, Université de caen.

[Chen et al., 2001a] Chen, C. H., Yi, X. J., Zhao, X. R., Xiong, B. F. (2001). Characterizations of VO<sub>2</sub> – based uncooled microbolometer linear array. *Sensors and Actuators A*, 90 : 212 – 214.

[Chen et al., 2001b] Chen, C. H., Yi, X. J., Zhang, J., Zhao, X. R. (2001). Linear uncooled

microbolometer array based on VO<sub>x</sub> thin films. *Infrared Physics & Technology*, 42 : 87 – 90.

[Chen et al., 2003] Chen, S. F., Lin, P. I., Juang, J. Y., Uen, T. M., Wu, K. H., Gou, Y. S., et Lin, J. Y. (2003). Metallic percolation in La<sub>0,67</sub>Ca<sub>0,33</sub>MnO<sub>3</sub> thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 82 (8) : 1242 – 1244.

[Choudhary et al., 2004] Choudhary, R. J., Ogale, A. S., Shinde, S. R., Hullavarad, S., Ogale, S. B., Venkatesan, T., Bathe, R. N., Patil, S. I., et Kumar, R. (2004). Evaluation of manganite films on silicium for bolometric applications. *Appl. Phys. Lett.*, 84 (19) : 3846 – 3848.

[Chrissey et Hubler, 1994] Chrissey, D. B., et Hubler, G. K. (1994). Pulsed laser deposition of thin films. *Wiley-Interscience*, ISBN 0 – 471 – 59218 – 8.

[Coey et al., 1995] Coey, J. M. D., Viret, M., Ramo, L., et Ounadjela, K. (1995). Electron localization in mixed-valence manganites. *Phys. Rev. Lett.*, 75 (21) : 3910 – 3913.

[Dong et al., 2003] Dong, L., Yue, R. F., Liu, L. T., Zhang, W. J. (2003). Freestanding a-Si thin film transistor for room-temperature infrared detection. *Chin. Phys. Lett.*, 21 (2) : 262 – 265.

[Dubourdieu et al., 1999] Dubourdieu, C., Audier, M., Sénateur, J. P., and Pierre, J. (1999). Effects of the microstructure on the magnetotransport properties of polycrystalline manganite films grown by metalorganic chemical vapor deposition. *J. Appl. Phys.*, 86 (12) : 6945 – 6950.

[Dutta et Horn, 1981] Dutta, P. and Horn, P. M. (1981). Low – frequency fluctuations in solides : 1/f noise. *Rev. Mod. Phys.*, 53 (3) : 497 – 516.

[Dyer et al., 1990] Dyer, P. E., Issa, A., and Key, P. H. (1990). Dynamics of excimer laser ablation of superconductors in an oxygen environment. *Phys. Rev. Lett.*, 57 (2) : 186 – 188.

[Ferrari et Sampietro, 2002] Ferrari, G., and Sampietro, M. (2002). Correlation spectrum analyzer for direct measurement of device current noise. *Review of Scientific Instruments*, 73 (7) : 2717 – 2723.

[Gennest, 1960] Gennest, P. G. (1960). Effects of double exchange in magnetic crystals. *Phys. Rev.*, 118 (1) : 141 – 154.

[Glattli et al., 1997] Glattli, D. C., Jacques, P., Kumar, A., Pari, P., and Saminadayar, L. (1997). A noise detection schema with 10 mK noise temperature resolution for semiconductor single electron tunneling devices. *J. Appl. Phys.*, 81 (11) : 7350 – 7356.

[Goodenough, 1955] Goodenough, J. B. (1955). Theory of the role of covalence in the pérovskite – type manganites LaMnO<sub>3</sub>. *Phys. Rev.*, 100 (2) : 564 – 573.

[Goyal et al., 1997] Goyal, A., Rajeswari, M., Shreekala, R., Lofland, S. E., Bhagat, S. M., Boettcher, T., Kwon, C., Ramesh, R. and Venkatesan, T. (1997). Material characteristics of perovskite manganese oxide thin films for bolometric applications. *Appl. Phys. Lett.*, 71 (17) : 2535 – 2537.

[Graaff et al., 1983] Graaff, H. C. and Huybers, T. M. (1983). 1/f noise in polycrystalline silicon resistors. *J. Appl. Phys.*, 54 (5) : 2504 – 2507.

[Gruzdeva et al., 1997] Gruzdeva, A. P. Zеров, V. Yu., Konovalova, O. P., Kulikov, Yu. V., Malyarov, V. G.,

