



**HAL**  
open science

# Contrôle de la supraconductivité à l'interface d'oxydes LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> par effet de champ électrique

Simon Hurand

► **To cite this version:**

Simon Hurand. Contrôle de la supraconductivité à l'interface d'oxydes LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> par effet de champ électrique. Autre [cond-mat.other]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2015. Français. NNT : 2015PA066014 . tel-01132962

**HAL Id: tel-01132962**

**<https://theses.hal.science/tel-01132962>**

Submitted on 18 Mar 2015

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

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

UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE - PARIS VI  
École doctorale Physique en Île de France



# THÈSE DE DOCTORAT

Discipline : Physique

présentée par

**M. Simon HURAND**

---

## Contrôle de la supraconductivité à l'interface d'oxydes $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ par effet de champ électrique

---

dirigée par Jérôme LESUEUR et Nicolas BERGEAL

Soutenue le 11 février 2015 devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> Lara BENFATTO	Sapienza Università (Rome)	Rapporteur
M. Vincent BOUCHIAT	Institut Néel (Grenoble)	Rapporteur
M <sup>me</sup> Agnès BARTHÉLÉMY	Unité Mixte de Physique CNRS-THALES (Palaiseau)	Examineur
M. William SACKS	Université Pierre et Marie Curie (Paris)	Examineur
M. Gervasi HERRANZ	Institut de Ciència de Materials de Barcelona (Bellaterra)	Examineur
M. Marco APRILI	Université Paris-Sud (Orsay)	Examineur
M. Jérôme LESUEUR	ESPCI (Paris)	Invité
M. Nicolas BERGEAL	ESPCI (Paris)	Directeur

Laboratoire de Physique et d'étude des  
Matériaux  
École Supérieure de Physique et de  
Chimie Industrielles  
10 rue Vauquelin  
75005 Paris

École doctorale Physique en Île de  
France  
4 place Jussieu  
75 005 Paris

# Remerciements

# Contrôle de la supraconductivité à l'interface d'oxydes LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> par effet de champ électrique

## Résumé

Cette thèse s'intéresse à l'étude de la supraconductivité bidimensionnelle à l'interface entre les oxydes LaAlO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub> contrôlée par effet de champ électrique.

Lorsqu'on fait croître une couche mince de quelques mailles atomiques de LaAlO<sub>3</sub> sur un substrat de SrTiO<sub>3</sub>, l'interface devient conductrice, et même supraconductrice au-dessous de 300mK, bien que ces deux oxydes de structure pérovskite soient des isolants. Il se forme ainsi un gaz bidimensionnel d'électrons de haute mobilité, dont les propriétés — supraconductivité et fort couplage spin-orbite de type Rashba — peuvent être contrôlées par effet de champ électrique à l'aide d'une Back Gate. Nous avons étudié cette supraconductivité bidimensionnelle par trois approches expérimentales différentes : l'étude de la transition supraconductrice en température à l'aide du modèle de Berezinskii-Kosterlitz-Thouless incluant une distribution inhomogène de rigidité ; l'analyse par le groupe de renormalisation de la transition de phase quantique supraconducteur-isolant induite par un champ magnétique perpendiculaire à l'interface selon le modèle de Spivak, Oreto et Kivelson ; et enfin l'étude de l'hystérèse du courant critique ainsi que de sa nature probabiliste dans le cadre du modèle RCSJ. Nous proposons donc de considérer l'interface comme un réseau de flaques supraconductrices couplées par effet Josephson à travers un gaz 2D métallique, dont la transition est régie par le modèle XY des fluctuations de phase. Enfin, nous avons démontré pour la première fois la possibilité de contrôler les propriétés du gaz 2D à l'aide d'une Top Gate, et comparé les effets des deux grilles (Top ou Back Gate).

## Mots-clefs

Supraconductivité ; LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> ; spin-orbite ; BKT ; transition de phase quantique ; switching ;

---

## Field-effect control of superconductivity at LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> oxides interface

## Abstract

In this PhD work, we study the field-effect modulated two-dimensional superconductivity at the LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> oxides hetero-interface.

When one grows epitaxially a few unit cells thin film of LaAlO<sub>3</sub> on a SrTiO<sub>3</sub> substrate, the interface becomes conducting, and even superconducting below 300mK, although these two perovskite oxides are insulators. The properties of this high-mobility two-dimensional electron gas — superconductivity and strong Rashba-type spin-orbit coupling — can be field-effect modulated by the mean of a Back Gate. We have investigated this two-dimensional superconductivity through three different experimental approaches : the temperature-driven transition with the Berezinskii-Kosterlitz-Thouless

model including an inhomogeneous distribution of rigidity ; the finite-size scaling analysis of the superconductor-to-insulator quantum phase transition induced by a perpendicular magnetic field using the model developed by Spivak, Oreto and Kivelson ; and finally the measure of the hysteretic and stochastic properties of the critical current in the framework of the RCSJ model. We hence propose to consider this 2D electron gas as an inhomogeneous network of superconducting puddles coupled to one another by Josephson effect through a normal metallic matrix, which transition is dominated by the XY model of the phase fluctuations. Finally, we demonstrated for the first time the possibility of Top Gated-control of this interface, and we investigated the compared effects of Top and Back Gating.

**Keywords**

Superconductivity; LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub>; spin-orbit; BKT; quantum phase transition; switching;



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>11</b>
<b>1 Etat de l'art</b>	<b>13</b>
1.1 Un substrat : SrTiO <sub>3</sub>	13
1.1.1 Structure cristalline	13
1.1.2 Structure de bande	13
1.1.3 Transition tétragonale	14
1.1.4 Paraélectricité quantique	14
1.1.5 Supraconductivité	15
1.2 Une interface : LaAlO <sub>3</sub> /SrTiO <sub>3</sub>	17
1.2.1 Origine du gaz 2D	17
1.2.1.1 Reconstruction électronique	17
1.2.1.2 Lacunes d'oxygène	19
1.2.1.3 Interdiffusion de cations	21
1.2.1.4 Discussion	21
1.2.2 Structure de bande	22
1.2.2.1 SrTiO <sub>3</sub> dopé	22
1.2.2.2 Interface	22
1.2.2.3 Dopage électrostatique	25
1.2.3 Propriétés électroniques	25
1.2.3.1 Magnétisme	25
1.2.3.2 Supraconductivité	26
1.2.3.3 Couplage spin-orbite	28
1.2.4 Propriétés structurales	29
1.3 Vers le nano	31
1.3.1 Canaux définis par AFM à pointe conductrice	31
1.3.2 Canaux définis par lithographie	32
1.3.3 Top Gate locale	33
<b>2 Fabrication et montage expérimental</b>	<b>35</b>
2.1 Fabrication	35
2.1.1 Croissance	35
2.1.2 Délimitation de canaux microniques	36
2.1.3 LaAlO <sub>3</sub> amorphe	37
Étape 1 : Terminaison TiO <sub>2</sub> du substrat	37
Étape 2 : Dépôt de LaAlO <sub>3</sub> amorphe	37
Étape 3 : Croissance du LaAlO <sub>3</sub> cristallin	37
2.1.4 Implantation ionique	37
Préparation du gaz d'électron	38

	Étape 4 : Implantation ionique . . . . .	38
2.1.5	Doses d'implantation . . . . .	38
	Taux de défauts . . . . .	38
	Transition isolante . . . . .	39
	Topographie . . . . .	39
	Conclusion . . . . .	41
2.1.6	Back Gate . . . . .	41
	Étape 5 : Dépôt d'une Back Gate métallique . . . . .	41
2.1.7	Top Gate . . . . .	42
	Étape 6 : Dépôt du diélectrique . . . . .	42
	Étape 7 : Dépôt d'une Top Gate . . . . .	42
2.1.8	Choix du diélectrique . . . . .	43
	2.1.8.1 Oxyde de silicium $\text{SiO}_2$ . . . . .	43
	2.1.8.2 Nitrure de silicium $\text{Si}_3\text{N}_4$ . . . . .	44
2.1.9	Récapitulatif des échantillons . . . . .	44
2.2	Montage expérimental . . . . .	46
	2.2.1 Mesure de transport à basse température . . . . .	46
	2.2.2 Mesure d'échappement . . . . .	47
<b>3</b>	<b>Supraconductivité bidimensionnelle inhomogène</b> . . . . .	<b>49</b>
3.1	Transition BKT inhomogène . . . . .	51
	3.1.1 Fluctuations de densité supraconductrice : modèle d'Aslamazov-Larkin . . . . .	51
	3.1.2 Fluctuations de phase : transition de Berezinskii-Kosterlitz-Thouless . . . . .	52
	3.1.2.1 Théorie . . . . .	52
	3.1.2.2 Calcul de la paraconductivité . . . . .	54
	3.1.3 Interpolation AL-BKT : formule de Halperin-Nelson . . . . .	55
	3.1.3.1 Théorie . . . . .	55
	3.1.3.2 Critères d'ajustement . . . . .	57
	3.1.3.3 Comparaison avec les données expérimentales . . . . .	58
	3.1.4 Transition BKT inhomogène . . . . .	61
	3.1.4.1 Théorie . . . . .	61
	3.1.4.2 Comparaison avec les données expérimentales . . . . .	62
	Halperin-Nelson . . . . .	62
	Inhomogénéités . . . . .	66
	3.1.5 Caractéristiques courant-tension . . . . .	68
	3.1.5.1 Saut de rigidité . . . . .	68
	3.1.5.2 Calcul . . . . .	68
	3.1.5.3 Inhomogénéités . . . . .	69
	3.1.6 Conclusion . . . . .	71
3.2	Transition en champ magnétique . . . . .	72
	3.2.1 Transition de phase quantique . . . . .	72
	3.2.2 Double criticalité . . . . .	75
	3.2.3 Comportement en grille . . . . .	77
	3.2.4 Scénario de Spivak, Oreto et Kivelson . . . . .	78
	3.2.5 Conclusion . . . . .	80
3.3	Étude statistique du courant critique . . . . .	81
	3.3.1 Introduction . . . . .	81
	3.3.2 Modèle RCSJ . . . . .	82
	3.3.3 Caractéristique courant-tension . . . . .	84

3.3.3.1	Modes de conduction . . . . .	84
	État piégé . . . . .	84
	État courant . . . . .	84
3.3.3.2	Régimes de la jonction . . . . .	85
	Régime sur-amorti . . . . .	85
	Régime sous-amorti . . . . .	85
3.3.4	Dynamique d'une jonction Josephson . . . . .	87
3.3.4.1	Activation thermique . . . . .	87
3.3.4.2	Échappement quantique . . . . .	88
3.3.4.3	Croisement TA-MQT . . . . .	88
3.3.4.4	Probabilité d'échappement . . . . .	89
3.3.4.5	Grandeurs statistiques . . . . .	90
3.3.5	Mesures : courbes $I - V$ . . . . .	91
3.3.5.1	Dépendance en Température . . . . .	91
3.3.5.2	Paramètres RCSJ . . . . .	93
3.3.5.3	Énergies caractéristiques . . . . .	94
3.3.5.4	Dépendance en Grille . . . . .	95
	Facteur de qualité . . . . .	97
	Énergies et capacité . . . . .	98
3.3.6	Mesures : statistiques d'échappement . . . . .	99
3.3.6.1	Dépendance en température . . . . .	99
3.3.6.2	Régime de diffusion de phase . . . . .	101
3.3.6.3	Dépendance en grille . . . . .	101
3.3.7	Conclusion . . . . .	105
3.4	Conclusion du chapitre . . . . .	106
<b>4</b>	<b>Topgate</b> . . . . .	<b>107</b>
4.1	Top Gate . . . . .	109
4.1.1	Transition métal-isolant . . . . .	109
4.1.2	Contrôle de la densité de porteur . . . . .	109
	Régime à un seul type de porteur . . . . .	109
	Régime à plusieurs types de porteurs . . . . .	110
4.1.3	Contrôle de la supraconductivité . . . . .	110
4.1.3.1	Diagramme de phase en Top Gate . . . . .	110
4.1.3.2	Nature de la transition supraconducteur-isolant . . . . .	113
4.1.4	Contrôle du spin-orbite . . . . .	115
4.1.4.1	Localisation faible . . . . .	115
4.1.4.2	Magnéto-conductance . . . . .	116
4.1.4.3	Magnéto-résistance classique . . . . .	117
4.1.4.4	Spin-orbite . . . . .	117
	Effet Rashba . . . . .	118
	Spin-orbite et magnéto-conductance . . . . .	119
4.1.4.5	Résultats . . . . .	120
	$B_\phi$ . . . . .	122
	$B_{SO}$ . . . . .	122
	$A_K$ . . . . .	122
4.1.4.6	Rashba . . . . .	124
	Hamiltonien . . . . .	124
	Évolution en grille . . . . .	124

Séparation d'énergie spin-orbite . . . . .	125
4.1.4.7 Conclusions sur la magnéto-conductance . . . . .	125
4.1.5 Top Gate : conclusion . . . . .	126
4.2 Comparaison Top Gate - Back Gate . . . . .	127
4.2.1 Extraction des densités et mobilités des porteurs . . . . .	127
4.2.1.1 Effet Hall . . . . .	127
4.2.1.2 Densité totale . . . . .	129
4.2.1.3 Modèle à deux fluides . . . . .	130
4.2.1.4 Comparaison avec la magnéto-résistance . . . . .	132
4.2.1.5 Conclusion . . . . .	133
4.2.2 Comparaison entre les deux grilles : mobilités . . . . .	134
4.2.2.1 Éléments de théorie . . . . .	134
4.2.2.2 Mesures . . . . .	135
4.2.3 Comparaison entre les deux grilles : spin-orbite . . . . .	138
4.2.3.1 Analyse de la magnétoconductance . . . . .	138
4.2.3.2 Spin-orbite . . . . .	138
4.2.4 Comparaison entre les deux grilles : supraconductivité . . . . .	142
4.2.5 Comparaison Top Gate - Back Gate : conclusion . . . . .	144
<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>145</b>
<b>A Régime de diffusion de phase</b>	<b>149</b>
A.1 Taux de repiégeage . . . . .	149
A.2 Dépendance en fréquence de $Q$ . . . . .	149
A.3 Croisement TA-PD . . . . .	151
A.4 Méthodes de calcul de la diffusion de phase . . . . .	151
A.4.1 Simulations Monte-Carlo . . . . .	152
A.4.2 Coupure à $I_{ER}$ . . . . .	153
A.4.3 Approximation à un seul évènement de repiégeage . . . . .	153
A.4.4 Modèle cinétique . . . . .	154
A.4.5 Conclusion . . . . .	154
<b>B Chauffage électronique</b>	<b>155</b>
<b>C Calcul de la densité totale d'électrons</b>	<b>157</b>
C.1 Back Gate . . . . .	157
C.2 Top Gate . . . . .	161
C.3 Conclusion : densité totale de porteurs . . . . .	163
<b>D Modèle à deux fluides</b>	<b>165</b>
<b>E Relaxations et hystérèse</b>	<b>169</b>
E.1 Comparaison Top Gate - Back Gate . . . . .	170
<b>Bibliographie</b>	<b>173</b>

# Introduction

Les dernières décennies du XX<sup>e</sup> siècle ont été marquées par l'essor spectaculaire des technologies de l'information basées sur des dispositifs semi-conducteurs. La possibilité de manipuler la charge (transistor) et le spin (mémoire) de circuits électroniques à l'échelle du nanomètre a permis de démultiplier les capacités de traitement et de stockage de l'information en intégrant ces dispositifs à grande échelle.

Néanmoins, cette intégration atteint aujourd'hui ses limites : cette réduction systématique de taille a été poussée jusqu'à la limite de quelques dizaines d'atomes pour les plus petits dispositifs, et la loi de Moore, qui prédit un doublement de la densité de transistors par puce tous les 2 ans, est en passe de s'infléchir.

Pour dépasser les performances des semi-conducteurs actuels, l'une des perspectives est la manipulation conjointe de plusieurs informations au sein du même matériau. Par exemple, l'électronique de spin, appelée spintronique, consiste à manipuler les ordres de charge et de spin simultanément. La classe de matériaux des oxydes de métaux de transitions attire dès lors une grande attention, du fait de leurs propriétés extrêmement riches — magnétisme, ferroélectricité, multiferroïsme, supraconductivité... —, et de la possibilité de les combiner à loisir en assemblant divers oxydes de même structure cristalline, telle que la structure pérovskite.

Dans ce contexte, le gaz d'électron bidimensionnel à l'interface des pérovskites isolantes LaAlO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub> découvert en 2004 par Ohtomo et Hwang [131] est particulièrement intéressant, car il présente des propriétés extrêmement riches qui sont absentes dans les deux matériaux parents : haute mobilité, magnétisme, supraconductivité, et fort couplage spin-orbite. Sa très faible densité est contrôlable par effet de champ électrique, ce qui permet d'induire une transition métal-isolant ou supraconducteur-isolant et de manipuler toutes ses propriétés simplement à l'aide d'une tension de grille.

D'une part, étant le supraconducteur bidimensionnel le plus dilué connu, il s'agit d'un système de choix pour étudier la physique de la transition supraconducteur-isolant en 2D (modèle XY, transition BKT).

D'autre part, la manipulation conjointe du couplage spin-orbite et de la densité de porteurs a naturellement un intérêt pour des applications en spintronique. À cet égard, la première démonstration d'injection de courant polarisé en spin dans une interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> par Reyren et al [146] est prometteuse.

Enfin, l'association de la supraconductivité à un fort couplage spin-orbite au sein du même matériau et la possibilité de les contrôler *in situ* par effet de champ est intéressante pour l'étude de la supraconductivité topologique. En déplétant localement le gaz 2D jusqu'à tuer la supraconductivité, on forme une jonction Josephson de type S-N-S entre deux réservoirs supraconducteurs (S) et une zone normale (N), et la mesure d'une relation courant-phase anormale pourrait permettre une observation directe des états liés d'Andreev polarisés en spin du fait du fort couplage spin-orbite. D'autre part, un fil unidi-

mensionnel défini par effet de champ électrostatique pourrait être porteur d'une paire de fermions de Majorana à chacune de ses extrémités, grâce à la coexistence de l'état supraconducteur et d'un fort couplage spin-orbite. Toutes ces perspectives, qui seront détaillées dans la section 4.2.5 (Conclusions et perspectives), nécessitent le contrôle de ces ordres quantiques à l'échelle mésoscopique à l'aide de grilles locales (Top Gate).

Cette thèse porte sur l'étude de cette supraconductivité bidimensionnelle, et sur la réalisation et l'étude d'un dispositif Top Gate.

Le chapitre 1 expose l'état actuel des connaissances sur l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  et sur les principales tentatives de contrôle de ses propriétés à l'échelle locale. Le chapitre 2 présente les techniques de microfabrication développées au cours de cette thèse pour structurer le gaz 2D dans ses dimensions transverses et réaliser un dispositif Top Gate, ainsi que les techniques de mesures de transport utilisées.

Le chapitre 3 est consacré à l'étude de la supraconductivité 2D intrinsèquement inhomogène dans cette interface selon trois approches, par l'analyse selon le modèle BKT de la transition en température (3.1), par l'analyse par le groupe de renormalisation de la transition en champ magnétique (3.2), et enfin par l'étude statistique du courant critique dans le cadre du modèle RCSJ (3.3).

Enfin, le chapitre 4 présente le contrôle de la supraconductivité et du couplage spin-orbite à l'interface à l'aide du premier dispositif Top Gate entièrement fonctionnel connu à ce jour, ainsi qu'une comparaison entre les effets d'une Top Gate et d'une Back Gate sur le gaz 2D.

# Chapitre 1

## Etat de l'art

### 1.1 Un substrat : SrTiO<sub>3</sub>

#### 1.1.1 Structure cristalline

Le titanate de strontium, de formule SrTiO<sub>3</sub>, possède à température ambiante une structure cristalline cubique de type pérovskite (figure 1.1), avec un atome de titane au centre du cube, un strontium à chaque sommet, et un oxygène au centre de chaque face. Ses propriétés variées trouvent essentiellement leur origine dans les liaisons titane-oxygène, qui s'agencent sous forme d'octaèdre régulier. Son paramètre de maille,  $a_{STO} = 3,905\text{\AA}$ , très proche de celui de nombreux oxydes fonctionnels (supraconducteur, magnétique, ferroélectrique...) en fait un substrat de choix pour l'étude de leurs propriétés en couche mince et pour la formation d'hétérostructures d'oxydes.

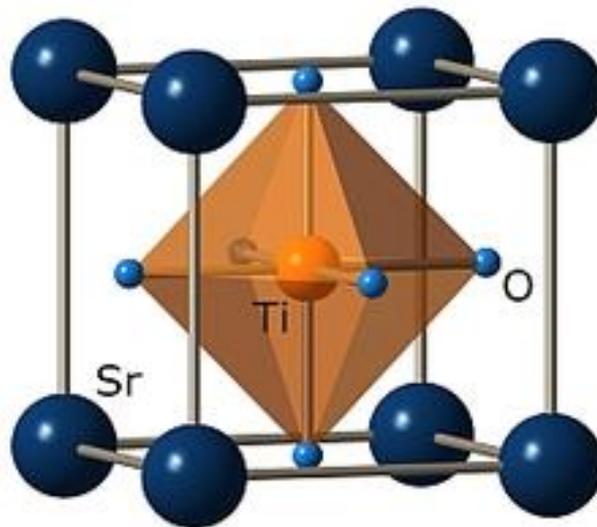


FIGURE 1.1 – Structure cristalline pérovskite du SrTiO<sub>3</sub>

#### 1.1.2 Structure de bande

Intrinsèquement, le SrTiO<sub>3</sub> pur est un isolant à large gap de 3,2eV. Cependant, on peut le rendre conducteur en le dopant au niobium, au lanthane ou en lacunes d'oxygène (dopage en électrons) [164, 61].

Sous l'influence du champ cristallin dû à la position du titane au centre d'un octaèdre d'oxygènes, les orbitales  $d$  du titane se séparent en un doublet de haute énergie  $e_g$ , et un triplet de basse énergie  $t_{2g}$  (figure 1.2) qui forme la bande de conduction du  $\text{SrTiO}_3$ . Les électrons de cette bande  $t_{2g}$  correspondent aux orbitales  $d_{XY}$ ,  $d_{XZ}$  et  $d_{YZ}$  du titane. Un électron  $d_{XY}$  peut facilement sauter d'un titane au titane voisin dans les directions  $X$  et  $Y$ , car leurs orbitales se recouvrent largement, menant à la formation d'une bande légère dans ces directions, d'une masse effective d'environ  $0,7m_e$  au point  $\Gamma$  (figure 1.2). En revanche, le recouvrement est faible dans la direction  $Z$ , menant à la formation d'une bande lourde dans cette direction, d'une masse effective de 10 à  $20m_e$  au point  $\Gamma$ . La surface de Fermi a donc une forme de ballon de rugby : l'orbitale  $d_{XY}$  est allongée dans la direction  $k_Z$  et circulaire dans les directions  $k_X$  et  $k_Y$ , tandis que les orbitales  $d_{XZ}$  et  $d_{YZ}$  sont allongées dans les directions  $k_Y$  et  $k_X$  respectivement.

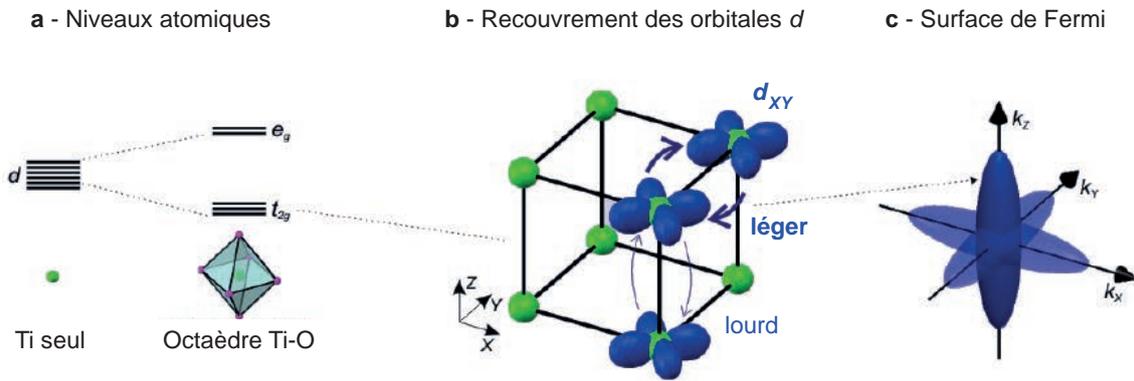


FIGURE 1.2 – a) Hybridation des orbitales atomiques  $d$  du titane et  $p$  des oxygènes en  $e_g$  et  $t_{2g}$ . b) Le recouvrement des orbitales  $d_{XY}$  est plus fort dans les directions  $X$  et  $Y$  (directions légères) que dans la direction  $Z$  (direction lourde). c) Pour chaque bande  $d$ , la surface de Fermi est allongée dans la direction lourde.

### 1.1.3 Transition tétragonale

Autour de  $T = 105\text{K}$ , le  $\text{SrTiO}_3$  subit une transition d'une phase cubique à tétragonale. Deux octaèdres titane-oxygène voisins subissent une rotation en sens inverses d'un angle maximal de  $1,4^\circ$  [125], entraînant une faible élongation du paramètre de maille  $c$  d'un rapport maximal  $c/a = 1,00056$  [108, 107] dans l'une des trois directions  $X$ ,  $Y$  ou  $Z$ . Un monocristal de  $\text{SrTiO}_3$  peut alors former des domaines tétragonaux de différentes orientation  $X$ ,  $Y$  ou  $Z$  [108, 151].

À noter qu'une autre transition de tétragonale - orthorhombique entre  $T = 35\text{K}$  et  $65\text{K}$  a été identifiée par certains auteurs, mais son amplitude est beaucoup plus faible avec un rapport de paramètres de maille ( $a : b : c$ ) de  $(0,9998 : 1 : 1,0002)$  [108].

### 1.1.4 Paraélectricité quantique

À plus basse température, le  $\text{SrTiO}_3$  se dirige vers une transition ferroélectrique. Cependant cette transition n'a jamais lieu à cause des fluctuations quantiques : la position stable de l'atome de titane au centre de l'octaèdre d'hydrogène disparaît et se transforme bien en deux positions stables, décentrées selon l'axe vertical de l'octaèdre, comme dans

un ferroélectrique, mais ces minima locaux de potentiel communiquent par effet tunnel et la symétrie d'inversion spatiale n'est pas brisée. En conséquence, la constante diélectrique du SrTiO<sub>3</sub> diverge comme à l'approche d'une transition ferroélectrique lorsque la température baisse, puis sature au-dessous d'environ 4K à une valeur très élevée atteignant 24 000 [126] [130].

Cette état, qualifié de "paraélectrique quantique", est très fragile. Par exemple, si l'on substitue les atomes d'oxygène <sup>16</sup>O par leur isotope <sup>18</sup>O, on obtient le SrTi<sup>18</sup>O<sub>3</sub>, qui a les mêmes propriétés que la pérovskite standard SrTi<sup>16</sup>O<sub>3</sub> mais qui devient effectivement ferroélectrique à  $T = 23\text{K}$  [82]. La transition ferroélectrique peut aussi être induite sous champ électrique [130], ou en couche mince sous la contrainte induite par un substrat, auquel cas le SrTiO<sub>3</sub> peut même être ferroélectrique jusqu'à température ambiante [70, 87].

D'après Neville et al [130], la dépendance en champ électrique  $F$  de la constante diélectrique  $\epsilon_r$  dans la direction [001] suit une loi de la forme :

$$\epsilon_r(F) = \epsilon_r(F = \infty) + \frac{1}{A + BF} \quad (1.1)$$

avec, pour  $T \leq 4.5\text{K}$  :  $A = 4.097 \times 10^{-5}$ ,  $B = 4.907 \times 10^{-10}\text{m.V}^{-1}$  et on l'on prendra  $\epsilon_r(F = \infty) = 300$  la valeur minimale jamais mesurée.

FIGURE 1.3 – Dépendance en température de  $\epsilon_r$  pour différents champs électriques appliqués, d'après Neville et al [130].

### 1.1.5 Supraconductivité

Lorsqu'on le dope en électrons, le SrTiO<sub>3</sub> présente une transition supraconductrice dont la température critique forme un dôme en fonction du dopage, montré en figure 1.4 d'après Koonce et al [91], avec un maximum autour de  $T = 300\text{mK}$  pour une densité

volumique d'électrons autour de  $10^{20} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-3}$ , soit 0,005 électrons par maille cristalline. Il demeure même supraconducteur pour des dopages beaucoup plus faibles, allant jusqu'à  $5 \times 10^{17} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-3}$  [104]. Ainsi, le  $\text{SrTiO}_3$  est le supraconducteur le plus dilué connu à ce jour, grâce à sa constante diélectrique extrêmement élevée qui permet un bon écrantage des interactions électron-électron malgré son très faible nombre de porteurs, ce qui limite la répulsion coulombienne et permet l'apparition d'une attraction effective entre les électrons sous l'effet d'un couplage par un autre mécanisme (phonons, plasmons...). Pour une étude expérimentale récente et complète de la supraconductivité dans  $\text{SrTiO}_3$  en fonction du dopage, on pourra se reporter au travail de Xiao Lin, Zengwei Zhu, Benoît Fauqué et Kamran Behnia [104].

FIGURE 1.4 – Température critique supraconductrice  $T_C$  (en K) en fonction du dopage électronique  $n$  (en  $\text{cm}^{-3}$ ) d'après Koonce et al [91].

L'origine de la supraconductivité dans  $\text{SrTiO}_3$  est encore aujourd'hui débattue. La plus ancienne explication d'un couplage électron-électron par les phonons entre différentes vallées [91] est incohérente avec la structure de bande à une seule vallée centrée au point  $\Gamma$  telle qu'on la connaît aujourd'hui [104]. D'autres mécanismes ont été avancés, tel qu'un couplage par les phonons mous qui apparaissent dans la phase tétragonale en-dessous de 105K proposé par J. Appel [10], ou par l'échange de plasmons entre les électrons et d'un mode de phonon polaire optique proposé par Yasutami Takada [162]. Une discussion des différents mécanismes peut être trouvée dans la référence [162]. On a peu d'informations sur le gap supraconducteur, si ce n'est l'observation de deux gaps distincts par spectroscopie tunnel pour des dopages supérieurs à  $5 \times 10^{19} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-3}$  par Binnig et al [29]. Cependant, ces résultats n'ont jamais été reproduits.

## 1.2 Une interface : LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub>

LaAlO<sub>3</sub> possède également une structure pérovskite, et se présente sous forme trigonale à température ambiante, devenant cubique au-dessus de la température de transition  $T = 800\text{K}$  [125]. Aucune autre transition n'a été identifiée à basse température. Son paramètre de maille quasi-cubique à 300K,  $a_{LAO} = 3.79\text{\AA}$ , est très proche de celui du SrTiO<sub>3</sub>. C'est un isolant de bande à large gap de 5,6eV [103].

Lorsqu'on fait croître par épitaxie une couche de LaAlO<sub>3</sub> cristallin sur un substrat de SrTiO<sub>3</sub>, un gaz d'électron bidimensionnel métallique apparaît à l'interface de ces deux isolants [131].

Les calculs théoriques suggèrent qu'il s'étend principalement dans le substrat de SrTiO<sub>3</sub> [137, 132]. Expérimentalement, on observe en effet par spectroscopie des pertes d'énergie sur microscope électronique à transmission (Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS) une valence partiellement 3+ des ions Titane (au lieu de 4+ normalement) dans le substrat, signe de la présence d'électrons supplémentaires [128], et les propriétés de transports sont cohérentes avec une conduction dans le SrTiO<sub>3</sub>. D'autres interfaces d'oxydes basées sur ce même substrat, telles que LaGaO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [136], LaVO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [79] ou GdTlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [121] possèdent également un gaz 2D conducteur, ce qui indique que ses propriétés sont effectivement essentiellement liées au SrTiO<sub>3</sub>. Le gaz s'étend sur une profondeur maximale d'une dizaine de nanomètres, mesurée par AFM à pointe conductrice [15], ou en comparant les champs magnétiques critiques parallèle et perpendiculaire à l'interface dans la phase supraconductrice [147].

La densité de porteurs varie de  $n_{2D} = 10^{12}$  à quelques  $10^{14}\text{e}^-.\text{cm}^{-2}$  selon les conditions de croissance, et la mobilité peut atteindre  $\mu = 10^4\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$  à basse température. Comparé à un gaz 2D classique à base de semi-conducteurs, par exemple à une interface AlGaAs/GaAs ( $n_{2D} = 10^{10}$  à  $10^{12}\text{e}^-.\text{cm}^{-2}$ ,  $\mu_{max} = 10^7\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$ ), il s'agit donc d'un gaz 2D d'une densité minimale 10 à 100 fois plus grande et de plus faible mobilité. Si les interfaces d'oxydes n'atteignent pas encore le niveau de contrôle et les performances records des interfaces de semi-conducteurs, il n'existe cependant aucune limite théorique, et on peut espérer que l'amélioration des conditions de croissance permette à terme d'atteindre de très hautes mobilités.

### 1.2.1 Origine du gaz 2D

Différents mécanismes peuvent expliquer l'apparition du gaz d'électrons à l'interface. Leurs rôles respectifs font encore aujourd'hui débat, et aucune étude à ce jour n'a permis de trancher sans équivoque entre eux, car les propriétés du gaz dépendent fortement des conditions de croissance. Aujourd'hui, aucun des ces mécanismes n'est donc à exclure définitivement, même si de nombreux arguments plaident en faveur d'une reconstruction électronique (catastrophe polaire). Nous allons ici présenter les principaux d'entre eux.

#### 1.2.1.1 Reconstruction électronique

Connu sous le nom de "catastrophe polaire", le scénario d'un transfert d'électrons du LaAlO<sub>3</sub> vers l'interface a été suggéré par Nakagawa et al [128] et étudié par divers calculs de DFT [137, 135]. La valence des aluminium étant de 3 tout comme celle du lanthane, les plans atomiques  $\text{Al}^{3+}\text{O}_2^{4-}$  sont globalement chargés +, tandis que les plans

atomiques  $\text{La}^{3+}\text{O}^{2-}$  sont globalement chargés  $-$ . Il en résulte un champ électrique en créneau perpendiculairement à l'interface, conduisant à un potentiel électrostatique divergeant lorsqu'on s'éloigne de l'interface. L'idée est que pour éviter cette catastrophe polaire, le système transfère  $1/2$  électron par maille cristalline, chargeant l'interface, ce qui stabilise le champ électrique autour d'une valeur moyenne nulle, comme montré sur la figure 1.5 d'après Nakagawa et al [128]. Il en résulte une densité d'électrons surnuméraires de  $n_{2D} = 3,3 \times 10^{14} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$  à l'interface.

Ce modèle présente notamment l'avantage d'expliquer pourquoi l'interface de type  $n$   $\text{LaO}/\text{TiO}_2/\text{SrO}$  est conductrice, tandis que l'interface de type  $p$   $\text{LaO}/\text{SrO}/\text{TiO}_2$  ne l'est pas, conformément aux mesures [131], à cause de reconstructions atomiques énergétiquement plus favorables [128].

FIGURE 1.5 – Illustration du scénario de la catastrophe polaire d'après la référence [128]. Interface de type  $\text{LaO}/\text{TiO}_2/\text{SrO}$  : (a) sans reconstruction électronique, les plans cristallins portent alternativement une charge  $\rho$  positive et négative, d'où, par intégration, un champ électrique  $E$  en créneau, et, en intégrant une deuxième fois, un potentiel électrique  $V$  divergeant ; (c) le transfert de  $1/2$  électron par maille cristalline vers l'interface évite cette divergence, et l'interface est dopée  $n$ . Interface de type  $\text{LaO}/\text{SrO}/\text{TiO}_2$  : (b) en l'absence et (d) en présence d'une reconstruction électronique, qui transfère  $1/2$  trou par maille cristalline vers l'interface qui est alors dopée  $p$ .

Pour visualiser plus simplement ce scénario, on peut comparer  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  à l'interface  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ , longuement étudiée dans notre groupe, et qui présente des propriétés très similaires [36, 32]. Dans cette interface, les deux oxydes sont identiques, mis à

part la substitution du strontium, de valence 2, par du lanthane, de valence 3. Les titanes se trouvent donc sous forme ionisée  $\text{Ti}^{4+}$  dans le  $\text{SrTiO}_3$  et  $\text{Ti}^{3+}$  dans le  $\text{LaTiO}_3$ . Dans la couche de  $\text{TiO}_2$  située à l'interface, les titanes ont donc une valence "mixte"  $\text{Ti}^{3.5+}$ , ce qui donne 1/2 électron surnuméraire par maille cristalline, c'est à dire la même densité que celle prédite par la catastrophe polaire dans  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . Pour les deux interfaces, il s'agit de considérations élémentaires sur la valence des différents éléments.

### 1.2.1.2 Lacunes d'oxygène

Selon la pression partielle d'oxygène lors de la croissance, la résistivité à basse température peut varier de plusieurs ordres de grandeur, comme l'illustrent les mesures de Brinkman et al [37] présentées en figure 1.7.

Il est aujourd'hui bien établi que les interfaces préparées sous faibles pressions partielles d'oxygène présentent un fort dopage en lacunes d'oxygène [106]. Le substrat lui-même peut alors devenir conducteur, comme l'ont montré les expériences par AFM à pointe conductrice de Basletic et al [15] présentées en figure 1.6 : selon les conditions de recuit, on observe une couche conductrice localisée à l'interface (gaz 2D), ou une conduction à 3 dimensions de l'ensemble du cristal de  $\text{SrTiO}_3$ . Il est donc indispensable, après la croissance à haute température ( $650^\circ\text{C}$  à  $850^\circ\text{C}$ ), d'effectuer un recuit sous pression partielle d'oxygène ( $\simeq 400\text{mbar}$ ) à une température intermédiaire ( $\simeq 500^\circ\text{C}$ ) pendant un certain temps (30min à 1h), afin de combler au maximum les lacunes d'oxygène et de conserver un caractère 2D au gaz d'électron. On trouvera une étude récente et approfondie des conditions de croissance chez Liu et al, PRX 2013 [106].

FIGURE 1.6 – Image par AFM à pointe conductrice d'une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  vue par la tranche a) ayant subi un recuit sous pression partielle d'oxygène : seule l'interface est conductrice, sur une épaisseur de 7nm b) n'ayant pas subi de recuit : le substrat est alors conducteur. Tiré de [15]

FIGURE 1.7 – Dépendance en température de la résistance par carré pour des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  préparées par PLD à  $850^\circ\text{C}$  sous différentes pressions partielles d'oxygène, d'après la référence [37].

### 1.2.1.3 Interdiffusion de cations

L'échange de cations ayant des valences différentes à travers l'interface peut y engendrer la formation d'un gaz d'électrons [140]. Par exemple, le SrTiO<sub>3</sub> dans lequel une partie des strontium est substituée par du lanthane étant conducteur [164, 61], l'échange de lanthane et de strontium entre les deux pérovskites peut doper localement l'interface. Des mesures par spectroscopie des pertes d'énergie sur microscope électronique à transmission (Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS) [128] et par diffraction de rayon X en surface (Surface X-Ray Diffraction, SXRD) [171] ont en effet montré que l'interface n'est pas nécessairement atomiquement abrupte. L'argument d'une interdiffusion atomique énergétiquement favorable est par exemple avancé par Nakagawa et al [128] pour expliquer que les interfaces de type *p* sont isolantes.

### 1.2.1.4 Discussion

Diverses observations viennent étayer le scénario d'une origine intrinsèque au gaz d'électron :

- Il existe une épaisseur critique universelle de 4u.c. de LaAlO<sub>3</sub> en-dessous de laquelle l'interface n'est pas conductrice. Cela a été d'abord observé par Thiel et al [163], puis confirmé par d'autres groupes [144]. Cette observation est correctement reproduite par des calculs de DFT [97, 48, 135], et correspond au modèle simple d'une augmentation du potentiel de couche en couche de la catastrophe polaire [144].
- Le dépôt sur la surface de LaAlO<sub>3</sub> à température ambiante d'acétone, d'éthanol, d'eau ou d'un autre adsorbat augmente considérablement la conduction à l'interface, et ce d'autant plus que le solvant est polaire [174]. De même, le dépôt à faible température (moins de 100°C) d'un diélectrique modifie la conductance de l'interface, comme on le verra au chapitre 2. Une modification chimique de l'interface étant exclue à ces températures, ces observations indiquent que le gaz 2D est très sensible aux états de surface de la face supérieure du LaAlO<sub>3</sub>. Une étude par DFT de l'adsorption d'eau a été faite par un groupe de théoriciens de Séoul [156, 102] qui tend à justifier ces résultats par un scénario de reconstruction électronique.

La simplicité et le caractère intrinsèque de ce modèle de reconstruction électronique le rendent séduisant. Cependant, il ne permet pas d'expliquer que la densité d'électrons mesurée soit généralement au moins 3 fois plus faible ( $n_{2D} = 10^{12}$  à  $10^{14}e^{-}.cm^{-2}$ ) que prédite ( $3,3 \times 10^{14}e^{-}.cm^{-2}$ ). Il semble qu'un certain nombre de charges sont piégées à l'interface, et demeurent indétectables dans les propriétés de transport. D'autre part, la densité d'électrons varie fortement avec les conditions de croissance et selon les groupes. Il faut donc conclure que les trois phénomènes cités ci-dessus jouent chacun un rôle et qu'aucun n'est à exclure définitivement. D'une manière générale, la préparation de ces couches d'oxydes ne possède pas aujourd'hui un niveau de maturité suffisant pour pouvoir conclure de manière univoque sur l'origine et les propriétés du gaz 2D. On peut espérer que l'amélioration de la maîtrise des conditions de croissance permettra à terme de contrôler précisément les propriétés électroniques de l'interface, telle que la densité de charges piégées à l'interface, ou en choisissant au cas par cas le mécanisme à l'origine du gaz 2D, comme pour certains échantillons préparés sous fort recuit d'oxygène, présentant de très hautes mobilités et de très faibles densités ( $\sim 10^{12}e^{-}.cm^{-2}$ ) (mais pas de supraconductivité).

## 1.2.2 Structure de bande

### 1.2.2.1 SrTiO<sub>3</sub> dopé

Dans le SrTiO<sub>3</sub> dopé, le couplage spin-orbite atomique lève la dégénérescence entre les bandes  $d_{XY}$ ,  $d_{YZ}$  et  $d_{XZ}$ , comme le montre la figure 1.8, faisant apparaître un gap de 29meV au point  $\Gamma$  dû au SOC d'après les calculs de liaisons fortes [116] ou de DFT [177].

FIGURE 1.8 – Calcul DFT de la structure de bande de SrTiO<sub>3</sub> dopé d'après Zhong et al [177] avec (trait rouge) et sans (trait pointillé noir) spin orbite atomique (SOC).

### 1.2.2.2 Interface

FIGURE 1.9 – Calcul DFT de la structure de bande d'une interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> d'après Popovic et al [137], prévoyant une énergie plus basse pour les sous-bandes  $d_{XY}$ .

De nombreuses mesures d'effet Hall non linéaire [32, 84, 19] et d'oscillations quantiques [117] ont montré que plusieurs bandes d'électrons, de mobilité et/ou de masse effectives

différentes, interviennent dans le transport. Plusieurs visions du système peuvent expliquer la nature de ces différentes bandes, qui est toujours sujette à controverse.

Dans le gaz d'électron 2D à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ , la bande  $d_{XY}$ , dont la masse est plus légère dans les deux directions  $X$  et  $Y$  du plan de l'interface mais plus lourde dans la direction de confinement  $Z$ , a une énergie plus basse que les bandes  $d_{XZ}$  et  $d_{YZ}$ , comme suggéré par divers calculs *ab initio* [137, 159] (figure 1.9), et observé par spectroscopie de photo-émission résolue en angle (Angular Resolved Photo-Emission Spectroscopy, ARPES) sur  $\text{SrTiO}_3$  clivé sous vide [150, 119] et sur  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [25].

Le confinement des électrons dans la direction  $Z$  a aussi pour conséquence de découpler chaque bande en sous-bandes d'énergies distinctes (puits quantique 2D). Le puits peut être modélisé en résolvant de manière auto-cohérente l'équation de Schrödinger, pour la mécanique quantique, et l'équation de Poisson, pour l'électrostatique, en supposant que la bande de conduction du  $\text{SrTiO}_3$  est courbée à l'interface avec le  $\text{LaAlO}_3$ , qui forme une barrière de potentiel infinie. Comme le montre la figure 1.10, les électrons peuplant les niveaux les plus élevés sont plus délocalisés dans le substrat de  $\text{SrTiO}_3$ . Cela leur confère une plus grande mobilité, soit parce que le taux de défaut  $y$  est plus faible qu'à l'interface, soit parce que la constante diélectrique se rapproche de la valeur native du  $\text{SrTiO}_3$ , augmentant l'écrantage entre électrons. Lorsqu'on augmente la tension de grille, on peuple progressivement ces niveaux plus mobiles. On trouvera une présentation détaillée du modèle et sa comparaison à l'expérience chez Biscaras et al [32].

Le découplage tétragonal peut encore complexifier la structure de bande [167]. On signale aussi que l'introduction de lacunes d'oxygène pourrait faire passer les bandes  $e_g$  sous les bandes  $t_{2g}$  [96]. S'il est clair que le transport est intrinsèquement multi-bandes, et que l'on peut régler le remplissage relatif des bandes à l'aide du dopage électrostatique ou des lacunes d'oxygènes, l'écart d'énergie entre bandes et leur hiérarchie dépendent beaucoup des échantillons et des calculs associés. Le remplissage des bandes  $d_{XZ}$  et  $d_{YZ}$  lorsqu'on augmente la tension de grille, invoquée par de nombreux auteurs, ne permet pas d'expliquer pourquoi la mobilité augmente alors, ces bandes étant plus lourdes que la  $d_{XY}$ . Réciproquement, dans un modèle prenant en compte uniquement le remplissage des sous-bandes 2D de  $d_{XY}$ , l'écart en énergie entre sous-bandes dépend fortement de la largeur du puits et de sa forme. Il est donc difficile d'exclure que les bandes  $d_{XZ}$  et  $d_{YZ}$  soient partiellement remplies car elles sont très proches en énergie.