- Khrebtov, I. A., and Shaganov, I. I. (1997). Bolometric and noise properties of elements for uncooled IR arrays based on vanadium dioxide films, *J. Opt. Technol.*, 64 (12) : 1110 – 1113.
- [Guha et al., 1999] Guha, A., Ghosh, A., Raychaudhuri, A. K., Parashar, S., Raju, A. R., et Rao, C. N. R. (1999). Nonlinear electrical conduction and broad band noise in the charge-ordered rare earth manganite  $\text{Nd}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}\text{MnO}_3$ . *Appl. Phys. Lett.*, 75 (21) : 3381 – 3383.
- [Guillet, 2003] Guillet, B. (2003). Lecture et contrôle faible bruit de température à très haute résolution : Application à la mesure de bruit excédentaire, à la bolométrie résistive et à la radiométrie à substitution électrique, *PhD thesis*, Université de Caen.
- [Gupta et al., 1996] Gupta, A., Gong, G. Q., Xiao, G., Duncombe, P. R., Lecoeur, P., Trouilloud, P., Wang, Y. Y., Dravid, V. P., and Sun, J. Z. (1996). Grain-boundary effects on the magnetoresistance properties of perovskite manganite films. *Phys. Rev. B*, 54 (22) : 15629 – 15632.
- [Haghiri-Gosnet et al., 2000] Haghiri-Gosnet, A. M., Wolfman, J., Mercey, B., Simon, Ch, Lecoeur, P., Korzenski, M., Hervieu, M., Desfeux, R., and Baldinozzi, G. (2000). Microstructure and magnetic properties of strained  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_3$  thin films. *J. Appl. Phys.*, 88 (7) : 4257 – 4264.
- [Haghiri-Gosnet et Renard, 2003] Haghiri-Gosnet, A. M., and Renard, J. P. (2003). CMR manganites : physics, thin films and devices. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 36 : R127 – R150.
- [Han et al., 2002] Han, K. H., Huang, Q., Ong, P. C., and Ong, C. K. (2002). Low-frequency noise in  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  thin films. *J. Phys. : Condens Matter*, 14 : 6619 – 6625.
- [Hardner et al., 1997] Hardner, H. T., Weissman, M. B., Jaime, M., Treece, R. E., Dorsey, P. C., Horwitz, J. S., et Chrissey, D. B. (1997). Non-gaussian noise in a colossal magnetoresistive film. *J. Appl. Phys.*, 81(1) : 272 – 275.
- [Hooge, 1969] Hooge, F. N. (1969).  $1/f$  noise is no surface effect, *Phys. Lett.*, 29A (3) : 139 – 140.
- [Hooge et Hoppenbrouwers, 1969] Hooge, F. N., Hoppenbrouwers, A. M. H. (1969). Contact noise. *Phys. Lett.*, 29A (11) : 642 – 643.
- [Hwang et al., 1995] Hwang, H. Y., Cheong, S. W., Radaelli, P. G., Marezio, M., and Batlogg, B. (1995). Lattice effects on the magnetoresistance in doped  $\text{LaMnO}_3$ . *Phys. Rev. Lett.*, 75 (5) : 914 – 917.
- [Jakob et al., 1998] Jakob, G., Martin, F., Westerburg, W., and Adrian, H. (1998). Evidence of charge-carrier compensation effects in  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$ . *Phys. Rev. B*, 57 : 10252 – 10255.
- [Jin et al., 1994] Jin, S., McCormack, M., Tiefel, T. H., and Ramesh, R. (1994). Colossal magnetoresistance in La-Ca-Mn-O ferromagnetic thin films. *J. Appl. Phys.*, 76 (10) : 6929 – 6933.
- [Johanson et al. 2000] Johanson, R. E., Günes, M., Kasap, S. O. (2000).  $1/f$  noise in doped and undoped amorphous silicon. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 266 – 269 : 242 – 246.
- [Johanson et al. 2002] Johanson, R. E., Günes, and Kasap, M. (2002). Noise in hydrogenated amorphous silicon. *IEE Proc. Circuits Devices Syst.*, 149 (1) : 68 – 74.

- [Johnson, 1925] Johnson, J. B. (1925). The schotteky effet in low frequency circuits. *Phys. Rev.*, 26 : 71 – 85.
- [Ju et al., 1994] Ju, H. L., Kwon, C., Li, Q., Greene, R. L., and Venkatesan, T. (1994). Giant magnetoresistance in  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  films near room temperature. *Appl. Phys. Lett.*, 65 (16) : 2108 – 2110.
- [Khare et al., 2001] Khare, N., Moharil, U. P., et Gupta, A. K. (2001). Conduction noise in  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{MnO}_3$  film. *J. Appl. Phys.*, 90 (6) : 2853 – 2856.
- [Kim et al., 2003] Kim, J. H., Khartsev, S. I., and Grishin, A. M. (2003). Epitaxial colossal magnetoresistive  $\text{La}_{0,67}(\text{Sr}, \text{Ca})_{0,33}\text{MnO}_3$  films on Si. *Appl. Phys. Lett.*, 82(24) : 4295 – 4297.
- [Koubaa, thèse] Koubaa, M. Etudes, optiques et magnéto-optiques de films minces contraints en  $\text{La}_{2/3}\text{Sr}_{1/3}\text{MnO}_3$  : rôle des paramètres de croissance et influence de l'épaisseur. *PhD thesis*, Université PARIS XI UFR Scientifique D'ORSAY Institut d'Electronique Fondamentale et Université de SFAX Faculté des Sciences de SFAX Laboratoire de Physique des Matériaux.
- [Koubaa et al., 2003] Koubaa, M., Haghiri-Gosnet, A. M., Desfeux, R., Lecoeur, Ph., Prellier, W., and Mercey, B. (2003). Crystallinité, surface morphology, and magnetic properties of  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  thin films : an approach based on the laser ablation plume range models. *J. Appl. Phys.*, 93 (9) : 5227 – 5235.
- [Kumar et al., 1996] Kumar, A., Saminadayar, L., Glatthli, D. C., Jin, Y., and Etienne, B. (1996). Experimental test of the quantum shot noise reduction theory. *Phys. Rev. Lett.*, 76 (15) : 2778 – 2781.
- [Lange et al., 1987] Lange, A. E., Hayakawa, S., Matsumoto, T., Matsuo, H., Murakami, H., Richards, P. L. and Sato, S. (1987). Rocket – borne submillimeter radiometer. *Appl. Opt.*, 26 (2) : 401 – 409.
- [Langlois, 1993] Laanglois, P. (1993). Réalisation et carctérisation de capteurs optiques à partir de films minces supraconducteurs à haute température critique. *PhD thesis*, Université de Caen.
- [Lebedev et al., 1998] Lebedev, O. I., Van Tendeloo, G., Amelinckx, S., Leibold, B., and Habermeier, H. U. (1998). Strcture and microstructure of  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_{3-\delta}$  thin films prepared by pulsed laser deposition. *Phys. Rev. B*, 58 (12) : 8065 – 8074.
- [Lebedev et al., 2001] Lebedev, O. I., Verbeeck, J., Van Tendeloo, G., Amelinckx, S., Razavi, F. S., and Habermeier, H. U. (2001). Structure and microstructure of  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  ( $x \approx 0,16$ ) films grown on a  $\text{SrTiO}_3$  (110) substrate. *Philosophical Magazine A*, 81 (12) : 2865 – 2884.
- [Leturcq, 2002] Leturcq, R. (2002). Etude expérimentale de la transition metal-isolant en dimension deux. *PhD thesis*, Université Paris XI Orsay.
- [Lisaukas et al., 1999a] Lisaukas, A., Khartsev, S. I. and Grishin, A. M. (1999). Studies of  $1/f$  noise in  $\text{La}_{1-x}\text{M}_x\text{MnO}_3$  ( $\text{M}=\text{Sr}, \text{Pb}$ ) epitaxial thin films uncooled bolometer. *Journal of Low Temperature Physics*, 117 (5/6) : 1647 – 1651.
- [Lisaukas et al., 1999b] Lisaukas, A., Khartsev, S. I., Grishin, A. M. and Palenskis, (1999). Electrical noise in ultra thin giant magnetoresistors. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 574 : 365 – 370.

- [Lisaukas et al., 2000] Lisaukas, A., Khartsev, S. I. and Grishin, A. (2000). Tailoring the colossal magnetoresistivity:  $\text{La}_{0,7}(\text{Pb}_{0,63}\text{Sr}_{0,37})_{0,3}\text{MnO}_3$  thin – film uncooled bolometer. *Appl. Phys. Lett.*, 77 (5) : 756 – 758.
- [Lisaukas, 2001] Lisaukas, A. (2001). Electrical noise in colossal magnetoresistors and ferroelectrics. *PhD thesis*, Condensed Matter Physics, Departement of microelectronics and information technology, Royal Institute of Technology, Sweden.
- [Lisaukas et al., 2001] Lisaukas, A., Bäck, J., Khartsev, S. I. and Grishin, A. M. (2001). Colossal magnetoresistive  $\text{La}_{0,7}(\text{Pb}_{1-x}\text{Sr}_x)_{0,3}\text{MnO}_3$  films for bolometer and magnetic sensor applications. *J. Appl. Phys.*, 89 (11) : 6961- 6963.
- [Lyanda-Geller et al., 2001] Lyanda-Geller, Y., Chun, S. H., Salamon, M. B., Goldbart, P. M., Han, P. D., Tomioka, Y., Asamitsu, A., and Tokura, Y. (2001). Charge transport in manganites : Hopping conduction, the anomalous Hall effect, and universal scaling. *Phys. Rev. B*, 63 : 184426-1 – 184426-27.
- [Lyonnet, 2001] Lyonnet, R. (2001). Hétéroépitaxie d'oxydes en ablation laser pulse pour la réalisation de dispositifs à magnétorésistance tunnel. *PhD thesis*, Université Paris XI Orsay.
- [Malyarov, 2002] Malyarov, V. G. (2002). Uncooled thermal IR arrays. *J. Opt. Technol.*, 69 (10) : 750 – 760.
- [Marshall et al., 1996] Marshall, C., Butler, N., Blackwell, R., Murphy, R., and Breen, T. (1996). Uncooled Infrared sensor with digital focal plane array. *Proc. SPIE*, 2746 : 23.
- [Mathieu et al., 2001] Mathieu, R., Svedlindh, P., Gunnarsson, R., et Ivanov, Z. G. (2001). Magnetic contribution to the resistivity noise in a  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  film grain boundary. *Phys. Rev. B*, 63 : 132407 – 1 – 4.
- [Méchin, 1996] Méchin, L. (1996). Microbolomètre supraconducteurs YBaCuO suspendus réalisés par micro – usinage du substrat de silicium. *PhD thesis*, Université de Caen.
- [Méchin et al., 1997] Méchin, L., Villégier, J. C., and Bloyet, D. (1997). Suspended epitaxial YBaCuO microbolometers fabricated by silicon micromachining : modeling and measurements. *J. Appl. Phys.*, 81 (10) : 7039 – 7047.
- [Méchin et al., 2003] Méchin, L., Yang, F., Routoure, J. M. and Robbes, D. (2003). Low-frequency noise in patterned  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  thin films. *J. Appl. Phys.*, 93 (10) : 8062 – 8065.
- [Mercha, 1992] Mercha, A. (1992). Analyse des mécanismes de conduction et de bruit en  $1/f$  dans les transistors en couches minces de silicium polycristallin. *PhD thesis*, Université de Caen.
- [Merithew, 2000] Merithew, R. D. (2000). Mesoscopic noise probe of an inhomogeneous colossal magnetoresistance phase. *PhD thesis*, University of Illinois at Urbana-Champaign.
- [Merithew et al., 2000] Merithew, R. D., Weissman, M. B., Hess, F. M., Spradling, P., Nowark, E. R., Donnel, J. O., Eckstein, J. N., Tokura, Y., et Tomioka, Y. (2000). Mesoscopic thermodynamics of an inhomogeneous colossal-magnetoresistive phase. *Phys. Rev. Lett.*, 84 (15) : 3442 – 3445.