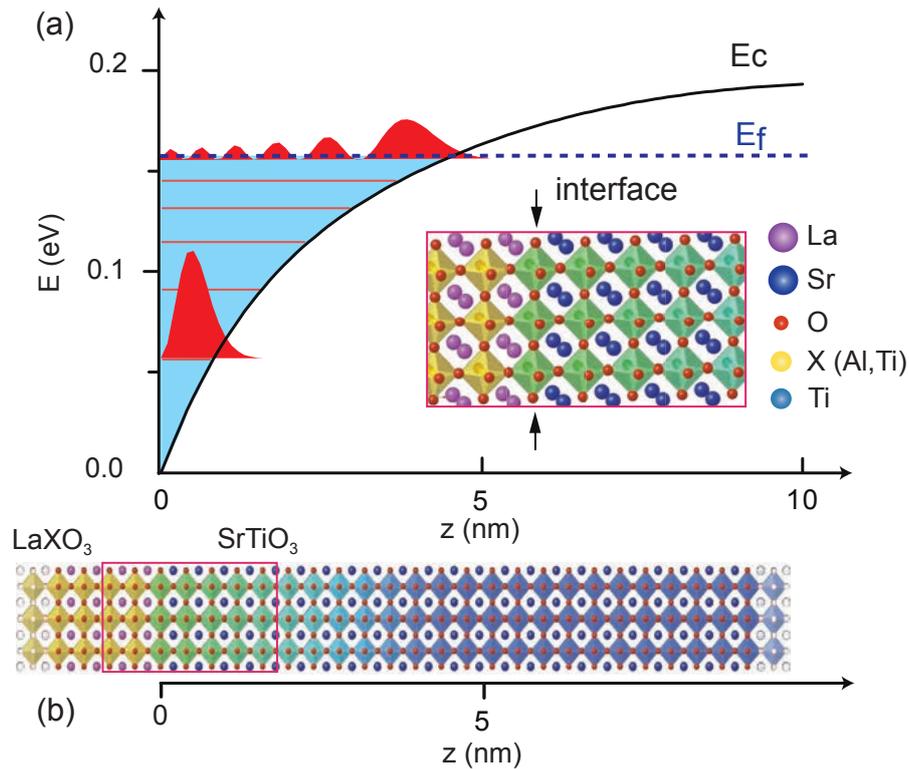


FIGURE 1.10 – a) Schéma du puits quantique 2D calculé en [32], représentant l'énergie en fonction de la distance à l'interface  $z$ . La couche de  $\text{LaAlO}_3$  est modélisée par une barrière de potentiel infinie. La bande de conduction du  $\text{SrTiO}_3$  se courbe à l'interface et passe sous le niveau de Fermi, donnant naissance à un gaz d'électrons 2D. La bande  $d_{XY}$ , seule considérée ici, est alors séparée en plusieurs sous-bandes. Les enveloppes des fonctions d'onde électroniques des deux sous-bandes partiellement remplies de plus basse et de plus haute énergies sont représentées en rouge (courbes pleines). b) Structure cristalline de l'interface selon la même échelle en  $z$ .

### 1.2.2.3 Dopage électrostatique

La densité de porteurs étant relativement faible ( $n_{2D} \approx 10^{13} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$ ), il est possible de la moduler significativement par effet de champ en appliquant une tension de grille  $V_{BG}$  sur la face arrière du substrat recouverte d'un métal (Back Gate) [45], malgré sa grande épaisseur (500  $\mu\text{m}$ ), grâce à la constante diélectrique très élevée du SrTiO<sub>3</sub> ( $\epsilon_R \approx 20\,000$  à basse température). Le système subit une transition métal-isolant, voire supraconducteur-isolant, et ce de manière réversible, lorsqu'on déplete ( $V_{BG} < 0$ ) ou dope ( $V_{BG} > 0$ ) le gaz 2D, comme le montre la figure 1.11.

FIGURE 1.11 – À gauche, schéma d'un dispositif Back Gate. À droite, transition supraconducteur-isolant induite par effet de champ d'après [45]. Chaque courbe représente une valeur de  $V_{BG}$ .

## 1.2.3 Propriétés électroniques

### 1.2.3.1 Magnétisme

La présence de magnétisme à l'interface a été mesurée globalement par magnétométrie de couple [99] et localement par SQUID à balayage par Bert et al [26]. Certaines mesures de transport semblent voir la trace de ce magnétisme [37, 53, 155]. Cela est d'autant plus surprenant que le LaAlO<sub>3</sub> comme le SrTiO<sub>3</sub> seuls ne présentent pas de propriétés magnétiques. Son origine pourrait être due à des électrons piégés à l'interface sur les orbitales  $3d$  du titane, résultant en un moment magnétique, possiblement à cause de lacunes d'oxygène [134]. Supraconductivité et magnétisme étant généralement antinomiques, la question est de savoir si ces moments sont séparés spatialement du gaz 2D supraconducteur, ou présents uniformément dans l'interface [11]. Les mesures de Bert et al [26] montrent de forts dipôles magnétiques locaux séparés par des zones non magnétiques, à l'échelle du micron. Une mesure plus locale n'est malheureusement pas accessible à cause de la taille de la boucle de flux du SQUID utilisé. Cependant, certains travaux théoriques suggèrent la coexistence du gaz 2D et de moments magnétiques atomiques [149].

### 1.2.3.2 Supraconductivité

A basse température, le gaz 2D devient supraconducteur [148] avec une température critique maximale de 300mK, proche de celle du SrTiO<sub>3</sub> dopé, pour des densités d'électrons volumiques équivalentes ( $n_{3D} = 10^{19}$  à  $10^{21} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-3}$ ). D'autres gaz 2D à la surface de SrTiO<sub>3</sub>, comme LaTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [36], LaGaO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [136], ou SrTiO<sub>3</sub> seul dopé par liquide ionique [165], sont aussi supraconducteurs avec des  $T_C$  similaires, ce qui permet de penser que cette supraconductivité est bien due au SrTiO<sub>3</sub> et en possède les caractéristiques ( $T_C$ , type de couplage supraconducteur, symétrie du gap, etc). Les mesures de densité superfluide en fonction de la température par Bert et al [27] montrent qu'à toute grille, l'interface se comporte comme un supraconducteur de type BCS dans la limite sale avec un gap de symétrie  $s$ . La tension de grille permet de contrôler la température critique, et de passer la transition supraconducteur-métal, comme on le voit sur la figure 1.12 tirée de la référence [45].

FIGURE 1.12 – Dôme supraconducteur, d'après la référence [45].

La comparaison des champs magnétiques critiques en champs parallèle et perpendiculaire permet d'estimer l'épaisseur du gaz  $d < 10\text{nm}$  et la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi \simeq 70\text{nm}$ [147, 148, 36].  $\xi$  étant nettement plus grand que  $d$ , il s'agit d'un supraconducteur réellement bidimensionnel, dont la transition est théoriquement dominée par les déplacements des vortex selon la théorie de Berezinski, Kosterlitz et Thouless (BKT) [24, 23, 92], comme l'ont montré Nicolas Reyren et al [148, 153]. Lara Benfatto a montré qu'un modèle BKT pouvait en effet expliquer la transition supraconductrice mesurée, à condition d'inclure une distribution inhomogène de rigidité [22], comme montré en figure 1.13.

FIGURE 1.13 – Résistance, normalisée par la résistance dans l'état normal, d'un gaz 2D à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ , mesurée (rond vert), modélisée par une transition BKT pour un supraconducteur homogène ayant pour températures de transition  $T_C$  et  $T_{BKT}$  (trait plein rouge), et modélisée par une transition BKT de mêmes températures mais incluant une distribution inhomogène de rigidité de la phase supraconductrice à l'interface (traits pointillés noirs). Figure tirée de la référence [22].

Bert et al [27] ont mesuré par SQUID à balayage la densité superfluide, et trouvent une valeur de l'ordre de  $n_{2D,SC} \sim 10^{12} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$ . Cette valeur est inférieure d'un ordre de grandeur à la densité d'électrons à l'interface  $n_{2D,tot} \sim 10^{13} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$ . Il faut donc admettre que seul un dixième environ des électrons condense dans l'état superfluide, les autres restant métalliques. Dans notre équipe, nous avons montré (Biscaras et al, PRL 2012 [32]) que l'apparition de la supraconductivité sous dopage électrostatique dans  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  était liée à celle de porteurs de plus hautes mobilités (High Mobility Carriers, HMC), correspondant au remplissage de sous-bandes de plus hautes énergies, plus délocalisées dans le  $\text{SrTiO}_3$ , et que ceux-ci étaient au maximum 10 fois moins nombreux et 10 fois plus mobiles que les porteurs de basses mobilités (Low Mobility Carriers, LMC) correspondant aux sous-bandes de plus basses énergies. Il semble donc que seule une fraction (*a priori* les plus mobiles) des électrons du gaz condensent dans l'état superfluide, le reste formant une matrice métallique.

Il est à noter que, bien que les mesures de Bert et al de la référence [27] montrent de fortes inhomogénéités de densité superfluide à l'interface, celles-ci sont uniquement dues à des défauts de l'échantillon. Des mesures plus récentes par le même groupe [122, 123] sur des échantillons mieux contrôlés montrent une densité superfluide homogène à l'échelle du micron, qui est la résolution du SQUID utilisé. Ces mesures seules ne permettent donc pas de conclure sur des éventuelles inhomogénéités à l'échelle pertinente pour l'étude de la supraconductivité, celle de la longueur de cohérence ( $< 100\text{nm}$ ).

FIGURE 1.14 – a) Température critique et b) densité superfluide d’une interface de  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . c) Mesure de susceptométrie, d’où est extraite la densité superfluide, et d) mesure de magnétométrie du même échantillon à la tension de grille maximale. D’après la référence [27].

En étudiant la transition supraconductrice en champ magnétique par renormalisation de taille finie (Finite Size Scaling, FSS), notre équipe a montré (Biscaras et al, Nat. Mat. 2013 [31]) que cette transition de phase quantique appartenait à la classe d’universalité  $(2D+1) XY$  et obéissait au modèle de Spivak, Oreto et Kivelson (SOK) [158], qui décrit le comportement d’un réseau de flaques supraconductrices couplées par effet Josephson à travers une matrice métallique. Il semblerait donc que l’on doive décrire le gaz 2D supraconducteur comme un réseau inhomogène de jonctions Josephson, formées de zones supraconductrices composées d’un dixième, au maximum, des électrons libres, et couplées entre elles par le reste des porteurs, qui demeurent métalliques à toute température.

### 1.2.3.3 Couplage spin-orbite

Les mesures d’antilocalisation en champ magnétique ont révélé l’existence d’un fort couplage spin-orbite à l’interface, dont l’intensité augmente avec la tension de grille [44, 59, 33]. Celui-ci peut s’expliquer par le couplage spin-orbite atomique intrinsèque au  $\text{SrTiO}_3$  [116, 166], par la présence de moments magnétiques à l’interface (cf paragraphe 1.2.3.1), ou encore par un couplage de type Rashba [39], dû au fort champ électrique régnant à l’interface, similaire à celui observé dans les hétérostructures à base de semiconducteurs. Il se manifeste dans les mesures de transport par un temps de relaxation de spin que l’on peut extraire des mesures de magnétorésistance. Le découplage des bandes électroniques qui en résulte peut atteindre quelques meV, soit une fraction importante de l’énergie de Fermi (quelques dizaines de meV).

#### 1.2.4 Propriétés structurales

La transition tétragonale du SrTiO<sub>3</sub> à  $T = 105\text{K}$  peut conduire à la formation de domaines où l'axe  $c$  est orienté selon  $X$ ,  $Y$  ou  $Z$  [108, 151]. Lorsqu'on applique une tension de grille, les parois de domaines, qui sont potentiellement polaires, peuvent se déplacer sous l'effet du champ électrique. En étudiant la réponse piezoélectrique et électromécanique de la surface d'interfaces de LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> à l'aide d'un transistor à électron unique (Single Electron Transistor, SET) formé d'un nanotube de carbone, Honig et al [78] ont montré que ces déplacements des parois permettaient entre autres d'expliquer l'apparente piezoélectricité géante [69] observée à la surface du SrTiO<sub>3</sub>. Il en résulte l'image d'une interface divisée en domaines tétragonaux d'orientations distinctes, séparés par des parois de domaines orientées selon les axes cristallins, comme on le voit sur la figure 1.15.

Cette structure en domaines impacte aussi le transport à l'interface. En mesurant la densité locale de courant à basse température à l'aide d'un SQUID à balayage, Kalisky et al [85] ont montré que le courant était essentiellement concentré dans des bandes étroites, de largeur micrométriques, orientées selon les axes cristallographiques, séparées par des zones moins conductrices, montrées en figure 1.16. Ces bandes disparaissent au-dessus de la température de transition tétragonale à 105K, et leur répartition ainsi que leur orientation sont très fortement corrélées aux domaines tétragonaux du SrTiO<sub>3</sub>. Cela semble indiquer que la conduction électronique se fait préférentiellement soit dans certains domaines ( $X$ ,  $Y$  ou  $Z$ ), soit le long des parois. La distribution de courant est donc intrinsèquement inhomogène à l'échelle du micron ou inférieure.

FIGURE 1.15 – a) Réponse électromécanique d’une interface mesurée par SET. d) Cartographie des domaines tétraonaux correspondant à l’image (a). b) Schéma de l’élongation de la maille cristalline dans les directions  $X$ ,  $Y$  ou  $Z$ . c) Orientations admissibles des parois de domaines. D’après la référence [78]

FIGURE 1.16 – Mesure de densité locales de courant par SQUID à balayage (réf. [85]).

### 1.3 Vers le nano

Les gaz 2D à l'interface de semi-conducteurs présentent une physique extrêmement riche, grâce à leurs très hautes mobilités, à leur couplage spin-orbite et au contrôle de la densité électronique par effet de champ : ils possèdent des propriétés remarquables telles que l'effet Hall quantique, la quantification de la conductance dans des dispositifs de type point contact quantique ou la possibilité de manipuler les états de charges et de spin d'électrons individuels dans des boîtes quantiques.

Développer ce type de physique mésoscopique dans des gaz 2D à l'interface d'oxydes est prometteur eu égard à la possibilité de régler le fort couplage spin-orbite ( $\sim 1 - 10\text{meV}$ ) et la supraconductivité par effet de champ. L'enjeu est donc naturellement de pouvoir contrôler le gaz 2D à l'échelle de la longueur de cohérence supraconductrice ( $\sim 50\text{nm}$ ), du libre parcours moyen ou de la longueur de diffusion de spin. Et ce d'autant plus que l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  est intrinsèquement inhomogène, comme on vient de le voir. Diverses stratégies ont été développées dans ce sens.

#### 1.3.1 Canaux définis par AFM à pointe conductrice

Dans une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  dont l'épaisseur est légèrement inférieure (3u.c.) à l'épaisseur critique (4u.c., voir section 1.2.1), lorsqu'on balaye la surface du  $\text{LaAlO}_3$  avec une pointe AFM conductrice chargée positivement, des charges positives s'accumulent à la surface, dopant le gaz sous-jacent en électrons et le rendant conducteur [47], comme montré schématiquement en figure 1.17. On peut alors définir des circuits de largeur nanométrique, qui sont aussi supraconducteurs à basse température [168]. En appliquant une tension négative à la pointe et en venant couper un fil conducteur avec celle-ci, il est aussi possible de l'effacer localement, formant par exemple une jonction tunnel [46].

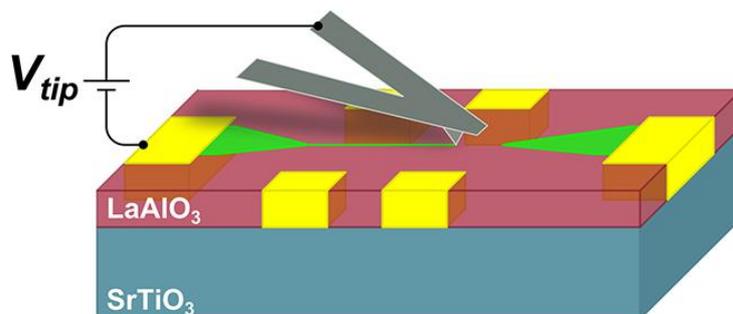


FIGURE 1.17 – Schéma d'un canal conducteur de quelques nanomètres de large (en vert) défini par AFM à pointe conductrice sur une couche de  $\text{LaAlO}_3$  inférieure à 3u.c.

Cette technique est prometteuse pour la réalisation de dispositifs électroniques de par la grande variété d'opérations possibles. Elle présente néanmoins certaines limites. D'une part, à température ambiante ces dispositifs s'effacent d'eux-mêmes au bout de quelques jours. Ils deviennent stables à basse température, mais il n'est alors plus possible de les modifier, contrairement à des dispositifs lithographiés que l'on peut contrôler de manière réversible à basse température par effet de champ. De plus, leurs propriétés de transport ne sont pas parfaitement contrôlées : la résistance dépend généralement de la géométrie

des contacts utilisés, indiquant une conduction parasite par des zones hors motif, et les transitions supraconductrices sont toujours incomplètes [49].

### 1.3.2 Canaux définis par lithographie

Une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  n'est pas conductrice pour une épaisseur de  $\text{LaAlO}_3$  cristallin inférieure à 4u.c., ou si le  $\text{LaAlO}_3$  se présente sous forme amorphe. Cette propriété peut être mise à profit pour définir des zones isolantes et d'autres conductrices. Schneider et al [152] ont développé la technique suivante : on dépose d'abord 2u.c. de  $\text{LaAlO}_3$  cristallin sur tout le substrat, on pose ensuite un masque de résine définissant la forme souhaitée pour le dispositif, puis on dépose une couche de  $\text{LaAlO}_3$  sous forme amorphe à température ambiante sur les zones que l'on souhaite isolantes, enfin on effectue un lift-off pour enlever la résine et on dépose le  $\text{LaAlO}_3$  à haute température. Le  $\text{LaAlO}_3$  déposé sur du  $\text{LaAlO}_3$  amorphe reste amorphe, et l'interface est isolante, tandis que celui déposé sur les 2u.c. de  $\text{LaAlO}_3$  cristallin cristallise, dépassant l'épaisseur critique, et l'interface est conductrice. Le schéma de la méthode est présenté en figure 1.18. On peut aussi directement déposer le masque de  $\text{LaAlO}_3$  amorphe sur le substrat de  $\text{SrTiO}_3$  traité, l'intérêt de déposer tout d'abord 2u.c. de  $\text{LaAlO}_3$  cristallin étant de protéger l'interface des étapes de lithographies. Par cette technique, Stronaiuolo et al. [161] ont réussi à réaliser des canaux de 500nm de large, qui sont supraconducteurs et présentent des fluctuations universelles de conductance, témoignant de l'apparition d'un caractère 1D dans le transport.

FIGURE 1.18 – Schéma de principe de la méthode de définition de canaux conducteurs par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe.

Une technique alternative consiste à graver à l'argon les zones que l'on souhaite rendre isolantes, suivi d'un recuit à 200°C sous oxygène pour combler les lacunes [142].

On peut également rendre isolante localement l'interface par bombardement d'ions O<sup>+</sup> très énergétiques (50keV), comme on le verra au chapitre 2.

### 1.3.3 Top Gate locale

Une fois les canaux conducteurs définis, il devient possible de contrôler localement la densité de porteurs par l'application d'une tension de grille  $V_{TG}$  située très proche du gaz 2D, au-dessus de l'interface (Top Gate).

En 2011, Li et al. [100] ont présenté la première réalisation de ce type de dispositif à l'aide d'une Top Gate en YBaCuO déposé directement sur le LaAlO<sub>3</sub>. Cependant, le caractère très résistif de ces échantillons ( $R_S > 10\text{k}\Omega/\square$ ) les rendent peu comparables aux interfaces LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> usuelles, et ne permettent pas d'espérer qu'ils soient supraconducteurs.

Une autre approche consiste à déposer une couche d'or in situ directement sur la couche de LaAlO<sub>3</sub>, qui forme alors la barrière diélectrique. Eerkes et al. [56] ont pu contrôler la supraconductivité par cette méthode, mais ont été limités par le courant de fuite de la Top Gate. D'une manière générale, il paraît très difficile d'éviter toute fuite entre la grille et le gaz par cette méthode, étant donné la très faible épaisseur de la couche de LaAlO<sub>3</sub>.

Pour éviter le risque de fuite, on peut choisir de déposer un diélectrique entre le LaAlO<sub>3</sub> et la grille métallique. On peut alors contrôler la densité de porteurs et réaliser la transition supraconducteur-isolant de manière réversible, comme on le verra au chapitre 4.



## Chapitre 2

# Fabrication et montage expérimental

Ce chapitre décrit les méthodes de fabrication et de caractérisation de nos échantillons de  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . La première partie détaille les méthodes utilisées pour la croissance des hétéro-structures, la délimitation de canaux conducteurs de taille micrométrique par deux méthodes distinctes ( $\text{LaAlO}_3$  amorphe ou implantation ionique), puis le dépôt d'une grille supérieure métallique (Top Gate) séparée par un diélectrique. Un récapitulatif des échantillons utilisés dans cette thèse se trouve en fin de cette partie. Dans la deuxième partie sont présentés les montages expérimentaux utilisés pour les mesures de transport à très basse température, notamment pour les mesures d'échappement présentées au chapitre 3.

### 2.1 Fabrication

#### 2.1.1 Croissance

Tous les échantillons présentés dans cette thèse (échantillons A, B et C) ont été fabriqués par Edouard Lesne et Nicolas Reyren, dans l'équipe de Agnès Barthélémy et Manuel Bibes à l'Unité Mixte de Recherche du CNRS et de Thalès à Palaiseau (UMR CNRS-Thalès), par déposition laser pulsée (Pulse Laser Deposition, PLD) : à l'aide d'un laser à excimère Krypton-Fluor (248nm) opérant à une fréquence de 1Hz et une fluence de  $0,6\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$ , on pulvérise une cible de  $\text{LaAlO}_3$  stoechiométrique qui se dépose sur un substrat de  $\text{SrTiO}_3$  chauffé à  $650^\circ\text{C}$  sous une faible atmosphère d'oxygène ( $P_{\text{O}_2} = 2 \times 10^{-4}\text{mbar}$ ). Le substrat de  $\text{SrTiO}_3$  fourni par Crystec GmbH est préalablement traité à l'acide fluorhydrique (HF) pour être terminé par un plan de  $\text{TiO}_2$ .

L'échantillon est ensuite refroidi lentement, à la vitesse de  $25^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  sous  $P_{\text{O}_2} = 1 \times 10^{-1}\text{mbar}$ , et recuit à  $T = 500^\circ\text{C}$  pendant 30min sous une forte pression partielle d'oxygène ( $P_{\text{O}_2} = 400\text{mbar}$ ) afin d'éliminer les lacunes d'oxygène.

La croissance est contrôlée couche par couche en observant les motifs de diffraction par réflexion d'électrons de haute énergie (Reflected High Energy Electron Diffraction, RHEED). L'épaisseur déposée (8 couches atomiques) est suffisante pour créer un gaz 2D à l'interface (4 couches minimum sont nécessaires [163]), mais est choisie suffisamment faible pour minimiser le risque d'apparition de craquelures dues au désaccord des paramètres de maille entre le  $\text{LaAlO}_3$  et le  $\text{SrTiO}_3$ .

### 2.1.2 Délimitation de canaux microniques

Pour permettre une étude locale du gaz d'électron bidimensionnel obtenu à l'interface de ces hétéro-structures  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  en limitant le rôle des inhomogénéités et en contrôlant la géométrie du circuit mesuré, on définit un motif de barre de Hall de  $10 \times 30 \mu\text{m}$  dans cette interface par l'une des deux méthodes présentées ici. La méthode du  $\text{LaAlO}_3$  amorphe, initialement développée par Schneider et al [152] (résumée sur la figure 1.18 du chapitre 1), a été adaptée avec succès par Nicolas Reyren et Edouard Lesne à l'UMR CNRS-Thalès. La méthode de l'implantation ionique est inédite et a été développée au LPEM en collaboration avec l'InESS-Strasbourg au cours de cette thèse. La figure 2.1 résume les différentes étapes de fabrication par les deux méthodes.

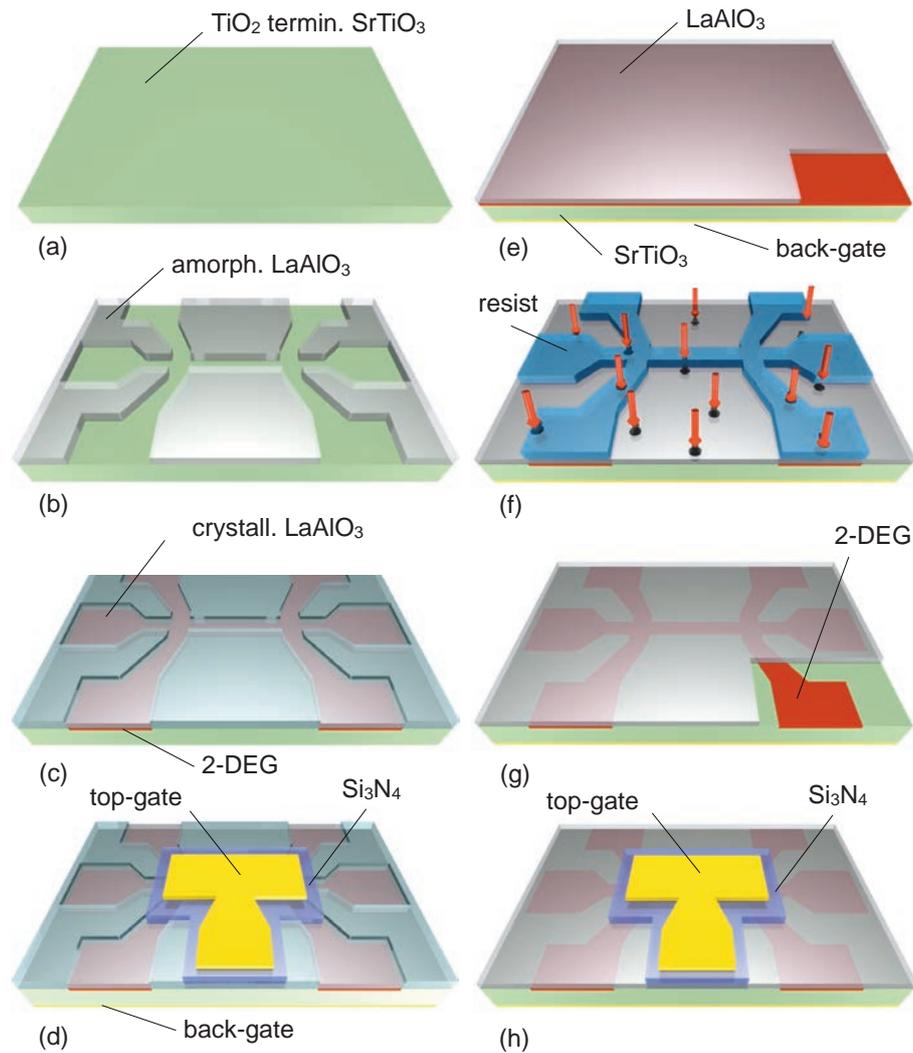


FIGURE 2.1 – Schéma récapitulatif des étapes de fabrication. Colonne de gauche (a-b-c-d) : méthode du  $\text{LaAlO}_3$  amorphe : (a) Étape 1 : Terminaison du substrat ; (b) Étape 2 : Dépôt de  $\text{LaAlO}_3$  amorphe ; (c) Étape 3 : Croissance du  $\text{LaAlO}_3$  cristallin ; (d) Étapes 5, 6 et 7 : dépôt d'une Back Gate, du diélectrique et d'une Top Gate. Colonne de droite (e-f-g-h) : méthode de l'implantation ionique : (e) Étape 3 : Croissance du  $\text{LaAlO}_3$  cristallin ; (f) et (g) Étape 4 : Implantation ionique ; (h) Étapes 5, 6 et 7 : dépôt d'une Back Gate, du diélectrique et d'une Top Gate.

### 2.1.3 LaAlO<sub>3</sub> amorphe

Cette méthode consiste à définir sur le substrat de SrTiO<sub>3</sub> terminé TiO<sub>2</sub>, avant la croissance proprement dite, un masque de LaAlO<sub>3</sub> sous forme amorphe déposé à température ambiante et défini à l'aide d'une résine par lithographie optique standard. L'intérêt est que le dépôt de LaAlO<sub>3</sub> amorphe résiste aux hautes températures requises pour la croissance du LaAlO<sub>3</sub> cristallin, contrairement aux résines lithographiques. Le LaAlO<sub>3</sub> déposé sur la couche de LaAlO<sub>3</sub> amorphe reste alors amorphe, et le substrat demeure isolant, tandis que celui déposé sur le substrat de SrTiO<sub>3</sub> non recouvert croît sous forme cristalline, créant un gaz d'électrons conducteur à l'interface. La colonne de gauche de la figure 2.1 montre le schéma de principe de cette méthode, qui comporte précisément les étapes suivantes :

#### Étape 1 : Terminaison TiO<sub>2</sub> du substrat

- Nettoyage eau DI 15min dans un bain à ultra-sons thermostaté à 50 – 60°C
- Traitement par une solution d'acide fluorhydrique bufferisée (BHF) (ref. : BE 7-1 NC1) pendant 40sec
- Recuit dans un four pendant 3h à 1000°C sous  $P_{O_2} = 1\text{atm}$
- Rinçage eau DI 30min dans un bain à ultra-sons thermostaté à 50 – 60°C
- Séchage azote

#### Étape 2 : Dépôt de LaAlO<sub>3</sub> amorphe

- Lithographie optique d'une résine AZ 2021 (négative) d'épaisseur 2,1 $\mu\text{m}$  :
  - Nettoyage acétone + ultrasons 5min
  - Rinçage isopropanol + ultrasons 5min
  - Déshydratation 100°C pendant 2min
  - Spin-Coating 4000 tours/min - 4000 tours/min/s - 30 sec d'une résine AZ 2021 obtenue par dilution de 100g de résine AZ 20XX + 33g de solvant PGMEA (AZ EBR solvant)
  - Insolation à  $\lambda = 365 - 400\text{nm}$  puissance 6mW.cm<sup>-2</sup> pendant 10 sec
  - Recuit 110°C pendant 2min
  - Développement AZ 726 MIF pendant 1min
  - Rinçage eau DI
  - Séchage azote
- Dépôt de LaAlO<sub>3</sub> amorphe par PLD à température ambiante sous  $P_{O_2} = 2 \times 10^{-4}\text{mbar}$
- Lift-off acétone chaud + soufflage pipette dans 3 bains successifs

#### Étape 3 : Croissance du LaAlO<sub>3</sub> cristallin

- Chauffage à 25°C.min<sup>-1</sup> sous  $P_{O_2} = 2 \times 10^{-4}\text{mbar}$
- Dépôt de LaAlO<sub>3</sub> par PLD à  $T = 650^\circ\text{C}$  sous  $P_{O_2} = 2 \times 10^{-4}\text{mbar}$
- Refroidissement à 25°C C.min<sup>-1</sup> sous  $P_{O_2} = 1 \times 10^{-1}\text{mbar}$
- Recuit à  $T = 500^\circ\text{C}$  pendant 30min sous  $P_{O_2} = 400\text{mbar}$
- Refroidissement à 25°C.min<sup>-1</sup> jusqu'à température ambiante
- Attente 30min sous  $P_{O_2} = 400\text{mbar}$  avant remise sous vide

### 2.1.4 Implantation ionique

On part cette fois d'une interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> conductrice sur toute la surface du substrat, fabriquée à l'aide des étapes 1 et 3 (sans l'étape 2) de la méthode précédente. On

dépose alors une résine lithographique sur les zones que l'on souhaite conserver conductrices, et on bombarde l'échantillon d'ions  $O^+$  accélérés à 50keV au laboratoire de l'InESS à Strasbourg. L'implantation induit suffisamment de défauts pour rendre isolantes les zones non protégées par la résine, tandis que les zones protégées demeurent conductrices. Le schéma de principe de la méthode est montré sur la figure 2.1. Elle comporte les étapes suivantes :

**Préparation du gaz d'électron** : Identique aux étapes 1 et 3 du paragraphe 2.1.3

#### Étape 4 : Implantation ionique

- Lithographie optique d'une résine AZ5214 (positive) d'épaisseur  $1,4\mu\text{m}$  :
  - Rinçage acétone + isopropanol
  - Séchage azote
  - Déshydratation  $110^\circ\text{C}$  pendant 2min
  - Spin-Coating 4000 tours/min - 4000 tours/min/s - 30 sec de résine AZ5214
  - Insolation à  $\lambda = 365 - 400\text{nm}$  puissance  $6\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$  pendant 6 sec
  - Développement AZ 726 MIF pendant 30 sec
- Implantation  $O^+$  à 50keV dose  $5 \times 10^{12}\text{ions}\cdot\text{cm}^{-2}$ , courant  $< 0,1\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$
- Nettoyage acétone chaud + ultrason

Lors de l'implantation, le courant d'ions  $O^+$  ne doit pas dépasser  $0,1\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  afin d'éviter tout chauffage de l'échantillon. Un thermomètre placé sur un substrat de silicium dans les mêmes conditions que l'échantillon a montré que sa température ne dépassait pas  $70^\circ\text{C}$  lors de l'implantation à ce courant, ce qui est suffisamment bas pour éviter toute création de lacunes d'oxygène.

### 2.1.5 Doses d'implantation

Cette section décrit plus précisément l'effet de l'implantation ionique sur l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ .

**Taux de défauts** :

À l'aide du logiciel SRIM (Stopping and Range of Ions in Matter), on peut reproduire la trajectoire d'un grand nombre d'ions  $O^+$  dans la structure cristalline par simulation Monte-Carlo. En étudiant leur distribution statistique, on peut calculer leur profondeur moyenne de pénétration, ainsi que le Déplacement moyen Par Atome (dpa), soit le nombre de défauts induits rapportés au nombre d'atomes dans la structure. Un dpa de 1 signifie que chaque atome du cristal a été en moyenne déplacé une fois. On peut estimer qu'un matériau est rendu totalement amorphe par implantation si le dpa est supérieur à 0,1, soit 1 atome déplacé sur 10. SRIM nous donne le déplacement par atome et par Angström en fonction de la profondeur, appelé  $c(\text{dep}\cdot\text{at}^{-1}\cdot\text{\AA}^{-1})$ . Le dpa est alors proportionnel à  $c$  et à la dose d'implantation, selon la formule 2.1 :

$$\text{dpa} = \frac{c(\text{dep}\cdot\text{at}^{-1}\cdot\text{\AA}^{-1})10^8}{\text{densité}(\text{atomes}\cdot\text{cm}^{-3})}\text{dose}(\text{ions}\cdot\text{cm}^{-2}) \quad (2.1)$$

Pour des ions  $O^+$  d'énergie 50keV pénétrant dans du  $\text{SrTiO}_3$ , la valeur moyenne de  $c$  sur une profondeur de 10nm (extension typique du gaz 2D) est de  $0,25\text{dep}\cdot\text{at}^{-1}\cdot\text{\AA}^{-1}$ . La densité du  $\text{SrTiO}_3$  vaut  $5,11\text{atomes}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

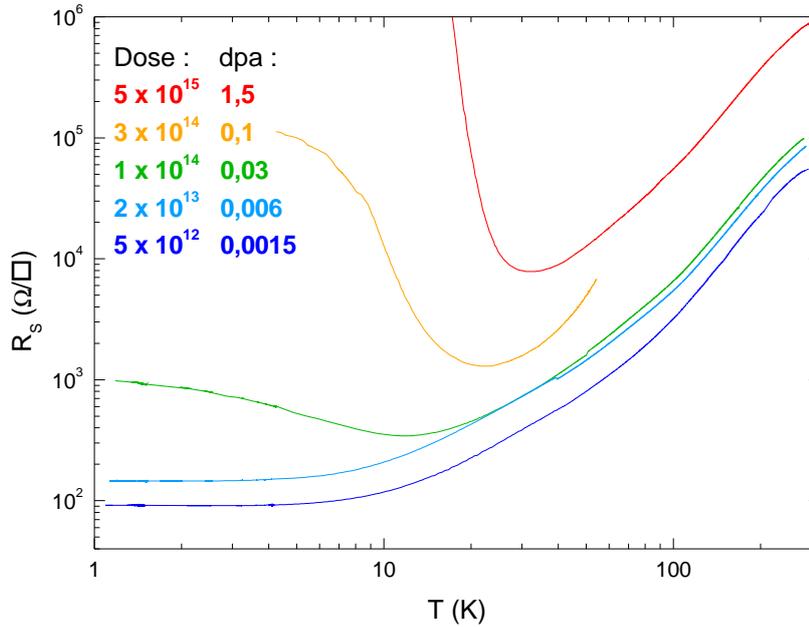


FIGURE 2.2 – Évolution en température de la résistance par carré de canaux définis par implantation d'ions O<sup>+</sup> pour différentes doses (en ions.cm<sup>-2</sup>), et dpa correspondant.

### Transition isolante :

La dose d'implantation retenue doit permettre de rendre la matrice implantée isolante à basse température, tout en définissant des canaux conducteurs ayant les mêmes propriétés de transport qu'une interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> non lithographiée, c'est-à-dire, la même résistance par carré à basse température, et le même comportement en température (métallique puis localisation faible).

Nous avons défini des canaux de 10 μm de large (ou moins pour certains échantillons) par implantation ionique sur des couches de LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> (10u.c.) pour une large gamme de doses d'implantation, de 5 × 10<sup>12</sup> à 5 × 10<sup>15</sup> ions.cm<sup>-2</sup>. Les échantillons de dose supérieure à 3 × 10<sup>14</sup> ions.cm<sup>-2</sup> ont un comportement isolant à basse température. L'échantillon de dose 1 × 10<sup>14</sup> ions.cm<sup>-2</sup> est bien métallique (sa résistance décroît lorsque la température diminue), mais sa résistance par carré à basse température (1kΩ/□) est 10 fois plus élevée que pour un échantillon non implanté (100Ω/□). Les échantillons de doses 2 × 10<sup>13</sup> et 5 × 10<sup>12</sup> ions.cm<sup>-2</sup> sont bien métalliques et localisent faiblement à basse température avec une résistance de 100Ω/□. À 5 × 10<sup>12</sup> ions.cm<sup>-2</sup> cependant, la matrice implantée n'est plus isolante à 300K, mais le demeure à basse température. Les mesures sont présentées sur la figure 2.2.

### Topographie :

La pénétration latérale des ions O<sup>+</sup> calculés par SRIM (50nm) est bien inférieure à la largeur des canaux protégés par la résine (10 μm). D'autre part, la résine est bien plus

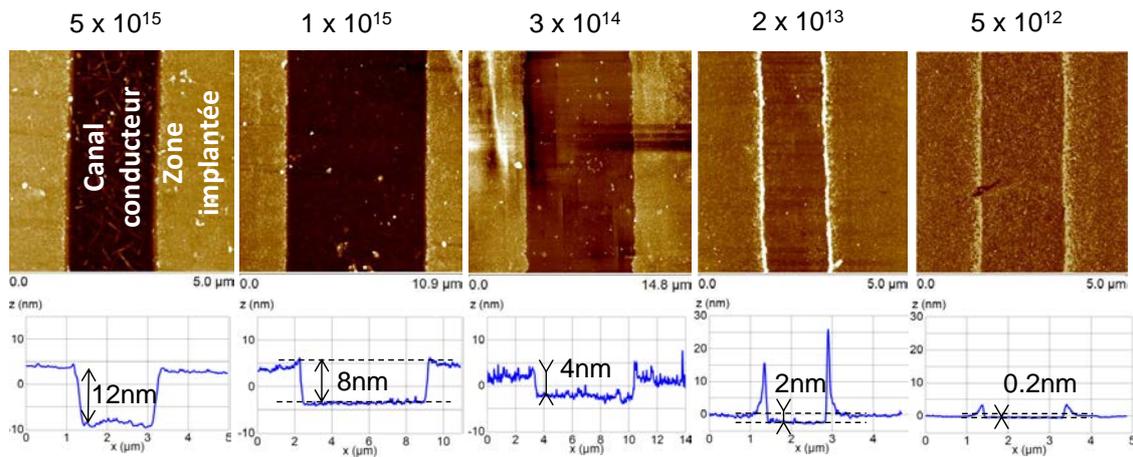


FIGURE 2.3 – En haut : Images de topographie par AFM des canaux conducteurs (zones sombres, plus basses) et des zones implantées (zones claires, plus hautes) pour des doses de  $1 \times 10^{15}$  à  $5 \times 10^{12}$  ions.cm<sup>-2</sup>. En bas : vue en coupe représentant la hauteur  $z$ (nm) de la pointe de l’AFM en fonction de son déplacement latéral  $x$ ( $\mu$ m) (courbes bleues), et hauteur de la marche correspondante.

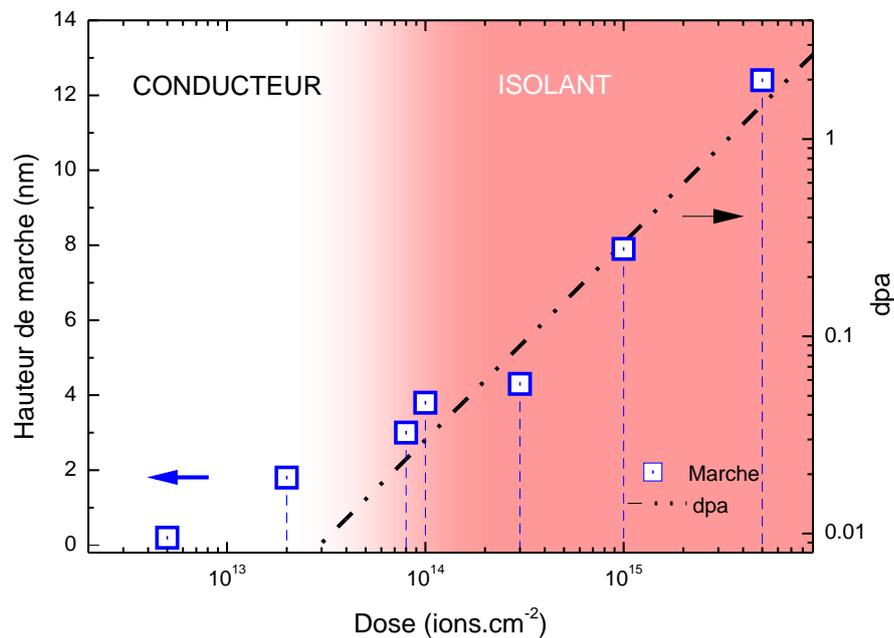


FIGURE 2.4 – Hauteur de la marche entre zones implantée et protégée mesurée par AFM (axe gauche, en bleu) et dpa (axe droit, en noir) en fonction de la dose d’implantation, et comportement à basse température des canaux protégés : isolant pour des doses supérieures à  $1 \times 10^{14}$  ions.cm<sup>-2</sup> (zone rosée), conducteur en-deçà (zone blanche).

épaisse ( $1,4\mu\text{m}$ ) que la profondeur de pénétration des ions  $\text{O}^+$  ( $150\text{nm}$ ). Il est donc surprenant qu'une dose trop forte dégrade les propriétés du canal conducteur.

En observant la topographie des échantillons implantés par microscopie à force atomique (Atomic Force Microscopy, AFM), nous nous sommes aperçus que l'implantation d'ions  $\text{O}^+$  provoque un gonflement de surface de la zone implantée, dont la hauteur croît avec la dose. Le graphe 2.3 montre les images AFM et la mesure de la hauteur de marche correspondante pour les différentes doses, qui sont résumés sur le graphe 2.4. Pour la dose  $5 \times 10^{12}$  ions. $\text{cm}^{-2}$ , la marche est quasiment invisible et le gonflement a pratiquement disparu.

Il est probable qu'à basse température, ces zones "gonflées", partiellement amorphes, se dilatent différemment des zones non implantées, cristallines, et compriment les canaux cristallins, au point de les rendre isolants sous la contrainte ou par l'induction de fissures. L'origine exacte de ce phénomène reste inconnue. Cependant, la correspondance entre la dose critique (autour de  $1 \times 10^{13}$  ions. $\text{cm}^{-2}$ ) en-dessous de laquelle l'interface conserve ses propriétés de transport et celle à laquelle les gonflements disparaissent indique que ces deux transitions sont vraisemblablement liées.

### Conclusion :

En conclusion de cette étude, nous avons montré qu'il est possible de définir des canaux conducteurs de  $10\mu\text{m}$  de large présentant les mêmes propriétés de transport qu'une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  non lithographiée en rendant les zones environnantes isolantes par implantation d'ions  $\text{O}^+$  à  $50\text{keV}$  avec une dose optimale de  $5 \times 10^{12}$  ions. $\text{cm}^{-2}$ .

On remarquera qu'une telle dose est bien trop faible pour rendre le matériau amorphe à proprement parler (dpa de 0,0015). Il est alors plus judicieux de penser que la matrice implantée devient isolante par l'induction de défauts provoquant une localisation forte de ses porteurs libres, plutôt que par une modification de sa structure cristalline.

#### 2.1.6 Back Gate

Une fois les canaux conducteurs définis, une Back Gate métallique est évaporée à l'arrière du substrat de  $\text{SrTiO}_3$ , selon l'étape suivante :

##### Étape 5 : Dépôt d'une Back Gate métallique

- Spin-Coating 4000 tours/min - 4000 tours/min/s - 30 sec de PMMA sur la face avant pour protéger la surface de l'échantillon
- Cuisson à  $110^\circ\text{C}$  pendant 15min sur un substrat de silicium propre
- On colle la face avant de l'échantillon sur un substrat de silicium propre (côté rugueux) avec une goutte de PMMA
- Cuisson à  $110^\circ\text{C}$  pendant 15min
- Dépôt de Cr 5nm + Au 50nm sur la face arrière par évaporation par effet Joule
- On décolle l'échantillon avec une lame de rasoir propre, sans toucher la face avant
- Nettoyage de la face avant par acétone chaud + pipette dans 3 bains successifs
- Rinçage isopropanol
- Séchage azote

### 2.1.7 Top Gate

Pour les mesures en Top Gate présentées au chapitre 4, on dépose ensuite une Top Gate métallique, séparée par un diélectrique, sur le motif mesuré — une barre de Hall de  $10\mu\text{m}$  de large et  $30\mu\text{m}$  de long —, selon le schéma présenté en figure 2.5.