- [Merithew et al., 2003] Merithew, R. D., Palanisami, A., Hess, F. M., and Weissman, M. B. (2003). Noise as a mesoscopic probe of the colossal magnetoresistance effect. *Proceedings of SPIE*, 5112.
- [Mira et al., 1999] Mira, J., Rivas, J., Rivadulla, F., Vázquez-Vázquez, C., et López-Quintela, M. A. (1999). Change from first- to second-order magnetic phase transition in  $\text{La}_{2/3}(\text{Ca}, \text{Sr})_{1/3}\text{MnO}_3$  perovskites. *Phys. Rev. B*, 60 (5) : 2998 – 3001.
- [Mottin et al., 2002] Mottin, E., Bain, A., Martin, J. L., Ouvrier-Buffet, J. L., Bisotto, S., Yon, J. J., Tissot, J. L. (2002). Uncooled amorphous silicon technology enhancement for 25  $\mu\text{m}$  pixel pitch achievement. *Proc, SPIE*, 4820.
- [Palanisami et al., 2001] Palanisami, A., Merithew, R. D., Weissman, M. B., et Eckstein, J. N. (2001). Low-temperature magnetic orientation noise in a colossal magnetoresistive film. *Phys. Rev. B*, 64(132406) : 1 – 4.
- [Palanisami et al., 2003] Palanisami, A., Mathur, N. D. et Weissman, M. B. (2003). Probing perovskite manganites through resistance fluctuations. *Proc. SPIE*, 5112 : 156 – 164.
- [Parmen et al., 1993] Parmen, C. E., Israeloff, N. E., and Kakalios, J. (1993). Conductance fluctuations in doped hydrogenated amorphous silicon. *Phys. Rev. B*, 47 (19) : 12578 – 12589.
- [Pickett and Singh, 1996] Pickett, W. E. and Singh, D. J. (1996). Electronic structure and half – metallic transport in the  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  system. *Phys. Rev. B*, 53 (3) : 1146 – 1160.
- [Pignard et al., 1997] Pignard, S., Vincent, H., Sénateur, J. P., Pierre, J., and Abrutis, A. (1997). Annealing effect on magnetic and electrical properties of epitaxial  $\text{La}_{0.8}\text{MnO}_{3-\delta}$  thin films grown by chemical vapor deposition. *J. Appl. Phys.*, 82 (9) : 4445 – 4447.
- [Podzorov et al., 2000] Podzorov, V., Uehara, M., Gershenson, M. E., Koo, T. Y., et Cheong, S. W. (2000). Giant  $1/f$  noise in perovskite manganites : evidence of the percolation threshold. *Phys. Rev. B*, 61 (6) : R3784 – R3787.
- [Podzorov et al., 2001] Podzorov, V., Gershenson, M. E., Uehara, M., et Cheong, S. W. (2000). Phase separation and  $1/f$  noise in low-TMI colossal magnetoresistance manganites. *Phys. Rev. B*, 64 : 115113-1 – 115113-7.
- [Prellier et al., 2001] Prellier, W., Lecoœur, Ph., and Mercey, B. (2001). Colossal – magnetoresistive manganite thin films. *J. Phys.: Condens. Matter*, 13 : R915 – R944.
- [Rajeswari et al., 1996] Rajeswari, M., Goyal, A., Raychaudhuri, A. K., Robson, M. C., Xiong, G. C., Kwon, C., Ramesh, R., Greene, R. L., Venkatesan, T., et Lakeou, S. (1996).  $1/f$  noise electrical noise in epitaxial thin films of the manganite oxides  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  and  $\text{Pr}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ . *Appl. Phys. Lett.*, 69 (6) : 851 – 853.
- [Rajeswari et al., 1998] Rajeswari, M., Shreekala, R., Goyal, A., Lofland, S. E., Bhagat, S. M., Ghosh, K., Sharma, R. P., Greene, R. L., Ramesh, R., and Venkatesan, T. (1998). Correlation between magnetic homogeneity, oxygen content, and electrical and magnetic properties of perovskite manganite thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 73 (18) : 2672 – 2674.

- [Rajeswari et al.] Rajeswari, M., Smolyaninova, V., and Overby, M. Perovskite manganites : a new family of materials for uncooled/moderately cooled IR detecteur applications. To be published.
- [Raquet et al., 1999] Raquet, B., Coey, J. M. D., Wirth, S., and von Molnár, S. (1999).  $1/f$  noise in the half-metallic oxides  $\text{CrO}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , and  $\text{La}_{2/3}\text{Sr}_{1/3}\text{MnO}_3$ . *Phys. Rev. B*, 59 (19) : 12435 – 12443.
- [Raquet et al., 2000] Raquet, B., Anane, A., Wirth, S., Xiong, P., and Molnár, S. von, (2000). Noise probe of the dynamic phase separation in  $\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3$ . *Phys. Rev. Lett.*, 84 (19) : 4485 – 4488.
- [Reutler et al., 2000] Reutler, P., Bensaid, A., Herbstritt, F., Hofener, C., Marx, A., and Gross, R. (2000). Local magnetic order in manganite thin films studied by  $1/f$  noise measurements. *Phys. Rev. B*, 62 (17) : 11619 – 11625.
- [Richards, 1994] Richards, P. L. (1994). Bolometers for infrared and millimeter waves. *J. Appl. Phys.*, 76 : 1 – 24.
- [Rogalski, 2003] Rogalski, A. (2003). Infrared detectors: status and trends. *Progress in Quantum Electronics*, 27 : 59 – 210.
- [Sampietro et al., 1999] Sampietro, M., Fasoli, L., and Ferrari, G. (1999). Spectrum analyzer with noise reduction by cross-correlation technique on two channels. *Review of Scientific Instruments*, 70 (5) : 2520 – 2525.
- [Schottky, 1926] Schottky, W. (1926). SMALL – SHOT EFFECT AND FLICKER EFFECT. *Phys. Rev.*, 28 : 74 – 103.
- [Sedky et al., 1998] Sedky, S., Fiorini, P., Caymax, M., Baert, C., Hermans, L., and Mertens, R. (1998). Characterization of bolometers based on polycrystalline silicon germanium alloys. *IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS*, 19 (10) : 376 – 378.
- [Sedky et al., 1999] Sedky, S., Fiorini, P., Baert, K., Hermans, L., and Mertens, R. (1999). Characterization and optimization of infrared poly SiGe bolometers. *IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRON DEVICES*, 46 (4) : 675 – 682.
- [Shan et al., 1995] Shan, P. C., Çelik-Butler, Z., Butler, D. P., and Jahanzeb, A. (1995). Semiconducting  $\text{YBaCuO}$  thin films for uncooled infrared bolometers. *J. Appl. Phys.*, 78 (12) : 7334 – 7339.
- [Shan et al., 1996] Shan, P. C., Çelik-Butler, Z., Butler, D. P., Jahanzeb, A., Travers, C. M., Kula, W., and Sobolewski, R. (1996). Investigating of semiconducting  $\text{YBaCuO}$  thin films : A new room temperature bolometer. *J. Appl. Phys.*, 80 (12) : 7118 – 7123.
- [Shreekala et al., 1999] Shreekala, R., Rajeswari, M., Pai, S. P., Lofland, S. E., Smolyaninova, V., Ghosh, K., Ogale, S. B., Bhagat, S. M., Downes, M. J., Greene, R. L., Ramesh, R., and Vankatesan, T. (1999). Improved propertities of  $\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3$  thin films by addition of silver. *Appl. Phys. Lett.*, 74 (19) : 2857 – 2859.
- [Sun et al., 1999] Sun, J. Z., Abraham, D. W., Rao, R. A., and Eom, C. B. (1999). Thickness-dependent magnetotransport in ultrathin manganite films. *Appl. Phys. Lett.*, 74 (20) : 3017 – 3019.



- [Suzuki et al., 1997] Suzuki, Y., Hwang, H. Y., Cheong, S. W., and van Dover, R. B. (1997). The role of strain in magnetic anisotropy of manganite thin films. *Appl. Phys. Lett.*, 71 (1) : 140 – 142.
- [Todd et al., 2004] Todd, M. A., Donohue, P. P., Wright, P. J., Crosbie, M. J., Lane, P. A., Jo, M.-H., Pang, B. S. H. et Blamire, M. G. (2004). Colossal magnetoresistive manganite thin-films for infrared detection and imaging. *Ann. Phys. (Leipzig)*, 13 : 48 – 51.
- [Tokura et al., 1996] Tokura, Y., Tomioka, Y., Kuwahara, H., Asamitsu, A., Morimoto, Y. et Kasai, M. (1996). Origins of colossal magnetoresistance in perovskite-type manganese oxides. *J. Appl. Phys.*, 79 (8) : 5288 – 5291.
- [Unewisse et al., 1995] Unewisse, M., Craig, B., Watson, R., Reinhold, O., and Liddiard, K. (1995). Growth and properties of semiconductor bolometers for infrared detection. *Proc. SPIE*, 2554 : 43.
- [Urushibara et al., 1995] Urushibara, A., Mortomo, Y., Arima, T., Asamitsu, A., Kido, G., et Tokura, Y. (1995). Insulator-metal transition and giant magnetoresistance in  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ . *Phys. Rev. B*, 51 (20) : 14103 – 14109.
- [Venkatesan et al., 1998] Venkatesan, T., Rajeswari, M., Dong, Z. W., Ogale, S. B., and Ramesh, R. (1998). Manganite-based devices : opportunities, bottlenecks and challenges. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 356 : 1661 – 1680.
- [von Helmolt et al., 1993] von Helmolt, R., Wecker, J., Holzapfel, B., Schultz, L., and Samwer, K. (1993). Giant negative magnetoresistance on perovskitelike  $\text{La}_{2/3}\text{Ba}_{1/3}\text{MnO}_3$  ferromagnetic films. *Phys. Rev. Lett.*, 71 (14) : 2331 – 2333.
- [Wang et al., 2004] Wang, H. C., Yi, X. J., Huang, G., Xiao, J., Li, X. W., Chen, S. H. (2004). IR microbolomètre with self-supporting structure operating at room temperature. *Infrared Physics & Technology*, 45 : 53 – 57.
- [Wei et al., 2002] Wei, J., Guan, Wei, Xiong, G. C., et Yan, S. S. (2002). Observation of strong reduction of  $1/f$  noise in  $\text{Pr}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$  films. *J. Phys. : Condens. Matter*, 14 : 11821 – 11829.
- [Westerburg et al., 2000] Westerburg, W., Martin, F., van Benthum, P. J. M., Perenboom, J. A. A. J., Jakob, G. (2000). Charge-carrier density collapse in  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  and  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$  epitaxial thin films. *Eur. Phys. J. B.*, 14 : 509 – 513.
- [Wiedenhorst et al., 1999] Wiedenhorst, B., Hofener, C., Lu, Y. F., Alff, L., Gross, R., Freitag, B. H., and Mader, W. (1999). Strain effects and microstructure of epitaxial manganite thin films and heterostructures. *Appl. Phys. Lett.*, 74 (24) : 3636 – 3638.
- [Wollan et Koehler, 1955] Wollan, E. O. and Koehler, W. C. (1955). Neutron diffraction study of the magnetic properties of the series of pérovskite – type compounds  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ . *Phys. Rev.*, 100 (2) : 545 – 563.
- [Yang et al., 2003] Yang, F., Méchin, L., Routoure, J. M., Flament, S., Robbes, D., and Chakalov, R. (2003). Low  $1/f$  noise in  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  thin films on (100)  $\text{SrTiO}_3$ . *Proc. 17<sup>th</sup> International Conference on Noise and Fluctuations - ICNF17, Prague*, pages 145 – 148.