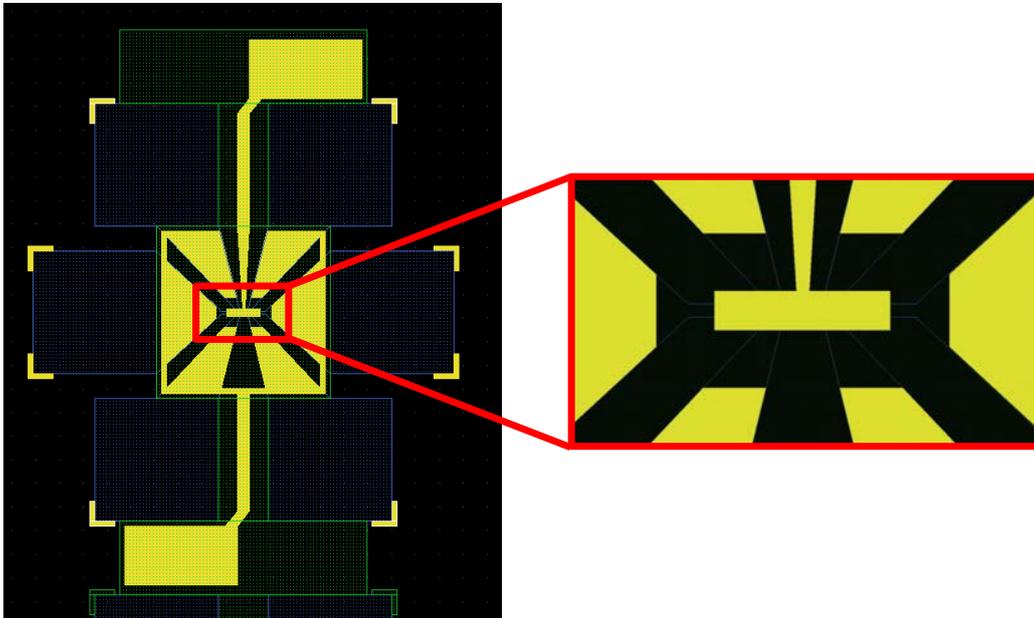


FIGURE 2.5 – Schéma en vue globale et zoom du motif mesuré, une barre de Hall de  $30 \times 10\mu\text{m}$  recouverte d'une Top Gate. Le gaz d'électron est représenté en bleu, le diélectrique en vert et la Top Gate en jaune.

En voici les étapes :

#### Étape 6 : Dépôt du diélectrique

- Lithographie optique d'une résine AZ 2021 (négative) d'épaisseur  $2,1\mu\text{m}$  (idem Étape 2)
- Dépôt de  $500\text{nm}$  de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  au LPN-Marcoussis par pulvérisation cathodique radiofréquence magnétron, sur cible de sicilium pur sous  $P = 1 \times 10^{-2}\text{mbar}$  d'un mélange Ar (67,5%) -  $\text{N}_2$  (32,5%), puissance 200W pendant 5h, échauffement à  $80^\circ\text{C}$  maximum.
- Lift-off acétone chaud + soufflage pipette dans 3 bains successifs
- Rinçage isopropanol
- Séchage azote

#### Étape 7 : Dépôt d'une Top Gate

- Lithographie optique d'une résine AZ 2021 (négative) d'épaisseur  $2,1\mu\text{m}$  (idem Étape 2)
- Dépôt de Ti 10nm + Au 200nm sur bâti Plassys à l'université Paris 7 par évaporation par canon à électrons
- Lift-off acétone chaud + agitation à la pipette dans 3 bains successifs
- Rinçage isopropanol
- Séchage azote

## 2.1.8 Choix du diélectrique

### 2.1.8.1 Oxyde de silicium $\text{SiO}_2$

L'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  est un candidat naturel car il est couramment utilisé pour la réalisation de transistors MOSFET à base de Silicium. Nous avons réalisé des dispositifs Top Gate à base de  $\text{SiO}_2$  qui permettent de moduler la résistance de l'échantillon de façon réversible en Top Gate et en Back Gate jusqu'à le rendre isolant ( $R_S > 1\text{M}\Omega/\square$ ) comme le montre le graphe  $R_S(V_{BG}, V_{TG})$  2.6. Leur caractéristique courant-tension présente une transition métal-isolant de type transistor en Top Gate, comme le montre le graphe 2.7.

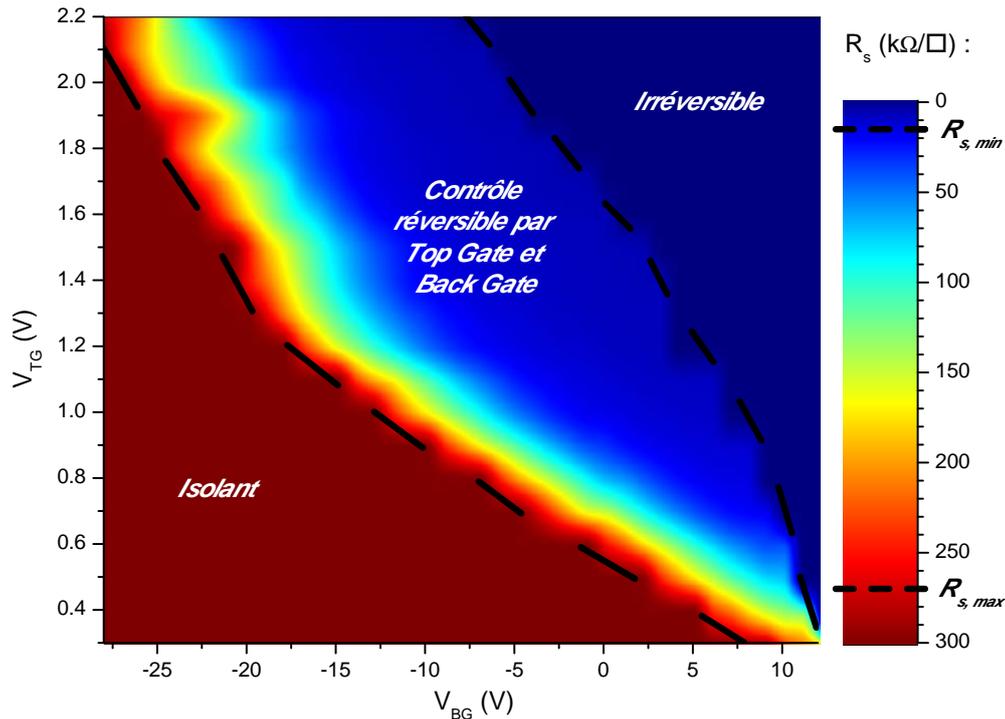


FIGURE 2.6 – Résistance par carré  $R_S$  à  $T = 4,2\text{K}$  d'un canal de  $10\mu\text{m}$  défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe, recouvert de  $200\text{nm}$  de  $\text{SiO}_2$  et d'une Top Gate métallique.  $R_S$  peut être réglée de manière réversible par les voltages appliqués sur la Back Gate  $V_{BG}$  et la Top Gate  $V_{TG}$  entre  $R_{S,min} = 15\text{k}\Omega/\square$  et  $R_{S,max} = 270\text{k}\Omega/\square$ . Au-delà de  $R_{S,max}$ , l'échantillon devient isolant. En-deçà de  $R_{S,min}$ , la résistance sature à  $15\text{k}\Omega/\square$  et le comportement en grille devient irréversible.

Cependant, la résistance par carré des ces dispositifs est étonnamment élevée, ne descendant pas en-dessous de  $15\text{k}\Omega/\square$  à basse température. En particulier, ces échantillons ne sont jamais supraconducteurs. La stoechiométrie en oxygène de la couche de  $\text{LaAlO}_3$  a pu être perturbée au cours du dépôt qui se fait sous atmosphère d'oxygène. Une oxydation partielle ou une modification de la quantité de lacunes d'oxygène n'est pas à exclure. Il est possible aussi que le gaz d'électrons situé à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  soit sensible aux états de surface de la couche de  $\text{LaAlO}_3$ , comme le suggèrent le scénario de la catastrophe polaire [128] et les expériences menées avec différents adsorbats à la surface d'une couche de  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [174]. Ces états de surface pourraient être modifiés par le dépôt de  $\text{SiO}_2$ , perturbant les propriétés de transport du gaz 2D.

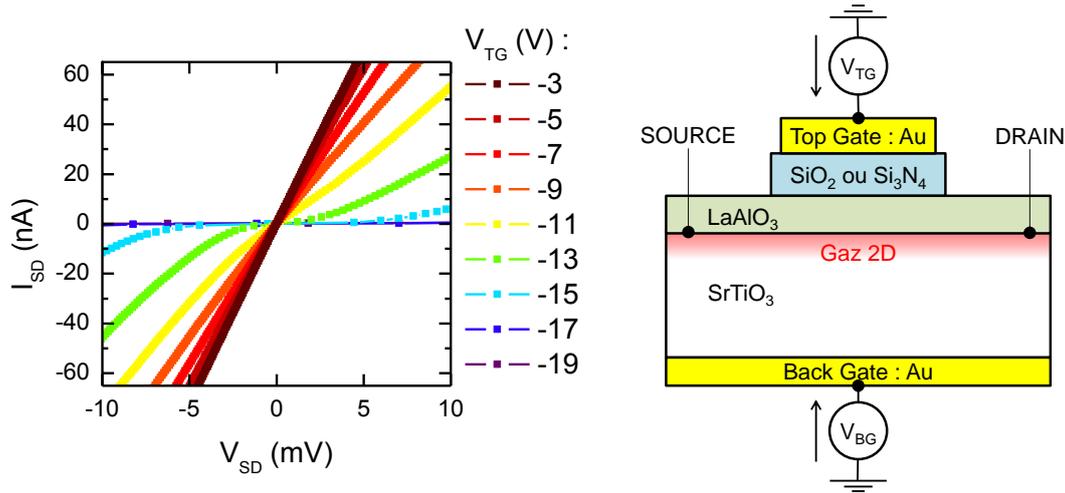


FIGURE 2.7 – À gauche : caractéristiques courant-tension à  $T = 4,2\text{K}$  du même échantillon pour différentes Top Gate, montrant une transition métal-isolant en  $V_{TG}$ . À droite : schéma du dispositif en configuration transistor.

### 2.1.8.2 Nitrure de silicium $\text{Si}_3\text{N}_4$

La figure 2.8 montre, sur les échantillons B et C (différents de ceux présentés précédemment à la figure 2.2), qu'un dépôt par pulvérisation cathodique à température ambiante d'une couche de 500nm de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  détaillé à l'étape 6 permet de conserver les propriétés du gaz 2D quelle que soit la méthode de définition des canaux : la résistance par carré "as grown" (avant toute application d'une tension de grille) de  $700\Omega/\square$  à basse température est quasi identique à sa valeur pleine plaque avant lithographie, ainsi que la  $T_C$  (200mK) et que l'allure générale de la transition. Elle permet de soutenir des tensions de Top Gate de plus de 100V avec un courant de fuite négligeable ( $< 0,1\text{nA}$ ). N'étant pas un oxyde contrairement à  $\text{SiO}_2$ , le  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ne semble pas perturber les états de surface et diminue le risque d'oxydation du  $\text{LaAlO}_3$ . Les résultats obtenus avec  $\text{Si}_3\text{N}_4$  sont présentés en détail au chapitre 4.

### 2.1.9 Récapitulatif des échantillons

Échantillon	Origine	$\text{LaAlO}_3$	Structuration	Top Gate
A	UMR CNRS-Thalès	7u.c.	$\text{LaAlO}_3$ amorphe	aucune
B	UMR CNRS-Thalès	8u.c.	$\text{LaAlO}_3$ amorphe	$\text{Si}_3\text{N}_4$ 500nm + Top Gate Au
C	UMR CNRS-Thalès	8u.c.	Implantation ionique	$\text{Si}_3\text{N}_4$ 500nm + Top Gate Au

TABLE 2.1 – Récapitulatif des échantillons utilisés. Chacun est constitué d'un motif en barre de Hall de  $30 \times 10\mu\text{m}$ .

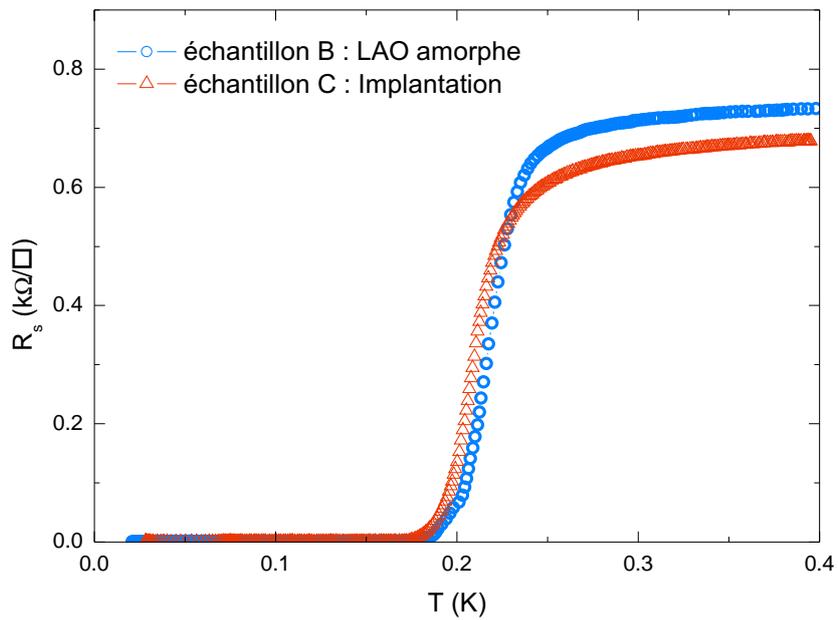


FIGURE 2.8 – Transition supraconductrice "as grown" (avant toute application d'une tension de grille) pour les échantillons B (défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe) et C (défini par implantation ionique), chacun constitué d'un motif en barre de Hall de  $30 \times 10 \mu\text{m}$  recouverts de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et d'une Top Gate.

## 2.2 Montage expérimental

### 2.2.1 Mesure de transport à basse température

L'échantillon est polarisé en courant DC à l'aide d'une source de tension (Yokogawa 7565) placé en série avec une résistance de polarisation  $R_{polar} = 10\text{M}\Omega$  très grande devant la résistance de l'échantillon. Le courant est mesuré par un voltmètre (Keithley 2700) placé aux bornes d'une résistance de lecture  $R_I = 100\text{k}\Omega$  placée en série. La résistance de l'échantillon est mesurée selon un montage 4 points permettant de s'affranchir des résistances de contact des microsoudures ainsi que des amenées de courant lithographiées sur le gaz 2D. La tension aux bornes de l'échantillon est mesurée par un voltmètre (Keithley 2000). Pour les mesures de courant et de tension, le signal est amplifié 1000 fois à l'aide d'un amplificateur bas bruit (Stanford) et filtré avec un filtre passe-bas [0 ; 1kHz] intégré à l'amplificateur avant d'être mesuré.

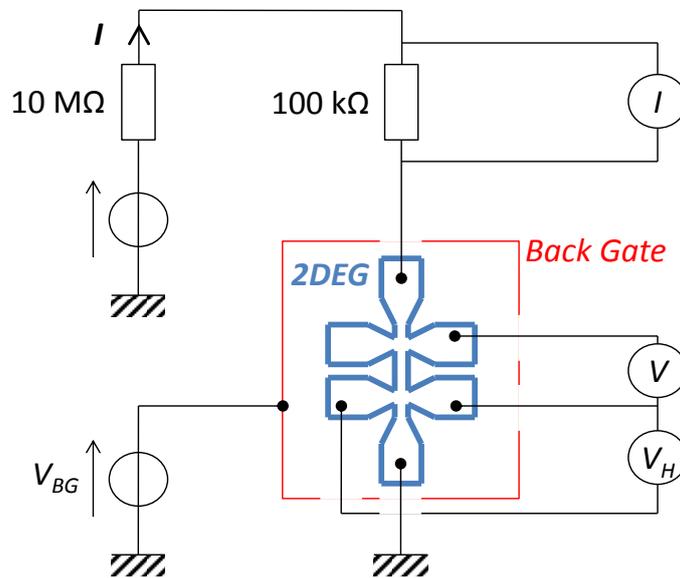


FIGURE 2.9 – Schéma du montage pour les mesures de résistance et d'effet Hall.

Pour les mesures de résistance en fonction de la température de la transition supraconductrice, nous avons vérifié que le courant  $I = 1\text{nA}$  est suffisamment faible pour éviter tout effet de chauffage électronique. Pour s'affranchir des f.e.m thermiques des fils le long du cryostat, la résistance est toujours mesurée comme la moyenne de la résistance à  $+I$  et  $-I$ , avec un temps d'attente de 1s entre l'inversion du courant et la mesure pour assurer la stabilisation du gaz et éviter tout effet de chauffage dû au changement de polarité.

Pour les mesures de Hall et de magnétorésistance (prises à  $T = 5\text{K}$ ), le courant est fixé à  $I = 300\text{nA}$  pour diminuer le bruit. La tension de Hall est mesurée exactement comme la tension longitudinale.

## 2.2.2 Mesure d'échappement

On présente ici le montage utilisé pour les mesures de courant d'échappement décrits dans la section 3.3.

Les distributions de courant d'échappement (Switching Current Distribution, SCD) sont obtenues en mesurant 10 000 évènements d'échappement. Pour chaque valeur de grille et de température, on mesure d'abord une courbe  $I - V$  complète dont on extrait le courant d'échappement  $I_S$ . Ensuite, pour chaque évènement on applique la procédure suivante :

- Attente de 50ms à  $I = 0$  pour remettre le gaz dans l'état supraconducteur ( $V = 0$ ).
- Attente de 50ms à  $0,9 \times I_S$ .
- Rampe linéaire de courant à la vitesse  $\frac{dI}{dt} = 50\text{nA}\cdot\text{s}^{-1}$  de  $0,9 \times I_S$  jusqu'à détecter une tension  $V > V_{seuil}$  ou atteindre  $I_{max}$ .
- Attente de 50ms à  $I_{max} = 600\text{nA} \gg I_S$  pour stabiliser le gaz dans l'état résistif.

La durée totale d'une rampe est d'environ 1s. Le temps d'attente de 50ms est suffisamment grand devant le temps de stabilisation des instruments (20ms, mesuré à l'oscilloscope).

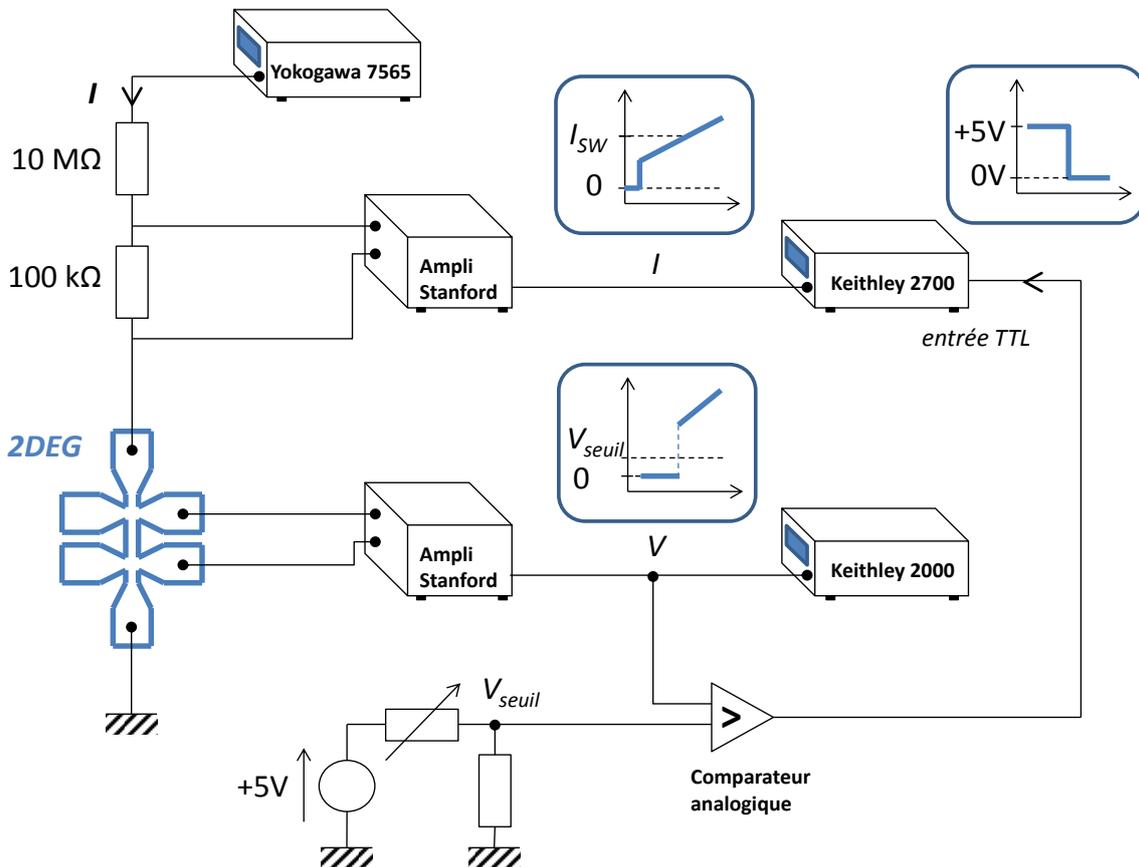


FIGURE 2.10 – Schéma du montage pour les mesures de courant d'échappement.

La rampe de courant est assurée par une rampe de tension interne du Yokogawa 7565. La linéarité de cette rampe contrôlée par un oscilloscope est bonne à la vitesse de rampe de  $50\text{nA}\cdot\text{s}^{-1}$ .

La détection d'un évènement d'échappement est assurée par un comparateur analogique : un amplificateur opérationnel compare la tension  $V$  aux bornes de l'échantillon à un signal  $V_{seuil}$  fourni par une alimentation stabilisée 5V et un montage diviseur de tension avec une résistance réglable. Le signal de sortie du comparateur passe de +5V à 0V lorsque  $V > V_{seuil}$  : ce front descendant déclenche la mesure du courant  $I = I_{SW}$  par le Keithley 2700 par une entrée logique TTL. Le temps de réaction du comparateur analogique est très faible, typiquement de 500ns. Le temps écoulé entre l'envoi du front descendant et la mesure par le Keithley 2700 est bien plus long, 20ms, à cause de son électronique interne.

La température est stabilisée à 0,2mK près par un contrôleur Proportionnel-Dérivée-Intégral (PID) contrôlant une résistance de chauffage. Une moyenne courante sur 1000 valeurs de  $I_{SW}$  consécutives est soustraite aux mesures pour s'affranchir d'une éventuelle dérive au cours du temps du courant critique. Les évènements d'échappement aberrants trop éloignés de  $\langle I_{SW} \rangle$ , dus à du bruit externe, sont écartés des statistiques.

La résistance des fils du cryostat ( $130\Omega$ ) et la capacité qu'ils forment avec la masse de celui-ci ( $\sim 1\text{nF}$ ) constituent un filtre RC passe-bas à basse température, de fréquence de coupure  $\sim 10\text{MHz}$ . Des filtres haute température à l'entrée du cryostat évitent la pollution électromagnétique par l'environnement.

Le bruit de mesure de ce montage, caractérisé à l'oscilloscope en mettant une rampe linéaire directement à l'entrée du comparateur, est de 0,4nA sur la mesure de  $I_{SW}$ , essentiellement à cause des délais internes de l'électronique des Yokagawa 7565 et des Keithleys. C'est délétère pour la détermination des moments d'ordre supérieurs à 2 de la SCD (en particulier, l'asymétrie ne peut pas être extraite de manière fiable), mais suffisant pour la mesure des écarts-type, car ceux-ci sont toujours supérieurs à 1nA.

## Chapitre 3

# Supraconductivité bidimensionnelle inhomogène

Diverses expériences ont mis en évidence le rôle des inhomogénéités dans les interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . Lara Benfatto et al [22] ont montré que la transition supraconductrice en température pouvait bien se comprendre par le modèle de Berezinskii, Kosterlitz et Thouless (BKT) à condition d'y inclure une distribution inhomogène de rigidité de phase. Kalisky et al [85] ont effectivement mesuré une conductivité inhomogène à l'échelle du micron ou inférieure, liée à la transition tétragonale du  $\text{SrTiO}_3$  [78] (cf paragraphe 1.2.4). Outre ces inhomogénéités spatiales, il a été proposé qu'une séparation de phase électronique prenne place à l'interface sous l'effet du couplage Rashba [43] ou bien liée à la forme du puits quantique [137]. Dans l'équipe, nous avons montré (Biscaras et al, PRL 2012 [32]) que la supraconductivité était en effet liée à l'apparition de porteurs de haute mobilité, dont la densité (environ un dixième des électrons) est cohérente avec les mesures de densité superfluide par Bert et al [26]. Finalement, l'analyse de la transition supraconducteur - isolant en champ magnétique par notre équipe (Biscaras et al, Nat. Mat. 2013 [31]) indique que le gaz se comporte comme un réseau inhomogène de jonctions Josephson, selon le modèle de Spivak, Oreto et Kivelson (SOK) [158], illustré sur la figure 3.1.

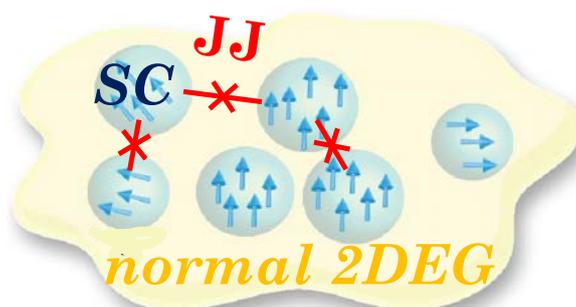


FIGURE 3.1 – Schéma du scénario SOK d'un réseau inhomogène de flaques supraconductrices (en bleu, les flèches représentant la phase supraconductrice) couplées par effet Josephson à travers un gaz 2D métallique (en jaune). D'après [31].

De ce contexte, il se dégage la vision d'une transition supraconductrice en deux dimensions gouvernée par les fluctuations de phase, selon le modèle d'équilibre thermodynamique  $XY$ , qui régit tant la physique BKT que celle d'un réseau de jonctions Josephson. L'interface serait alors formée d'un réseau inhomogène de flaques supraconductrices — constituées par les porteurs les plus mobiles, qui seuls condensent, soit un dixième des

électrons environ —, couplées par effet de proximité à travers une matrice métallique 2D — formée par la majorité des électrons, moins mobiles, qui ne deviennent jamais supraconducteurs même à 0K —. La répartition de ces flaques pouvant être soit statique, liée à des inhomogénéités spatiales — domaines tétragonaux du  $\text{SrTiO}_3$ , inhomogénéité de dopage, condensation autour de défauts ponctuels — ; soit dynamique, dues à un mécanisme intrinsèque de fluctuation de densité, qui peuvent être fortes à l'interface car l'on est très proche de la transition supraconducteur-isolant — le  $\text{SrTiO}_3$  étant le supraconducteur le plus dilué connu.

Dans ce chapitre, nous proposons d'étudier cette supraconductivité inhomogène par trois approches différentes. La première section présente l'analyse de la transition en température selon le modèle BKT proposé par Benfatto et al [22], ce qui permet d'extraire des informations sur la distribution inhomogène de rigidité, et en particulier sur sa dépendance en grille. Dans la deuxième section, on étudie la transition supraconducteur - isolant induite par le champ magnétique selon l'analyse par le groupe de renormalisation, qui montre que le modèle SOK proposé dans la référence [31] est bien général aux interfaces  $\text{LaX}(X = \text{Al}, \text{Ti})\text{O}_3/\text{SrTiO}_3$ . Celles-ci se comportant comme un réseau de jonctions Josephson, nous nous sommes finalement proposé d'étudier ses caractéristiques courant-tension et la distribution statistique du courant critique dans le cadre du modèle RCSJ, qui sera présenté dans la troisième et dernière section.

Toutes les mesures présentées dans ce chapitre ont été prises sur le même échantillon A, constitué d'un canal de  $30 \times 10\mu\text{m}$  défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe, et contrôlé par une Back Gate (sans Top Gate) entre  $V_{BG} = -35\text{V}$  et  $+20\text{V}$ .

### 3.1 Transition supraconductrice de Berezinskii-Kosterlitz-Thouless inhomogène

Dans une interface LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub>, la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi_0 \approx 70\text{nm}$  est bien plus grande que l'épaisseur du gaz 2D  $d \leq 10\text{nm}$ . Dans cette limite bidimensionnelle, la transition supraconductrice doit donc en théorie obéir au modèle de Berezinskii, Kosterlitz et Thouless [24, 23, 92] (dit BKT), comme l'ont suggéré Reyren et al [148]. Lara Benfatto et al [22] ont montré que les mesures de résistance en fonction de la température pouvaient en effet être ajustées par le modèle BKT, à condition d'y inclure une distribution inhomogène de la rigidité de phase. Dans cette section, nous détaillerons le modèle utilisé, et nous montrerons qu'on peut l'appliquer à nos mesures et en tirer des informations sur la distribution d'inhomogénéités à l'interface.

#### 3.1.1 Fluctuations de densité supraconductrice : modèle d'Aslamazov-Larkin

Dans un supraconducteur, la suppression de la résistance à  $T < T_C$  est due à la formation de paires de Cooper condensées dans un état de type BCS. À  $T > T_C$  par contre, lorsque l'on approche de la température supraconductrice, des paires de Cooper commencent à se former mais celles-ci ne sont pas stables dans le temps et dans l'espace : elles sont rapidement détruites par les fluctuations thermiques. La densité d'électrons supraconducteurs est décrite par des fluctuations gaussiennes, qui apportent une contribution à la conductivité appelée paraconductivité. Celle-ci est donnée par la formule d'Aslamazov-Larkin, dite AL [12] [42] :

$$\begin{aligned}\Delta\sigma_{2D}^{\text{AL}} &= \frac{e^2}{16\hbar d\epsilon} \\ \Delta\sigma_{3D}^{\text{AL}} &= \frac{e^2}{32\hbar\xi_0\sqrt{\epsilon}}\end{aligned}\tag{3.1}$$

où  $\epsilon = (T - T_C)/T_C$  proche de la transition dans la théorie de Landau (ou bien  $\epsilon = \ln(T/T_C) \approx (T - T_C)/T_C$  dans la théorie BCS),  $d$  est l'épaisseur du matériau 2D et  $\xi_0$  est la longueur de cohérence supraconductrice. La conductivité totale du matériau est alors donnée par  $\sigma(T) = \sigma_{\text{normal}} + \Delta\sigma^{\text{AL}}$ . Pour un gaz 2D supraconducteur faiblement localisé ( $\sigma_{\text{normal}} \approx \text{constante}$ ), on peut donc écrire la résistance par carré  $R_S = \rho/d$  à  $T \gtrsim T_C$  sous la forme :

$$R_S(T) = R_N \left( 1 - \frac{R_N}{R_C} \frac{1}{16} \frac{T_C}{T - T_C} \right)\tag{3.2}$$

où  $R_N$  représente la résistance par carré du gaz 2D dans l'état normal, et  $R_C = \hbar/e^2 = 4114\Omega$  est le quantum de résistance.

Si l'on essaye d'ajuster cette formule à nos mesures, le résultat n'est pas satisfaisant, comme le montre la figure 3.2 : à  $V_{BG} = -5\text{V}$  où la  $T_C$  est maximale et la transition la plus raide, la formule (3.2) donne une transition beaucoup trop raide pour reproduire les mesures. La paraconductivité d'Aslamazov-Larkin seule ne permet donc pas d'expliquer la transition supraconductrice observée.

En réalité, cette expression de la paraconductivité à 2D est valable pour des systèmes quasi-bidimensionnels, ce qui pourrait par exemple être le cas d'un cuprate à haute tem-

pérature critique fait d'empilements de plans CuO supraconducteurs, comme le suggèrent certaines études [42]. Pour un système purement 2D, la transition est en fait dominée par la physique du modèle BKT, que nous allons à présent détailler.

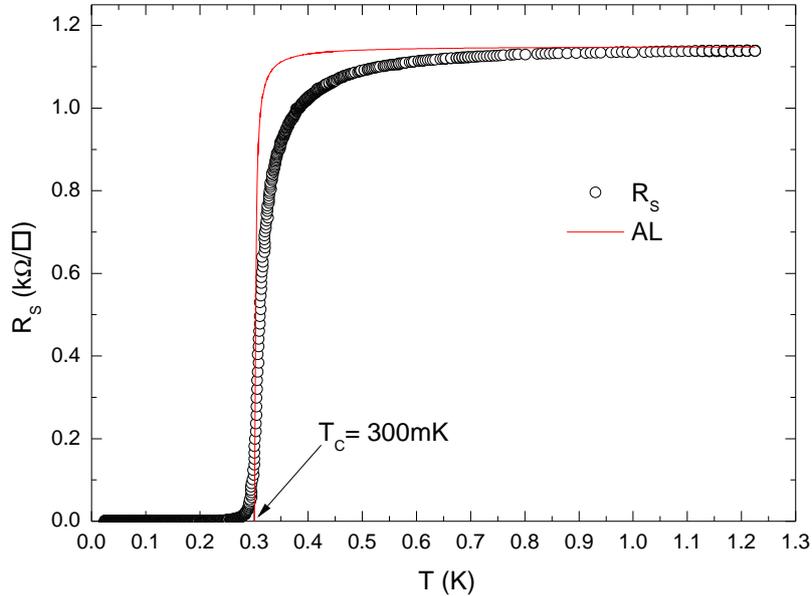


FIGURE 3.2 – Résistance par carré en fonction de la température de l'échantillon A au sommet du dôme supraconducteur ( $V_{BG} = -5V$ ) (ronds noirs), et ajustement par la formule (3.2).

### 3.1.2 Fluctuations de phase : transition de Berezinskii-Kosterlitz-Thouless

#### 3.1.2.1 Théorie

Pour un système purement bidimensionnel, le théorème de Mermin-Wagner prévoit qu'aucun ordre à grande distance ne peut s'établir même à  $T < T_C$ , car les fluctuations empêchent la transition d'avoir complètement lieu [75]. Tout le régime de température  $0 < T < T_C$  est en réalité un régime de fluctuations, où règne un quasi-ordre à longue distance : la moindre excitation élémentaire (modes de Goldstone) suffit à détruire l'ordre à longue distance.

Berezinskii d'une part [24, 23], et Kosterlitz et Thouless d'autre part [92] ont montré que pour un système 2D, des excitations élémentaires pouvaient se former spontanément sous forme de défauts topologique, tels des vortex. En effet, leur énergie de formation est très faible à deux dimensions, et l'on comprend bien qu'il est très facile de "percer" un film mince supraconducteur avec un quantum de flux magnétique. A champ magnétique nul, le moment global du gaz 2D supraconducteur est nul, et l'on a donc exactement autant de vortex (de flux  $+\Phi_0$ ) que d'anti-vortex (de flux  $-\Phi_0$ ). Il existe alors une température critique, appelée température de Kosterlitz-Thouless  $T_{KT}$ , séparant deux régimes distincts :

- À  $T > T_{KT}$ , les vortex sont mobiles. Ils peuvent être considéré comme des particules libres formant un liquide de vortex. Lorsqu'un courant électrique parcourt l'échantillon, un vortex sera alors mis en mouvement dans une direction perpendiculaire au courant par le champ magnétique induit sous l'effet de la force de Magnus. Un vortex se forme donc sur un bord du canal conducteur, puis le traverse perpendiculairement au courant jusqu'à ressortir de l'autre côté de l'échantillon. À chaque fois qu'un vortex naît, traverse l'échantillon et meurt, la différence de phase entre les deux côtés de l'échantillon est augmentée de  $2\pi$ , soit le tour de phase correspondant à une vorticité de 1, comme le montre le schéma 3.3. La tension aux bornes de l'échantillon étant proportionnelle à la dérivée de la différence de phase, celle-ci prend une valeur finie et une résistance résiduelle apparaît, proportionnelle à la densité de vortex libres.

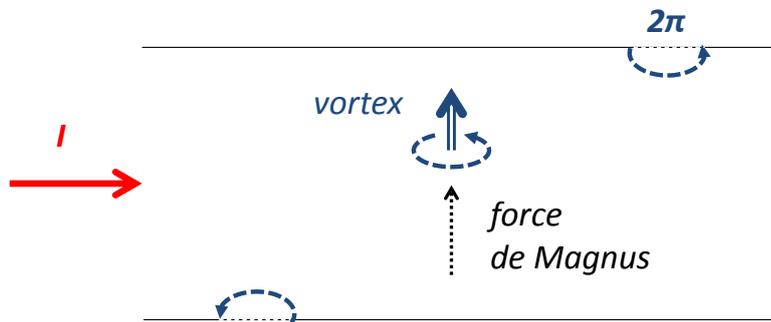


FIGURE 3.3 – Sous l'effet d'un courant  $I$ , des vortex naissent, traversent l'échantillon et meurent, induisant une différence de phase de  $2\pi$ .

- À  $T < T_{KT}$  par contre, vortex et antivortex, qui sont présent exactement en même quantité, s'attirent et forme des paires vortex-antivortex, comme l'illustre le schéma 3.4. Ces molécules ont un moment magnétique résultant nul, et ne se déplacent plus sous l'effet d'un courant électrique. La résistance aux bornes de l'échantillon est donc nulle, et un état supraconducteur s'installe : les excitations élémentaires du système sont "piégées" sur ces paires vortex-antivortex fixes, lui permettant d'être globalement supraconducteur.

La transition BKT (formation et mouvement de vortex) concerne les fluctuations de la *phase* du paramètre d'ordre supraconducteur, décrite par le modèle  $XY$ . Celle-ci ne peut bien sûr avoir lieu qu'une fois que le paramètre d'ordre est bien établi, avec un module — c'est-à-dire une densité supraconductrice — non nul, ce qui est le cas uniquement en-dessous de la transition BCS qui a lieu à  $T_C$ . On a donc toujours  $T_{KT} < T_C$ , et le régime de circulation des vortex prend place à  $T_{KT} < T < T_C$ .

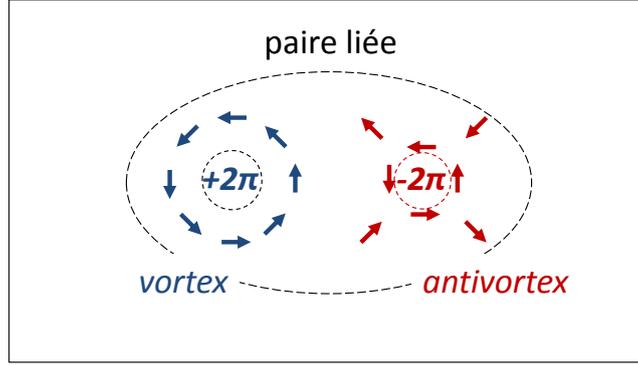


FIGURE 3.4 – Schéma d'une paire liée vortex-antivortex. Les flèches représente l'orientation de la phase supraconductrice en un point donné.

### 3.1.2.2 Calcul de la paraconductivité

Dans ce paragraphe nous allons détailler le calcul de la résistance résiduelle associée à la circulation de vortex.

Lorsqu'on est suffisamment en-dessous de  $T_C$  (paramètre d'ordre bien établi) et suffisamment proche de  $T_{KT}$ , c'est-à-dire à  $0 \leq t \ll t_C$ , où l'on définit  $t = \frac{T-T_{KT}}{T_{KT}}$  la distance à la transition BKT et  $t_C = \frac{T_C-T_{KT}}{T_{KT}}$  l'écart entre les deux transitions, la longueur de corrélation  $\xi$  — c'est-à-dire la longueur d'écrantage, au-delà de laquelle l'interaction effective entre deux vortex est négligeable — suit une loi exponentielle :

$$\xi = \xi_0 \frac{1}{A} \exp \left( b \sqrt{\frac{T_C - T_{KT}}{T - T_{KT}}} \right) \quad (3.3)$$

où  $A$  et  $b$  sont des paramètres *a priori* libres, de l'ordre de 1.

La tension résiduelle  $\Delta V$  liée à la différence de phase supraconductrice  $\Delta\theta$  apparaissant aux bornes de l'échantillon est donnée par l'équation Josephson :

$$\Delta V = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{d(\Delta\theta)}{dt} \quad (3.4)$$

où  $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$  est le quantum de flux magnétique. Pour un échantillon de longueur  $L$  possédant une densité de vortex libres  $n_f$  dérivant à la vitesse  $v_D$  transversalement au courant, le nombre de vortex sortant de l'échantillon entre  $t$  et  $t + dt$  vaut  $(n_f L) \times (v_D dt)$ . Chaque vortex sortant apportant un tour de phase de  $2\pi$  au bornes de l'échantillon, la variation de la différence de phase est donnée par :

$$\frac{d(\Delta\theta)}{dt} = 2\pi n_f L v_D \quad (3.5)$$

Un vortex, porteur d'un quantum de flux  $\pm\Phi_0$  (+ pour un vortex, - pour un anti-vortex), dérive perpendiculairement au courant sous l'effet de la force de Magnus  $\vec{f} = \pm\Phi_0 \vec{z} \wedge \vec{j}_S$ , où  $\vec{j}_S$  est la densité surfacique de courant. D'autre part, la friction que rencontrent les vortex lors de leur déplacement peut s'exprimer en définissant leur mobilité

$\mu$  telle que  $\vec{v}_D = \mu \vec{f}$ . À l'aide des équations (3.4) et (3.5) ci-dessus, le champ électrique régnant dans l'échantillon est donc donné par :

$$F = \frac{\Delta V}{L} = \Phi_0^2 n_f \mu j_S \quad (3.6)$$

On peut alors calculer la conductance résiduelle finie due au mouvement des vortex  $\sigma_S$ , définie par  $\vec{j}_S = \sigma_S \vec{F}$  :

$$\sigma_S = \frac{1}{\Phi_0^2 n_f \mu} \quad (3.7)$$

Pour un supraconducteur BCS 2D dans la limite sale, la mobilité des vortex a été calculée théoriquement et vérifiée expérimentalement. Elle est liée à la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi_0$  et à la conductivité dans l'état normal  $\sigma_N$  par la formule [1] :

$$\mu = \frac{2\pi \xi_0^2}{\Phi_0^2 \sigma_N} \quad (3.8)$$

D'autre part, la densité surfacique de vortex libres  $n_f$  est conventionnellement définie en fonction de la longueur de corrélation  $\xi$ .  $\xi$  étant la distance caractéristique entre 2 vortex voisins en interaction, on rencontrera un seul vortex sur une surface de l'ordre de  $\pi\xi^2$ . La densité de vortex est donc l'inverse de cette surface. Plus précisément :

$$n_f = \frac{1}{2\pi\xi^2} \quad (3.9)$$

En rassemblant les formules (3.7), (3.8), et (3.9) ci-dessus, on a alors :

$$\sigma_S = \sigma_N \frac{1}{2\pi n_f \xi_0} = \sigma_N \left( \frac{\xi}{\xi_0} \right)^2 \quad (3.10)$$

Pour  $T \rightarrow T_{KT}$ , la résistance résiduelle est donc proportionnelle à la densité de vortex :  $\frac{R}{R_N} = \left( \frac{\sigma_S}{\sigma_N} \right)^{-1} = 2\pi n_f \xi_0^2$ . En utilisant la forme des fluctuations BKT décrite par la formule (3.3), on peut finalement écrire la résistance en régime BKT comme :

$$R_S(T) = R_N \exp \left( -2b \sqrt{\frac{T_C - T_{KT}}{T - T_{KT}}} \right) \quad (3.11)$$

### 3.1.3 Interpolation AL-BKT : formule de Halperin-Nelson

#### 3.1.3.1 Théorie

La formule (3.11) ci-dessus n'est en théorie valable que pour  $0 \leq t \ll t_C$ , c'est-à-dire très proche de  $T_{KT}$ , dans un régime où le paramètre d'ordre est bien établi (loin en-dessous de  $T_C$ ) et où l'on ne considère que les fluctuations de phase. Dans le cas plus général où fluctuations de densité et fluctuations de phase interviennent dans la même gamme de température, Halperin et Nelson [71] ont proposé une formule d'interpolation entre ces deux régimes. Le régime AL décrit par la formule (3.2) montrant une divergence hyperbolique (en  $1/T$ ), et le régime BKT décrit par la formule (3.11) une divergence exponentielle, l'interpolation suppose un comportement en sinus hyperbolique de la longueur de corrélation en fonction de la température, qui permet de retrouver chacun des deux régimes dans leur limites de validité respectives :

$$\frac{\xi}{\xi_0} = \frac{2}{A} \sinh \left( b \sqrt{\frac{T_C - T_{KT}}{T_{KT}}} \sqrt{\frac{T_{KT}}{T - T_{KT}}} \right) \quad (3.12)$$

Dans le régime  $0 \leq t \leq t_C$ , la résistance vaut :

$$\frac{R}{R_N} = \frac{1}{1 + \frac{\sigma_S}{\sigma_N}} = \frac{1}{1 + \left(\frac{\xi}{\xi_0}\right)^2} \quad (3.13)$$

Elle prend donc la forme finale, dite formule HN (3.14) :

$$R_S(T) = R_N \frac{1}{1 + \frac{4}{A^2} \sinh^2 \left( b \sqrt{\frac{T_C - T_{KT}}{T_{KT}}} \sqrt{\frac{T_{KT}}{T - T_{KT}}} \right)} \quad (3.14)$$

La figure 3.5 montre l'allure générale de la courbe décrite par la formule (3.14), et résume les différents régimes.

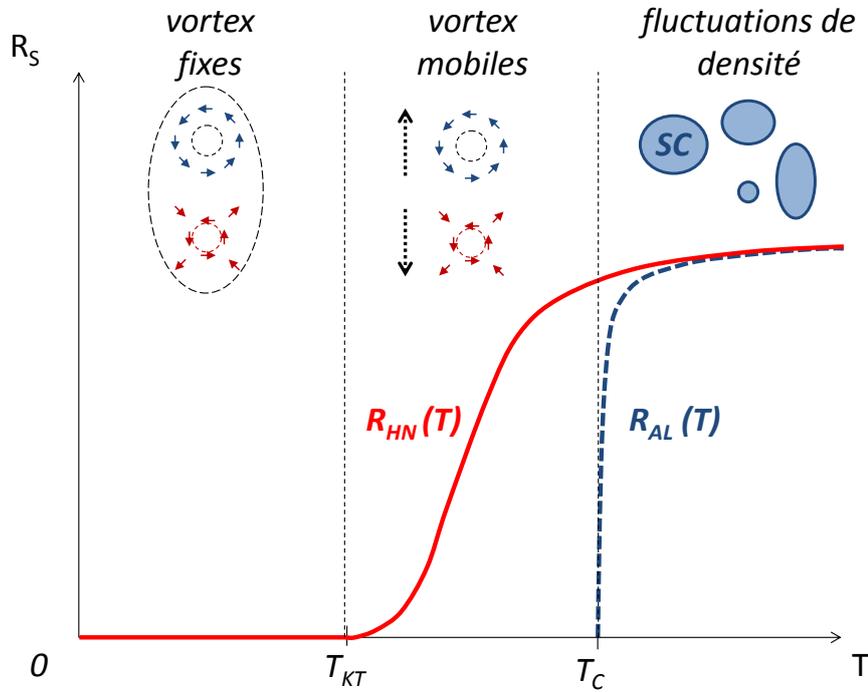


FIGURE 3.5 – Allure générale de la courbe décrite par l'équation (3.14) (en rouge), et comparaison avec la formule AL seul (3.2) (en pointillés bleus).

### 3.1.3.2 Critères d'ajustement

Cette formule comporte 5 paramètres  $R_N$ ,  $T_{KT}$ ,  $T_C$ ,  $b$  et  $A$ . On peut cependant essayer de fixer leur valeur à l'aide de plusieurs arguments, pour réduire l'espace des paramètres :

- $R_N$  correspond à la résistance par carré de l'échantillon dans l'état normal. Elle est donc en théorie égale à celle mesurée à  $T \gg T_C$ , qui est pratiquement constante avec la température dans un régime de localisation faible. Cependant, les fluctuations AL ne disparaissent jamais complètement à haute température et peuvent être visibles jusqu'à 1 ou plusieurs ordres de grandeur au-dessus de  $T_C$ , comme l'ont mis en évidence Pourret et al [138]. La façon la plus simple de détruire complètement toutes les fluctuations supraconductrices est d'appliquer un champ magnétique égal au champ magnétique critique ( $B_C \sim 400\text{mT}$ ), qui est suffisamment faible pour éviter tout effet de magnéto-résistance ( $B < 1\text{T}$ ). On prendra donc  $R_N = R(B = B_C)$ , champ auquel  $R$  est constante avec la température, car les fluctuations supraconductrice compensent exactement les corrections de localisation faible.
- $T_{KT}$  est en théorie la température à laquelle la résistance tombe rigoureusement à zéro. Si d'autres phénomènes viennent à élargir la transition, comme des inhomogénéités ou un champ magnétique rémanent par exemple, il se peut que  $T_{KT}$  soit supérieure à cette valeur. On peut donc considérer  $T_{KT}$  comme un paramètre libre, de valeur strictement supérieure à  $T_{max}(R = 0)$  et proche de celle-ci.

Pour les autres paramètres, on fait appel aux considérations théoriques suivantes :

- Par un calcul de groupe de renormalisation, Benfatto et al [22] ont montré que le paramètre  $b$  devait prendre la valeur  $b = 2, 1$ , ou une valeur proche. Cette valeur a été effectivement couramment mesurée dans la littérature, comme par exemple par Miu et al dans des films de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  ( $b = 2, 6$ ) [120], ou par Epstein, Goldman et Kadin dans des films de  $\text{Hg} - \text{Xe}$  ( $b = 2, 0$ ) [57].
- Pour un supraconducteur BCS en limite sale, tous les électrons ne condensent pas dans l'état supraconducteur à cause du désordre. La densité superfluide  $n_{SC}$  est alors égale à la densité d'électrons  $n_{normal}$  pondérée par le rapport entre le libre parcours moyen  $l$  et la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi$ , selon la formule :  $n_{SC} = n_{normal} \frac{l}{\xi}$ . Beasley et al [16] ont montré que dans ce cas, le rapport entre  $T_C$  et  $T_{KT}$  dépendait uniquement de la résistance par carré dans l'état normal  $R_N$  et de constantes fondamentales. Plus précisément, quand les deux transitions sont proches ( $t_C \ll 1$ ), leur distance est donnée par la formule suivante, que l'on appellera le critère de Beasley :

$$t_C = \frac{T_C - T_{KT}}{T_{KT}} = 0,17 \frac{R_N}{R_C} \quad (3.15)$$

où  $R_C = \hbar/e^2 = 4114\Omega$ .

- Enfin, si l'on fait toujours l'hypothèse d'un supraconducteur en limite sale comme suggéré par Beasley et al [16], le paramètre  $A$  n'est pas libre, mais lié au paramètre  $b$  selon un rapport  $A/b = 3, 3$ . (Remarque : cette valeur est équivalente au 0,37 de l'équation 34 de la référence [71] :  $\sigma_S = 0,37\sigma_N \left(\frac{\xi}{\xi_0}\right)^2$ ).

### 3.1.3.3 Comparaison avec les données expérimentales

Nous avons ajusté les mesures de résistance en fonction de la température à  $V_{BG} = -5V$ , où la  $T_C$  est maximale et la transition la plus raide, à l'aide de la formule (3.14).

La résistance dans l'état normal mesurée à la température maximale  $T = 1,2K$  vaut  $R_{T_{max}} = 1100\Omega/\square$ . On prendra quant à nous la valeur  $R_N = R(B = B_C) = \text{cte}(T) = 1150\Omega/\square$  prise au champ critique  $B_C = 414mT$ . On remarquera que la résistance mesurée est toujours strictement inférieure d'au moins  $50\Omega/\square$  à  $R_N$ , ce qui montre bien qu'il s'agit d'une valeur asymptotique, jamais réellement atteinte à champ nul car les fluctuations AL ont une contribution non négligeable. Cette mesure de  $R_N$  sous champ magnétique est donc importante pour la qualité de l'ajustement.

La valeur de  $T_{KT}$  est fixée à la température du pied de la transition, où  $R \approx 0$ , avec une certaine tolérance. La valeur de  $T_C$  est calculée à l'aide du critère de Beasley, qui nous donne ici  $t_C = 4,7\%$ , soit  $T_C = T_{KT} + 13mK$ . La valeur de  $b = 2,1$  est fixée d'après Benfatto et al [22].  $A$  est laissé libre, pour permettre une optimisation : le meilleur ajustement aux mesures nous donne alors  $A \approx 4$ , c'est-à-dire  $A/b \approx 2$ , ce qui est en bon accord avec le critère  $A/b = 3,3$  cohérent avec l'hypothèse BCS sale. Les hypothèses effectuées sont résumées à côté des mesures sur la figure 3.6.

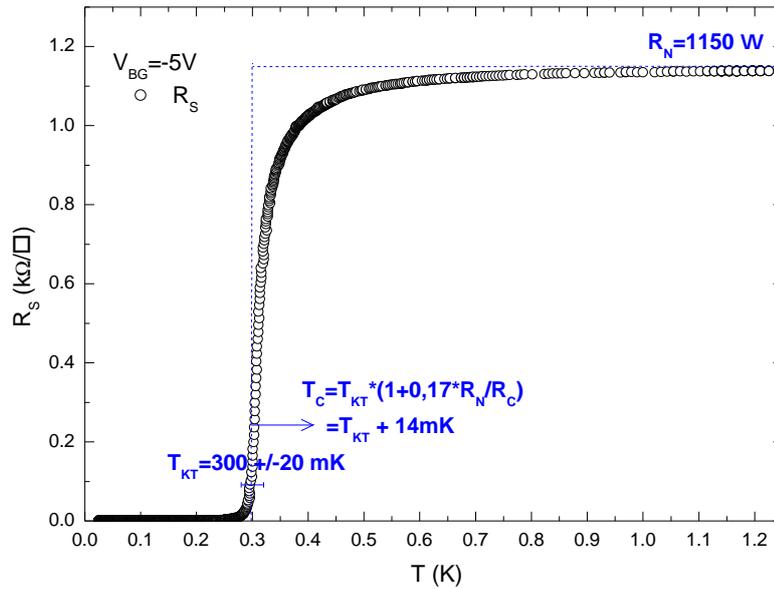


FIGURE 3.6 – Mesure de la résistance en fonction de la température à  $V_{BG} = -5V$  et hypothèses retenues pour l'ajustement avec la formule (3.14).

J'ajouterai ici une remarque : d'autres ajustements satisfaisants (numériquement et visuellement) de la partie haute température des mesures ont été obtenus avec des valeurs différentes de  $A$ ,  $b$  et  $t_C$ . Ceux-ci conduisent tous à un écart de températures critiques très faible,  $T_C - T_{KT} < 1mK$  (la transition est alors très raide, pratiquement sans pied),

incohérent avec le critère de Beasley. On obtient alors des valeurs de  $b$  inférieures à 0,3, incohérentes en ordre de grandeur avec le résultat de Benfatto et al, ou bien des rapports  $A/b$  inférieurs à 0,5, incohérents en ordre de grandeur avec une hypothèse BCS sale. Aucun ensemble de résultats théoriques ne nous permet alors de justifier en même temps la valeur de l'ensemble des paramètres, quelque soit le jeu de paramètres considéré. C'est cette observation qui nous conduit à conclure sur la validité conjointe du résultat de Benfatto et al ( $b = 2, 1$ ) et du critère de Beasley (BCS sale).

L'accord avec la mesure est alors excellent, comme le montre la figure 3.7. Seule une petite partie du pied de la transition n'est pas reproduite par l'ajustement, qui peut être due à un champ magnétique rémanent dans la bobine. En effet, le régime BKT est très sensible à tout champ magnétique externe, qui vient rompre l'équilibre numérique entre vortex et antivortex. Nous avons pu constater expérimentalement que, si la partie haute de la transition ( $R \geq 10\%R_N$ ) est pratiquement insensible à un champ magnétique externe négligeable devant  $B_C = 414\text{mT}$ , le pied de la transition au contraire s'élargit très rapidement dès qu'on applique quelques mT. Expérimentalement, nous avons compensé le champ rémanent de la bobine de Niobium-Titane en la faisant parcourir par un léger courant optimisé pour maximiser la raideur de la transition en résistance. Cela permet d'affirmer que le champ externe vu par l'échantillon n'excède pas 1mT, mais cette valeur peut encore être suffisante pour créer un léger pied de quelques millikelvin de large.

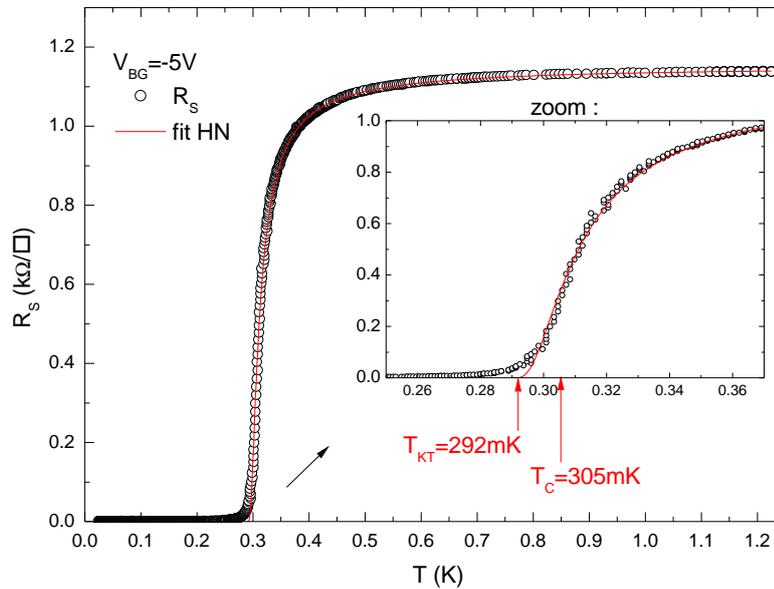


FIGURE 3.7 – Comparaison entre mesure et ajustement à l'aide de la formule (3.14).

On remarquera qu'un si bon accord est plutôt étonnant. Il est largement établi que la théorie BKT doit régir les transitions de phase supraconductrices en dimension 2. Néanmoins, rares sont les mises en évidence expérimentales claires d'une transition purement BKT dans un film 2D. Dans le cas de films supraconducteurs granulaires par exemple,

d'autres phénomènes viennent brouiller la transition BKT au point qu'elle n'est plus la physique dominante du système. Par contre, cette physique des fluctuations de phase du modèle  $XY$  décrit bien un système constitué d'un réseau de jonctions Josephson décrit dans le modèle SOK qui sera détaillé à la section suivante.

Cet accord vaut pour le sommet du dôme supraconducteur ( $V_{BG} = -5V$ ). Dès que l'on s'en éloigne du côté sur-dopé ou sous-dopé en changeant la tension de grille, la transition s'élargit et la formule (3.14) ne permet plus de reproduire les mesures. Benfatto et al [22] ont montré qu'on peut alors expliquer la transition par un modèle BKT incluant une distribution inhomogène de rigidité de phase. La section suivante y est consacrée.

### 3.1.4 Transition BKT inhomogène

#### 3.1.4.1 Théorie

Dans un supraconducteur 2D, la transition supraconductrice est dominée par les fluctuations de la phase  $\Theta$  du paramètre d'ordre. En présence d'un gradient de phase  $\nabla\Theta$ , un supraconducteur 2D de surface  $\Sigma$  reçoit un excédent d'énergie libre élastique  $F_{el} = \frac{1}{2} \int_{\Sigma} k_B J (\nabla\Theta)^2 d^2r$ . On définit ainsi la rigidité de phase  $J$ , qui caractérise l'énergie des fluctuations de phase. C'est l'échelle d'énergie associée à la densité supraconductrice  $n_{SC}$ , et elle est proportionnelle à celle-ci, selon :

$$J(T) = \frac{\hbar^2 n_{SC}(T)}{8m_e k_B} \quad (3.16)$$

Elle s'exprime en unité de température. À  $T = T_{KT}$ , la théorie BKT prédit un saut universel de rigidité :  $\frac{J(T_{KT})}{T_{KT}} = \frac{2}{\pi}$ . En supposant, comme le montrent les mesures de Bert et al [27], que la dépendance en température de  $n_{SC}$  est celle d'un supraconducteur BCS de symétrie  $s$ , proche de  $T_C$  on a :  $J(T) \approx J_0 \frac{\pi^2}{4} \left(1 - \frac{T}{T_C}\right)$ . En utilisant les 2 équations précédentes, la rigidité  $J_0$  à  $T = 0K$  est donc liée aux températures critiques par :

$$J_0 = \frac{8}{\pi^3} \frac{T_C T_{KT}}{T_C - T_{KT}} \quad (3.17)$$

L'élargissement de la transition a tout d'abord été attribuée à des effets de taille finie [153]. Benfatto et al [22] ont néanmoins montré que cette approche impliquait notamment des valeurs du paramètre  $b$  non physique, ce qui les a conduit à déterminer sa valeur  $b = 2,1$  par un calcul de groupe de renormalisation. Ils ont proposé une autre explication. On suppose que la rigidité de phase  $J$  n'est pas homogène dans l'échantillon, mais suit une loi de probabilité, par exemple gaussienne :

$$P(J) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}d} e^{-\frac{(J - J_0)^2}{2d^2}} \quad (3.18)$$

$d$  est un paramètre libre, homogène à une rigidité (en K), qui est la largeur de la distribution de rigidité.

À chaque valeur de rigidité  $J$ , on peut associer la température critique de la transition Ginzburg-Landau selon une approximation linéaire :  $T_{C,J} = T_{C,0} \frac{J}{J_0}$ . On calcule alors la température BKT associée selon la formule (3.17) :  $T_{KT,J} = T_{C,J} / \left(1 + \frac{8}{\pi^3} \frac{T_{C,J}}{J_0}\right)$ , et la longueur de corrélation  $\xi_J$  correspondant aux températures critiques  $T_{C,J}$  et  $T_{KT,J}$  à l'aide la formule HN (3.12). La valeur moyenne du terme correctif  $\xi_0/\xi$  est alors obtenue en intégrant sur toutes les rigidités  $J$ , pondérées par leur probabilité  $P(J)$  :

$$\left\langle \left(\frac{\xi_0}{\xi}\right)^2 \right\rangle = \int \left(\frac{\xi_0}{\xi}\right)^2 P(J) dJ \quad (3.19)$$

On en déduit alors la résistance en fonction de la température :

$$\frac{R}{R_N} = \frac{1}{1 + 1/\left\langle \left(\frac{\xi_0}{\xi}\right)^2 \right\rangle} \quad (3.20)$$

Le choix d'une distribution gaussienne de rigidité (équation (3.18)) est tout à fait arbitraire. On peut par exemple arguer qu'une faible proportion de zones de rigidité —

et donc de  $T_C$  — très faible aurait une forte influence sur le pied de la transition, qui est très sensible à toute inhomogénéité puisque la résistance y est quasi nulle. On peut alors affiner le modèle en utilisant une distribution asymétrique :

$$P(J) = \frac{1}{\sqrt{2\pi d}} e^{-\frac{(J - J_0)^2}{2d^2}} \left[ 1 + \operatorname{erf} \left( a \frac{J - J_0}{\sqrt{2d}} \right) \right] \quad (3.21)$$

où erf est la fonction d'erreur de Gauss. La distribution comporte alors un paramètre supplémentaire  $a$ , sans unité, caractérisant l'asymétrie :  $a = 0$  correspond à une distribution gaussienne symétrique identique à (3.18). Si cette asymétrie permet pour certaines valeurs de grille de mieux approcher les mesures, elle ne permet pas non plus de les reproduire parfaitement. On pourrait imaginer des modèles plus fins de distributions d'inhomogénéité qui reproduiraient la physique du système. Toutefois, ces modèles rajoutent des paramètres libres et nécessitent des hypothèses hasardeuses sur l'origine microscopique des inhomogénéités. À titre d'exemple, nous avons traité le cas de la distribution inhomogène (3.21) : les largeurs de distribution  $d$  obtenues sont presque identiques à celle d'une distribution gaussienne (3.18). On s'en tiendra donc pour l'interprétation des inhomogénéités au modèle gaussien, car il est le plus simple et nécessite le moins d'hypothèses sur le comportement microscopique du système, tout en reproduisant correctement la physique des inhomogénéités.

### 3.1.4.2 Comparaison avec les données expérimentales

Pour reproduire les mesures, on ajuste d'abord la formule HN (3.14) à la partie haute température, sans chercher à reproduire le pied de la transition, afin d'extraire les paramètres  $T_C$  et  $T_{KT}$  comme expliqué au paragraphe 3.1.3. On rajoute alors les inhomogénéités sous la forme d'une optimisation à un seul paramètre  $d$  (pour une distribution gaussienne), ou à deux paramètres  $d$  et  $a$  (pour une distribution asymétrique), en utilisant les valeurs moyennes de  $T_C$  et  $T_{KT}$  obtenues par l'ajustement HN.

À  $V_{BG} = -5V$ , on trouve  $J_0 = 1,5K$  avec la formule (3.17), et  $d = 0,03K$ , soit une inhomogénéité relative de  $d/J_0 = 1,6\%$ . C'est très faible, et peu étonnant : la formule HN reproduisait déjà presque parfaitement les mesures, la transition étant exceptionnellement raide à  $V_{BG} = -5V$ . L'ajustement est montré en figure 3.8.

Nous allons maintenant nous intéresser à la dépendance en tension de grille. La figure 3.9 montre toutes les mesures de transition résistive en température pour les différentes  $V_{BG}$ , et la figure 3.10 les ajustement HN, BKT inhomogène symétrique et BKT inhomogène asymétrique associés.

### Halperin-Nelson :

La figure 3.11 résume les températures critiques obtenues par l'ajustement HN. On remarque que l'écart entre  $T_C$  et  $T_{KT}$  est indiscernable pour  $V_{BG} \geq 5V$ , conformément au critère de Beasley : pour cette gamme de voltage,  $R_N \leq 500\Omega/\square$ , donc  $t_C = 0,17R_N/R_C \leq 2\%$  d'après l'équation (3.15), soit  $T_C - T_{KT} \leq 6mK$ . Dans le reste du diagramme de phase, cet écart reste d'ailleurs faible : il n'excède pas  $30mK$  à  $V_{BG} = -35V$ , soit  $15\%$  de la  $T_C$ .

Ceci constitue le premier résultat important de cette étude : grâce au critère de Beasley, qui est en très bon accord avec nos mesures, nous avons montré que la plage de tempé-

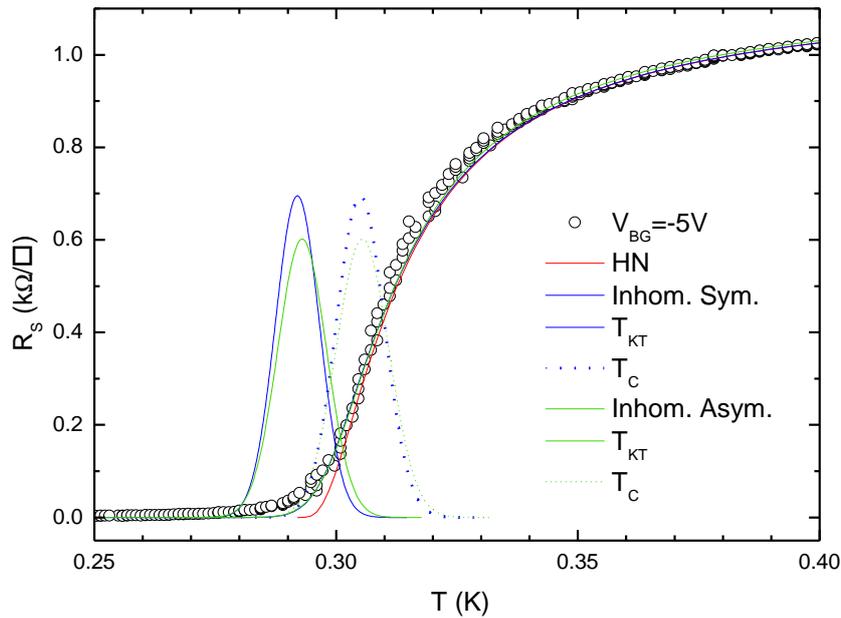


FIGURE 3.8 – Résistance en fonction de la température à  $V_{BG} = -5V$  : mesure (cercles noirs), et ajustements par la formule HN (en rouge), avec une distribution gaussienne (en bleu) ou asymétrique (en vert). Les lignes fines et discontinues représentent respectivement les distributions de  $T_{KT}$  et de  $T_C$  correspondant aux ajustements.

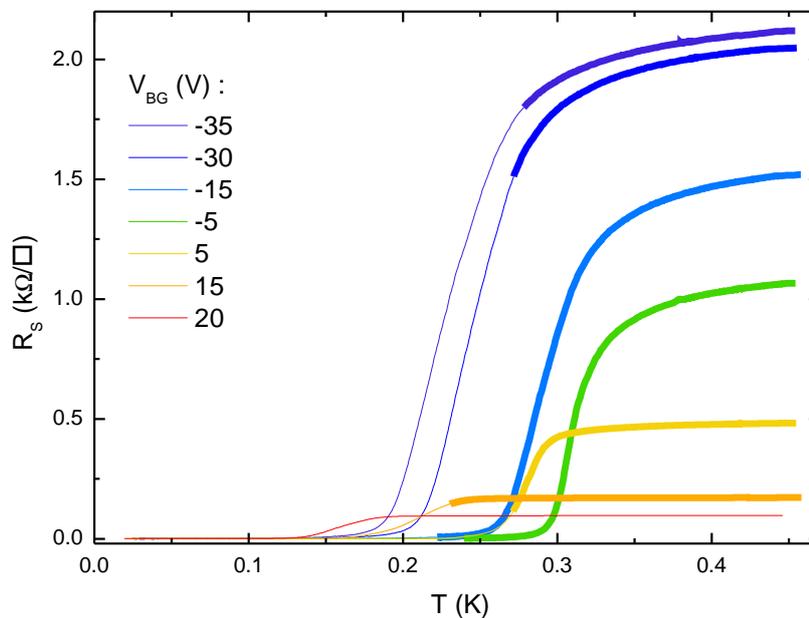


FIGURE 3.9 – Résistance mesurée en fonction de la température pour tout le diagramme de phase, de  $V_{BG} = -35$  à  $+15V$ .

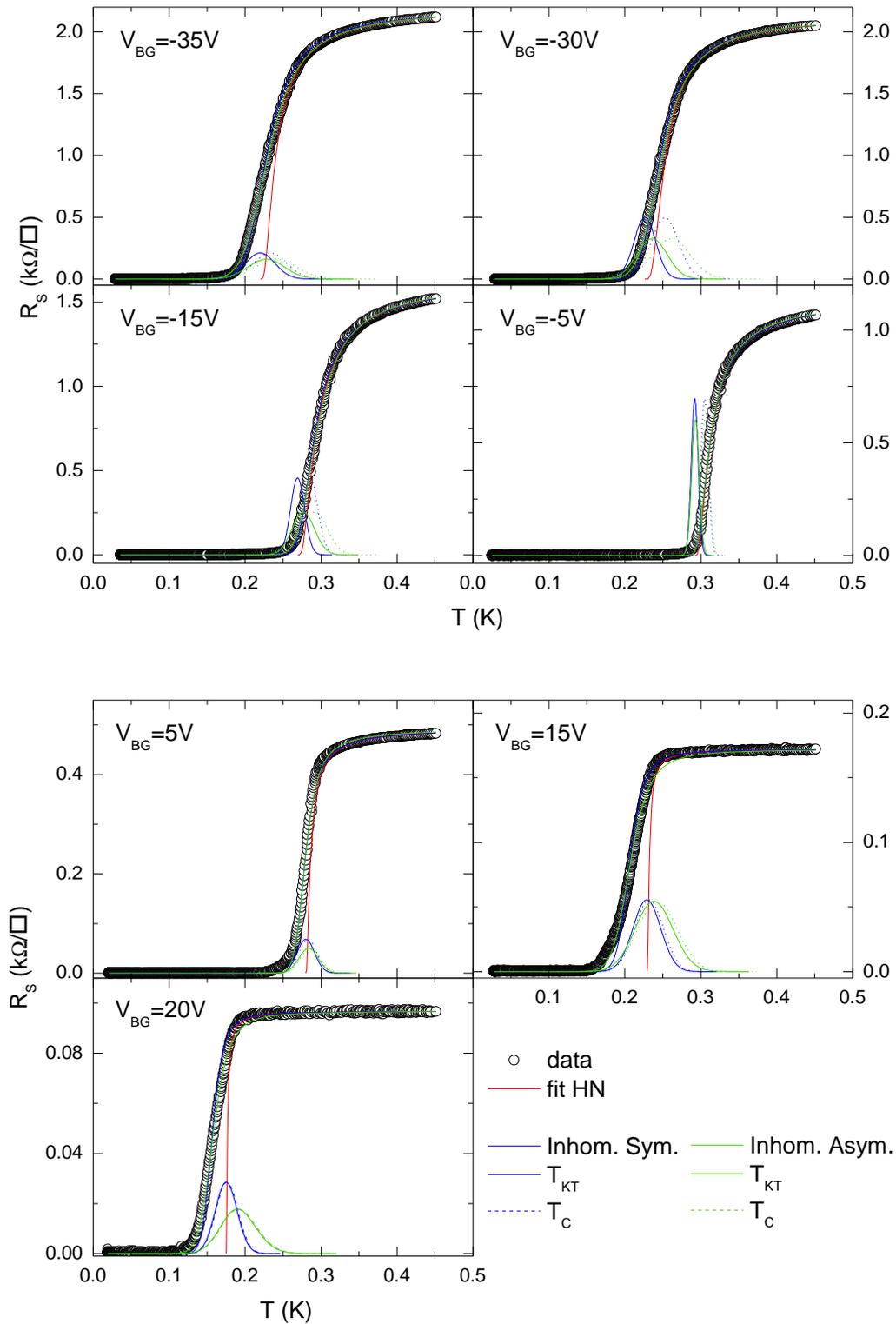


FIGURE 3.10 – Résistance mesurée en fonction de la température et ajustements pour  $V_{BG} = -35V$  à  $+20V$ .

rature sur laquelle la physique BKT domine la transition est très restreinte dans tout le diagramme de phase, voire négligeable en régime sur-dopé. La transition est donc particulièrement sensible à toute forme d'inhomogénéités, qui peuvent facilement brouiller la physique BKT sous-jacente.

Cette remarque reste vraie pour la plupart des supraconducteurs bidimensionnels, puisque le critère de Beasley nous dit que l'écart relatif entre les températures critiques ne dépend que de la résistance par carré dans l'état normal  $R_N$ , et que celle-ci dépasse rarement  $10\text{k}\Omega/\square$  dans un système 2D supraconducteur réel. La physique des vortex est donc difficile à observer pour une transition résistive supraconductrice, car elle opère sur une plage de température très restreinte, ce qui explique pourquoi ses mises en évidence expérimentales demeurent rares.

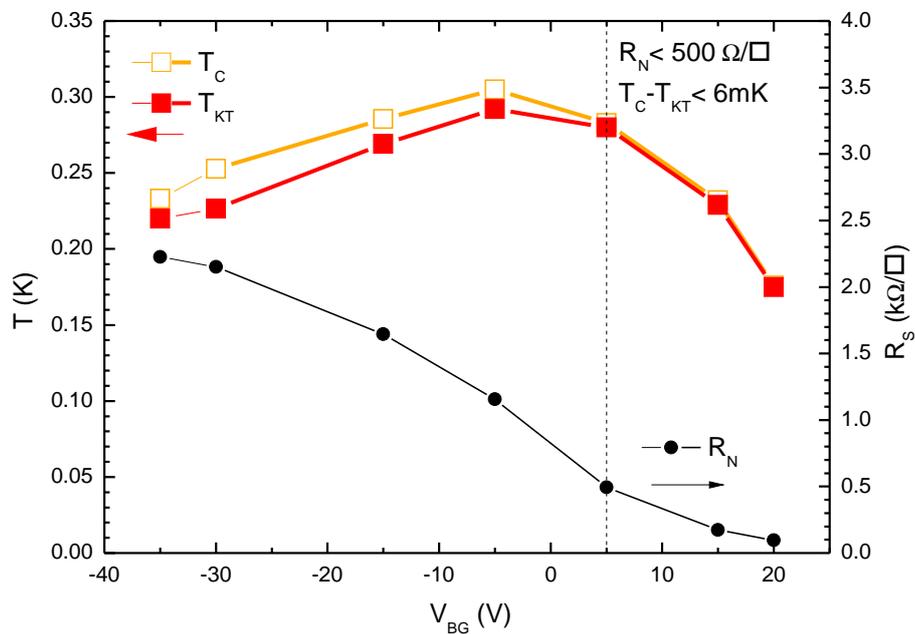


FIGURE 3.11 – Températures critiques  $T_C$  et  $T_{KT}$  issues des ajustements HN et résistance par carré dans l'état normal  $R_N$  correspondante, en fonction de  $V_{BG}$ .

### Inhomogénéités :

La figure 3.12 résume les valeurs des paramètres obtenus par l'ajustement BKT inhomogène.

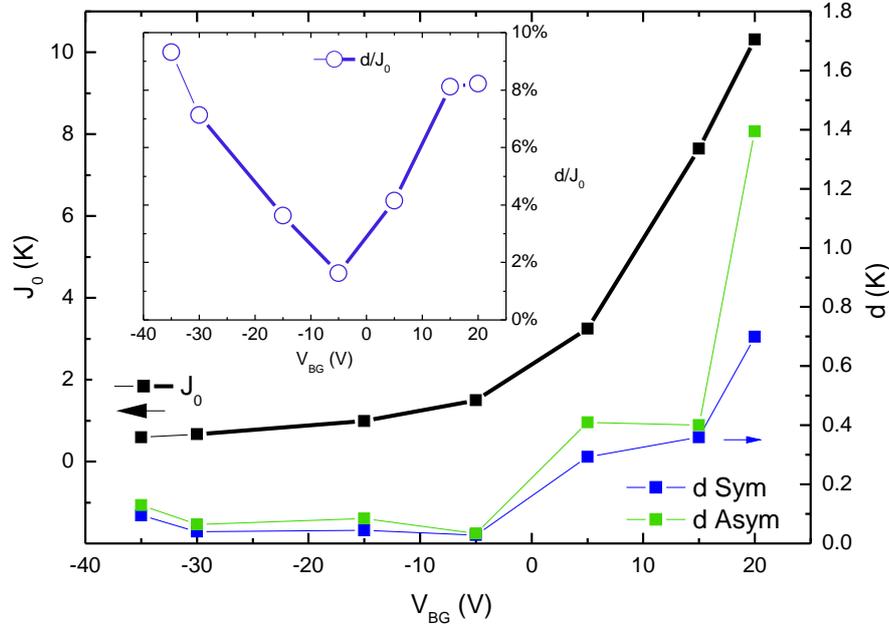


FIGURE 3.12 – Rigidité moyenne  $J_0$  (carrés noirs et ligne épaisse) et largeur de la distribution  $d$  issus de l'ajustement BKT inhomogène, avec une distribution gaussienne  $d$  Sym (carrés bleus) ou asymétrique  $d$  Asym (carrés verts), en fonction de  $V_{BG}$ . Insert : inhomogénéité relative  $d/J_0$  pour une distribution gaussienne.

- La rigidité moyenne  $J_0$  augmente avec la tension de grille, c'est-à-dire que la densité superfluide augmente avec le dopage global en électrons de l'échantillon. Ceci est cohérent avec les mesures de densité superfluide par Julie Bert et al [27], qui montrent que celle-ci augmente continûment avec la tension de grille, bien que la  $T_C$  diminue au-delà du sommet du dôme du côté sur-dopé.
- La largeur de la distribution  $d$  extraite est très similaire entre une distribution gaussienne ou asymétrique. Cela justifie de se baser sur la distribution la plus simple possible, gaussienne, à un seul paramètre (cf paragraphe 3.1.4.1). Comme la rigidité  $J_0$  augmente avec  $V_{BG}$ ,  $d$  augmente également.
- La largeur *relative* de la distribution  $d/J_0$ , par contre, a un comportement très intéressant. Elle est minimale  $d/J_0 = 1,6\%$  au sommet du dôme supraconducteur  $V_{BG} = -5V$ , et augmente continûment jusqu'à 10% lorsqu'on s'en écarte vers le régime très sur-dopé ou sous-dopé.

L'origine de ce comportement n'est pas claire. À  $V_{BG} < -5V$ , lorsqu'on déplete le gaz

2D, il est raisonnable de penser que certaines zones peuvent être rendues rapidement métalliques ou faiblement supraconductrices car le système est très proche de la transition métal-isolant : une faible inhomogénéité de la déplétion engendrera une forte inhomogénéité de  $T_C$ . L'accord entre un modèle gaussien d'inhomogénéités et les mesures est d'ailleurs tout-à-fait excellent dans ce régime. À  $V_{BG} > -5V$  par contre, il est difficile de concilier l'augmentation de l'inhomogénéité relative  $d/J_0$  avec l'image d'un gaz 2D de plus en plus conducteur ( $R_N$  diminue) et de densité superfluide  $n_{SC}$  croissante. Ce phénomène semble néanmoins avoir un lien direct avec la baisse observée de la  $T_C$  en régime sur-dopé, qui n'est pas non plus élucidée, comme le suggère la figure 3.13 .

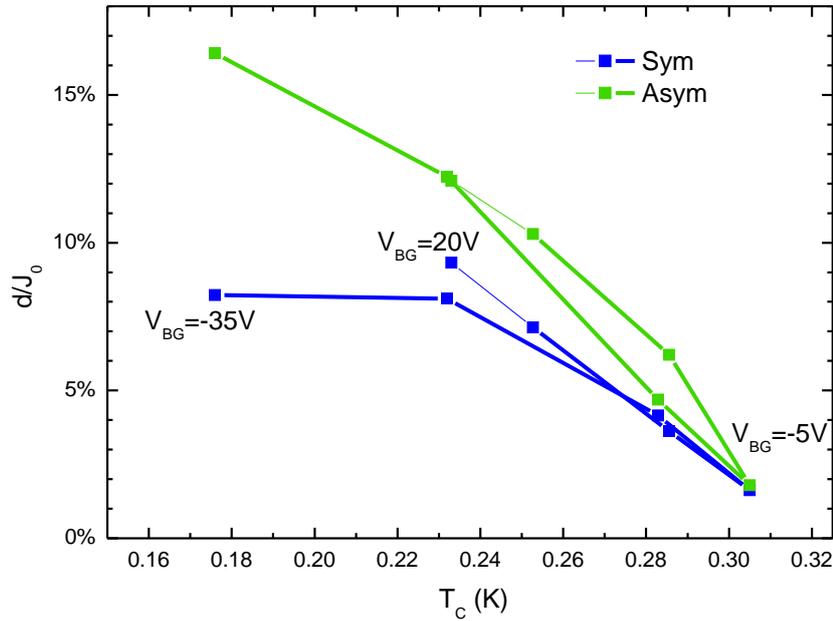


FIGURE 3.13 – Inhomogénéité relative  $d/J_0$  en fonction de la température critique Ginzburg-Landau  $T_C$  : distribution gaussienne (bleu) ou asymétrique (vert).

### 3.1.5 Caractéristiques courant-tension

#### 3.1.5.1 Saut de rigidité

La prédiction la plus spectaculaire de la théorie BKT est celle d'une discontinuité de la rigidité superfluide à la transition [129] :

$$\frac{J(T_{KT})}{T_{KT}} = \frac{2}{\pi} \quad (3.22)$$

Celle-ci devrait être visible dans l'évolution en température des caractéristiques courant-tension. En effet, La théorie BKT prévoit une dépendance en loi de puissance de la courbe  $I - V$ , de la forme :

$$V \propto I^{1 + \pi \frac{J(T)}{T}} = I^{a(T)} \quad (3.23)$$

À  $T = T_{KT}$ , le paramètre  $a(T)$  passera donc brutalement de la valeur 1 (comportement ohmique à  $T > T_{KT}$ , puisque la résistance a une valeur finie) à la valeur 3 (d'après l'équation (3.22)), puis continuera à augmenter lorsque la température diminue ( $J$  augmente quand  $T < T_{KT}$  diminue).

#### 3.1.5.2 Calcul

La justification de la formule (3.23) est complexe. Nous nous contenterons d'en donner une explication heuristique inspirée des références [57] et [7], qui ne se veut volontairement pas exhaustive.

Selon la théorie BKT, l'énergie de liaison  $U$  d'une paire vortex-antivortex est proportionnelle à la rigidité de phase  $J$ , et varie en logarithme de la distance  $r$  entre eux, rapportée à la taille d'un vortex qui est la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi_0$  [75] :

$$U(r) = 2\pi k_B J \ln \left( \frac{r}{\xi_0} \right) \quad (3.24)$$

Un supercourant  $I$  parcourant l'échantillon a pour effet de dissocier une paire vortex-antivortex si ceux-ci sont éloignés d'une distance supérieure à une distance critique  $r_C$ , qui est d'autant plus faible que le courant est fort :  $r_C \sim 1/I$  [7]. D'autre part, la longueur de cohérence supraconductrice  $\xi_0(T)$  est liée au courant critique Ginzburg-Landau  $I_C(T)$  par la relation :  $I_C(T) = w \frac{k_B T_C}{\hbar \xi_0(T)}$ , où  $w$  est la largeur de l'échantillon. On a donc  $\xi_0(T) \sim 1/I_C(T)$ .

La rupture d'une paire vortex-antivortex est un phénomène thermiquement activé. Le taux de rupture de paire  $W$  suit donc une loi de la forme :

$$\begin{aligned}
W &\sim \exp\left(-\frac{U(r_C, T)}{k_B T}\right) \\
&\sim \exp\left(-2\pi \frac{J}{T} \ln\left(\frac{r_C}{\xi_0}\right)\right) \\
&\sim \left(\frac{r_C}{\xi_0}\right)^{-2\pi \frac{J}{T}} \\
&\sim \left(\frac{I}{I_C}\right)^{2\pi \frac{J}{T}}
\end{aligned} \tag{3.25}$$

En régime stationnaire, le taux de rupture de paire doit être égal au taux de recombinaison. La recombinaison étant un processus à 2 corps, son taux est proportionnel au carré de la densité de vortex libres  $n_f$  : on en déduit que  $W \sim n_f^2$ .

La résistance résiduelle au bornes de l'échantillon est proportionnelle à la densité de vortex libres (cf équation (3.7)). On peut donc finalement écrire :

$$R = \frac{V}{I} \sim n_f \sim W^{\frac{1}{2}} \sim \left(\frac{I}{I_C}\right)^{\pi \frac{J}{T}} \tag{3.26}$$

Ce qui permet d'en déduire l'équation (3.23).

### 3.1.5.3 Inhomogénéités

La mise en évidence d'une discontinuité du paramètre  $a(T)$  est la signature la plus claire d'une transition BKT (par exemple dans la référence [57]). Malheureusement, dans le cas d'une distribution inhomogène de rigidité, Benfatto et al [22] ont montré que celle-ci ne pouvait pas être visible. Au lieu de chuter brutalement de 3 à 1 à  $T = T_{KT}$ , le paramètre  $a$  décroît alors continûment et sans rupture de pente avant de converger vers 1 à haute température. Dans nos mesures, on ne voit effectivement pas de rupture de pente de la courbe  $a(T)$ , même à  $V_{BG} = -5V$  où les inhomogénéités sont minimales. La figure 3.14 présente les courbes  $I - V$  mesurée pour  $V_{BG} = -5V$  à différentes températures autour de  $T_{KT}$ , et l'ajustement pour la formule (3.23). Comme on peut le voir sur la figure 3.15, le croisement  $a = 3$  se produit à une température  $T = 305mK$  nettement supérieure à la valeur  $T_{KT} = 292mK$  extraite des ajustements HN, comme prédit par Lara Benfatto (figure 6 de la référence [22]). À noter que cette température de croisement n'a pas de sens physique précis pour un système inhomogène, et sa valeur ne doit pas être surinterprétée.

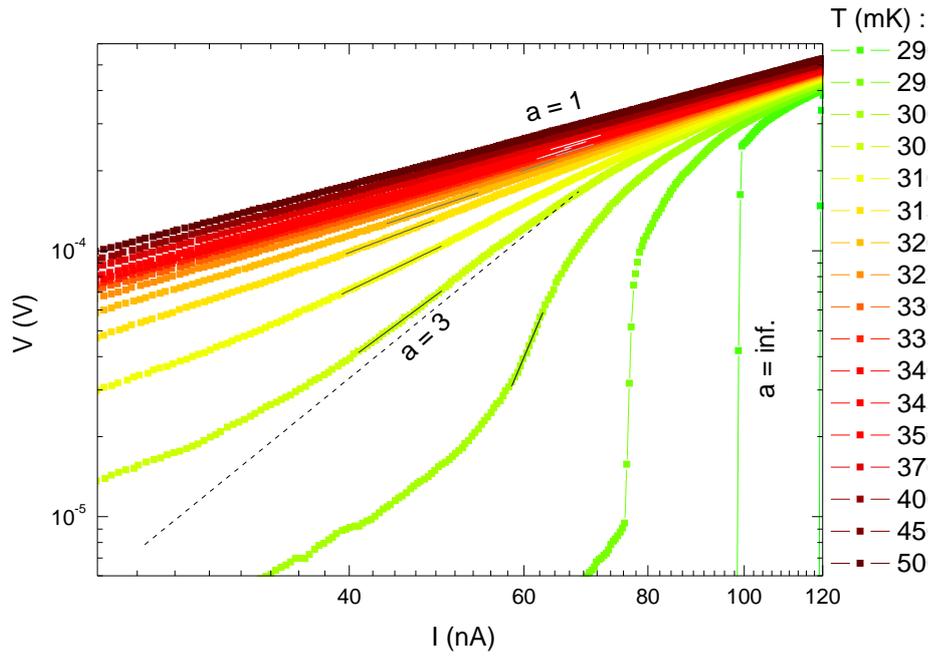


FIGURE 3.14 – Caractéristiques courant-tension de l'échantillon en échelle logarithmique, pour  $T = 290\text{mK} < T_{KT}$  (supraconducteur, en vert) à  $T = 500\text{mK} \gg T_C$  (état normal, en marron). En gris, les ajustements  $V \propto I^a$  au point de pente maximale. Le croisement  $a = 3$  a lieu à  $T \approx 305\text{mK}$  (en pointillés).

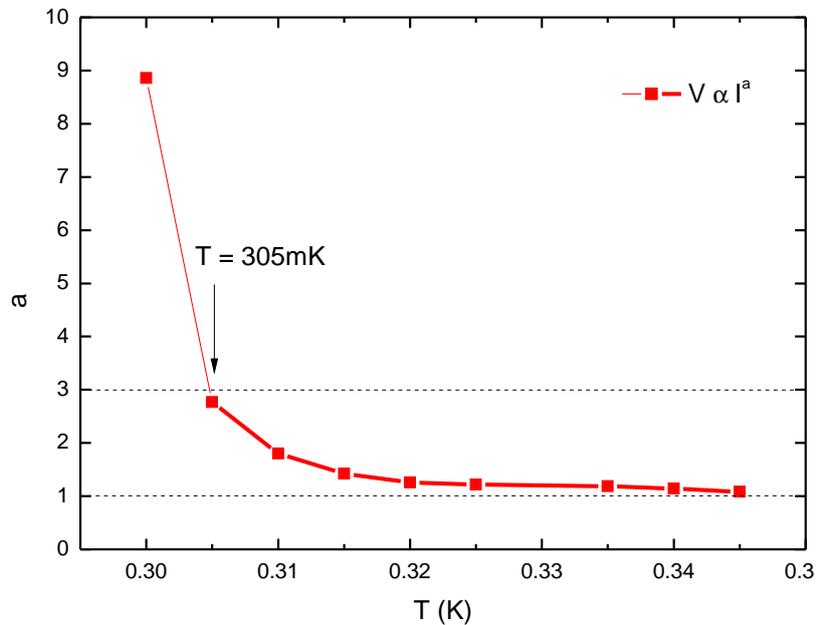


FIGURE 3.15 – Paramètre  $a$  correspondant aux données de la figure 3.14.

### 3.1.6 Conclusion

Suivant l'analyse de Lara Benfatto et al [22], nous avons montré que nos mesures de la transition supraconductrice de la résistance en fonction de la température s'expliquent très bien avec un modèle BKT incluant une distribution inhomogène de rigidité de phase.

En cohérence avec le critère de Beasley [16] pour un modèle BCS en limite sale, nous avons montré que la plage de température dans laquelle la physique BKT domine est très étroite, et donc difficile à observer dans nos interfaces tout comme vraisemblablement dans la plupart des supraconducteurs 2D.

Étonnamment, la transition au sommet du dôme  $V_{BG} = -5V$  s'explique pratiquement par un schéma BKT pur sans inhomogénéités, ce qui constitue un exemple rare dans la littérature. Le saut universel de rigidité n'est cependant pas visible dans les caractéristiques courant-tension.

Enfin, nous avons montré que l'inhomogénéité relative croît dès qu'on s'éloigne du sommet du dôme du côté sur-dopé ou sous-dopé, et semble être corrélée à la température critique, comme l'illustre la figure 3.16. L'explication de ce phénomène reste encore à explorer.

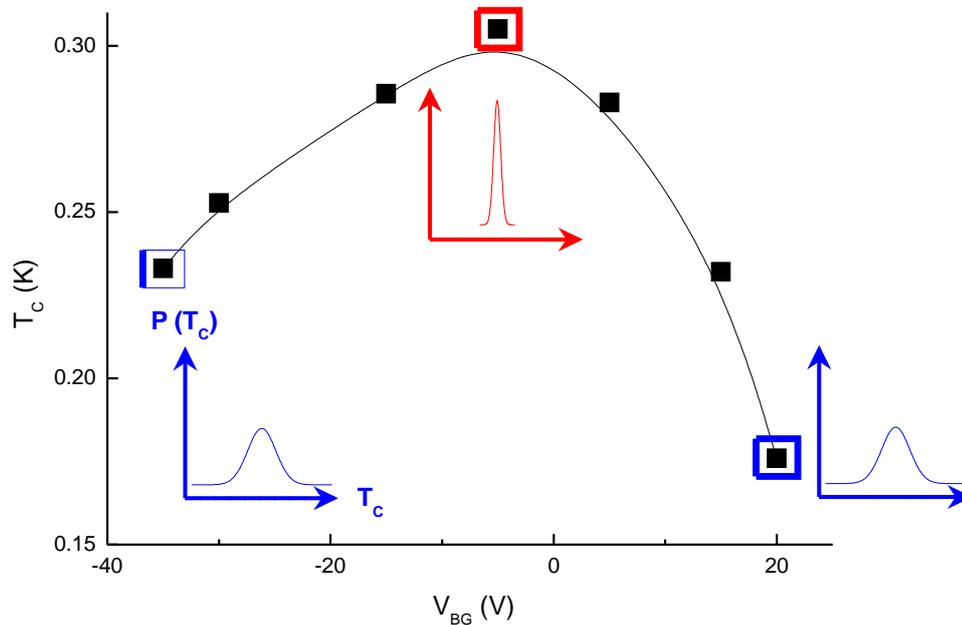


FIGURE 3.16 – Résumé du diagramme de phase : la distribution de  $T_C$  associée à l'ajustement (inserts) est la plus étroite lorsque la température critique est maximale (axe principal).