- [Yildiz et al., 2002] Yildiz, A., Çelik-Butler, Z., Butler, D. P., and Kim, C. U. (2002). Investigation of temperature coefficient of resistance and crystallization of semiconducting YBaCuO thin films using pulsed laser annealing. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 20 (2) : 548 – 553.
- [Yuzhelevski et al., 2001] Yuzhelevski, Y., Dikovski, V., Markovich, V., Gorodetsky, G., Jung, G., Shulyatev, D. A., et Mukovskh, Y. M. (2001). Current induced telegraph noise in CMR manganites. *Fluctuation and Noise Letters*, 1 (2) : L105 – L109.
- [Zandbergen et al., 1999] Zandbergen, H. W., Freisem, S., Nojima, T., and Aarts, J. (1999). Magnetoresistance and atomic structure of ultrathin films of  $\text{La}_{0.33}\text{Ca}_{0.27}\text{MnO}_3$  on  $\text{SrTiO}_3$ . *Phys. Rev. B*, 60 (14) : 10259 – 10262.
- [Zener, 1951] Zener, C. (1951). Interaction between the d – shells in the transition metals. Ferromagnetic compounds of manganese with pérovskite structure. *Phys. Rev.*, 82 (3) : 403 – 405.
- [Zerov et al., 2001] Zerov, V. Yu., Malyarov, V. G., Khrebtov, I. A., Kulikov, Yu. V., Shaganov, I. I., and Smirnov, A. D. (2001). Uncooled membrane – type linear microbolomètre array based on a  $\text{VO}_x$  film. *J. Opt. Technol.*, 68 (6) : 428 – 431.
- [Zerov et Malyarov, 2001] Zerov, V. Yu., and Malyarov, V. G. (2001). Heat – sensitive materials for uncooled microbolomètre arrays. *J. Opt. Technol.*, 68 (12) : 939 – 948.
- [Zhang et al., 2001] Zhang, J., Tanaka, H., and Kawai, T. (2001). Strain – induced insulator – metal transition and room – temperature colossal magnetoresistance in low – doped  $\text{La}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$  thin films. *J. Appl. Phys.*, 90 (12) : 6275 – 6279.
- [Zhigal'skii, 1997] Zhigal'skii, G. P. (1997). 1/f noise and nonlinear effects in thin metal films. *Physics – Uspekhi* 40 (6) : 599 – 622.
- [Raquet, 2000] Ziese, M., Thornton, M. J. (Eds.), Raquet, B. (2000). Spin electronics : Chapitre 11 Electronic noise in magnetic materials and devices. 232 – 273.



# Notations

|               |                                                                                                              |
|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\alpha$      | Pente de la densité spectrale du bruit excédentaire                                                          |
| $\alpha_H$    | Paramètre de Hooge                                                                                           |
| $\beta$       | Coefficient de température                                                                                   |
| $\eta$        | Coefficient d'absorption                                                                                     |
| $\Omega$      | Volume de l'échantillon                                                                                      |
| $\omega$      | Pulsation de modulation de la lumière incidente de bolomètre                                                 |
| $\tau$        | Durée correspondante à un état d'énergie                                                                     |
| $\tau_b$      | Constante de temps de réponse                                                                                |
| $\tau_0$      | Fréquence de phonon dans les solides                                                                         |
| $\rho$        | Résistivité                                                                                                  |
| $\rho_{300K}$ | Résistivité mesuré à 300 K                                                                                   |
| $\lambda$     | Longueur d'onde                                                                                              |
| $\gamma$      | Décalage de l'exposant de 2 dans le formule de Hooge                                                         |
| $\mu$         | Mobilité                                                                                                     |
| $\sigma$      | Facteur de tolérance                                                                                         |
| $\theta$      | Angle entre les moments d'électrons de Mn <sup>3+</sup> et Mn <sup>4+</sup> dans le modèle de double échange |
| $\Delta$      | Désaccord de paramètre de maille entre le film et le substrat                                                |
| $\Delta\mu$   | Variation de la mobilité                                                                                     |
| $\Delta f$    | Bande passante                                                                                               |
| $\Delta N_C$  | Variation de nombre total de porteurs                                                                        |
| $\Delta R$    | Variation de résistance                                                                                      |
|               |                                                                                                              |
| $a$           | Paramètre de maille                                                                                          |
| $a_f$         | Paramètre de maille du film                                                                                  |
| $a_R$         | Paramètre de Hooge normalisé                                                                                 |
| $a_S$         | Paramètre de maille du substrat                                                                              |
| $A$           | Gain total de la chaîne d'amplification                                                                      |