La transition BKT étant issue du modèle de fluctuations de phase  $XY$ , elle régit bien la physique d'un réseau inhomogène de flaques supraconductrices couplées par effet Josephson décrit par le modèle SOK, que nous allons présenter dans la section suivante.

## 3.2 Transition en champ magnétique

Dans une publication précédente [31], nous avons étudié la transition de phase quantique supraconducteur-isolant induite par un champ magnétique perpendiculaire à l'interface. Nous avons montré, par l'analyse par le groupe de renormalisation (Finite Size Scaling Analysis), que le comportement du gaz 2D dans une interface  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  est en accord avec le scénario de Spivak, Oreto et Kivelson (SOK) [158], dans lequel celui-ci est décrit comme un réseau de flaques supraconductrices couplées entre elles par effet de proximité à travers un gaz 2D métallique.

Un tel réseau inhomogène de jonctions Josephson est bien régi par le modèle d'équilibre thermodynamique  $XY$  des fluctuations de phase, dont la transition supraconductrice en température obéit au modèle BKT présenté dans la section précédente 3.1. Il est également naturel d'étudier les propriétés du courant critique de ce réseau dans le cadre d'un modèle simple de circuit équivalent pour une jonction Josephson, comme le modèle RCSJ, présenté à la section suivante 3.3.

Ici, on ne reprendra pas en détail toute l'analyse du modèle SOK, qui est déjà présentée dans la référence [31] et dans la thèse de Johan Biscaras [35]. On trouvera une justification plus précise de l'application de ce modèle aux interfaces d'oxydes dans ces références.

L'objectif de cette section est simplement de montrer que l'échantillon A, qui est une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  lithographiée, se comporte de façon identique. En effet, tous les résultats présentés dans ce chapitre — analyse BKT à la section 3.1, transition en champ magnétique dans cette section, mesures statistiques du courant critique dans la section 3.3 — ont été obtenus sur ce même échantillon A. Il s'agit donc de trois approches complémentaires du modèle  $XY$ , applicables à la même interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ .

### 3.2.1 Transition de phase quantique

Une transition de phase peut être induite par les fluctuations thermiques — comme la transition supraconductrice en température étudiée à la section 3.1 précédente —, ou par les fluctuations quantiques à  $T = 0\text{K}$ , sous l'influence d'un paramètre extérieur tel que la densité ou le champ magnétique. Par exemple, lorsqu'on applique un champ magnétique  $B$  perpendiculaire à l'interface, on diminue progressivement la température critique, jusqu'à tuer complètement la supraconductivité et retrouver, à fort champ, le comportement d'un métal faiblement localisé, comme le montre la figure 3.17.

Les deux régimes, supraconducteur et isolant, sont séparés par un champ critique  $B_\times$  pour lequel la résistance est constante avec la température. Si l'on représente les mêmes mesures en traçant cette fois la résistance en fonction du champ magnétique, où chaque courbe représente une température, la première signature d'une transition de phase quantique est donc l'existence d'un point de croisement à  $B_\times$ , comme le montre la figure 3.18.

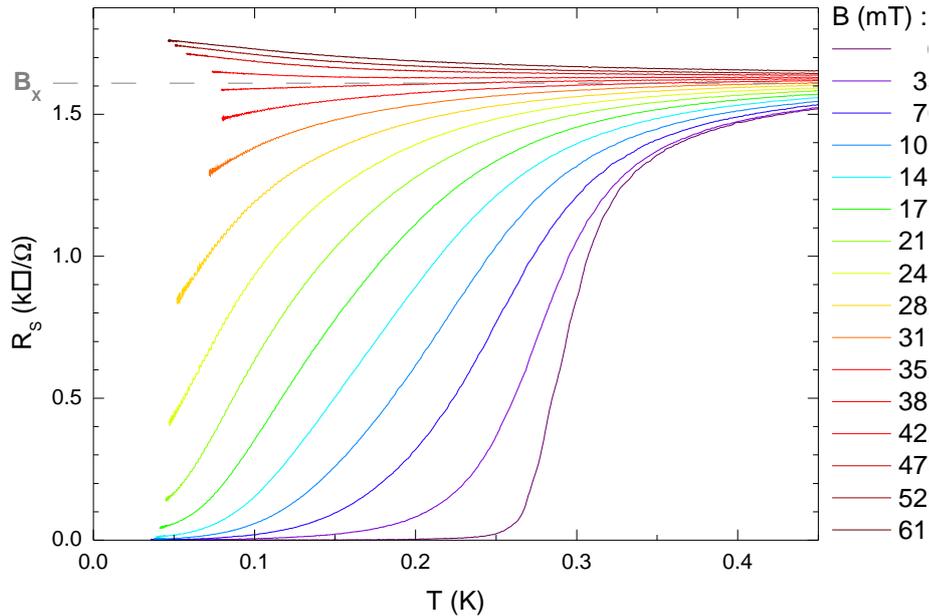


FIGURE 3.17 – Transition supraconductrice en température de l'échantillon A à  $V_{BG} = -15\text{V}$ , pour différentes valeurs de champ magnétique perpendiculaire, de  $B = 0$  ( $T_C$  maximale) à  $B = 616\text{mT}$  (isolant).

Au voisinage de la transition, les longueurs de corrélation spatiale  $\xi$  et temporelle  $\xi_\tau$  divergent, avec un comportement en loi de puissance dont les exposants  $z$  et  $\nu$  dépendent uniquement de la classe d'universalité du système, selon :

$$\begin{aligned}\xi &\propto |B - B_\times|^{-\nu} \\ \xi_\tau &\propto |B - B_\times|^{-z\nu}\end{aligned}\quad (3.27)$$

S'il s'agit bien d'une transition de phase quantique, toutes les grandeurs physiques du système sont dominées par la divergence de  $\xi$  et  $\xi_\tau$ . En particulier, il existe un paramètre de renormalisation  $t(T)$ , dépendant de la température, tel que la résistance puisse s'écrire sous la forme d'une unique fonction  $F$  de la distance à la transition,  $|B - B_\times|$ , multipliée par ce facteur de renormalisation  $t$  :

$$\frac{R(B, T)}{R_\times} = F(|B - B_\times| t(T)) \quad (3.28)$$

La fonction  $F$  est bi-valuée : elle comporte une branche supérieure ( $F > 1$ ) correspondant au côté isolant de la transition ( $R > R_\times$ ), et une partie inférieure ( $F < 1$ ) qui correspond au régime supraconducteur.

L'analyse par le groupe de renormalisation, selon la démarche proposée par Goldman et al [67], consiste, pour chaque température, à chercher la valeur du paramètre  $t(T)$ . La température la plus basse mesurée,  $T_{min}$ , qui est la plus proche du comportement quantique (en théorie à  $T = 0\text{K}$ ), est prise comme référence :  $t(T_{min}) = 1$ . À la température

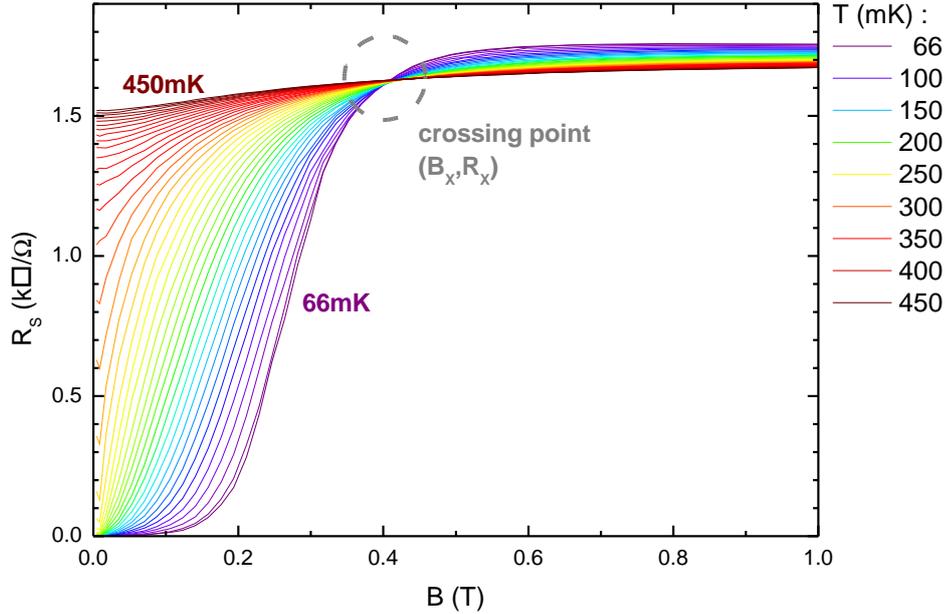


FIGURE 3.18 – Identification du point de croisement : résistance en fonction du champ magnétique, pour différentes températures (les données représentées sont les mêmes que celles de la figure 3.17).

$T$ , on cherche la valeur de  $t$  qui optimise le recouvrement de la courbe  $R_T(B)$  avec celle  $R_{T_{min}}(B)$  mesurée à  $T_{min}$ .

On peut ensuite extraire les exposants critiques de la fonction  $t(T)$  par un ajustement selon la formule :

$$t(T) = \left( \frac{T}{T_{min}} \right)^{-1/z\nu} \quad (3.29)$$

L'avantage de cette méthode est qu'elle ne nécessite pas de supposer une valeur pré-définie pour les exposants critiques  $z$  et  $\nu$ .

La figure 3.19 présente les mesures de la figure 3.17 renormalisées autour du point critique  $(B_x, R_x)$  selon cette procédure, pour une gamme de températures restreintes de  $T = 220\text{mK}$  à  $450\text{mK}$ , dite gamme "haute température". La raison de cette restriction sera exposée par la suite. Sur cette gamme haute température, l'analyse par le groupe de renormalisation autour du point critique  $(B_x, R_x)$  nous donne un produit d'exposants  $(z\nu)_x = 0,65 \approx 2/3$ .

On peut ainsi extraire le produit  $z\nu$ , mais pas  $z$  et  $\nu$  séparément. Cependant, comme il s'agit d'une transition superfluide dans un système chargé, on peut supposer que l'exposant dynamique vaut  $z = 1$ , correspondant aux interactions coulombiennes de longue portée [157, 60].

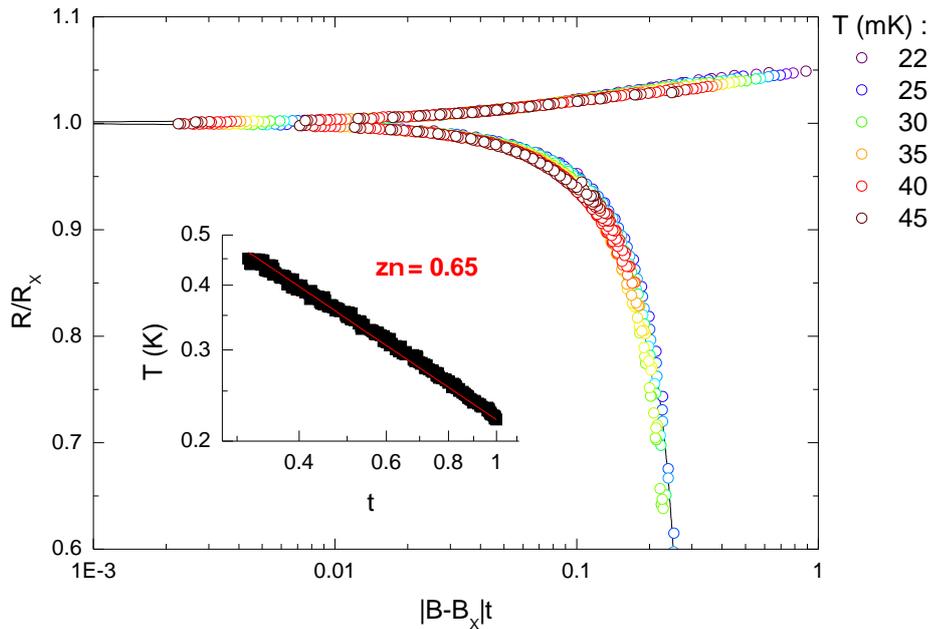


FIGURE 3.19 – **Scaling "haute température"**. Résistance normalisée par la résistance critique  $R_x$  en fonction de la distance au point critique renormalisée  $|B - B_x|t$ , pour les données de la figure 3.17. Chaque couleur représente une température. La courbe noire représente la fonction  $F$ , qui comporte deux parties : la partie supérieure correspond au côté isolant de la transition ( $R > R_x$ ), tandis que la partie inférieure correspond au régime supraconducteur. Insert : paramètre  $t$  de la renormalisation en fonction de la température (carrés noirs), et ajustement par l'équation (3.29) (ligne rouge).

On en déduit alors une valeur de l'exposant spatial  $\nu \approx 2/3$ . Dans la littérature, cette valeur a couramment été observée pour la transition en champ magnétique perpendiculaire de films supraconducteurs 2D, tels que des couches minces de Bismuth amorphe [67, 112], ou de Niobium-Silicium amorphe [13, 113]. L'exposant  $\nu \sim 2/3$  correspond à la classe d'universalité 3D  $XY$  dans la limite propre [83, 172, 101, 88]. Il correspond aussi à la classe  $(2D+1) XY$ , où la dimension supplémentaire correspond à la dimension de temps imaginaire associée à une transition de phase quantique.

Ainsi, la transition à haute température autour du point critique  $(B_x, R_x)$  peut être décrite par la classe d'universalité  $(2D+1) XY : 2D$ , car le gaz d'électron est bidimensionnel ; +1, car c'est une transition de phase quantique, induite par le champ magnétique ; et  $XY$  car en 2D la transition est dominée par les fluctuations de la phase supraconductrice, qui est un paramètre de dimension 2.

### 3.2.2 Double criticalité

Cependant, cette analyse n'est pas valable dans toute gamme de température mesurée. La figure 3.20 (en bas) représente les mêmes mesures que celles de la figure 3.17, mais à une échelle plus précise, pour quelques valeurs de  $B$  très proches du champ critique. En observant cette transition de plus près, on s'aperçoit qu'à basse température ( $T < 220\text{mK}$ ),

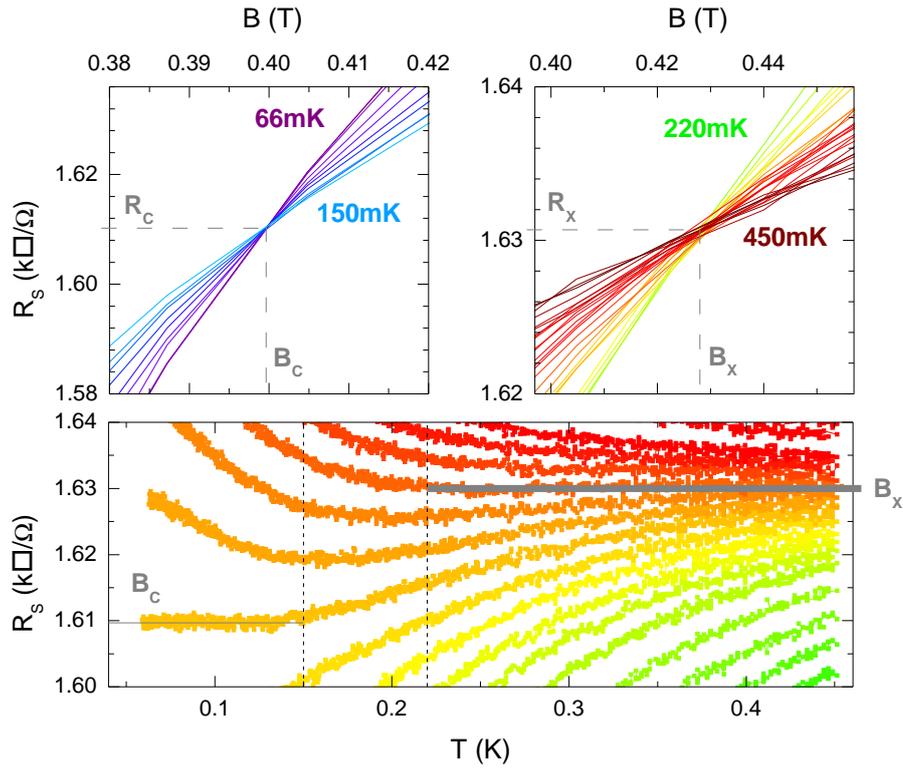


FIGURE 3.20 – Haut : points de croisement basse température ( $B_C, R_C$ ) pour  $T \leq 150\text{mK}$  (à gauche), et haute température ( $B_x, R_x$ ) pour  $T \geq 220\text{mK}$  (à droite). Bas : résistance en fonction de la température pour différents champs magnétiques proches de  $B_C$  et  $B_x$ .

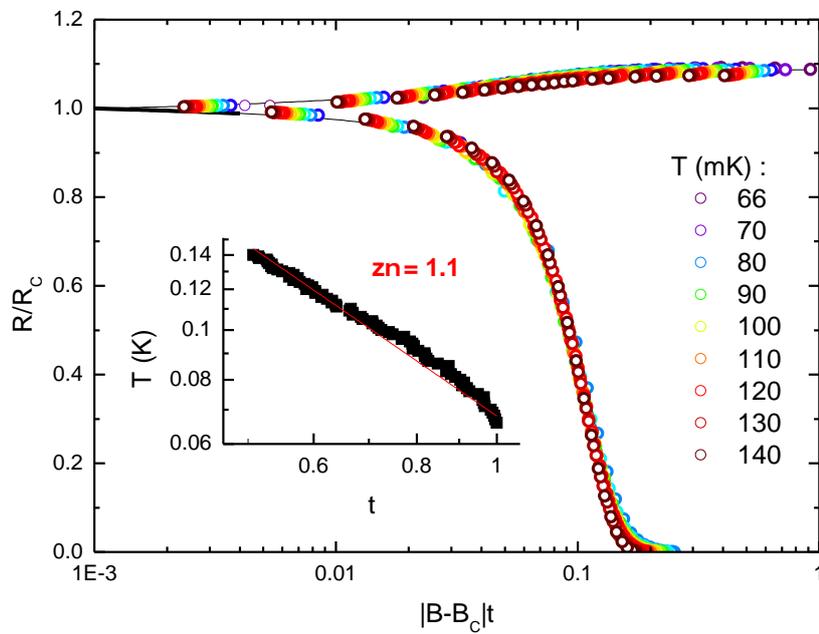


FIGURE 3.21 – Analyse par le groupe de renormalisation autour du point de croisement basse température ( $B_C, R_C$ ). Insert : paramètre  $t$  et ajustement par l'équation (3.29).

au champ critique  $B_x$ , la résistance n'est plus constante avec la température. Le point de croisement ( $B_x = 400\text{mT}$ ,  $R_x = 1,61\text{k}\Omega/\square$ ), montré en échelle agrandie sur la figure 3.20 (en haut à droite), est donc valable uniquement dans la gamme "haute température", pour  $T = 220\text{mK}$  à  $450\text{mK}$ .

À basse température au contraire ( $T \leq 150\text{mK}$ ), la résistance est constante avec la température pour une valeur de champ magnétique critique  $B_C$ , différent de  $B_x$ , comme on le voit sur la figure 3.20 (en bas). Le point de croisement associé ( $B_C = 430\text{mT}$ ,  $R_C = 1,63\text{k}\Omega/\square$ ) est montré en échelle agrandie sur la figure 3.20 (en haut à gauche), et il est valable uniquement dans cette gamme "basse température", pour  $T = 66\text{mK}$  à  $150\text{mK}$ .

L'analyse par le groupe de renormalisation autour de ce point critique basse température ( $B_C, R_C$ ), montré sur la figure 3.21, nous donne un produit d'exposants critique  $(z\nu)_C = 1,1$ , différent de celui  $(z\nu)_x = 0,65$  associé à la transition haute température. On a donc deux champ critiques différents, associé à des exposants critiques différents, pour deux gammes de températures distinctes.

### 3.2.3 Comportement en grille

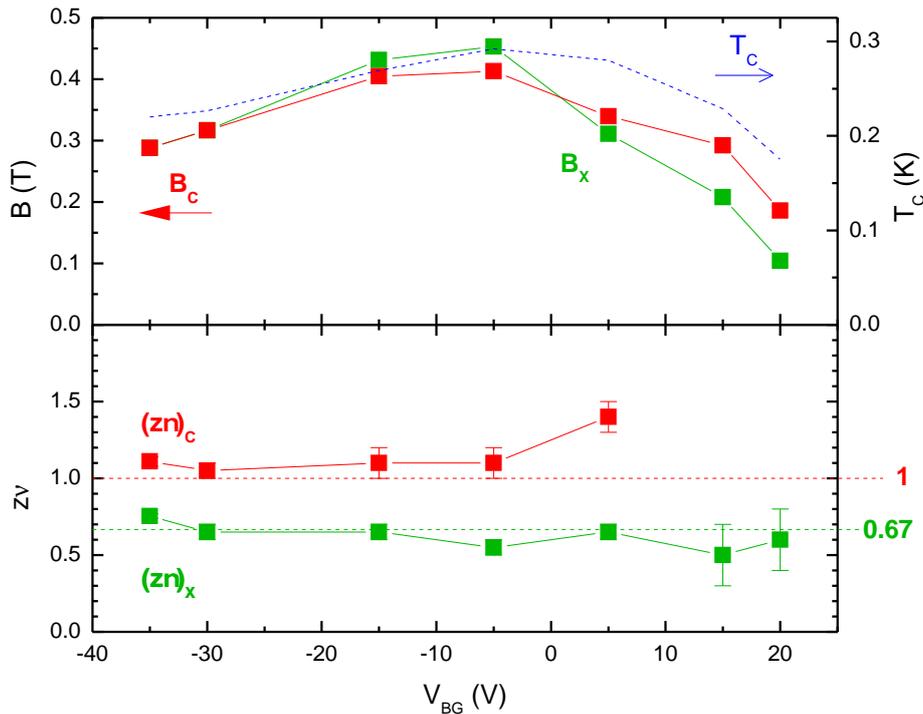


FIGURE 3.22 – En haut : champs critiques haute température  $B_x$  (en vert) et basse température  $B_C$  (en rouge) (axe gauche), et température critique  $T_C$  (axe droit) en fonction de la tension de grille  $V_{BG}$ . En bas : produit des exposants critiques  $(z\nu)_x$  et  $(z\nu)_C$  associés. (Du fait de la très faible résistance de l'échantillon,  $(z\nu)_C$  ne peut pas être déterminé à  $V_{BG} > 10\text{V}$ ).

Pour mieux comprendre cet étrange dédoublement de la transition, nous avons effectué la même analyse pour différentes valeurs de la tension de grille, sur l'ensemble du

diagramme de phase. On s'aperçoit qu'à toute valeur de  $V_{BG}$ , de  $-35\text{V}$  à  $+20\text{V}$ , on retrouve toujours 2 points de croisement selon la gamme de température considérée : un champ critique haute température  $B_{\times}$ , et un champ critique basse température  $B_C$  différent de  $B_{\times}$ . Ces deux champs critiques varient en fonction de  $V_{BG}$  en suivant la forme du dôme supraconducteur de la température critique, comme on peut le voir sur la figure 3.22 (en haut).

Le produit des exposants critiques associé à la transition haute température — à l'incertitude liée à sa détermination expérimentale près — prend systématiquement une valeur  $(z\nu)_{\times}$  proche de  $2/3$ , comme on peut le voir sur la figure 3.22 (en bas).

Le produit  $(z\nu)_C$  associé à la transition basse température, quant à lui, connaît une certaine variabilité, et l'on ne peut pas conclure sur une valeur unique valable à travers l'ensemble du diagramme de phase (figure 3.22, en bas). Tout au plus, on peut remarquer que  $(z\nu)_C$  est toujours supérieur ou égal à 1.

Cette double criticalité se retrouve donc sur l'ensemble du diagramme de phase, avec un produit d'exposants  $(z\nu)_{\times} \approx 2/3$  pour la transition haute température, et  $(z\nu)_C \geq 1$  pour la transition basse température. Comment peut-on expliquer ce phénomène surprenant ?

### 3.2.4 Scénario de Spivak, Oreto et Kivelson

Le scénario proposé par Spivak, Oreto et Kivelson (SOK) [158] peut fournir certaines clefs d'interprétation à cette double criticalité. Celui-ci décrit un réseau inhomogène de flaques supraconductrices, de taille caractéristique  $L_d$ , couplées entre elles par effet de proximité à travers un gaz 2D, métallique.

La transition supraconductrice en 2D est régie par les fluctuations de phase. Au voisinage de la transition, le comportement critique dépend alors de la distance sur laquelle se propagent ces fluctuations. Pour tenir compte de l'effet de la température, on doit introduire une longueur de déphasage thermique  $L_{\Phi}$  qui diverge avec  $T$  selon l'exposant dynamique, et qui limite la cohérence de phase :

$$L_{\Phi} \propto T^{-1/z} \quad (3.30)$$

En fonction de la température, on a donc deux régimes distincts, selon que  $T$  est supérieure ou inférieure à une température caractéristique  $T_d$ , à laquelle  $L_{\Phi} = L_d$ . Ces deux régimes sont résumés sur la figure 3.23.

- À haute température,  $L_{\Phi} < L_d$  : les fluctuations de phase prennent place sur une zone plus petite qu'une flaque supraconductrice, qui peut être considérée comme un système homogène, donc en limite propre. La transition supraconductrice est régie par des fluctuations de phase (modèle  $XY$ ), et la dimension sur laquelle celles-ci s'étendent est égale à la dimension spatiale (2 pour un gaz 2D), plus 1 dimension de temps imaginaire car c'est une transition quantique. L'exposant spatial correspondant à ce modèle  $(2D + 1)XY$  en limite propre est  $\nu = 2/3$ .
- Lorsque  $T \rightarrow 0$ ,  $L_{\Phi}$  diverge et devient plus grand que la taille des flaques  $L_d$ . Les fluctuations se répandent donc sur plusieurs flaques, ce qui constitue un système

inhomogène. Le critère très général de Harris [73] nous dit qu'en présence d'impuretés, si l'on observe tout de même une SIT, alors on doit avoir  $\nu \geq 2/d$ , où  $d$  est la dimension du système. Pour un gaz 2D, on doit donc avoir  $\nu \geq 1$  si celui-ci se comporte comme un système désordonné.

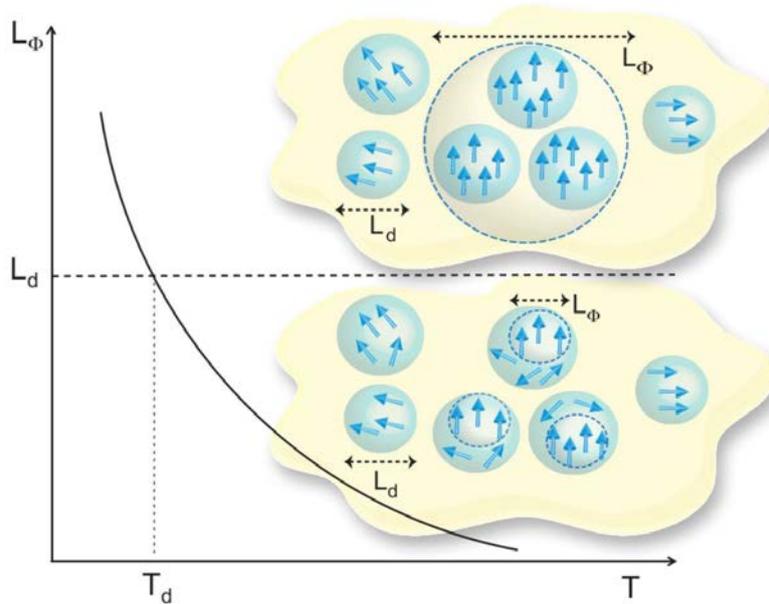


FIGURE 3.23 – Représentation schématique des différents régimes critiques en fonction de la température. En haut : régime  $T \rightarrow 0$  où  $L_\Phi > L_d$ . En bas : régime haute température où  $L_\Phi < L_d$ . Les zones bleues représentent les flaques supraconductrices, et les flèches l'orientation de la phase supraconductrice pour illustrer ses fluctuations. La zone jaune clair figure le gaz 2D métallique couplant les flaques entre elles. Figure tirée de [31].

On peut donc s'attendre à avoir, selon la gamme de température considérée, deux transitions distinctes, associées à des champs critiques et des exposants différents :

- À haute température, un champ critique  $B_\times$  détruit la supraconductivité au sein de chaque flaque, et l'exposant associé est  $\nu = 2/3$ . Cette transition n'est pas à proprement parler quantique, car les fluctuations associées ne dominent pas jusqu'à  $T = 0\text{K}$ .
- À basse température, un champ critique  $B_C$  détruit quant à lui le couplage entre les flaques, et l'exposant associé est  $\nu \geq 1$ . Il s'agit bien sûr de la véritable transition de phase quantique car elle a lieu à  $T = 0\text{K}$ . Elle est associée à la supraconductivité de l'échantillon à l'échelle macroscopique : en effet,  $B_C$  suit la variation de  $T_C$  en grille, suivant le dôme supraconducteur.

Les mesures de la transition en champ magnétique de l'échantillon A sont donc cohérentes avec ce scénario.

### 3.2.5 Conclusion

Nous avons montré que l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  de l'échantillon A obéit bien à un mécanisme de type SOK [158] tel qu'il est décrit dans une interface  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  [31]. Elle se comporte ainsi comme un réseau de flaques supraconductrices couplées par un gaz 2D métallique par effet de proximité, avec une double criticalité quantique en champ magnétique : l'une à haute température liée à la physique d'une flaque homogène selon la classe d'universalité  $(2D + 1)XY$  en limite propre ( $\nu = 2/3$ ) ; l'autre à basse température liée à la physique du réseau, caractéristique d'un système inhomogène ( $\nu > 1$ ).

### 3.3 Étude statistique du courant critique

#### 3.3.1 Introduction

Nous avons montré dans la section précédente que l'interface se comportait suivant le modèle SOK comme un réseau de flaques supraconductrices couplées par effet de proximité à travers un gaz 2D métallique, et s'apparente ainsi à un réseau désordonné de jonctions Josephson. Ce système est bien décrit par le modèle  $XY$ , qui est un modèle d'équilibre thermodynamique. Et en effet, la transition supraconductrice est bien régie par les fluctuations de phase (modèle BKT), comme nous l'avons montré dans la section 3.1. La question qui se pose est donc : a-t-on des signatures de la physique Josephson dans les mesures de transport ?

L'étude des caractéristiques courant-tension des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  révèle un caractère hystérétique : le courant d'échappement (swintching current)  $I_{SW}$  pour lequel la supraconductivité est brisée lorsqu'on augmente le courant est différent du courant de retour  $I_R$  pour lequel celle-ci est recouverte lorsqu'on diminue le courant. Cette hystérèse pourrait être due à un découplage entre les températures électronique et phononique, mais cette hypothèse semble exclue ici, comme détaillé dans l'annexe B. D'autre part, l'échappement à  $I_{SW}$  est abrupt (pic de  $dV/dI$ ) et présente une nature stochastique (valeur de  $I_{SW}$  différente à chaque mesure).

Ce comportement est surprenant. Pour un supraconducteur 2D homogène, on ne s'attend pas à une telle hystérèse : la courbe  $I - V$  ne connaît pas de variation brutale et est réversible. À l'inverse, c'est une signature caractéristique d'un comportement Josephson en régime sous-amorti, comme l'illustre la figure 3.24.

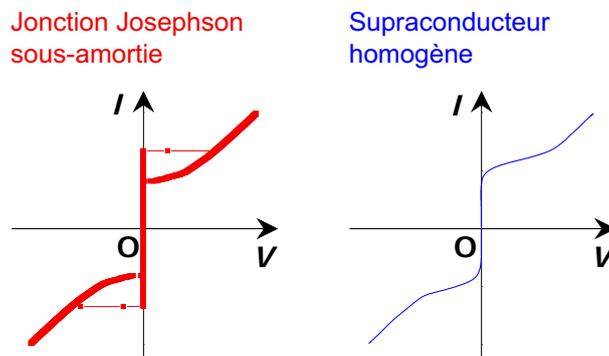


FIGURE 3.24 – Caractéristique courant-tension schématique d'une jonction Josephson sous-amortie et d'un supraconducteur homogène.

Il est remarquable que le réseau de jonctions Josephson formé par le gaz 2D se comporte comme une seule jonction : le saut de tension a lieu à une unique valeur de  $I_{SW}$ , et la résistance immédiatement après le saut est celle  $R_S$  de l'échantillon dans l'état normal. Pour quelques rares échantillons, plusieurs sauts sont visibles en particulier en régime surdopé ( $V_{BG} > 0\text{V}$ ), indiquant que le canal de  $30 \times 10\mu\text{m}$  contient plusieurs jonctions en série de  $I_C$  différents, mais pour la plupart des échantillons, tel que l'échantillon A étudié ici, le saut est toujours unique.

Dans cette section, nous proposons donc de représenter le réseau inhomogène de jonctions Josephson de la façon la plus simple possible par une seule jonction équivalente, et d'étudier ses propriétés de transport à l'aide du modèle dynamique d'une jonction amortie capacitivement et résistivement (Resistively and Capacitively Shunted Josephson junction, RCSJ).

### 3.3.2 Modèle RCSJ

Le modèle RCSJ a été développé par McCumber [118] et Stewart [160]. On en trouvera une présentation détaillée dans le livre de Barone et Paterno [14], ou dans le cours de Marx et Gross [68], par exemple. Dans ce modèle, la jonction *réelle* est modélisée par un circuit formé d'une jonction Josephson *idéale*, de courant critique  $I_C$ , avec une différence de phase supraconductrice  $\phi$  à ses bornes, mise en parallèle avec une résistance  $R$  et une capacité  $C$ . Le circuit équivalent est schématisé sur la figure 3.25.

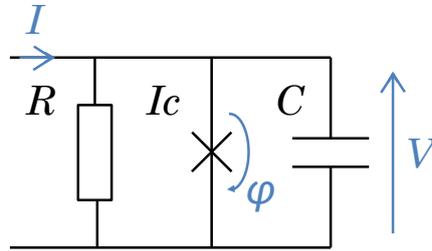


FIGURE 3.25 – Schéma du circuit équivalent du modèle RCSJ.

Dans notre vision des choses, l'interface est représentée par un réseau 2D de jonctions. Il comporte autant de branches en parallèles que de branches en série, puisqu'il est en deux dimensions, donc la résistance moyenne d'une jonction, qui couple deux îlots supraconducteurs à travers le gaz 2D métallique, est égale à la résistance par carré du gaz 2D dans l'état normal. De même, le courant critique moyen d'une jonction est égal au courant critique global de tout le canal de  $30 \times 10 \mu\text{m}$ . Pour des raisons purement liées à la nature bidimensionnelle du réseau, on prendra donc comme paramètres de la jonction équivalente  $R(\text{jonction}) = R_S(\text{échantillon})$  et  $I_C(\text{jonction}) = I_C(\text{échantillon})$ .

La capacité  $C$  du circuit RCSJ représente alors la capacité formée entre les deux îlots supraconducteurs d'une jonction.  $C$  n'est pas connue *a priori* : elle dépend de la distance entre les îlots et de leurs tailles, comme l'illustrera par exemple la figure 3.38 dans un paragraphe ultérieur.

Une jonction Josephson idéale est régie par les équations Josephson :

$$\begin{cases} I = I_C \sin \phi \\ V = \varphi_0 \frac{d\phi}{dt} \end{cases} \quad (3.31)$$

où  $\varphi_0 = \frac{\hbar}{2e}$  est le quantum de flux réduit ( $\varphi_0 = \Phi_0/2\pi$ ). Le courant total passant à travers le circuit vaut donc :

$$I = C \frac{dV}{dt} + \frac{V}{R} + I_C \sin \phi \quad (3.32)$$

Il est possible d'obtenir une équation sans dimension en introduisant les grandeurs normalisées suivantes :

$$\begin{aligned} i &= \frac{I}{I_C} && \text{le courant réduit} \\ \tau &= \omega_P t && \text{le temps réduit} \\ Q &= RC\omega_P && \text{le facteur de qualité} \end{aligned} \quad (3.33)$$

où  $\omega_P$  est la pulsation plasma :  $\omega_P = \sqrt{\frac{I_c}{\varphi_0 C}}$ . L'équation (3.32) s'écrit alors :

$$i = \frac{d^2\phi}{d\tau^2} + \frac{1}{Q} \frac{d\phi}{d\tau} + \sin \phi \quad (3.34)$$

Avec cette équation d'évolution, le système est totalement équivalent à une particule classique de masse  $m = \varphi_0^2 C$  proportionnelle à la capacité, se déplaçant avec un coefficient de dissipation  $\eta = \varphi_0^2/R$  proportionnel à la conductance  $1/R$ , dans un potentiel en tôle ondulée  $U(\phi)$  :

$$m\ddot{\phi} + \eta\dot{\phi} + \frac{\partial U}{\partial \phi} = 0 \quad (3.35)$$

où  $U(\phi)$ , représenté sur la figure 3.26, est la somme d'un terme périodique, dû à la jonction Josephson, et d'un terme linéaire dont la pente est proportionnelle au courant de polarisation :

$$U(\phi) = -E_J(\cos \phi + i\phi) \quad (3.36)$$

où  $E_J = \varphi_0 I_C$  est l'énergie Josephson.

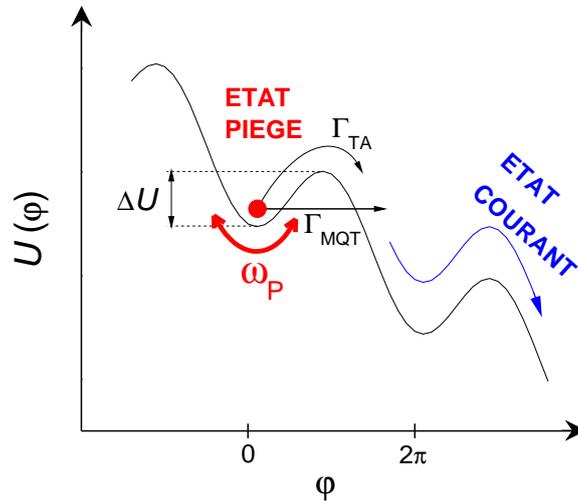


FIGURE 3.26 – Schéma du potentiel en tôle ondulée.

On peut faire une analogie avec un pendule oscillant, qui est un exemple de système mécanique obéissant à la même équation du mouvement. L'angle entre le pendule et la

verticale est alors la différence de phase  $\phi$ , la capacité  $C$  représente un moment d'inertie, la conductance  $1/R$  un coefficient de friction, le courant critique  $I_C$  le couple maximal exercé par la gravité sur la masse oscillante, et le courant de polarisation  $I$  un couple externe appliqué au pendule. Le pendule est représenté très schématiquement en figure 3.27. Sans pousser cette analogie dans des comparaisons quantitatives (voir pour cela les références [14] ou [68]), on s'y référera pour illustrer les différents régimes de conduction.

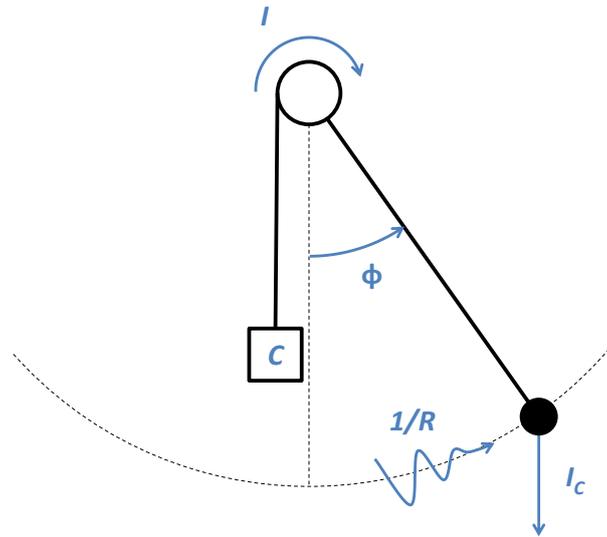


FIGURE 3.27 – Schéma d'un pendule oscillant, où l'on a représenté l'influence des différents paramètres (sans valeur quantitative).

### 3.3.3 Caractéristique courant-tension

#### 3.3.3.1 Modes de conduction

##### État piégé :

Pour  $I < I_c$ , Le potentiel en tôle ondulée possède des minima locaux pour  $\phi_n = 2\pi n$ . Si la particule est initialement piégée dans l'un de ces minima, et si elle n'a pas l'énergie cinétique suffisante pour franchir la barrière de potentiel qui la sépare du minimum suivant, elle reste confinée autour de  $\phi = \phi_n$  (en rouge sur le schéma 3.26). Elle oscille alors à la pulsation plasma  $\omega_P$  au fond du puits, et la valeur moyenne au cours du temps de  $V = \varphi_0 \frac{d\phi}{dt}$  est nulle : le système est dans un état supraconducteur avec  $\langle V \rangle = 0$ .

Dans l'analogie mécanique, l'état piégé correspond au petites oscillations du pendule autour de sa position stable  $\phi = 0$ .

##### État courant :

Pour  $I > I_c$ , les minima de potentiel disparaissent et la particule dévale le potentiel en tôle ondulée :  $\phi$  augmente au cours du temps et la valeur moyenne au cours du

temps de  $V = \varphi_0 \frac{d\phi}{dt}$  n'est pas nulle (en bleu sur le schéma 3.26). Le système est dans un état résistif, appelé état courant :  $\langle V \rangle = RI$  où  $R$  est la résistance normale de la jonction.

Dans l'analogie mécanique, l'état courant correspond à un pendule qui effectuerait des rotations complètes autour de son axe principal.

### 3.3.3.2 Régimes de la jonction

#### Régime sur-amorti :

Dans le cas où  $Q < 1$  (limite des faibles capacité et résistance :  $C, R \rightarrow 0$ ), la jonction est dite en régime sur-amorti (car l'amortissement en  $1/R$  est grand). L'équation (3.34) possède une seule solution — qui peut d'ailleurs être déterminée analytiquement dans le cas fortement sur-amorti  $Q \gg 1$  — quelque soit le courant de polarisation  $I$ . La caractéristique  $I - V$  ne présente alors pas d'hystérèse : pour  $I < I_C$ , le circuit est dans un état piégé, supraconducteur, et pour  $I > I_C$  il est dans un état résistif  $V \neq 0$ . Entre les deux, la courbe  $I - V$  transite continûment de  $V = 0$  ( $I \gtrsim I_C$ ) à  $V = RI$  (asymptote à  $I \gg I_C$ ).

#### Régime sous-amorti :

Dans le cas où  $Q > 1$ , la jonction est dite en régime sous-amorti. Pour  $0 < I < I_C$ , l'équation (3.34) peut alors avoir 2 solutions distinctes : la première solution correspond à l'état piégé, et la seconde à l'état courant. Selon l'énergie cinétique initiale de la particule, on aura donc un état supraconducteur ou résistif. Si la particule n'a pas assez d'énergie, ce qui est le cas si celle-ci est initialement piégée, elle restera piégée dans un puits de potentiel. À l'inverse, si elle descend le potentiel en tôle ondulée suffisamment vite, ce qui est le cas lorsqu'elle est initialement dans l'état courant, elle pourra passer par-dessus chaque barrière de potentiel et restera dans l'état courant. L'état du circuit dépend donc des conditions initiales : la courbe  $I - V$  est hystérétique.

Plus précisément, on montre que ces deux états stables peuvent coexister dans une gamme de courant  $I_R < I < I_{SW}$ .  $I_{SW} \lesssim I_C$  est le courant auquel la particule s'échappe d'un puits de potentiel, appelé courant d'échappement. Il est proche de  $I_C$ , mais strictement inférieur à  $I_C$ , car l'échappement a lieu avant la disparition des minima de potentiels à cause des fluctuations du système, comme on le détaillera plus tard.  $I_R$  est le courant de retour, ou de repiégeage, auquel la friction finit par stopper une particule dans l'état courant.

L'équation non-linéaire (3.34) ne peut pas être résolue analytiquement. Néanmoins, des simulations numériques permettent de calculer les zones de stabilité des différentes solutions [14] [38]. On peut en déduire la valeur du rapport  $i_R = I_R/I_C$  en fonction du facteur de qualité  $Q$ , représentée sur la figure 3.28, que nous avons approximé par le polynôme d'ordre 5 suivant :

$$\frac{1}{Q} = f(i_R) = \frac{\pi}{4} i_R + a_2 i_R^2 + a_3 i_R^3 + a_4 i_R^4 + a_5 i_R^5 \quad (3.37)$$

avec  $a_2 = -0,26431$ ,  $a_3 = 1,63104$ ,  $a_4 = -2,77647$  et  $a_5 = 1,67547$ .

Le régime fortement sous-amorti correspond au cas  $Q \gg 1$ . C'est la limite des fortes impédances  $R$  et  $C$ , le cas  $R, C \rightarrow \infty$  correspondant à une jonction Josephson idéale

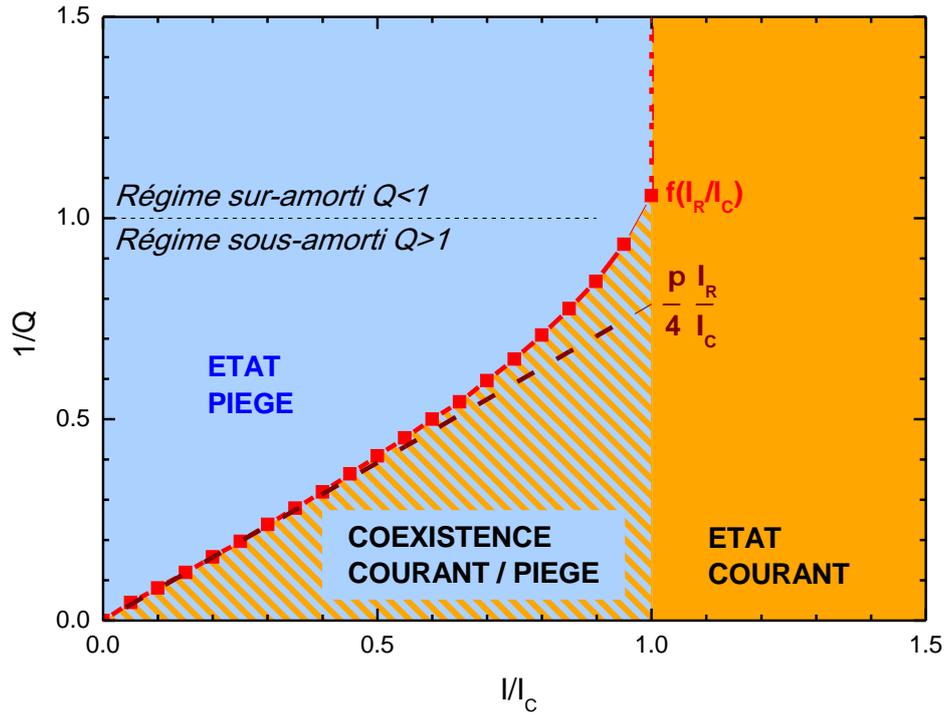


FIGURE 3.28 – Diagramme des régimes de conduction en fonction de l'inverse du facteur de qualité  $1/Q$  et du courant réduit  $I/I_C$ . La courbe rouge est la fonction  $1/Q = f(i_R)$  tirée des simulations numériques de Johnson et Barone dans la référence [14], ou bien de Büttiker et al [38], que nous avons approximée par l'équation (3.37). La droite marron discontinue représente l'approximation asymptotique linéaire de l'équation (3.38). Dans le régime sur-amorti ( $Q < 1$ , en haut), le système est soit dans l'état piégé à  $I < I_C$  (en bleu), soit dans l'état courant à  $I > I_C$  (en orange). Dans le régime sous-amorti, il existe une zone  $I_R < I < I_C$  où les deux états sont possibles (hachurée en orange et bleu).

seule, sans environnement électromagnétique. La jonction est alors traversée par un supercourant, et la friction est négligeable : il est très difficile de repiéger une particule en mouvement. Dans ce cas, le courant de retour est très faible devant  $I_C$ , et la fonction  $f$  est une droite de pente  $\pi/4$ , soit :

$$Q = \frac{4 I_C}{\pi I_R} \quad (3.38)$$

Nous remarquerons que l'équation (3.38) ci-dessus n'est en théorie valable que dans le cas  $Q \gg 1$ . Cependant, on voit sur la figure 3.28 que la courbe complète  $f$  ne présente qu'un faible écart à cette approximation linéaire, n'en déviant qu'à  $I_R/I_C > 50\%$  pour assurer la condition  $f(1) = 1$  — car à  $Q \leq 1$ , il n'y a plus d'hystérèse :  $I_R = I_C$ . En fait, étant données les incertitudes expérimentales qui pèsent sur la détermination de  $Q$ , on se contente généralement en pratique et dans la littérature d'utiliser l'expression (3.38) même dans le cas  $Q \gtrsim 1$ . Nous utiliserons donc uniquement cette formule dans la suite de ce chapitre.

### 3.3.4 Dynamique d'une jonction Josephson

Lorsqu'une particule est piégée dans un minimum local de potentiel, elle peut s'échapper en sautant par-dessus la barrière de potentiel par activation thermique (Thermal Activation, TA), ou, parce qu'il s'agit d'un système quantique, en la traversant par effet tunnel, phénomène appelé effet tunnel macroscopique (Macroscopic Quantum Tunneling, MQT). L'échappement n'a donc pas lieu lorsque le puits de potentiel disparaît totalement, à  $I = I_C$ , mais avant, à un courant  $I_{SW} < I_C$ , qui a donc une nature probabiliste caractérisée par les fluctuations du système.

#### 3.3.4.1 Activation thermique

Pour un courant fini, la hauteur de la barrière de potentiel peut être calculée à partir de l'équation (3.36) :

$$\begin{aligned}\Delta U &= 2E_J \left( \sqrt{1 - i^2} - i \arccos i \right) \quad (I < I_C) \\ &= \frac{\sqrt{32}}{3} E_J (1 - i)^{3/2} \quad (I \approx I_C)\end{aligned}$$

La particule piégée oscille alors au fond du puits avec une pulsation  $\omega_a$ , qui n'est significativement différente de la pulsation plasma  $\omega_P$  que lorsque  $I \approx I_C$  :

$$\omega_a = \omega_P (1 - i^2)^{1/4} \quad (3.39)$$

Le potentiel en tôle ondulée de l'équation (3.36) peut être approximé localement par un potentiel cubique. Le modèle de Kramers [93] permet alors de calculer le taux d'échappement  $\Gamma_{TA}$  (probabilité d'échappement par unité de temps). Nous utiliserons une amélioration du modèle de Kramers proposée par Markus Büttiker [38]. Pour une explication détaillée du modèle d'échappement et des hypothèses faites, on pourra se référer à la thèse de Master de Georg Wild [170]. On obtient :

$$\Gamma_{TA} = a_t \frac{\omega_a}{2\pi} \exp\left(-\frac{\Delta U}{k_B T}\right) \quad (3.40)$$

Ce résultat peut se comprendre selon un modèle classique simple : la particule oscille au fond du puits à une fréquence  $f = \frac{\omega_a}{2\pi}$ , appelée fréquence d'essai, et vient cogner contre la barrière de potentiel de hauteur  $\Delta U$  tous les intervalles de temps  $\delta t = 1/f$ . À chaque essai, la probabilité de la franchir par activation thermique suit une loi d'Arrhénius  $P \propto e^{-\Delta U/k_B T}$ . La probabilité d'échappement par unité de temps  $\Gamma_{TA}$  est donc le produit  $P \times f$ .

Le calcul de Büttiker [38] en utilisant la théorie de Kramers [93] donne un facteur correctif  $a_t \sim 1$  :

$$a_t = \frac{4\alpha}{\left(\sqrt{1 + \frac{\alpha Q k_B T}{1.8 \Delta U}} + 1\right)^2} \quad (3.41)$$

$\alpha$  est un paramètre ajustable selon le système. Malgré de nombreux efforts pour le calculer théoriquement, il n'y a pas à ce jour d'accord clair avec les expériences. En général,  $\alpha$  est donc ajusté à l'expérience, et souvent pris très proche de 1, comme par exemple par Martinis et al [114] ( $\alpha = 1,00 \pm 0,05$ ). On retiendra la valeur  $\alpha = 1$  pour l'analyse de nos

résultats.

Avec nos paramètres expérimentaux, le calcul donne toujours un terme  $a_t$  très proche de 1, car le facteur de qualité est toujours proche de 1 et l'énergie thermique faible devant l'énergie Josephson ( $k_B T < E_J \sim \Delta U$ ). Son influence est toujours négligeable sur le calcul de la distribution de courant d'échappement. On prendra donc systématiquement  $a_t = 1$  en négligeant les termes correctifs.

### 3.3.4.2 Échappement quantique

Dans le cas d'un échappement par effet tunnel, en présence de dissipation, le problème est plus complexe à traiter que le cas classique du modèle de Kramers. L'approche la plus courante consiste à utiliser le formalisme d'intégrale de chemin de Feynman pour un potentiel cubique. Freidkin et al [62] en ont déduit le résultat approché dans la limite des faibles frictions. Pour une jonction Josephson, le résultat universellement utilisé est ainsi [40] [169] :

$$\Gamma_{MQT} = a_q \frac{\omega_a}{2\pi} \exp \left[ -7.2 \frac{\Delta U}{\hbar\omega_a} \left( 1 + \frac{0.87}{Q} \right) \right] \quad (3.42)$$

$$a_q = (864\pi\Delta U/\hbar\omega_a)^{1/2} \quad (3.43)$$

### 3.3.4.3 Croisement TA-MQT

On a une transition du régime d'activation thermique à quantique lorsque la température passe en-dessous de la température de croisement  $T_{cr}$  définie par :

$$T_{cr} = \frac{\hbar\omega_P}{2\pi k_B} \left( \sqrt{1 + \left( \frac{1}{2Q} \right)^2} - \frac{1}{2Q} \right) \quad (3.44)$$

Le croisement a donc lieu lorsque l'énergie des fluctuations thermiques,  $k_B T_{cr}$ , est égale à l'énergie des fluctuations quantiques,  $\hbar\omega_P$ . Le facteur correctif dépendant de  $Q$  est égal à 1 dans la limite  $Q \rightarrow \infty$ , et varie de 0,6 à 1 dans le cas général, comme le montre la figure 3.29. Sa correction est donc faible même pour une jonction modérément sous-amortie  $Q \geq 1$  et l'argument qualitatif ci-dessus reste toujours valable.

Il est alors pratique d'exprimer les taux d'échappement TA et MQT à l'aide d'une température d'échappement, paramètre unique caractérisant les fluctuations du système, sous la forme simplifiée suivante :

$$\Gamma_{TA,MQT} = \frac{\omega_a}{2\pi} \exp \left( -\frac{\Delta U}{k_B T_{esc}} \right) \quad (3.45)$$

où  $T_{esc} \approx T$  pour un échappement thermique (au paramètre  $a_t$  près), et  $T_{esc} = T_{cr}$  pour un échappement quantique. Avec ce formalisme, TA et MQT sont donc des phénomènes tout-à-fait équivalents du point de vue mathématique, modélisés par un unique paramètre  $T_{esc}$  : MQT n'est que la saturation à basse température de TA. Dans toute la suite, on utilisera donc la formule (3.45) pour les deux types d'échappement, sans les distinguer.

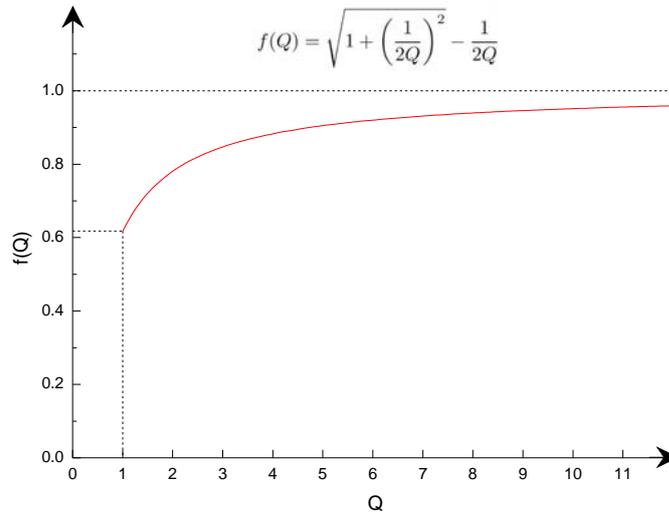


FIGURE 3.29 – Facteur correctif dû au facteur de qualité dans l'équation (3.44).

#### 3.3.4.4 Probabilité d'échappement

Le taux d'échappement total est donné par :

$$\Gamma_E = \Gamma_{TA} + \Gamma_{MQT} \quad (3.46)$$

Si l'on augmente le courant de 0 à  $I_C$  à une vitesse de rampe  $\frac{dI}{dt}$ , la probabilité que la particule s'échappe du puits quantique à un courant  $I$  vaut alors :

$$P_E(I) = \frac{\Gamma_E(I)}{\frac{dI}{dt}} \left[ 1 - \int_0^I \frac{\Gamma_E(I')}{\frac{dI}{dt}} dI' \right] \quad (3.47)$$

### 3.3.4.5 Grandeurs statistiques

Si l'on mesure un grand nombre  $N$  de caractéristiques courant-tension dans des conditions identiques, le nombre  $N(I)$  d'évènements d'échappement — passage abrupt de l'état supraconducteur à l'état résistif — ayant lieu à un courant donné  $I$  est proportionnel à la probabilité d'échappement :  $P_E(I) = N(I)/N$ . La fonction  $N(I)$  est appelée distribution de courants d'échappement (Switching Current Distribution, SCD). Elle peut être caractérisée par ses grandeurs statistiques, notamment sa moyenne  $\langle I_{SW} \rangle$  et son écart-type  $\sigma_{SW}$ .

Pour un échappement purement TA ou MQT, la largeur de la SCD, c'est-à-dire son écart-type  $\sigma_{SW}$ , a été calculé par Anupam Garg [64] :

$$\sigma_{SW} = \frac{\pi}{1.5\sqrt{6}} I_c u^{-2/3} \kappa^{-1/3} \quad (3.48)$$

avec  $u = \frac{U_c}{k_B T_{esc}}$  où  $U_c = \frac{\sqrt{32}}{3} \varphi_0 I_c$  dans le modèle RCSJ. Ici  $\kappa = \ln(\omega_P t_\sigma / 2\pi)$ , et  $t_\sigma \approx 2\sigma_{SW} / \frac{dI}{dt}$  est le temps passé dans la zone où l'échappement est le plus probable. Comme  $\omega_P t_\sigma$  est présent uniquement dans le logarithme, sa valeur exacte n'a pas une grande importance, et son influence sur la SCD est très faible. On s'attend donc à une variation de l'écart-type de la forme :

$$\sigma_{SW} \propto I_c^{1/3} T_{esc}^{2/3} \quad (3.49)$$

Un comportement de  $\sigma_{SW}$  en  $T^{2/3}$  est ainsi caractéristique d'un échappement purement thermique, tandis qu'un échappement quantique est caractérisé par  $\sigma_{SW}$  constant, indépendant de la température.

On peut aussi calculer les moments d'ordres supérieurs de la SCD. Pour un échappement purement TA-MQT, l'asymétrie (Skewness  $S_k$ , moment d'ordre 3) est caractérisée par  $S_k = -1$  (la distribution est toujours décalée vers la gauche) [127, 58], tandis que l'aplatissement (Kurtosis  $K$ , moment d'ordre 4) vaut toujours  $K = 5$  [127]. Plus l'ordre d'un moment augmente, plus sa valeur sera sensible à toutes les formes de bruit affectant la mesure : pour une détermination avec une précision de 1%, la valeur moyenne requiert  $N = 100$  mesures, l'écart-type  $N = 100^2 = 10000$  mesures, etc. Le caractère universel de  $S_k$  et  $K$  est donc un moyen de tester la qualité d'un système de mesure, comme le suggèrent Murphy, Bezryadin et al [127], ou bien d'observer un écart au modèle TA-MQT pur.

### 3.3.5 Mesures : courbes $I - V$

#### 3.3.5.1 Dépendance en Température

La figure 3.30 montre les courbes  $I - V$  mesurées pour différentes températures au point de  $T_C$  maximale  $V_{BG} = -5V$ .

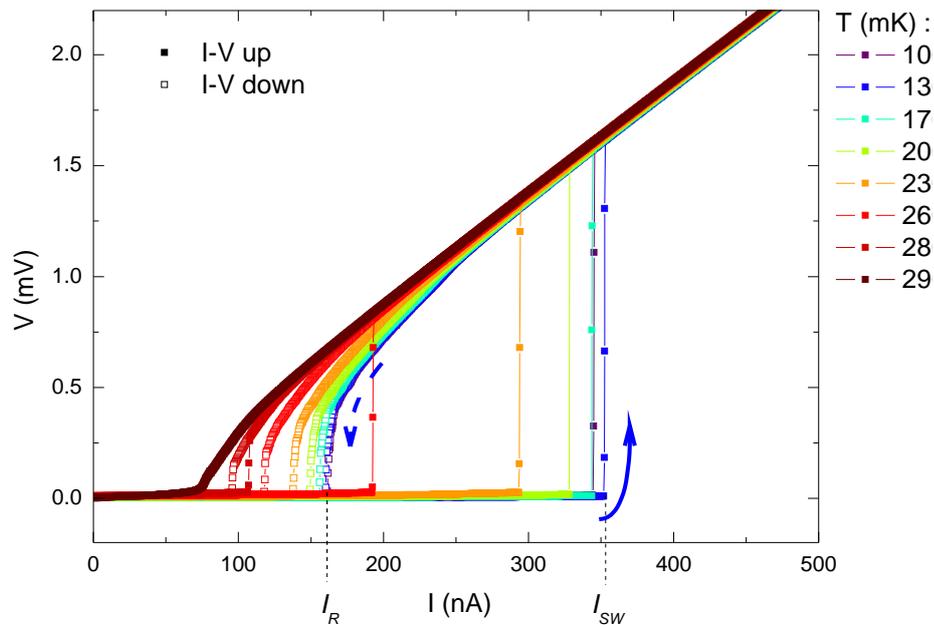


FIGURE 3.30 – Caractéristiques courant-tension mesurées à  $V_{BG} = -5V$  pour différentes températures, en augmentant ( $I - V$  up, carrés pleins) ou en diminuant ( $I - V$  down, carrés creux) le courant. Les flèches bleues indiquent le sens de la rampe de courant.

Pour  $T \rightarrow T_C = 300\text{mK}$ , le courant critique tend vers 0 car la supraconductivité est détruite par les fluctuations thermiques, comme le montre la figure 3.31. Pour  $T < T_C/2$  en revanche, les courants d'échappement et de retour sont quasiment constants avec la température. Cette forme des courbes  $I_C(T)$  est la même quelle que soit la tension de grille, comme le montre la figure 3.32.

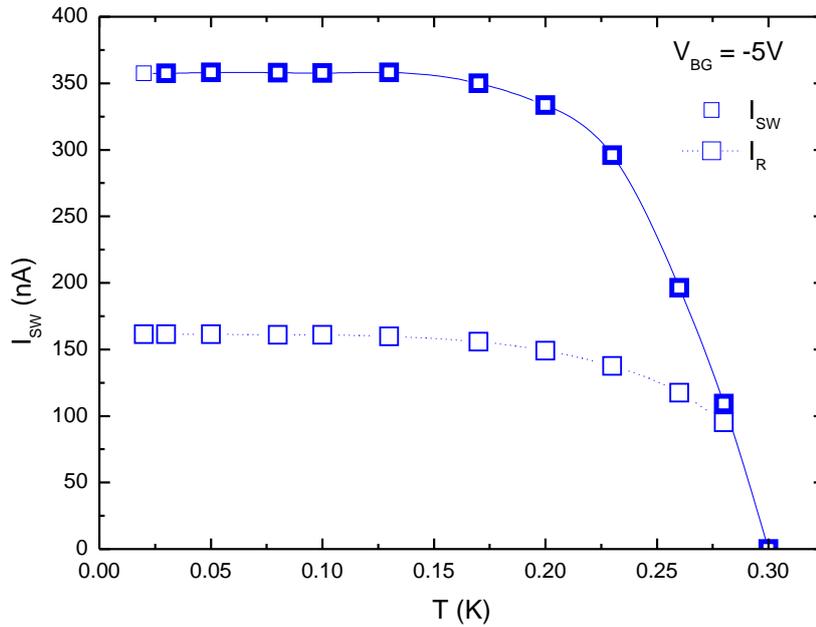


FIGURE 3.31 – Courant d'échappement (carrés bleus épais, traits continus) et courant de retour (carrés bleus fins, pointillés) extraits des courbes  $I - V$  de la figure 3.30, en fonction de la température, à  $V_{BG} = -5V$ .

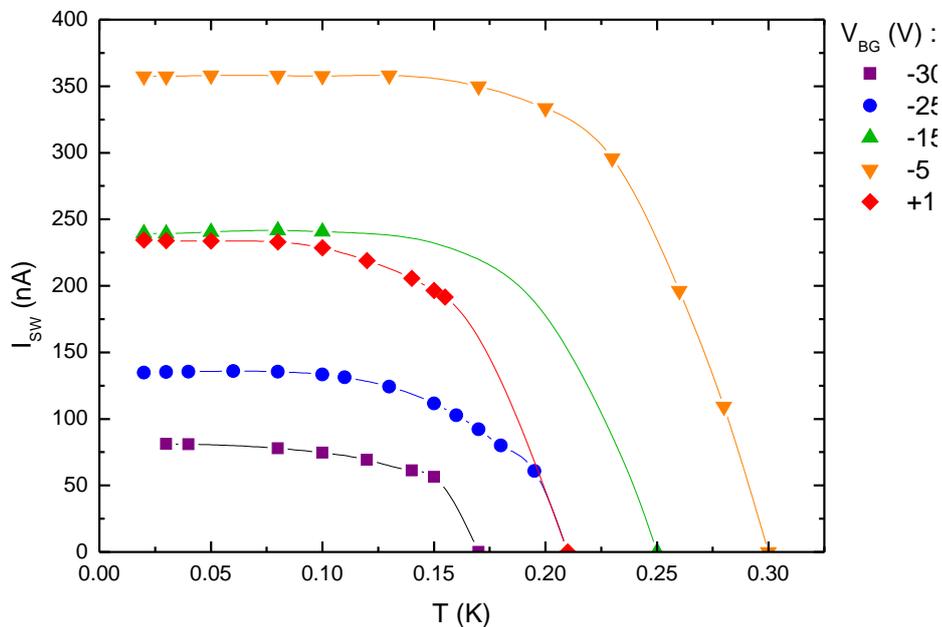


FIGURE 3.32 – Courant d'échappement en fonction de la température pour différentes tensions de grille. Les points correspondent aux mesures (y compris les points où le courant critique s'annule :  $I_{SW} = 0$  à  $T = T_C$ ), les lignes sont de simples guides visuels.

### 3.3.5.2 Paramètres RCSJ

La valeur des courants d'échappement et de retour permet d'estimer le facteur de qualité. À ( $V_{BG} = -5\text{V}$ ,  $T = 100\text{mK}$ ), on trouve  $Q \approx \frac{4I_C}{\pi I_R} = 3,4$  à l'aide de la formule (3.38). Le système est donc clairement dans le régime modérément sous-amorti ( $Q \gtrsim 1$ ).

On peut alors estimer les différents paramètres du modèle RCSJ détaillé au paragraphe 3.3.2. Comme il s'agit d'un réseau en deux dimensions, les caractéristiques de la jonction équivalente seront les mêmes que celles du réseau : le courant critique de la jonction est égal à celui mesuré sur tout l'échantillon  $I_C$ , que l'on peut estimer par la valeur moyenne du courant d'échappement  $I_{SW}$ , et la résistance de la jonction équivalente est égale à la résistance par carré du gaz 2D  $R_S = 963\Omega/\square$ .

On trouve alors une capacité  $C = \frac{\varphi_0 Q^2}{I_C R^2} = 5,2 \times 10^{-15}\text{F}$  et une pulsation plasma  $\omega_P = \frac{RI_C}{\varphi_0 Q} = 4,3 \times 10^{11}\text{rad.s}^{-1}$ . Cette méthode de calcul revient bien sûr à négliger l'influence de l'environnement électromagnétique et la dépendance en fréquence du facteur de qualité, mise en évidence par Kautz et Martinis [115, 86] (voir l'annexe A pour plus de détails). Néanmoins, pour des valeurs de  $Q(\text{DC}) \sim 3$  observées ici cette influence diminue typiquement  $Q(\text{AC})$  d'un facteur 2 ou 3 par rapport à  $Q(\text{DC})$  d'après la référence [86], ce qui ne change pas l'ordre de grandeur des paramètres RCSJ. Faire des hypothèses sur la forme et les valeurs des impédances de l'environnement électromagnétique, suivant la démarche de la référence [114], rajouterait des paramètres au système. On se contentera donc de discuter de la physique à l'œuvre à partir des estimations ci-dessus.

### 3.3.5.3 Énergies caractéristiques

On peut estimer l'énergie Josephson  $E_J = \varphi_0 I_C = 0,7 \text{ meV}$  et l'énergie de charge  $E_C = e^2/2C = 0,02 \text{ meV}$ . Le système suit donc une dynamique classique :  $E_J/E_C \gg 1$ , et les effets de charge sont négligeables. En particulier, on pourra négliger la séparation entre les différents niveaux d'énergie dans un puits de potentiel, et les traiter comme un continuum<sup>1</sup>.

Cette propriété  $E_J/E_C \gg 1$  est vérifiée dans tout le diagramme de phase en tension de grille, comme le montre la figure 3.33. Par ailleurs, on voit que l'énergie Josephson est toujours bien plus grande que l'énergie des fluctuations thermiques  $k_B T$ , suggérant un régime quantique à toute température.

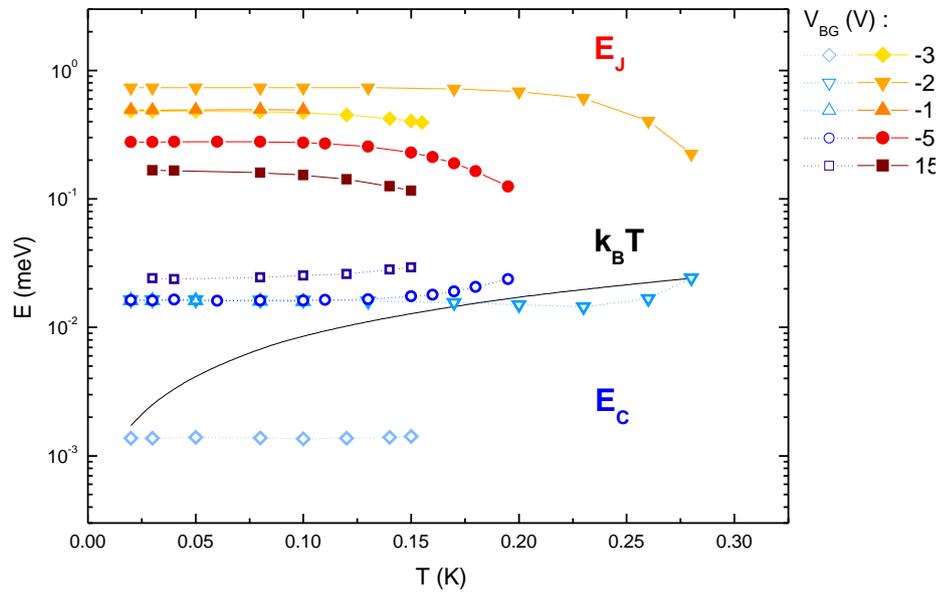


FIGURE 3.33 – Énergie Josephson  $E_J = \varphi_0 I_C$  (symboles pleins et traits continus, nuances de rouge), énergie de charge  $E_C = e^2/2C$  (symboles creux et pointillés, nuances de bleu) et énergie des fluctuations thermiques  $k_B T$  (ligne noire épaisse) à toutes  $T$  et  $V_{BG}$ .

1. Voir par exemple la référence [89] pour un modèle prenant en compte la quantification des niveaux dans le cas  $E_J \sim E_C$

## 3.3.5.4 Dépendance en Grille

La figure 3.34 montre les courbes  $I - V$  mesurées pour différentes tensions de grille à  $T = 100\text{mK}$ , dans la région loin de  $T_C$  où le courant critique est constant avec la température.

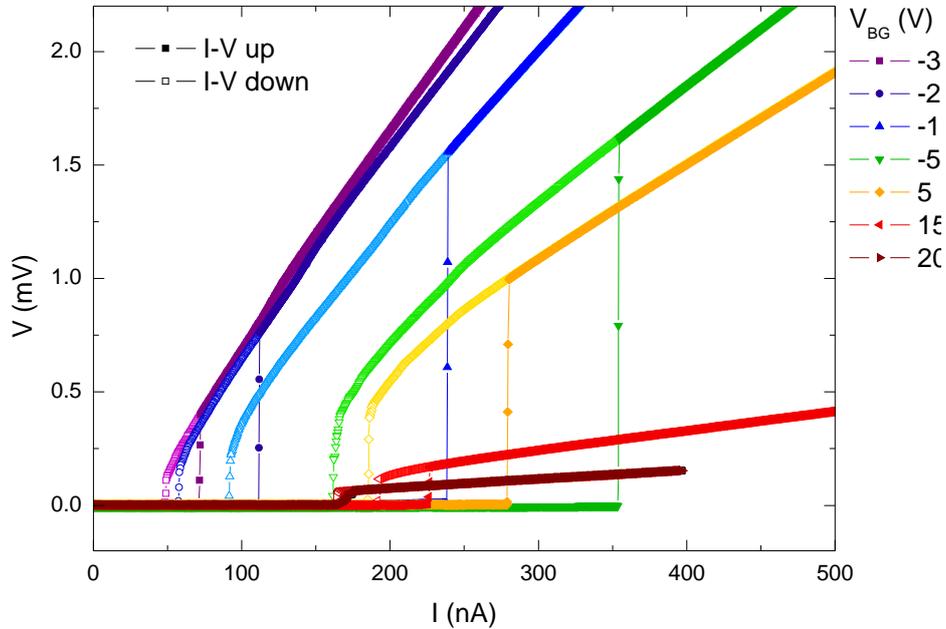


FIGURE 3.34 – Caractéristiques courant-tension mesurées à  $T = 100\text{mK}$  pour différentes  $V_{BG}$ , en augmentant ( $I - V$  up, symboles pleins) ou en diminuant ( $I - V$  down, symboles creux) le courant.

Le courant critique suit une forme de dôme, similaire au dôme supraconducteur mesuré par la température critique visible sur la figure 3.36, avec un maximum au même point  $V_{BG} = -5\text{V}$ , comme on peut le voir sur la figure 3.35.  $I_C$ , estimé ici par  $I_{SW}$ , est donc bien comme  $T_C$  une mesure de la force de la supraconductivité macroscopique de l'échantillon.

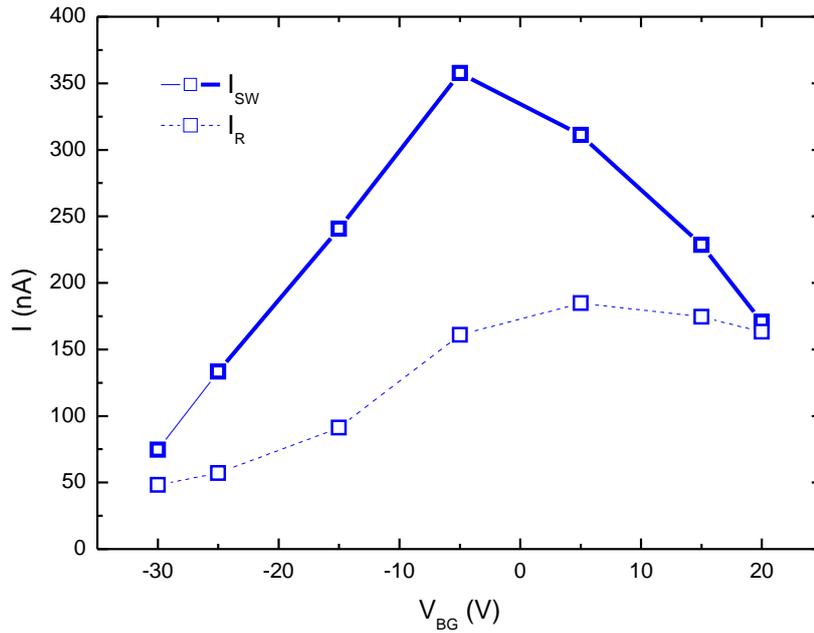


FIGURE 3.35 – Courant d'échappement (carrés bleus épais, traits continus) et courant de retour (carrés bleus fins, pointillés) extraits des courbes  $I - V$  de la figure 3.34, mesurées à  $T = 100\text{mK}$  pour différentes  $V_{BG}$ .

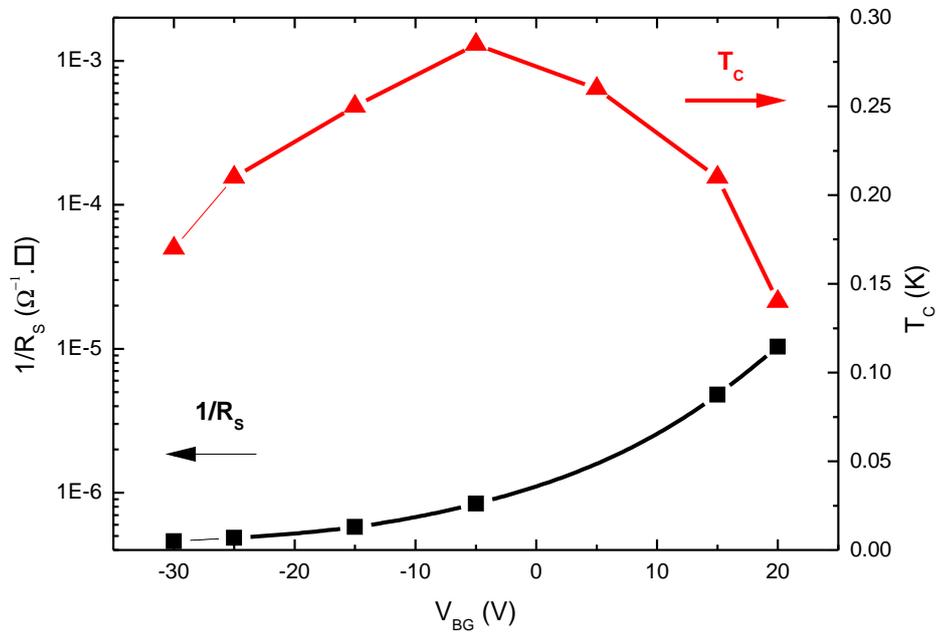


FIGURE 3.36 – Axe gauche : conductance par carré de l'échantillon dans l'état normal  $G_S = 1/R_S$  (carrés noirs). Axe droit : température critique définie par  $I_{SW} = 0$  (triangles rouges).

**Facteur de qualité :**

Le courant de retour, par contre, est pratiquement monotone avec  $V_{BG}$ . Si l'on met à part les points  $V_{BG} = -30$  et  $-25$ V où la supraconductivité est pratiquement détruite, l'hystérèse des courbes  $I - V$  est globalement plus forte du côté sous-dopé ( $V_{BG} \leq -5$ V) que du côté sur-dopé, et elle diminue avec la grille : la figure 3.37 montre que le facteur de qualité  $Q$  diminue continûment avec  $V_{BG}$  et tend vers 1. En particulier, il est remarquable que l'hystérèse disparaît presque totalement au dopage maximal  $V_{BG} = 20$ V, alors que la supraconductivité est encore forte et que la conductance du gaz est maximale<sup>2</sup>.

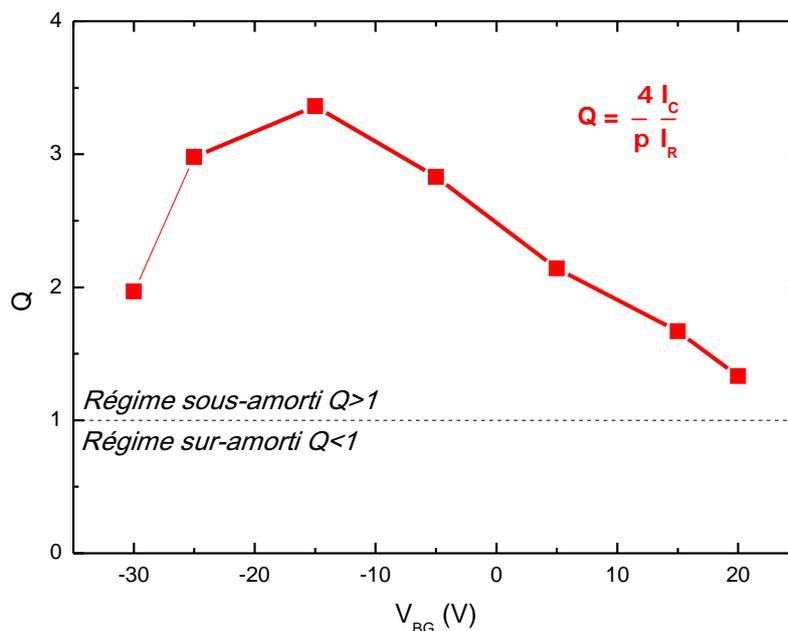


FIGURE 3.37 – Facteur de qualité estimé à partir de l'hystérèse des courbes  $I - V$  de la figure 3.34 selon la formule (3.38), à  $T = 100$ mK, en fonction de  $V_{BG}$ .

Cette variation de  $Q$  avec  $V_{BG}$  est assez naturelle : en pratique,  $C$  et  $\omega_P$  calculés avec les paramètres du système varient peu en ordre de grandeur avec la tension de grille. Par contre,  $R$  varie de plus d'un ordre de grandeur :  $R_S$  passe de  $2\text{k}\Omega/\square$  à  $100\Omega/\square$  entre  $-30$ V et  $+20$ V. Quand on dope l'échantillon, on augmente donc l'amortissement en  $1/R$  du circuit RCSJ comme on le voit sur la figure 3.36, donc on diminue  $Q$ , jusqu'à passer en régime sur-amorti ( $Q < 1$ ).

Ceci constitue l'un des principaux résultats de cette étude : la tension de grille est ainsi un outil permettant de moduler les paramètres du circuit RCSJ, et de passer continûment du régime modérément sous-amorti ( $Q \sim 3$ , régime sous-dopé) au régime sur-amorti ( $Q \sim 1$ , régime sur-dopé).

2. À noter que cette propriété est tout-à-fait générale des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  : sur certains échantillons, l'hystérèse disparaît même totalement au point de dopage maximal

### Énergies et capacité :

Le rapport de l'énergie Josephson sur l'énergie de charge  $E_J/E_C$  augmente fortement avec la tension de grille, tout comme la capacité  $C$  estimée selon la procédure décrite au paragraphe 3.3.2, comme le montre la figure 3.39. En effet, d'après Bert et al [27] la densité superfluide augmente continûment avec  $V_{BG}$ , tout comme la conductance normale du gaz. Dans un scénario de type SOK, il est alors logique de penser que la densité de flaques supraconductrice augmente, et donc que la distance moyenne entre flaques diminue, ce qui augmente fortement la capacité du lien faible formé par deux flaques voisines (cf figure 3.38). Cela a pour effet de faire baisser fortement l'énergie de charge  $E_C = e^2/2C$ .

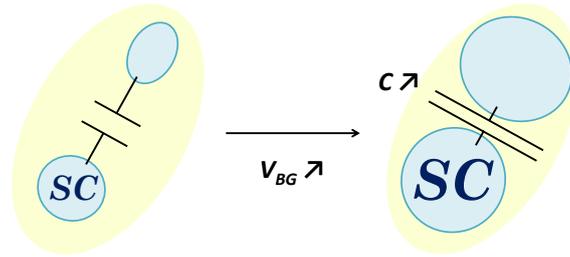


FIGURE 3.38 – Représentation schématique de l'effet du dopage.

En régime très sous-dopé ( $V_{BG} = -30V$ ), on s'approche donc du régime de charge ( $E_J \sim 10 E_C$ ), car la densité superfluide tend vers 0, tandis qu'en régime sur-dopé on s'installe de plus en plus dans un régime clairement classique ( $E_J \sim 1000 E_C$ ).

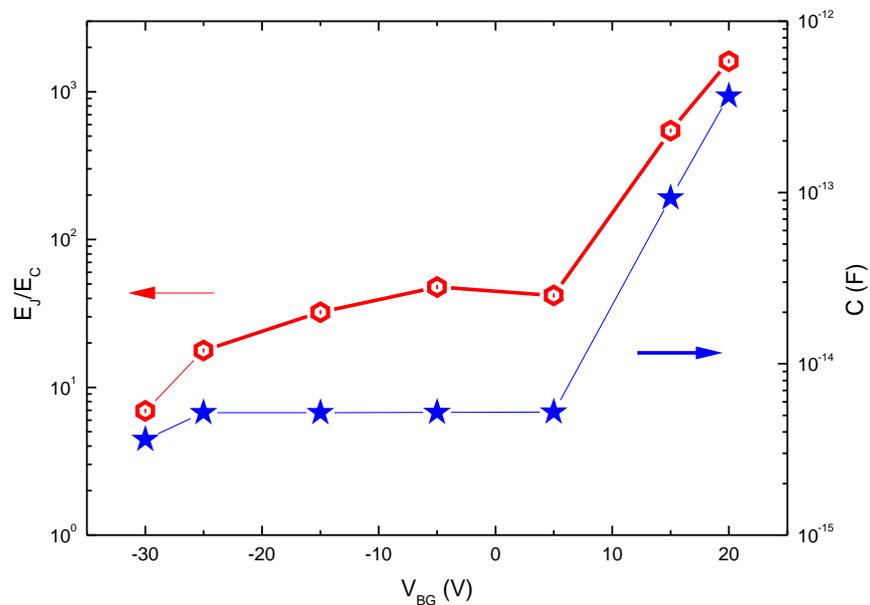


FIGURE 3.39 – Axe gauche : rapport des énergies Josephson et de charge  $E_J/E_C$  (hexagones pointés rouges). Axe droit : capacité  $C$  du modèle RCSJ (étoiles bleues).

### 3.3.6 Mesures : statistiques d'échappement

Nous avons mesuré les SCD obtenues à partir de 10 000 courbes  $I - V$  selon le montage détaillé dans la section 2.2.

#### 3.3.6.1 Dépendance en température

On se focalisera ici sur la dépendance en température de la SCD, mesurée à tension de grille fixe. On choisit pour cela  $V_{BG} = -5V$  qui correspond au point où la supraconductivité est la plus forte, au sommet du dôme en  $T_C$ . La figure 3.40 montre par exemple la SCD mesurée à  $T = 100mK$ , la figure 3.41 montre les SCD pour différentes températures et la figure 3.42 résume les résultats.<sup>3</sup>

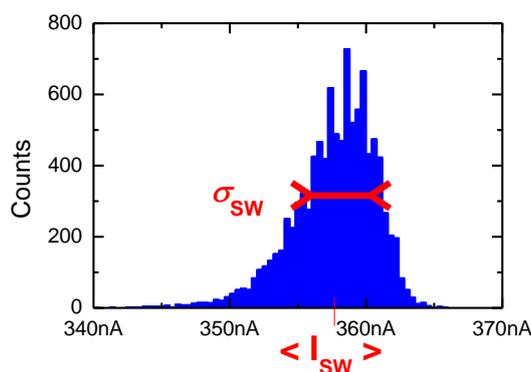


FIGURE 3.40 – SCD mesurée à ( $V_{BG} = -5V$ ,  $T = 100mK$ ). Histogramme bleu : nombre d'évènements d'échappement mesurés à un courant  $I$  donné, par plage de  $0,4nA$ , sur un total de 10 000 évènements.

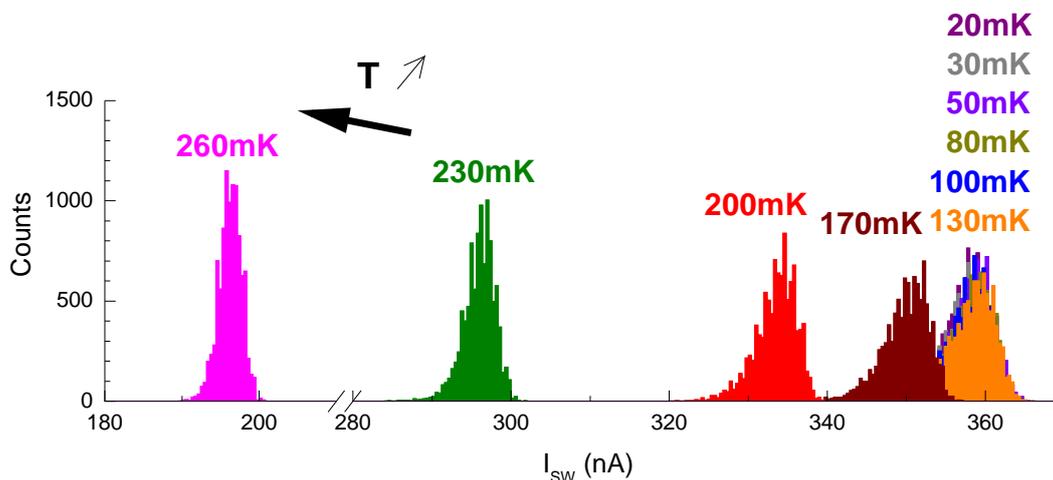


FIGURE 3.41 – SCD mesurée à  $V_{BG} = -5V$ ,  $T = 100mK$  pour différentes températures.

3. On notera que l'apparente asymétrie négative ( $S_k \approx -1$ ) des SCD (figures 3.40 et 3.41) ne doit pas être sur-interprétée, car la sensibilité de la mesure ( $0,4nA$ ) ne permet pas une caractérisation fiable de la forme de la SCD, et en particulier de son asymétrie. Le calcul des taux d'échappement n'est donc pas non plus pertinent, et seuls  $I_{SW}$  et  $\sigma_{SW}$  doivent être considérés comme des mesures fiables.

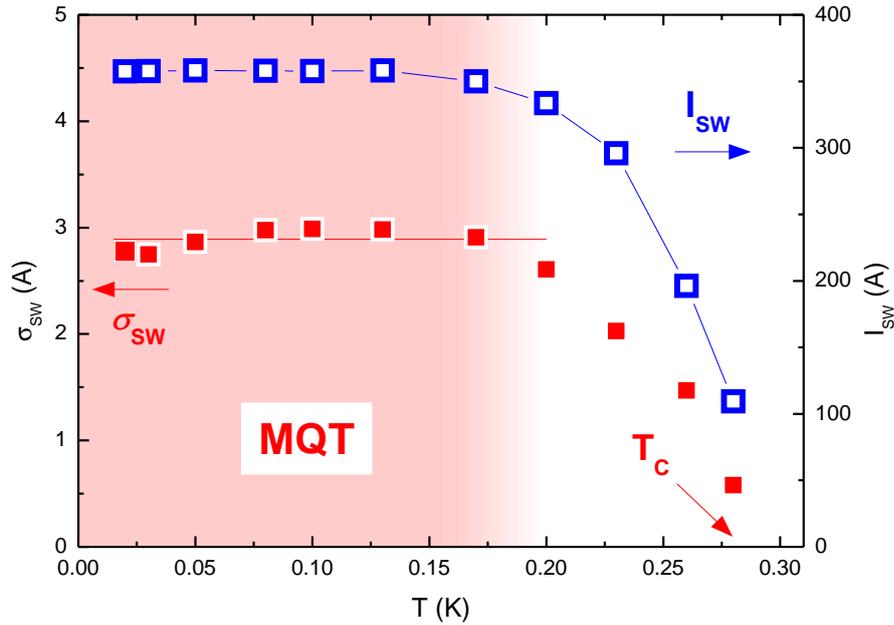


FIGURE 3.42 – Écarts-type  $\sigma_{SW}$  (axe gauche, en rouge) et courant d'échappement moyen  $\langle I_{SW} \rangle$  (axe droit, en bleu) des SCD de la figure 3.41 en fonction de la température. La ligne rouge illustre la saturation de  $\sigma_{SW}$  à basse température.

Proche de  $T_C$ ,  $\sigma_{SW}$  tend vers 0 tout comme  $I_{SW}$  (figure 3.42) car la supraconductivité est détruite par les fluctuations thermiques : on voit sur la figure 3.41 que la SCD se décale vers 0 et devient de plus en plus piquée lorsque  $T$  augmente.