---

|                     |                                                                                       |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| B                   | Champ magnétique                                                                      |
| c                   | Taille du carré du spot laser                                                         |
| C                   | Capacité calorifique                                                                  |
| $D^*$               | Déectivité spécifique                                                                 |
| D(E)                | Distribution d'énergie pour un processus à deux états                                 |
| D(l)                | Distribution de la distance entre les pièges pour un processus de piégeage-dépiégeage |
| D( $\tau$ )         | Distribution de la durée de temps pour un processus à deux états                      |
| $e_{n_A}$           | Densité spectrale de bruit en tension de l'amplificateur                              |
| $e_{n_{A_{Total}}}$ | Densité spectrale de bruit en tension de la chaîne de mesure                          |
| $e_{ni}$            | Densité spectrale de bruit en tension ramené à l'entrée de la chaîne d'amplification  |
| $e_{n_{ph}}$        | Densité spectrale de bruit de phonons                                                 |
| $e_{n_{R_{I^+}}}$   | Densité spectrale de bruit généré par la résistance de contact $R_{I^+}$              |
| $e_{n_{R_{I^-}}}$   | Densité spectrale de bruit généré par la résistance de contact $R_{I^-}$              |
| $e_{n_{R_M}}$       | Sources de bruit de la résistance $R_M$                                               |
| $e_{n_{R_{V^+}}}$   | Densité spectrale de bruit généré par la résistance de contact $R_{V^+}$              |
| $e_{n_{R_{V^-}}}$   | Densité spectrale de bruit généré par la résistance de contact $R_{V^-}$              |
| $e_{ns}$            | Densité spectrale de bruit en sortie de la chaîne d'amplification                     |
| $e_{n_{Total}}$     | Densité spectrale de bruit total de bolomètre                                         |
| E                   | Energie pour un processus à deux états                                                |
| $E_{th}$            | Tension efficace de la puissance de bruit blanc                                       |
| f                   | Fréquence                                                                             |
| $f_0$               | Constante de piégeage-dépiégeage                                                      |
| FWHM                | Largeur à mi-hauteur des pic en configuration de $\omega$ -scan                       |
| g                   | Gain de directivité d'antenne                                                         |
| G                   | Conductivité                                                                          |
| $G_b$               | Conductance thermique de bolomètre                                                    |
| H                   | Champ magnétique                                                                      |
| I                   | Courant de polarisation                                                               |
| $i_n$               | Densité spectrale en courant de bruit de la source de courant de polarisation         |
| $i_{n_A}^+$         | Densité spectrale en courant de bruit de l'amplificateur à l'entrée +                 |
| $i_{n_A}^-$         | Densité spectrale en courant de bruit de l'amplificateur à l'entrée -                 |

---

|               |                                                                        |
|---------------|------------------------------------------------------------------------|
| $i_{nTotal}$  | Densité spectrale en courant de bruit total de bolomètre               |
| $j$           | Densité de courant de polarisation                                     |
| $k_B$         | Constante de Boltzmann                                                 |
| $I^+$         | Pris de courant en configuration de mesure en quatre points            |
| $I^-$         | Pris de courant en configuration de mesure en quatre points            |
| $I_{ch}$      | Courant passé dans la résistance de chauffage                          |
| $K$           | Facteur défini par $\alpha_H / n_C \cdot (1/\Omega)$                   |
| $l$           | Distance entre les pièges pour un processus de piégeage-dépiégeage     |
| $l_0$         | Constante de la distance pour un processus de piégeage-dépiégeage      |
| $L$           | Longueur du pont de LSMO                                               |
| $M$           | Aimantation                                                            |
| $n_C$         | Concentration de porteurs de charge                                    |
| $N_C$         | Nombre total de porteur de charge dans un volume défini                |
| $NEP$         | Puissance équivalente de température                                   |
| $NET$         | Température équivalente de bruit                                       |
| $NET_{pixel}$ | Température équivalente de bruit en pixel                              |
| $P$           | Puissance de lumière                                                   |
| $P_{O_2}$     | Pression d'oxygène                                                     |
| $P_{th}$      | Puissance de bruit thermique                                           |
| $R$           | Résistance                                                             |
| $R_{\dot{y}}$ | Résistance de surface                                                  |
| $R^*$         | Résistance idéale non bruyante                                         |
| $R_A$         | Rayon ionique de cation A dans la structure pérovskite                 |
| $R_B$         | Rayon ionique de cation B dans la structure pérovskite                 |
| $R_H$         | Résistance sous champ                                                  |
| $R_I$         | Résistance de sortie de la source de courant                           |
| $R_{I^+}$     | Résistance de la pris de courant $I^+$ dans la mesure de quatre points |
| $R_{I^-}$     | Résistance de la pris de courant $I^-$ dans la mesure de quatre points |
| $R_M$         | Résistance de manganites à mesurer                                     |
| $R_O$         | Rayon ionique de cation de l'oxygène dans la structure pérovskite      |
| $R_{V^+}$     | Résistance de la pris de tension $V^+$ dans la mesure de quatre points |