Par contre, à  $T < T_C/2$  où  $I_{SW}$  est constant,  $\sigma_{SW}$  sature à une valeur maximale autour de 3nA, comme on le voit sur la figure 3.42. Cette saturation n'est pas due à un bruit dans le système de mesure car des écarts-type beaucoup plus faibles ( $< 1\text{nA}$ ) ont été mesurés dans les mêmes conditions (proche de  $T_C$  par exemple, ou à d'autres valeurs de grille). D'autre part, cette valeur est clairement plus grande que la sensibilité du montage qui est de 0,4nA (cf paragraphe 2.2.2). La SCD est alors pratiquement la même à toute température (figure 3.41). Cette saturation semble indiquer que l'échappement est dominé par les fluctuations quantiques (MQT), donc indépendant de la température.

La valeur de  $T_{cr}$  calculée avec les paramètres du système donne quant à elle  $T_{cr} = 478\text{mK}$ , clairement au-dessus de  $T_C = 300\text{mK}$ . On s'attend donc à ce que les fluctuations thermiques soient négligeables devant les fluctuations quantiques dans toute la gamme de températures observée. Cette valeur est donc cohérente avec l'observation  $\sigma_{SW} = \text{cte}(T)$ .

La valeur absolue de  $\sigma_{SW}$  sature à 3nA. Or, la valeur théorique calculée à partir des taux d'échappement MQT et TA et des paramètres du système nous donne  $\sigma_{MQT} = 12\text{nA}$ , soit une valeur 4 fois plus grande. Cet écart important est une possible conséquence du régime de diffusion de phase présenté au paragraphe suivant, et où l'on se situe clairement ici car  $Q \approx 3$ .

### 3.3.6.2 Régime de diffusion de phase

Si la dynamique d'une jonction Josephson est bien comprise par un modèle TA ou MQT pur dans le régime *fortement sous-amorti*  $Q \gg 1$ , en revanche, dans le régime *modérément sous-amorti*, lorsque  $Q \gtrsim 1$ , ce qui est le cas ici, les choses sont plus complexes. Après échappement d'un minimum de potentiel, la particule peut se repiéger dans le minimum suivant à cause de la friction. Elle peut ensuite s'échapper à nouveau, puis se repiéger, se rééchapper, et ainsi de suite. Ce phénomène est appelé *régime de diffusion de phase* (Phase Diffusion, PD) car la particule, dont la coordonnée est la différence de phase  $\phi$ , se déplace de minimum en minimum de façon diffusive.

Il n'existe pas de formulation analytique du régime PD, mais diverses approches ont été employées pour prendre en compte son influence sur la SCD. Fenton et Warburton [58], tout comme Kautz et Martinis [86] ou Männick et al [111], ont procédé à des simulations Monte-Carlo des événements de repiégeage, basées sur le calcul du taux de repiégeage par Ben-Jacob et al [20]. Ces simulations mettent en évidence l'existence d'un courant de coupure  $I_{ER} \gtrsim I_R$  auquel  $\langle I_{SW} \rangle$  sature en régime PD, accompagné d'une diminution de  $\sigma_{SW}$  d'un ordre de grandeur ou davantage [58]. Krasnov et al [94] ne prennent en compte qu'un seul événement de repiégeage, ce qui constitue une approximation grossière, mais permet de retrouver analytiquement la troncature de la SCD par un courant de coupure. On peut citer enfin l'élégant modèle cinétique des populations des différents états de la particule proposée par Yu et al [175].

Toutes ces méthodes prédisent une forte contraction de la SCD, c'est-à-dire une réduction de  $\sigma_{SW}$  d'un ordre de grandeur ou plus en présence de PD, comparé à un régime TA ou MQT pur. La diffusion de phase agit donc comme une coupure sur la SCD TA-MQT à un courant de coupure caractérisé par  $I_R$ .

Ce régime PD devient dominant au-delà d'une certaine température  $T^*$ , car le repiégeage devient plus important que l'échappement thermique ou quantique à haute température. Krasnov et al [94] ont proposé d'estimer  $T^*$  par la formule :

$$T^* \simeq \frac{16E_J}{9Q^2 Y^{1/3} k_B} \left[ \sqrt{1 + \left(1 - \frac{4}{\pi Q}\right) \frac{3Q^2}{\sqrt{8} Y^{1/3}} - 1} \right]^2 \quad (3.50)$$

où  $\Delta U(\langle I_{SW} \rangle) \approx \ln \left( \frac{a_t \omega_P I_C}{2\pi(dI/dt)} \right) = Y$ . La jonction sera donc dans un régime PD lorsque  $T > T^*$ .

### 3.3.6.3 Dépendance en grille

Cette saturation de  $\sigma_{SW}$  à basse température est commune à toutes les valeurs de  $V_{BG}$ , comme le montre la figure 3.43. On peut donc fixer la température à  $T = 100\text{mK}$  et voir la variation de la SCD avec la tension de grille, montrée en figure 3.44.

La largeur de la SCD suit donc le même dôme supraconducteur que  $I_C$  et  $T_C$  : on voit sur la figure 3.44 que la distribution devient plus piquée dès qu'on s'éloigne du sommet du dôme à  $V_{BG} = -5\text{V}$ . Ce comportement est attendu car, selon la théorie TA-MQT,  $\sigma_{SW} \propto I_C^{1/3}$  augmente avec  $I_C$  (cf paragraphe 3.3.4.5).

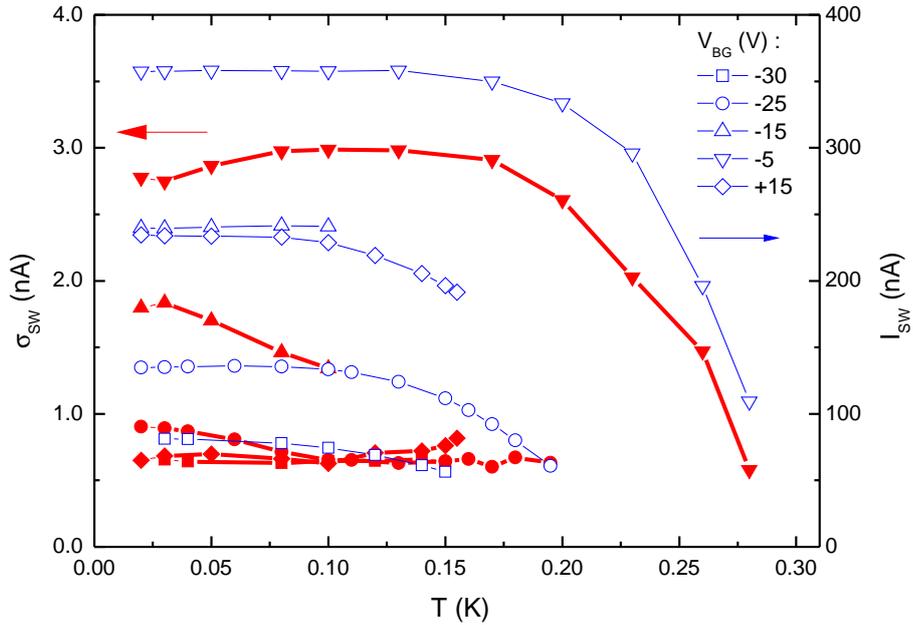


FIGURE 3.43 – Écart-type  $\sigma_{SW}$  (axe gauche, en rouge) et courant d'échappement moyen  $\langle I_{SW} \rangle$  (axe droit, en bleu) des SCD en fonction de la température, pour différentes tensions de grille.

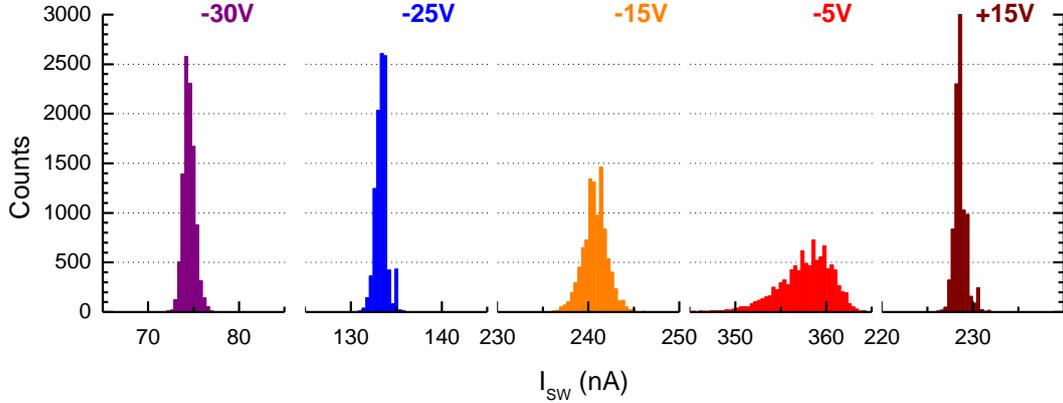


FIGURE 3.44 – SCD mesurée à  $T = 100\text{mK}$  pour différentes tensions de grille.

Cette loi n'est cependant pas vérifiée ici : comme le montre la figure 3.46, la dépendance de  $\sigma_{SW}(I_{SW})$  à la tension  $V_{BG} = -5\text{V}$  pour laquelle la variation est la plus nette suit plutôt une loi en  $I_C^{4/3}$ . On notera toutefois qu'en présence de PD, il n'y aucune prédiction théorique pour la fonction  $\sigma_{SW}(I_C)$ , et il est *a priori* normal qu'on observe un écart à la loi en  $I_C^{1/3}$  du scénario TA-MQT purs. Cette dépendance plus forte de  $\sigma_{SW}(I_C)$  peut signifier que la PD devient plus forte lorsqu'on s'éloigne du sommet du dôme, ce qui est cohérent avec les variations de  $Q(V_{BG})$  d'une part (voir la figure 3.37), et de  $T^*$  d'autre part (voir la figure 3.47).

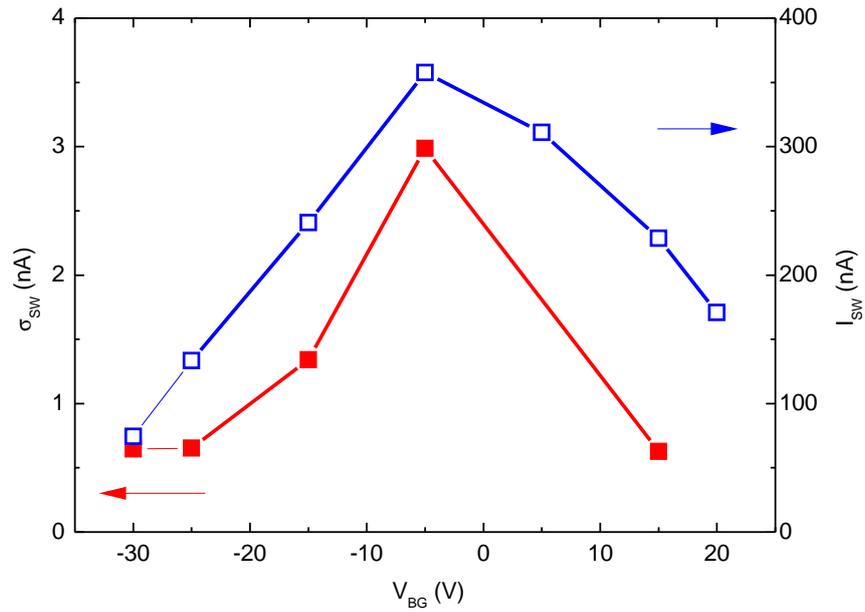


FIGURE 3.45 – Écart-type  $\sigma_{SW}$  (axe gauche, en rouge) et courant d'échappement moyen  $\langle I_{SW} \rangle$  (axe droit, en bleu) des SCD à  $T = 100$  mK en fonction de la tension de grille.

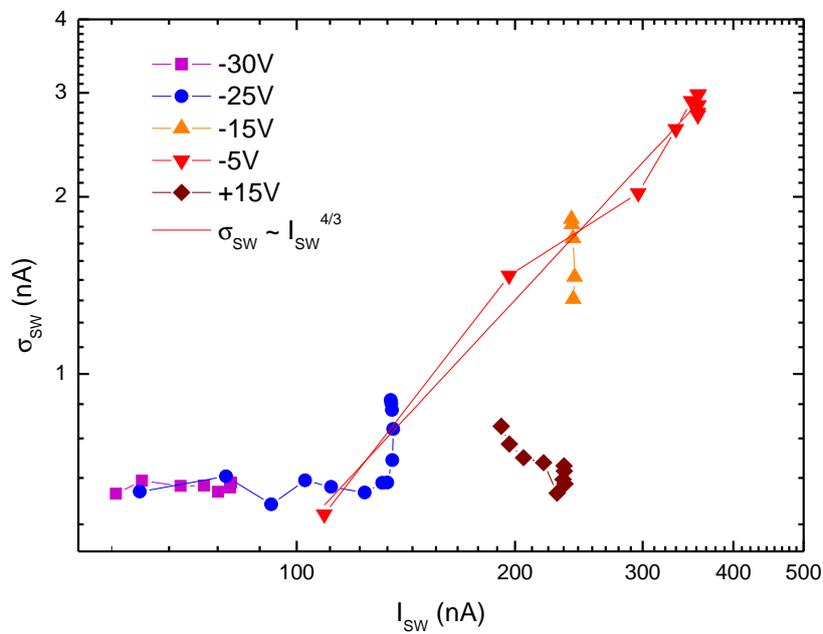


FIGURE 3.46 – Écart-type  $\sigma_{SW}$  en fonction du courant d'échappement moyen  $\langle I_{SW} \rangle$ , pour toutes les tensions de grille et toutes les températures.

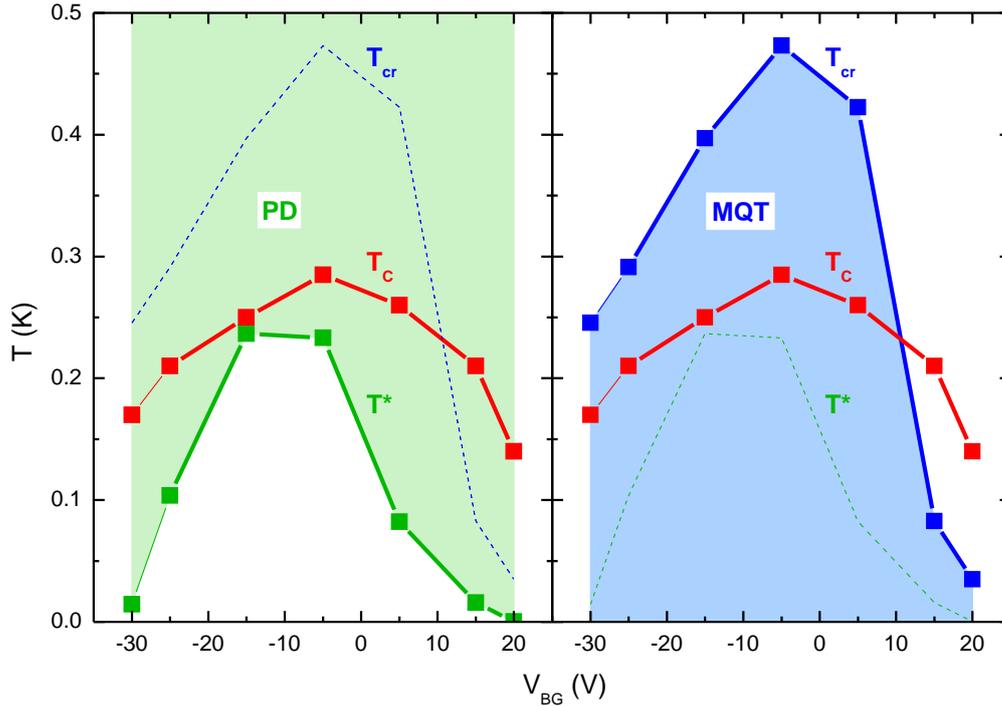


FIGURE 3.47 – À gauche : température de transition  $T^*$  entre les régimes TA-MQT purs et PD calculée avec la formule (3.50) (en vert). On s’attend donc à une forte diffusion de phase dans la région  $T > T^*$  (vert clair). À droite : température de croisement  $T_{cr}$  entre les régimes TA et MQT calculée avec la formule (3.44) (en bleu). À  $T < T_{cr}$ , les fluctuations quantiques dominent (en bleu clair). Comparaison avec la température critique (en rouge).

On notera que ce régime d’échappement quantique (ou, en tout cas, indépendant de la température) en présence de diffusion de phase est attendu étant donnés les paramètres du système. D’une part, la température de transition thermique-quantique  $T_{cr}$ , représentée sur la figure 3.47, est toujours plus grande que  $T_C$  : on doit donc *a priori* observer un régime MQT à toute tension de grille. D’autre part, la température de transition au-delà de laquelle la diffusion de phase est importante  $T^*$  calculée avec la formule (3.50) est toujours comprise entre 0 et  $T_C$ , ce qui signifie que la PD n’est jamais négligeable dans notre système, en particulier en régime très sur-dopé et très sous-dopé

Les formules (3.44) pour  $T_{cr}$  et (3.50) pour  $T^*$  ne sont bien sûr pas à prendre au pied de la lettre du point de vue quantitatif et ne constituent que des estimations des transitions entre les différents régimes. Toutefois, les valeurs obtenues sont tout-à-fait cohérentes avec l’observation d’un écart-type constant avec la température d’une part, et bien plus petit que sa valeur théorique calculée par TA-MQT purs d’autre part. Enfin, la chute rapide de  $T^*$  en régime très sur-dopé et très sous-dopé, signalant une augmentation de la PD, est cohérente avec la chute rapide de  $\sigma_{SW}(I_{SW})$  dans ces régions, avec un exposant  $4/3$  supérieur à l’exposant  $1/3$  de TA-MQT purs.

### 3.3.7 Conclusion

Nous avons proposé de voir le gaz 2D supraconducteur comme un réseau inhomogène de jonctions Josephson. En représentant ce réseau par une seule jonction équivalente, nous avons montré que le modèle le plus simple, le modèle RCSJ, reproduit bien l'hystérèse observée des caractéristiques courant-tension, ainsi que la nature probabiliste du courant d'échappement.

L'échappement est indépendant de la température, indiquant possiblement un régime d'échappement quantique (MQT), en cohérence avec les valeurs de  $T_{cr}$  calculées. L'écart-type est inférieur d'un facteur 4 ou plus à celui calculé par la théorie TA-MQT purs, ce qui pourrait être dû à la diffusion de phase, en cohérence avec les valeurs du facteur de qualité ( $1 < Q < 4$ ), et avec celles de  $T^*$ . Lorsqu'on s'éloigne du sommet du dôme supraconducteur, la PD semble augmenter, comme l'indiquent la diminution de l'hystérèse ( $Q$ ) et de  $T^*$ , ainsi que la décroissance de  $\sigma_{SW}$ , plus forte qu'attendue pour TA-MQT purs. La tension de grille est donc un outil permettant de passer continûment du régime modérément sous-amorti ( $Q \sim 3$  à  $V_{BG} = -5V$ ) pratiquement jusqu'au régime sur-amorti ( $Q \sim 1$ ).

On remarquera que le gaz 2D est un réseau de jonctions et non pas une jonction seule. Si la représentation du réseau par une jonction équivalente est pertinente pour les principales grandeurs du système (paramètres RCSJ, régimes de conduction...), elle néglige par contre le couplage entre les jonctions. Des phénomènes collectifs peuvent donc influencer la SCD. Les études théoriques à ce sujet étant quasi inexistantes étant donnée la complexité de ce système d'équations non-linéaires couplées, il est difficile de prédire ce que serait cette influence. Cela constitue une direction à explorer.

Finalement, on commentera la portée de cette étude. Les théories pour l'analyse des phénomènes d'échappement selon le modèle RCSJ expliquées ci-dessus ont principalement été développées et appliquées pour des jonctions Josephson seules, le plus souvent de type tunnel (Supraconducteur-Isolant-Supraconducteur, SIS), dont la géométrie est définie précisément par des techniques de nanofabrication, et à partir de supraconducteurs étudiés extensivement (Aluminium, Niobium, YBCO...). Il s'agit alors de vérifier expérimentalement, à partir de dispositifs conçus *ad hoc*, les phénomènes d'échappement prédits par la théorie. Dans notre étude, la démarche est inverse : la géométrie du réseau de jonctions, de type métallique (Supraconducteur-Normal-Supraconducteur, SNS) n'est pas contrôlée, ni même connue. Nous avons proposé d'étudier la dynamique d'échappement pour en déduire des informations sur un système *a priori* peu compris.

### 3.4 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié la supraconductivité bidimensionnelle à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  en suivant trois approches expérimentales différentes : en s'intéressant à la transition en température selon le modèle BKT (section 3.1), à la transition en champ magnétique suivant l'analyse par le groupe de renormalisation selon le modèle SOK (section 3.2), et aux propriétés statistiques du courant critique dans le cadre du modèle RCSJ (section 3.3). Toutes ces mesures indiquent que la transition supraconductrice est bien régie par la physique des fluctuations de phase du modèle  $XY$ , et que l'interface est un système intrinsèquement inhomogène.

La transition résistive en température est en effet très bien reproduite par un modèle BKT incluant une distribution inhomogène de rigidité. Cette inhomogénéité est minimale au sommet du dôme supraconducteur, et augmente dès qu'on diminue la  $T_C$ , que ce soit du côté sur-dopé ou sous-dopé.

L'analyse par le groupe de renormalisation de la transition en champ magnétique perpendiculaire indique que le gaz 2D se comporte comme un réseau de flaques supraconductrices couplées par effet Josephson à travers un gaz 2D métallique, suivant le modèle SOK. Deux types de transitions de phase quantique sont en effet visibles selon la gamme de température considérée. L'une, à haute température, correspond à la destruction de la supraconductivité au sein de chaque flaque, et l'exposant associé  $\nu = 2/3$  correspond bien à une transition de phase quantique en 2D régie par les fluctuations de phase (modèle (2D+1)  $XY$  en limite propre). L'autre, à basse température, correspond à la destruction de la supraconductivité macroscopique de l'ensemble du réseau de flaques, et l'exposant associé  $\nu \geq 1$  correspond bien à un système désordonné.

Enfin, l'analyse des caractéristiques courant-tension dans le cadre du modèle RCSJ reproduit bien tant l'hystérèse observée que la nature stochastique du courant d'échappement. Il s'en dégage la vision du gaz 2D comme un réseau de flaques supraconductrices couplées par un gaz 2D métallique, dont la physique Josephson est de type modérément sous-amorti (faible hystérèse), *a priori* dominée par les phénomènes quantiques (du fait de la très faible  $T_C$  du  $\text{SrTiO}_3$ ), et réglable à l'aide de la tension de grille, qui opère tant sur la supraconductivité elle-même que sur le couplage entre les flaques. Un tel réseau bidimensionnel inhomogène de jonctions Josephson est bien régi par le modèle  $XY$ .

# Chapitre 4

## Topgate

L'intérêt majeur des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  est que l'on peut contrôler la supraconductivité et le fort couplage spin-orbite par effet de champ. Cependant, du fait de la grande épaisseur du substrat ( $500\mu\text{m}$ ), l'application d'une tension sur la Back Gate modifie le gaz 2D sur tout l'échantillon. Or, on voudrait pouvoir contrôler ces ordres quantiques à une échelle mésoscopique, comparable aux longueurs caractéristiques du système électroniques (longueur de cohérence supra ou longueur de diffusion de spin par exemple).

Par exemple, dépléter localement le gaz 2D au point de supprimer la supraconductivité permettrait de coupler par effet de proximité deux réservoirs supraconducteurs (S) à travers une zone normale (N) dont la taille et la conductivité sont réglables par une simple tension de grille locale. La présence d'un fort couplage spin-orbite dans la zone N permettrait d'étudier les états d'Andreev polarisés en spin *via* la mesure de la relation courant-phase. D'autres géométries sont également intéressantes, telle qu'une géométrie circulaire permettant d'observer l'effet Aharonov-Casher grâce aux interférences quantiques (dispositif SQUID), ou des fils unidimensionnels porteurs d'états supraconducteurs topologiquement protégés (fermions de Majorana).

Pour réaliser ce type de dispositifs, il faut donc placer les grilles au plus près du gaz, au-dessus de la couche de  $\text{LaAlO}_3$ , en déposant une Top Gate sur une fine couche de diélectrique ( $\sim 100\text{nm}$  d'épaisseur).

Dans ce chapitre, on présente pour la première fois un dispositif permettant de contrôler les propriétés du gaz — densité, mobilité, supraconductivité, couplage spin-orbite — de manière totalement réversible par l'application d'une tension de grille sur une Top Gate. Dans la section 4.1, on montrera tout d'abord que l'ensemble du diagramme de phase est bien accessible à l'aide d'une Top Gate utilisée seule. Dans un second temps (section 4.2), on s'intéressera aux différences entre l'effet d'une Back Gate et d'une Top Gate lors de l'application conjointe des deux grilles.

Les mesures présentées dans ce chapitre ont été réalisées sur des canaux de  $10\mu\text{m}$  de large contrôlés par une Top Gate et une Back Gate selon le schéma 4.1. Ici, la Top Gate recouvre donc le gaz 2D sur une taille macroscopique ( $\sim 10\mu\text{m}$ ), et non pas locale. L'essentiel des résultats présentés ont été obtenus sur l'échantillon B défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe, dont une photographie est montrée en figure 4.2. Des résultats similaires ont été obtenus sur l'échantillon C défini par implantation ionique, comme détaillé au chapitre 2. Par souci de clarté, on présentera uniquement le contrôle de la transition supraconducteur-isolant au paragraphe 4.1.3 sur cet échantillon.

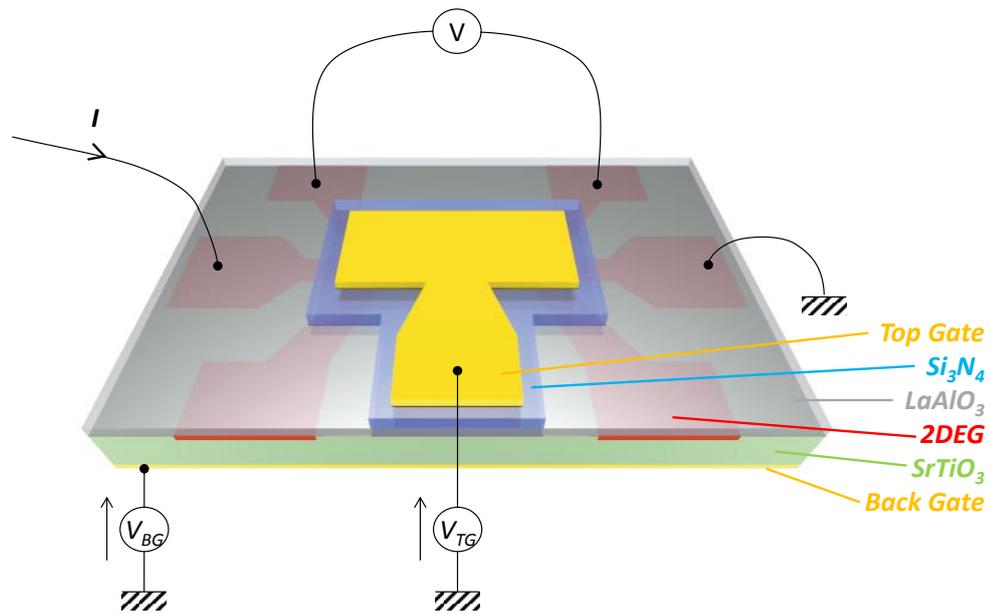


FIGURE 4.1 – Schéma du dispositif Top Gate - Back Gate.

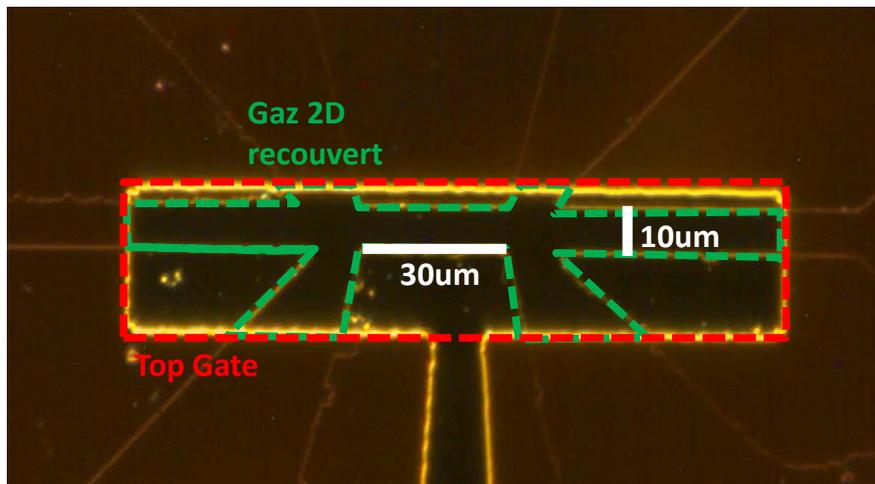


FIGURE 4.2 – Image au microscope optique de la barre de Hall de  $30 \times 10 \mu\text{m}$  mesurée sur l'échantillon B. La Top Gate est encadrée en rouge, et la zone entourée en vert correspond à la partie du gaz 2D directement recouvert par la Top Gate.

## 4.1 Top Gate

### 4.1.1 Transition métal-isolant

Après le dépôt d'une épaisseur  $t = 539\text{nm}$  de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et d'une Top Gate en or, nous avons pu appliquer à basse température des tensions de grille allant jusqu'à  $\pm 110\text{V}$  avec un courant de fuite négligeable ( $< 0,1\text{nA}$ ).

Dans le régime de déplétion maximale du gaz 2D ( $V_{TG} = -110\text{V}$ ), la résistance est très élevée ( $20\text{k}\Omega/\square$ ), comme le montre la figure 4.3. Diminuer davantage la tension de grille rend l'échantillon complètement isolant (le courant ne passe plus).

Dans le régime de dopage maximal au contraire ( $V_{TG} = +110\text{V}$ ), la résistance du gaz 2D est diminuée de plusieurs ordres de grandeur et sature alors à sa valeur minimale ( $300\Omega/\square$ ).

Augmenter la tension de grille au-delà de  $+110\text{V}$  ne permet pas de doper davantage le gaz, car le niveau de Fermi atteint alors le haut du puits quantique 2D : les électrons injectés s'échappent dans le substrat de  $\text{SrTiO}_3$ , où ils sont piégés sur des défauts locaux, et ne redeviennent jamais mobiles à moins de réchauffer l'échantillon au-delà de  $200\text{K}$ . L'ajout de ces charges piégées ne fait alors que décaler le diagramme de phase en fonction de la tension de grille. Ce phénomène de débordement du puits quantique a été mis en évidence dans notre groupe, et présenté en détail dans une publication précédente [34].

Une tension de grille appliquée sur une Top Gate, tout comme sur une Back Gate, permet donc de faire passer le gaz 2D du régime isolant jusqu'à son régime de conductivité maximale, et ce, de manière réversible.

### 4.1.2 Contrôle de la densité de porteur

L'ensemble Top Gate - gaz, bien qu'asymétrique, se comporte comme un condensateur plan, car la taille des canaux ( $10\mu\text{m}$ ) est bien plus grande que l'épaisseur  $t = 539\text{nm}$  du diélectrique. Comme la constante diélectrique du  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ne varie pas en fonction du champ électrique, si le gaz 2D abrite un seul type de porteur, la densité de porteurs  $n_H = 1/(eR_H)$  extraite de la constante de Hall  $R_H$  varie linéairement avec  $V_{TG}$ . La pente de la droite  $n_H(V_{TG})$  nous donne alors la capacité surfacique entre le gaz et la Top Gate :

$$C_{S,TG} = \frac{dn_H}{dV_{TG}} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_{R,\text{Si}_3\text{N}_4}}{et} \quad (\text{en } e^- \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1}) \quad (4.1)$$

#### Régime à un seul type de porteur :

À  $V_{TG} \leq 0\text{V}$ ,  $n_H$  varie effectivement linéairement avec  $V_{TG}$ . Les mesures d'effet Hall présentées en figure 4.3 donnent  $\frac{dn_H}{dV_{TG}} = 5,0 \times 10^{10} e^- \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1}$ , ce qui correspond à une constante diélectrique de 5 pour  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , conforme aux valeurs habituelles dans la littérature ( $\epsilon_{R,\text{Si}_3\text{N}_4} = 5$  à 9). Le gaz 2D comporte alors un seul type de porteur, qui sont des électrons (la pente de l'effet Hall est négative) de faible mobilité ( $\mu \sim 100\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ).

### Régime à plusieurs types de porteurs :

Pour  $V_{TG} \geq 0V$ ,  $n_H = 1/(eR_H)$  s'infléchit, atteint un maximum puis décroît lorsqu'on augmente la tension de grille au-delà de 80V. Cela n'est pas physique puisqu'on continue de doper le gaz en électrons. Comme nous l'avons déjà évoqué au chapitre 1, cet effet, largement répertorié dans les interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [19] ou  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  [32], est dû à l'apparition d'un deuxième type de porteur, qui sont des électrons de plus haute mobilité ( $\mu \sim 1000\text{cm}^2.V^{-1}.s^{-1}$ ). En présence de plusieurs types de porteurs de mobilités différentes, l'effet Hall est alors non-linéaire, et l'inverse  $n_H = 1/(eR_H)$  de sa pente à bas champ ( $B < 4T$ ) n'a pas de sens physique. La densité totale de porteurs  $n_{tot} \neq n_H$  à l'interface se calcule alors par intégration de la capacité surfacique extraite des mesures de Hall à  $V_{TG} \leq 0V$ , et est présentée en rouge sur la figure 4.3. Une étude précise des résultats à l'aide de ce modèle sera présentée à la section 4.2.

Ainsi, nous avons pu moduler la densité de porteurs d'un facteur 2, de  $1$  à  $2 \times 10^{13}\text{e}^-.\text{cm}^{-2}$ , en appliquant une tension  $V_{TG} = -110V$  à  $+110V$  sur la Top Gate (figure 4.3).

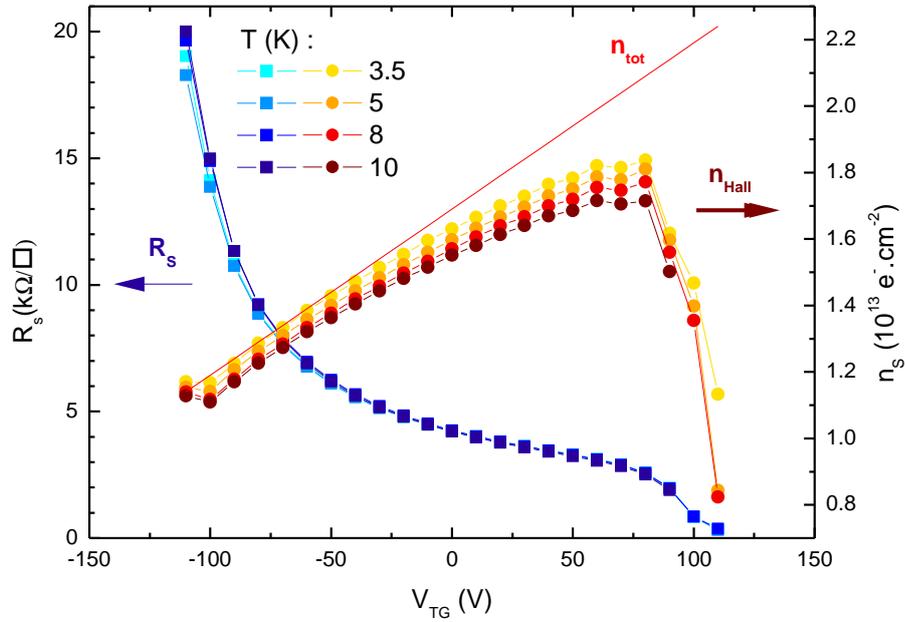


FIGURE 4.3 – Résistance par carré (axe gauche, carrés bleus), densités de porteurs  $n_{Hall}$  mesurées par effet Hall (axe gauche, ronds marrons à jaunes) et densité totale  $n_{tot}$  calculée par intégration de la capacité surfacique, en fonction de  $V_{TG}$ , pour différentes températures.

### 4.1.3 Contrôle de la supraconductivité

#### 4.1.3.1 Diagramme de phase en Top Gate

Cette modulation affecte la supraconductivité. Nous avons pu faire varier la  $T_C$ , et observer une transition de phase quantique supraconducteur-isolant (SIT) en déplaçant le gaz

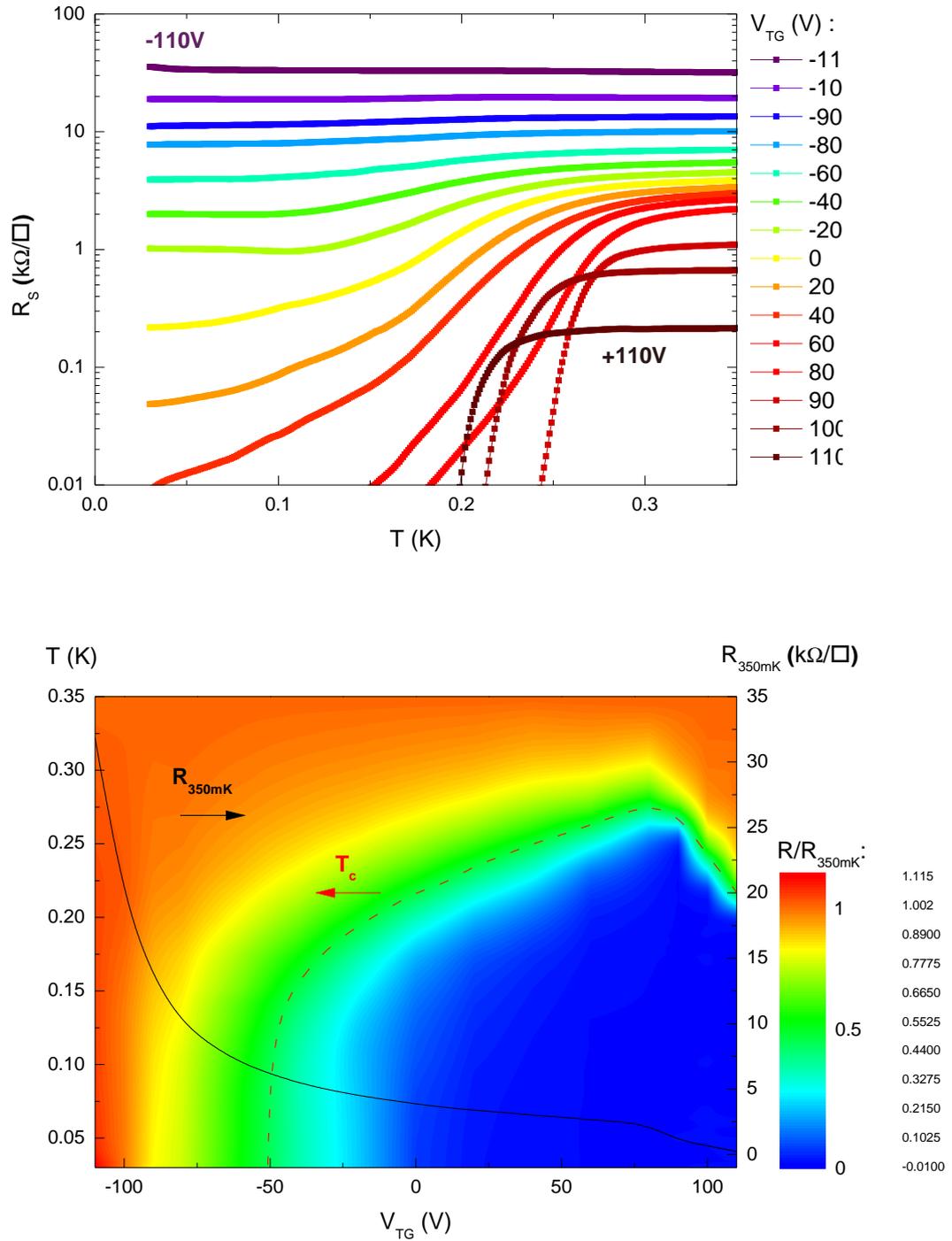


FIGURE 4.4 – **Échantillon B défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe.** En haut, transition supraconductrice : résistance en fonction de la température pour  $V_{TG} = -110\text{V}$  (violet) à  $+110\text{V}$  (marron). En bas, axe gauche : température critique supraconductrice (pointillés rouges), et résistance normalisée (aplat de couleurs) en fonction de  $V_{TG}$ . En bas, axe droit : résistance dans l'état normal à  $T = 350\text{mK}$  en fonction de  $V_{TG}$ .

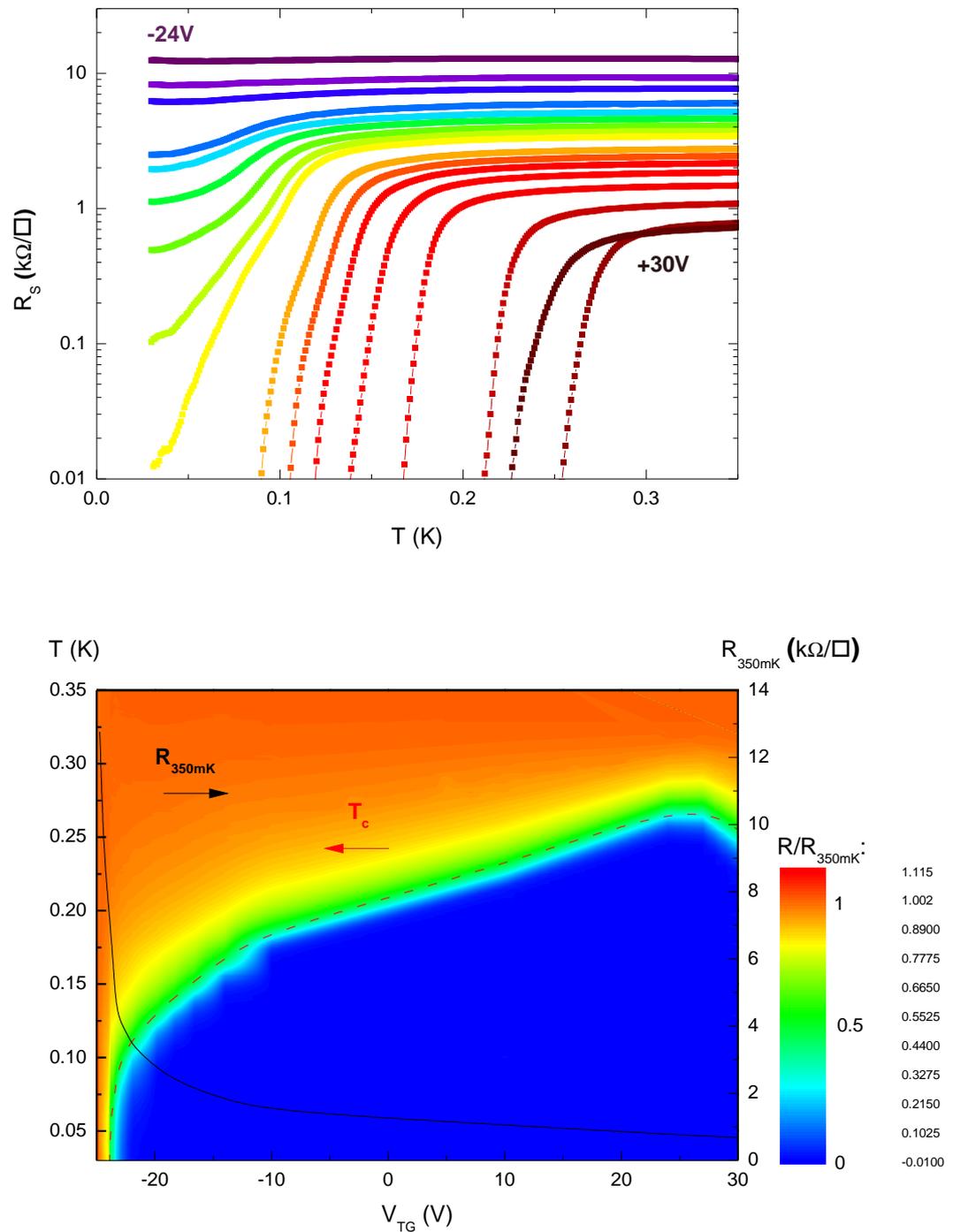


FIGURE 4.5 – Échantillon C défini par implantation ionique. En haut, transition supraconductrice : résistance en fonction de la température pour  $V_{TG} = -24\text{V}$  (violet) à  $+30\text{V}$  (marron). En bas, axe gauche : température critique supraconductrice (pointillés rouges), et résistance normalisée (aplat de couleurs) en fonction de  $V_{TG}$ . En bas, axe droit : résistance dans l'état normal à  $T = 350\text{mK}$  en fonction de  $V_{TG}$ .

2D à l'aide de la Top Gate. Si cette SIT en tension de grille a déjà été observée en dopant le gaz 2D par une Back Gate dans des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [45] ou  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  [32], les mesures présentées ici constituent à ce jour la première réalisation d'une SIT induite par une Top Gate dans la littérature.

Les mesures de la résistance en fonction de la température et le diagramme de phase correspondant sont présentées sur la figure 4.4 pour l'échantillon B (défini par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe), sur lequel se concentre exclusivement la discussion dans tout le chapitre, par souci de clarté. À titre d'illustration cependant, la SIT mesurée sur l'échantillon C (défini par implantation ionique) est également montrée sur la figure 4.5 : les résultats obtenus sont très similaires.

À  $V_{TG} = +90\text{V}$  (figure 4.4), la température critique atteint une valeur maximale de  $270\text{mK}$ , proche de celle observée avant toute application d'une tension de grille ( $250\text{mK}$ , voir la figure 2.8), et similaire aux  $T_C$  maximales observées dans les interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [45] ou dans le  $\text{SrTiO}_3$  dopé en volume [91] ( $\sim 300\text{mK}$ ).

Depuis ce maximum, lorsqu'on déplète le gaz 2D en diminuant la tension de grille, la  $T_C$  — définie ici par une chute de résistance de 50% — diminue progressivement jusqu'à tomber à zéro pour  $V_{TG} = -50\text{V}$ . Le point critique quantique de la transition supraconducteur-isolant en tension de grille est atteint à  $V_{TG} = -80\text{V}$ , où toutes les fluctuations supraconductrices ont été supprimées et la chute de résistance associée a complètement disparu. La résistance du gaz en ce point est alors proche du quantum de résistance  $R_Q = \frac{h}{4e^2} = 6,45k\Omega$  pour des bosons de charge  $2e$ .

La diminution de la  $T_C$  de l'autre côté du maximum, lorsqu'on dope le gaz 2D en électrons, fait encore aujourd'hui débat. La température critique supraconductrice suit ainsi une forme de dôme en fonction du dopage en Top Gate, tout comme dans des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  [45] ou  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  [32] modulées en Back Gate ou dans le  $\text{SrTiO}_3$  dopé en volume [91]. La forme de ce dôme dans le  $\text{SrTiO}_3$  dopé en électrons a pu être reproduite par certains modèles [91, 162] (bien que ces théories ne fassent pas consensus), mais le dôme à l'interface n'a pas exactement la même forme, et il demeure un mystère malgré des tentatives d'adapter ces calculs en deux dimensions [90].