---

|                  |                                                                                |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| $R_{V^-}$        | Résistance de la pris de tension $V^-$ dans la mesure de quatre points         |
| $\mathfrak{R}_A$ | Sensibilité de bolomètre en courant                                            |
| $\mathfrak{R}_V$ | Sensibilité de bolomètre en tension                                            |
| $S$              | Surface de détection de bolomètre                                              |
| $S_1$            | Largeur d'interface entre le pont de LSMO et la pris de tension                |
| $S_2$            | Largeur d'interface entre le pont de LSMO et la pris de courant                |
| $S_I$            | Densité spectrale en courant de bruit blanc                                    |
| $S_R$            | Densité spectrale de la fluctuation de résistance                              |
| $S^T$            | Sensibilité d'un bolomètre en température                                      |
| $S_V$            | Densité spectrale en tension de bruit blanc                                    |
| $S_V(f)$         | Densité spectrale en tension de bruit en $1/f$                                 |
| $t$              | Probabilité de transfert d'électron par mécanisme de double échange            |
| $t_0$            | Probabilité spécifique de transfert d'électron par mécanisme de double échange |
| $T$              | Température                                                                    |
| $T_0$            | Température du thermostat                                                      |
| $T_C$            | Température de Curie                                                           |
| $T_N$            | Température de Néel                                                            |
| $T_p$            | Température du pic de la résistivité                                           |
| $T_s$            | Température du substrat                                                        |
| TCR              | Coefficient de température                                                     |
| $V$              | Tension aux bornes de la résistance                                            |
| $V^+$            | Pris de tension en configuration de mesure en quatre points                    |
| $V^-$            | Pris de tension en configuration de mesure en quatre points                    |
| $V_{MES}$        | Tension continue aux bornes de la résistance $R_M$ mesuré en quatre points     |
| $W$              | Largeur du pont de LSMO                                                        |
| $x$              | Concentration de cation $Mn^{4+}$ dans un matériau de manganites               |

---

## **Bruit en 1/f de films minces de manganite $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ pour application en bolométrie.**

**Résumé en français :** Les films minces de manganites ont un fort coefficient de température à température ambiante et sont donc potentiellement intéressants pour la réalisation de microbolomètres non refroidis. Cependant, l'étude approfondie du bruit à basse fréquence dans ces matériaux est nécessaire avant d'envisager de réelles applications. Ce travail de thèse a été consacré à l'étude du coefficient de température et du bruit en 1/f dans des couches minces de  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LSMO). Les couches de LSMO étudiées ont été déposées sur deux substrats différents ( $\text{SrTiO}_3$  et  $(\text{LaAlO}_3)_{0,3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0,7}$ ) par ablation laser pulsé. La mise en forme des motifs avec différentes géométries a été effectuée par photolithographie et gravure ionique. Les échantillons connectés en quatre points sont mesurés à l'aide d'un amplificateur ayant un très faible niveau de bruit blanc ( $1,3 \text{ nV}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ ) et une très basse fréquence de recouvrement (10 Hz). Les mesures de diffraction de rayons X, d'aimantation, de magnétorésistance et de  $R(T)$  ont permis de connaître les propriétés générales des films. Nous avons cherché à vérifier la relation de Hooge (en fonction de la fréquence, du courant de polarisation et de la géométrie des motifs). Les mesures de bruit dans la gamme de température de 300 à 400 K indique l'absence l'excès de bruit au passage de la transition de phase. Des valeurs de paramètre de Hooge de l'ordre de 1 à 3 ont été mesurées, ce qui place ces résultats parmi les meilleurs publiés. Nous avons enfin estimé les performances d'un microbolomètre à partir de mesure de  $R(T)$  et de bruit.

---

## **1/f noise measurements in $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ thin films : potentiality for bolometric application.**

**Abstract :** The large temperature coefficient of resistance in manganite thin films around room temperature makes this material very promising for uncooled microbolometer applications. The measurement of the low frequency noise is needed before practical applications. My thesis was particularly devoted to the study of the temperature coefficient of resistance and the 1/f noise in  $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$  (LSMO) thin films. LSMO thin films on two different substrates ( $\text{SrTiO}_3$  et  $(\text{LaAlO}_3)_{0,3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0,7}$ ) have been grown by pulsed laser deposition. The samples with different geometries were prepared by photolithography and ion etching. The samples connected by four probes were measured using a low noise amplifier showing a Johnson noise level  $1,3 \text{ nV}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  and cut-off frequency at 10 Hz. Study by X-Ray diffraction, and the measurements of magnetization, of magnetoresistance and of  $R(T)$  which indicate the general quality of the films have been carried out. We mainly attempted to verify the semi-empiric Hooge relation (as a function of the frequency, of the bias current and of the different geometries). The noise measurements in the temperature range from 300 to 400 K have revealed a noise behavior at phase transition without any excess noise. Hooge parameters of about 1 – 3 have been measured, which is among the best reported values in literature. We have finally made an estimation from the results of noise measurements and  $R(T)$  measurements.

---

**Discipline :** Electronique & Microélectronique

**Mots clés :** bruit, manganite, couches minces, thermomètres, dépôt par laser pulsé

**Laboratoire :** GREYC – ENSICAEN (CNRS UMR 6072)