En utilisant une Top Gate, nous avons donc réussi à reproduire l'intégralité du diagramme de phase déjà observé en Back Gate : SIT, forme du dôme supraconducteur, et valeur maximale de la  $T_C$ .

#### 4.1.3.2 Nature de la transition supraconducteur-isolant

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à la nature de la SIT mesurée.

Pour  $V_{TG} \leq -90\text{V}$ , la résistance du gaz devient très élevée ( $R_S \geq 20k\Omega/\square$ ) et diverge rapidement avec la tension de grille, indiquant une transition rapide vers un régime isolant. On s'attend alors à une résistance tendant vers une valeur infinie à  $T = 0\text{K}$  lorsqu'on diminue la température, comportement caractéristique d'un isolant, comme observé dans les SIT dans des films minces de Bismuth [74] ou d'oxyde d'Indium [63] par exemple.

Étonnement, ce n'est pas ce que l'on observe : le gaz conserve un comportement de type métallique (ou au mieux de localisation faible), la résistance restant pratiquement

constante avec la température de 300mK à 30mK, comme on le voit sur la figure 4.4. L'origine de ce comportement n'est pas claire.

La densité d'électrons à l'interface varie linéairement avec la tension de grille, comme le montrent les mesures d'effet Hall (voir le paragraphe 4.1.2). La divergence de  $R$  (bien plus forte que  $1/n$ ) à  $V_{TG} \leq -90V$  implique donc que la mobilité tende rapidement vers zéro dans ce régime, ce qui est difficile à justifier pour un gaz 2D : on s'attend plutôt à une saturation de la mobilité dans le régime très déplété.

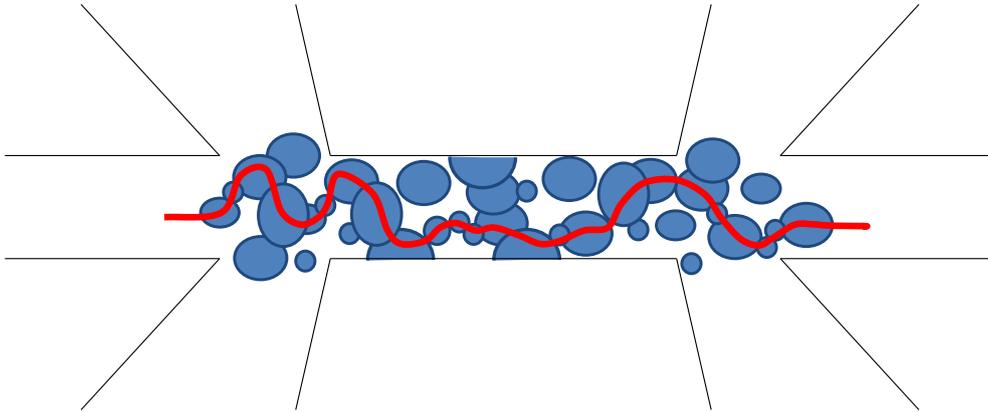


FIGURE 4.6 – Représentation schématique d'un scénario percolant. Les lignes noires délimitent le motif en barre de Hall lithographié. Les zones bleues sont les zones du gaz 2D conductrices, tandis que les zones blanches sont isolantes. La conduction se fait alors le long d'une ligne percolante (en rouge) qui a donc une dimension intermédiaire, entre 1D et 2D.

À l'inverse, on peut formuler l'hypothèse que le gaz n'a alors plus vraiment un caractère 2D, mais, du fait des inhomogénéités, présente un caractère partiellement filamentaire de type percolatif. Il a été établi que ces interfaces d'oxydes présentent un caractère intrinsèquement inhomogène : leur transition supraconductrice peut être reproduite par un modèle BKT incluant des inhomogénéités spatiales de rigidité supraconductrice [22] — comme nous l'avons montré au chapitre 3 — , ou de façon similaire par un réseau de résistances aléatoirement distribuées (Random Resistance Network, RRN) [41]. Dans le régime de forte déplétion  $V_{TG} \leq -90V$ , il est possible que certaines régions deviennent complètement isolantes : la conduction se ferait alors le long d'un chemin percolant entre les zones restées conductrices, schématisé sur la figure 4.6. Ce chemin a donc une dimension fractale, comprise entre 1 et 2, et sa résistance peut être bien supérieure à celle d'un gaz 2D homogène, tout en conservant un comportement métallique dans sa variation en température.

#### 4.1.4 Contrôle du spin-orbite

En présence d'un fort couplage spin-orbite, qu'elle qu'en soit la nature, le hamiltonien associé induit une levée de la dégénérescence de spin. Dans la structure de bande, cela se traduit par l'apparition d'une énergie de séparation  $\Delta_{SO}$ . Dans les mesures de transport, le couplage spin-orbite est pris en compte par l'ajout d'un temps de relaxation de spin  $\tau_{SO}$ , que l'on peut extraire des mesures de magnéto-conductance. Nous allons à présent détailler le cadre théorique de cette analyse, avant d'en présenter les résultats.

##### 4.1.4.1 Localisation faible

Au-dessous de 20K, le comportement métallique du gaz 2D est contrebalancé par la localisation faible : la résistance stagne puis augmente même légèrement quand  $T$  diminue. Ce phénomène ne peut se comprendre qu'en prenant en compte la nature quantique, donc ondulatoire, des électrons.

Dans un métal désordonné en régime diffusif, dans le cas classique, la probabilité  $W_{M \rightarrow N}$  pour un électron de diffuser d'un point  $M$  à un point  $N$  est la somme des carrés des amplitudes de probabilités  $A_i$  de tous les chemins de diffusion  $i$  possibles allant de  $M$  à  $N$ . En revanche, dans le cas quantique,  $W_{M \rightarrow N}$  est le carré de la somme des  $A_i$  de tous les chemins de diffusion  $i$  [65] :

$$W_{M \rightarrow N} = \begin{cases} \sum |A_i|^2 & \text{Classique} \\ |\sum A_i|^2 & \text{Quantique} \end{cases} \quad (4.2)$$

Si  $M$  est différent de  $N$ , les différents chemins de diffusion ayant des longueurs, et donc un changement de la phase de l'électron, aléatoires, la plupart des termes croisés s'annulent et on retrouve le résultat classique. En revanche, si  $M = N$ , tous les chemins sont des boucles fermées : on peut associer à chaque trajectoire sa trajectoire opposée par renversement du temps consistant à parcourir la boucle dans l'autre sens. Ces deux trajectoires ont la même amplitude de probabilité, et sont en phase, puisqu'elles sont de même longueur. Par exemple, si on considère une seule de ces boucles :

$$W_{M \rightarrow M} = \begin{cases} |A_1|^2 + |A_2|^2 = 2A^2 & \text{Classique} \\ |A_1|^2 + |A_2|^2 + 2|A_1 A_2| = 4A^2 & \text{Quantique} \end{cases} \quad (4.3)$$

La probabilité de revenir au point  $M$  est donc deux fois plus élevée que dans le cas classique. Ce phénomène, appelé localisation faible, augmente donc la résistance du métal en favorisant la localisation des électrons. Il agit de manière perturbative, apportant une correction  $\delta\sigma_{WL}$  (négative) à la conductance classique :  $\sigma = \sigma_{classique} + \delta\sigma_{WL}$ . La figure 4.7 représente schématiquement l'une des boucles d'interférence.

Bien sûr, ce raisonnement n'est valable que pour des chemins de diffusion comportant uniquement des collisions élastiques, qui ne modifient pas la phase de l'électron. Si l'une de ces collisions est inélastique, la phase de l'électron est modifiée par la collision, et les deux chemins associés ne sont plus en phase au point  $M$ , détruisant l'interférence quantique. La localisation faible est donc limitée par tout phénomène de collision inélastique. Plus précisément, on peut additionner la contribution d'interférence quantique de toutes les boucles dont la longueur totale est inférieure au libre parcours moyen inélastique  $l_\phi$  pour calculer  $\delta\sigma_{WL}$ .  $\delta\sigma_{WL}$  dépend donc du rapport entre les libres parcours moyens élastique  $l$  (distance moyenne entre deux collisions élastiques) et inélastique  $l_\phi$ , et de la dimension du

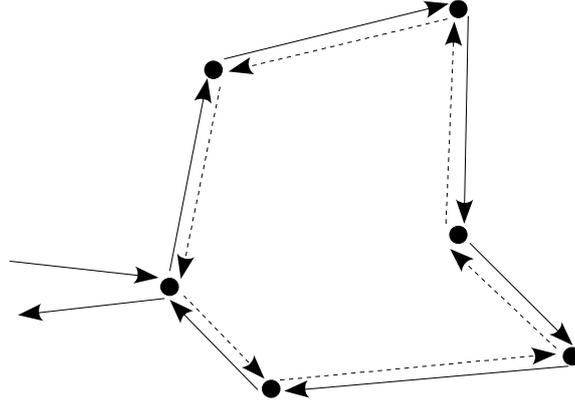


FIGURE 4.7 – Trajectoire de diffusion en boucle fermée, pouvant être parcourue dans le sens direct (trait pointillé) ou indirect (trait continu). Chaque flèche représente une propagation libre de l'électron entre deux collisions élastiques sur des défauts (points noirs).

métal.  $l$  est lié à la distance moyenne entre deux défauts statiques, et est donc constante, tandis que  $l_\phi \propto T^{-p}$ , où  $p$  dépend du mécanisme de collision inélastique. Par exemple,  $p = 1$  pour des collisions électron-électron et  $p = 3$  pour des collisions électron-phonon.  $\delta\sigma_{WL}$  est alors donné par les équations (4.4) [98] :

$$\begin{aligned}\sigma_{3D}(T) &= \sigma_0 + \frac{e^2}{a\pi^3\hbar} T^{p/2} \\ \sigma_{2D}(T) &= \sigma_0 + \frac{p}{2} \frac{e^2}{\pi^2\hbar} \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \\ \sigma_{1D}(T) &= \sigma_0 - \frac{ae^2}{\pi\hbar} T^{-p/2}\end{aligned}\quad (4.4)$$

#### 4.1.4.2 Magnéto-conductance

La présence d'un champ magnétique  $B$  ajoute un déphasage aux boucles de diffusion, de sens opposés selon le sens de parcours : pour un système 2D en champ perpendiculaire, une trajectoire parcourant une boucle de surface  $S$  subira un déphasage  $2\pi\frac{BS}{\Phi_0}$ , où  $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$  est le quantum de flux, tandis que la trajectoire parcourant la même boucle en sens opposé subira un déphasage de  $-2\pi\frac{BS}{\Phi_0}$ . L'effet du champ magnétique est donc de rompre la cohérence de phase entre les trajectoires associées à une même boucle, donc de détruire les interférences quantiques, réduisant la correction de localisation faible. La conductance d'un gaz 2D faiblement localisé augmente donc lorsqu'on augmente le champ magnétique. La magnéto-conductance associée, dans la limite sale et à faible champ, est donnée par la formule de Hikami, Larkin et Nagoaka, dite HLN [65, 76, 173] :

$$\frac{\Delta\sigma(B)}{G_0} = -\Psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_{tr}}{B}\right) + \Psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_\phi}{B}\right) - \ln\left(\frac{\tau}{\tau_\phi}\right)\quad (4.5)$$

$\Delta\sigma(B) = \sigma(B) - \sigma(B=0)$  représente la variation absolue de la conductance par carré du gaz  $\sigma(B)$  au champ magnétique  $B$  par rapport à sa valeur à champ nul  $\sigma(B=0)$ . Ici,  $\sigma(B=0)$  prend déjà en compte les corrections de localisation faible en  $B=0$ , de sorte que  $\sigma(B=0) = \sigma_{Drude} + \delta\sigma_{WL}$  et  $\Delta\sigma(B=0) = 0$ .  $G_0 = e^2/2\pi^2\hbar = 1,23 \times 10^{-5}\text{S}$  est le

quantum de conductance, et  $\Psi$  est la fonction digamma.  $B_{tr} = \hbar/4eD\tau$  et  $B_\phi = \hbar/4eD\tau_\phi$  sont les champs magnétiques caractéristiques associés respectivement aux temps entre deux collisions élastiques  $\tau$  et inélastiques  $\tau_\phi$ , où  $D = \frac{1}{2}v_F^2\tau$  (en 2D) est la constante de diffusion.

Physiquement, on voit que la suppression de la localisation faible devient prépondérante lorsque  $B > B_{tr}$  car  $B_{tr} = \hbar/4eD\tau = \Phi_0/2\pi l^2$  correspond au champ nécessaire pour introduire un quantum de flux dans la plus petite boucle possible, de taille  $l$  : au-delà de  $B_{tr}$ , toutes les boucles subissent donc un déphasage non-négligeable. D'autre part, cette suppression est bien sûr limitée par les collisions inélastiques, qui empêchent les boucles de taille supérieure à  $l_\phi$  de participer aux interférences. Pour une trajectoire de durée  $\tau_\phi$ , en régime diffusif, l'électron s'éloigne en moyenne d'une distance  $\sqrt{D\tau_\phi}$  de l'origine. La surface moyenne englobée par une boucle vaut donc  $\pi D\tau_\phi$ . Ainsi, le champ  $B_\phi = \hbar/4eD\tau_\phi = \Phi_0/4(\pi D\tau_\phi)$ , auquel les plus grandes boucles participant aux interférences englobent un quart de quantum de flux, représente le champ minimum pour que la localisation faible commence à être perturbée par le champ magnétique.

#### 4.1.4.3 Magnéto-résistance classique

Indépendamment des corrections de localisation faible dues à la nature quantique des électrons, dans une approximation semi-classique, un métal est également sujet à une variation de sa résistance en fonction du champ magnétique. Contrairement à l'effet Hall qui est d'ordre 1 (la tension de Hall est une droite en fonction de  $B$ ), celle-ci est d'ordre 2 en  $B$ . Plus précisément, la variation *relative* de résistance peut être écrite sous la forme :

$$\frac{\Delta R}{R} = f(\mu B) \propto (\mu B)^2 + \dots \quad (4.6)$$

En effet, la résistance étant une grandeur symétrique en fonction du champ magnétique ( $R(B) = R(-B)$ ),  $f$  doit nécessairement être une fonction paire.

À noter que contrairement aux corrections dues à la localisation faible qui sont des variations *absolues*, de quelques quanta de conductance, de la conductance du gaz, et indépendante de celle-ci, la magnéto-conductance semi-classique est proportionnelle à la conductance du gaz. On pourra donc la mettre sous la forme :  $\Delta\sigma(B)/\sigma(0) = -\Delta R(B)/R(0) = -A_K B^2$ , où  $A_K \propto \mu^2$  est appelé le terme de Köhler.

#### 4.1.4.4 Spin-orbite

Jusqu'ici, nous avons supposé que toutes les propriétés étaient indépendantes du spin. Différents phénomènes peuvent affecter le spin de l'électron, qui intervient alors sous la forme d'un temps de relaxation de spin  $\tau_{SO}$  dans les propriétés de transport :

- **Elliott-Yafet** : retournement du spin lors d'une collision avec une impureté, tel un atome porteur d'un moment magnétique non nul (impureté magnétique), ou comportant des orbitales très confinées (orbitales  $f$  ou même parfois  $d$ ) forçant l'électron à adopter une trajectoire relativiste (couplage spin-orbite atomique).
- **D'yakonov-Perel'** : levée de la dégénérescence de spin dans la structure de bande due à l'absence de symétrie d'inversion, dont on distingue deux causes :
  - **Dresselhaus** : absence de symétrie d'inversion dans la structure cristalline 3D.
  - **Rashba** : brisure de l'invariance par translation due à une interface (2D).

Tous ces phénomènes agissent sur les propriétés de transport, mais ont des origines physiques bien distinctes. Pour un couplage Elliott-Yafet, la structure de bande reste dégénérée en spin. Le retournement du spin, purement lié au transport, est d'autant plus probable que les collisions sont fréquentes :  $\tau_{SO} \propto \tau$ . Pour un couplage D'yakonov-Perel' au contraire, le couplage entre les composantes orbitales et de spin des électrons crée une séparation d'énergie  $\Delta_{SO}$  entre des bandes polarisées en spin. Dans le transport, le retournement du spin a lieu entre deux collisions élastiques :  $\tau_{SO} \propto 1/\tau$ .

### Effet Rashba :

À l'interface entre le SrTiO<sub>3</sub> et le LaAlO<sub>3</sub>, la brisure de l'invariance par translation courbe la bande de conduction du SrTiO<sub>3</sub>, engendrant un fort champ électrique. Les électrons sont alors dans un régime relativiste où les composantes orbitales et de spin de leurs fonctions d'onde ne peuvent plus être séparées. Ce phénomène est décrit par le Hamiltonien Rashba [39] :

$$H_R = \alpha \vec{z} \cdot (\vec{\sigma} \times \vec{k}) \quad (4.7)$$

où les composantes de  $\vec{\sigma}$  sont les matrices de Pauli,  $\vec{k}$  le vecteur d'onde et  $\vec{z}$  le vecteur unitaire perpendiculaire à l'interface. Le paramètre  $\alpha$  est proportionnel au champ électrique et caractérise la force du couplage Rashba.

Ainsi, une bande d'énergie parabolique selon une direction  $k_x$  se sépare en deux dans cette direction, car un électron de vecteur d'onde  $+k_x$  et de spin  $\uparrow$  aura la même énergie qu'un électron  $-k_x$  de spin  $\downarrow$ . Au niveau de Fermi  $k_F$ , ces deux bandes sont alors séparées d'une énergie  $\Delta_{SO} = 2\alpha k_F$ .

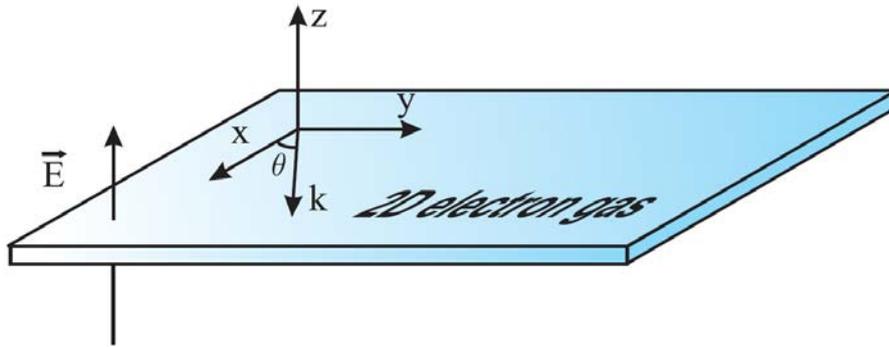


FIGURE 4.8 – Géométrie considérée : les électrons sont confinés dans le plan  $(x, y)$ , le champ électrique  $\vec{E}$  est perpendiculaire au gaz 2D, selon  $z$ .

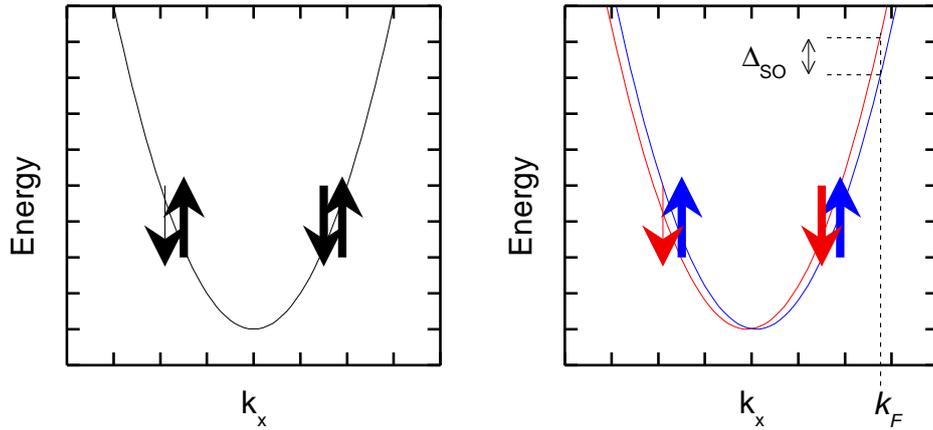


FIGURE 4.9 – Structure d’une bande parabolique en l’absence (à gauche, en noir) ou en présence d’un couplage Rashba (à droite, en rouge et bleu). Les flèches illustrent la polarisation en spin.

Il est à noter que le spin n’est alors plus un bon nombre quantique, puisque les composantes orbitales et de spin sont à présent couplées. La figure 4.9 est simplement une représentation schématique de la structure de bande illustrant la polarisation en spin de chaque sous-bande, mais, en réalité, celui-ci n’est pas une valeur propre du Hamiltonien.

### Spin-orbite et magnéto-conductance :

Nous allons maintenant regarder l’influence d’un couplage spin-orbite sur la magnéto-conductance en présence de localisation faible.

La formule (4.5) précédente ne tient pas compte des états de spin. Une collision affectant le spin d’un électron, tout comme une collision inélastique, a pour effet de rompre la cohérence de phase entre deux trajectoires opposées sur une boucle, donc de détruire la localisation faible et d’augmenter la conductance. Cependant, si le système fait l’objet d’un couplage spin-orbite, la structure électronique n’est pas dégénérée en spin et de telles collisions sont moins probables : qualitativement, le spin des électrons est "bloqué" par le couplage spin-orbite. L’effet d’un champ magnétique est d’augmenter ce "blocage", et donc de renforcer la localisation faible : en présence d’un fort couplage spin-orbite, la conductance diminue donc quand on augmente le champ magnétique.

Le calcul de la variation de conductance en présence de spin-orbite est bien plus complexe [65] que dans le cas de la seule localisation faible de la formule (4.5). Dans la limite sale, et pour un couplage Zeeman négligeable, elle peut être modélisée par la formule de Maekawa-Fukuyama [110], à laquelle on a rajouté un terme prenant en compte la magnéto-conductance classique, dit terme de Köhler :

$$\frac{\Delta\sigma(B)}{G_0} = -\Psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_{tr}}{B}\right) + \frac{3}{2}\Psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_\phi + B_{SO}}{B}\right) - \frac{1}{2}\Psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_\phi}{B}\right) - A_K \frac{\sigma(0)}{G_0} B^2 \quad (4.8)$$

où  $B_{SO} = \hbar/4eD\tau_{SO}$  est le champ magnétique caractéristique associé au temps de relaxation spin-orbite  $\tau_{SO}$ , et  $A_K$  est le terme de de Köhler.

La formule de Maekawa-Fukuyama a été utilisée pour la première fois dans une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  par Caviglia et al [44]. Nous avons quant à nous choisi de considérer le cas d'un couplage Zeeman négligeable, et montré qu'il est indispensable de rajouter un terme de magnéto-conductance classique, notamment à certaines tensions de grille.

Nous allons à présent discuter le rôle de chacun des termes.

- $B_{tr}$  : il est lié au temps inter-collisions élastiques  $\tau$ , qui, dans le régime de localisation faible à  $T < 15\text{K}$  est petit devant  $\tau_\phi$  et  $\tau_{SO}$ .  $B_{tr}$  prend donc une valeur trop grande (supérieure à 10T) pour que son influence soit visible dans nos mesures. On fixe donc pour les ajustements numériques  $B_{tr}$  à une valeur arbitrairement grande (12T) et constante à toute  $T$  et  $V_{TG}$ , mais on ne peut pas le mesurer.
- $B_\phi$  : il est lié au temps inter-collisions inélastiques  $\tau_\phi$ . Celui-ci dépend *a priori* uniquement de la température (et peu de la tension de grille), sous la forme :  $\tau_\phi \propto T^{-p}$ ,  $p = 1$  pour des collisions électron-électron.
- $B_{SO}$  : il caractérise la force du couplage spin-orbite. Son expression en fonction des paramètres microscopiques dépend du type de couplage (Elliott-Yafet, D'yakonov-Perel', etc).
- $A_K$  : si la mobilité  $\mu$  est suffisante, ce qui est le cas uniquement à fort  $V_{TG} > 0$ , il est proportionnel au carré de celle-ci.

La figure 4.10 montre l'allure de la magnéto-conductance calculée par la formule (4.8), et résume qualitativement l'influence des différents paramètres sur la forme de celle-ci. En rouge, on a représenté l'allure typique de l'antilocalisation (augmentation de la conductance en champ magnétique) obtenue en l'absence de spin-orbite ( $B_{SO} = 0$ ). En vert, la restauration de la localisation faible due à un couplage spin-orbite fort ( $B_{SO} \uparrow$ ). Ces deux contributions sont de l'ordre du quantum de conductance  $G_0$ . En jaune, la magnéto-conductance classique liée au terme de Köhler  $A_K$ , qui peut être beaucoup plus grande que  $G_0$ .

#### 4.1.4.5 Résultats

Nous avons mesuré la magnéto-conductance de l'échantillon B, en l'absence de Back Gate, pour des valeurs de  $V_{TG} = -110$  à  $+90\text{V}$ , et à des températures de 350mK, 3,5K, 5K et 10K, que nous avons ajusté à l'aide de la formule (4.8). Les résultats sont montrés sur la figure 4.11.

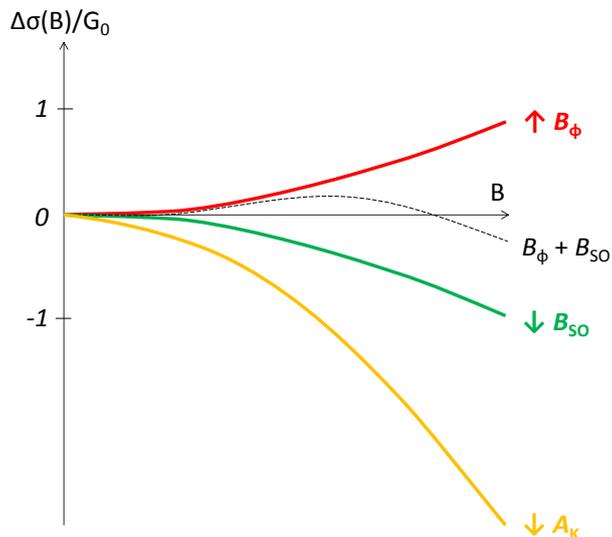


FIGURE 4.10 – Représentation schématique de la fonction décrite par la formule (4.8), et influence des différents paramètres.

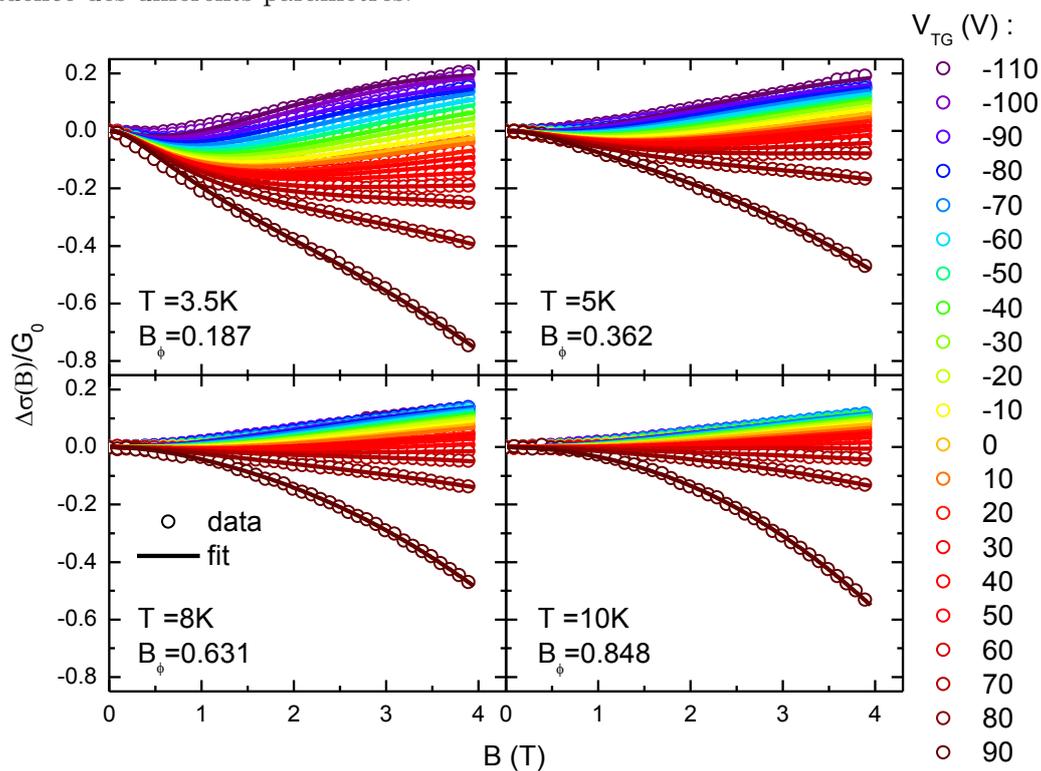


FIGURE 4.11 – Magnéto-conductance mesurée (rond ouvert) et ajustée (trait continu) de l'échantillon B à  $T = 3,5\text{K}$ ,  $5\text{K}$ ,  $8\text{K}$  et  $10\text{K}$  pour  $V_{TG} = -110$  (violet) à  $+90\text{V}$  (marron).

$B_\phi$  :

À chaque température,  $B_\phi$  est trouvé constant avec la tension de grille, comme attendu, ainsi que le montre la figure 4.12 a. On peut donc extraire une valeur moyenne de  $B_\phi(T)$  à chaque température, assortie d'une barre d'erreur, tracée sur la figure 4.12 b. La dépendance linéaire de  $B_\phi(T) \propto T$  montre que  $\tau_\phi \propto 1/B_\phi \propto T^{-p}$  avec  $p = 1$ , ce qui signifie que les phénomènes inélastiques sont dominés par les collisions électron-électron [6]. Cette domination est attendue usuellement pour un métal 2D dans le régime diffusif à basse température [65, 98], et a déjà été observée dans des interfaces LaTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [36].

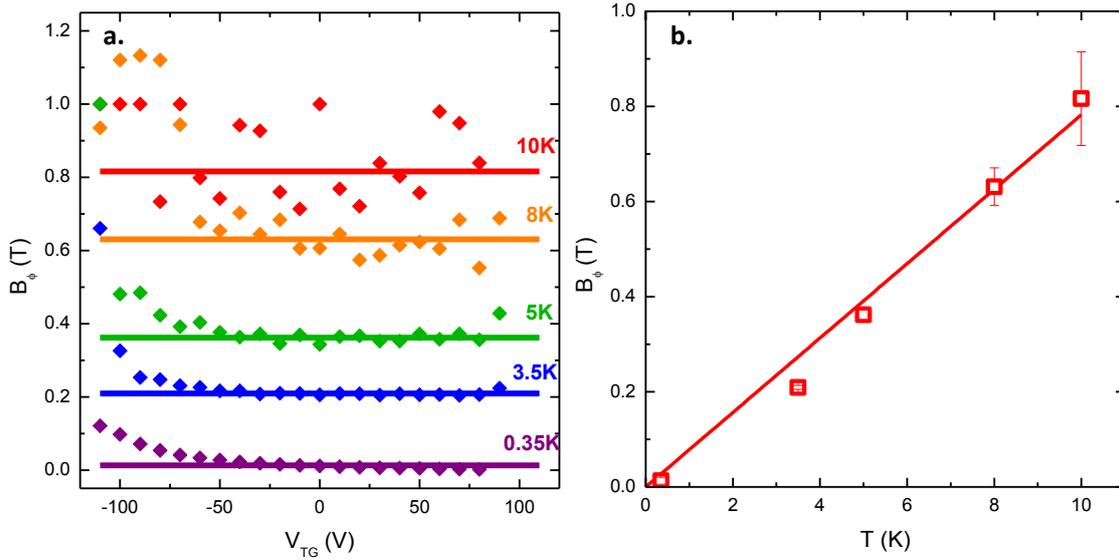


FIGURE 4.12 – (a) Valeurs de  $B_\phi$  correspondant aux mesures et aux ajustements montrées en figure 4.11, en fonction de  $V_{TG}$ , pour différentes températures. Les droites horizontales représentent les valeurs moyennes pour chaque température. (b) Valeurs moyennes de  $B_\phi$  et barres d'erreur associées en fonction de la température. La droite est un guide visuel.

$B_{SO}$  :

La courbe  $B_{SO}(V_{TG})$  obtenue est pratiquement la même pour chaque température, indiquant que  $B_{SO}$  est indépendant de la température. Par contre,  $B_{SO}$  augmente fortement lorsqu'on augmente la tension de grille, comme le montre la figure 4.13, ce qui est cohérent avec un couplage de type Rashba, comme on le verra au paragraphe 4.1.4.6.

$A_K$  :

Pour  $V_{TG} \leq 70V$ , le paramètre  $A_K$  est essentiellement négligeable dans nos mesures, car l'on explore un régime où la mobilité reste faible ( $\mu \sim 100\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$ ). Pour  $V_{TG} \geq 80V$  par contre,  $A_K$  est le terme dominant : il empêche toute détermination claire des autres paramètres, et il augmente fortement avec  $V_{TG}$ . Cette augmentation est corrélée à la forte augmentation de la mobilité, comme le montre la figure 4.14. Une analyse quantitative de la relation entre  $\mu$  et  $A_K$  sera présentée au paragraphe 4.2.3.1.

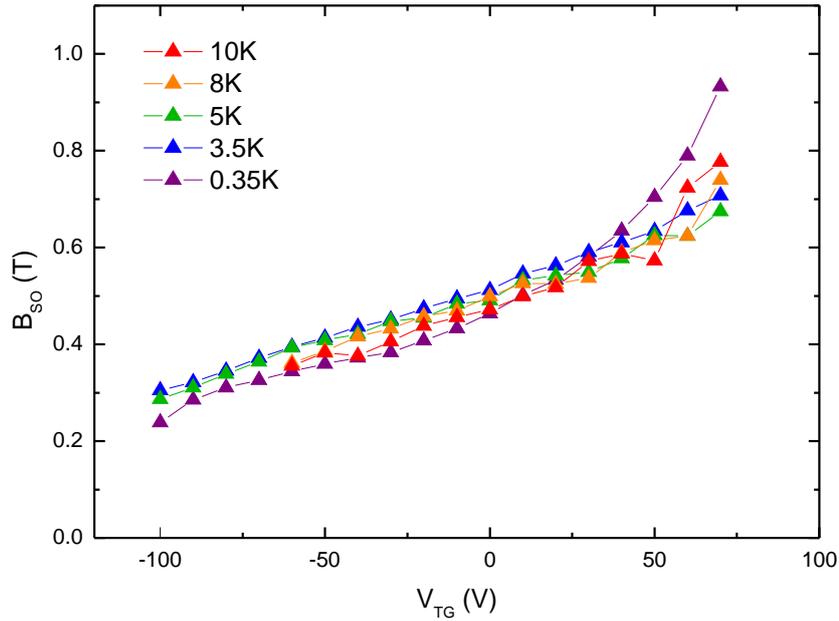


FIGURE 4.13 – Valeurs de  $B_{SO}$  correspondant aux mesures et aux ajustements montrés en figure 4.11, en fonction de la tension de grille  $V_{TG}$ , pour différentes températures.

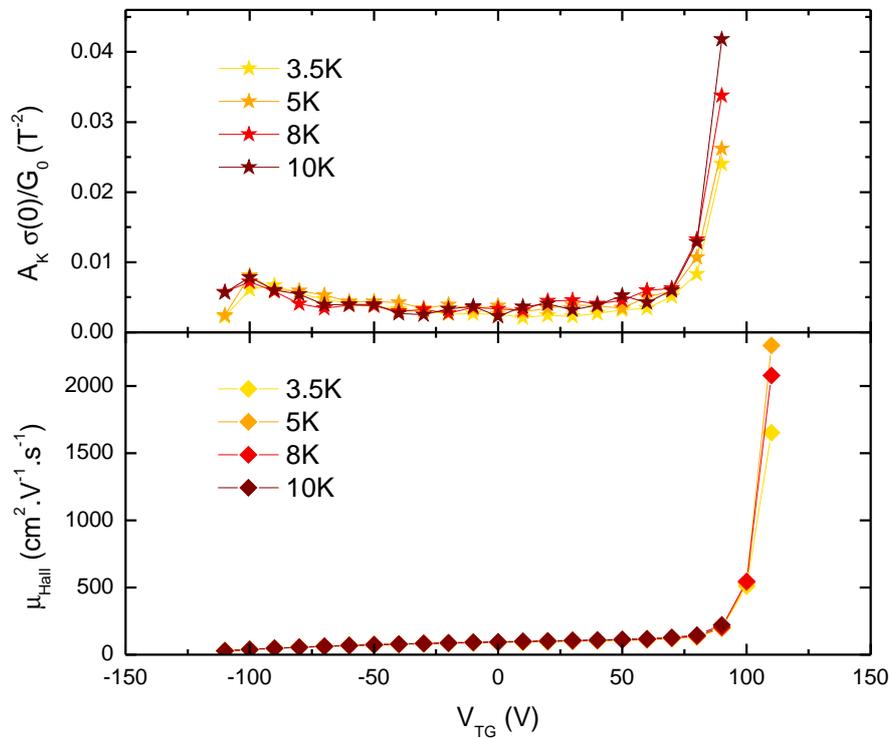


FIGURE 4.14 – Terme de Köhler non normalisé correspondant aux mesures et aux ajustements montrés en figure 4.11, et mobilité extraite de la mesure de l'effet Hall, en fonction de la tension de grille  $V_{TG}$ , pour différentes températures.

#### 4.1.4.6 Rashba

##### Hamiltonien :

Pour un couplage Rashba, le temps de relaxation spin-orbite est inversement proportionnel au temps de relaxation élastique. Plus précisément, dans la limite diffusive, c'est-à-dire pour des valeurs du paramètre réduit  $a = \Delta_{SO}\tau/\hbar \ll 1$ , il peut s'écrire [141] :

$$\frac{1}{\tau_{SO}} = \frac{1}{2\tau} \frac{a^2}{1+a^2} \quad (4.9)$$

où l'on peut encore négliger le dénominateur à l'ordre 2 en  $a$ , soit finalement :

$$\frac{1}{\tau_{SO}} = \frac{2\alpha^2 k_F^2 \tau}{\hbar^2} \quad (4.10)$$

Comme la constante de diffusion  $D = \frac{1}{2}v_F^2\tau$  est proportionnelle à  $\tau$ , on s'aperçoit alors que  $B_{SO} = \frac{\hbar}{4eD\tau_{SO}} = \frac{\alpha^2 m^2}{e\hbar^3}$  ne dépend que du paramètre du Hamiltonien  $\alpha$ , mais pas des caractéristiques de transport du système ( $\tau$ ). En prenant la masse effective  $m = 0,7m_e$  de la bande légère  $d_{XY}$  qui est celle de plus basse énergie à l'interface (et la plus remplie), on peut donc calculer directement  $\alpha$  à partir de  $B_{SO}$  :

$$\alpha = \frac{1}{m} \left[ e\hbar^3 B_{SO} \right]^{1/2} \quad (4.11)$$

##### Évolution en grille :

Dans le Hamiltonien Rashba, le paramètre de couplage  $\alpha$  est en théorie proportionnel au champ électrique  $F$  à l'interface, qui est essentiellement dû aux charges qui s'y trouvent. En intégrant l'équation de Maxwell-Gauss de l'interface ( $z = 0$ ) à une distance  $L$  dans le substrat loin du gaz 2D, on a la relation :

$$F(0) = \frac{e}{\epsilon_0\epsilon_R(0)} N_S + \frac{\epsilon_R(L)}{\epsilon_R(0)} F(L) \quad (4.12)$$

où  $N_S$  est la densité surfacique totale de charge à l'interface. Elle inclue les électrons libres  $n_{tot}$  (proportionnel à  $V_{TG}$ ), mais aussi les charges piégées lors de la formation du gaz 2D et lors de la première polarisation [34]. La densité  $N_{trap}$  de ces dernières est inconnue, mais elle ne varie pas avec la tension de grille. Ainsi :  $N_S = n_{tot} + N_{trap}$ .  $\alpha$  est donc en théorie une fonction affine de la densité d'électrons libre, de la forme :

$$\alpha = An_{tot} + B \quad (4.13)$$

Et en effet, si l'on calcule  $\alpha$  avec nos mesures et à l'aide de la formule (4.11), on voit que celui-ci varie bien linéairement avec  $n_{tot}$  (proportionnel à  $V_{TG}$ ), comme le montre la figure 4.15 :  $\alpha \propto B_{SO}^{1/2} \propto n_{tot} + \text{cste}$ .

Cette dépendance affine de  $\alpha$  en  $n_{tot}$  montre bien que celui-ci est lié au fort champ électrique à l'interface dû à la présence du gaz 2D. Cette observation constitue un argument fort en faveur d'un couplage de type Rashba.

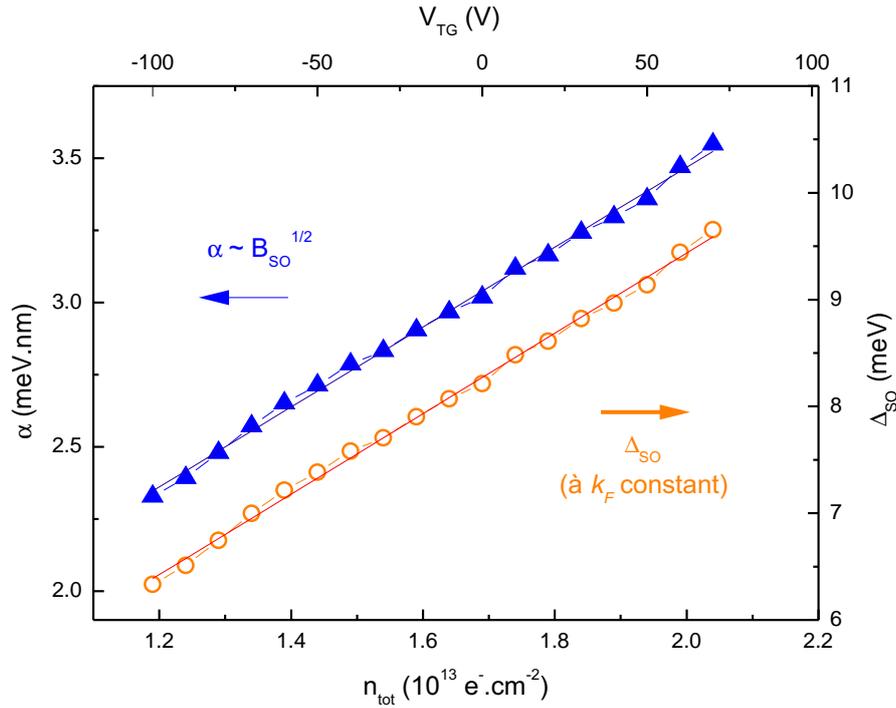


FIGURE 4.15 – Paramètre  $\alpha$  du Hamiltonien Rashba (axe gauche, en bleu) et séparation d'énergie spin-orbite  $\Delta_{SO}$  (axe droit, en orange) en fonction de  $n_{tot}$  (proportionnel à  $V_{TG}$ ).

#### Séparation d'énergie spin-orbite :

On peut également estimer la séparation d'énergie spin-orbite  $\Delta_{SO} = 2\alpha k_F$  à partir de  $\alpha$ . Si l'on suppose par exemple que le vecteur d'onde au niveau de Fermi  $k_F$  varie peu en fonction de  $V_{TG}$ , en prenant une énergie de Fermi de 100meV, typique de ces interfaces, on trouve une séparation de 6 à 10meV, comme on peut le voir sur la figure 4.15.

Cette valeur, comparable à celles déjà mesurées sur des interfaces LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [44, 21], est énorme comparée aux gaz 2D à l'interface de semi-conducteurs. En particulier, elle est loin d'être faible devant l'énergie de Fermi :  $\Delta_{SO}$  vaut 5 à 10% de  $E_F$ .

#### 4.1.4.7 Conclusions sur la magnéto-conductance

La magnéto-conductance d'un canal de  $10\mu\text{m}$  dans une interface LaAlO<sub>3</sub>/STO contrôlé par une Top Gate est bien reproduite par la formule de Maekawa-Fukuyama enrichie d'un terme de magnéto-résistance classique. Le terme de collision inélastique  $B_\phi$  est constant avec la tension de grille et linéaire avec la température, indiquant que les relaxations inélastiques sont dominées par les collisions électron-électron. L'augmentation du terme de magnéto-résistance classique à fort dopage est bien expliquée par la forte augmentation de la mobilité, en cohérence avec les mesures d'effet Hall. Le couplage spin-orbite est contrôlable par la Top Gate et montre une forte dépendance à la tension de grille. Le paramètre  $\alpha$  du Hamiltonien varie linéairement en fonction de la densité de porteurs, ce qui constitue un argument fort en faveur d'un couplage de type Rashba. La séparation d'énergie est estimée à quelques meV, soit une fraction non négligeable de l'énergie de Fermi.

#### 4.1.5 Top Gate : conclusion

Nous avons réalisé des dispositifs Top Gate par les deux méthodes de fabrication, par  $\text{LaAlO}_3$  amorphe et par implantation ionique. Nous avons pu contrôler le gaz d'un régime métallique à isolant, en modifiant sa résistance de plusieurs ordres de grandeur et sa densité de porteurs sur une large gamme.

Pour la première fois dans la littérature, nous avons pu observer une transition supraconducteur - isolant induite par une Top Gate, contrôler la  $T_C$  à travers l'ensemble du diagramme de phase et reproduire le dôme supraconducteur. Nous avons donc pu retrouver avec une Top Gate le comportement répertorié en Back Gate.

Nous avons montré que le couplage spin-orbite est également modulable à l'aide d'une Top Gate, qu'il est vraisemblablement de type Rashba, et qu'il est particulièrement fort (quelques meV), ce qui suscite un intérêt majeur pour l'utilisation de ces interfaces d'oxydes dans l'étude de l'interaction entre supraconductivité et spin-orbite.

Cette première réalisation ouvre donc la voie à la manipulation de ces ordres quantiques (état de charge, supraconductivité, spin-orbite) à des échelles mésoscopiques, dans des dispositifs permettant de les contrôler localement afin d'étudier une physique nouvelle tels que les états d'Andreev polarisés en spin ou certains états de supraconductivité topologiquement protégée. De tels dispositifs sont actuellement en cours de réalisation au laboratoire.

## 4.2 Comparaison Top Gate - Back Gate

Nous avons vu à la section précédente que l'on peut moduler toutes les propriétés du gaz en utilisant une Top Gate de la même façon qu'en utilisant une Back Gate. Pour autant, ces deux grilles ont-elles exactement le même effet sur le gaz ?

Pour étudier cette question, nous allons à présent observer l'effet d'un dopage électrostatique par une Top Gate ou par une Back Gate sur le gaz, afin d'identifier d'éventuelles différences.

Dans les deux cas, augmenter  $V_{TG}$  et  $V_{BG}$  revient à doper le gaz 2D, c'est-à-dire à lui rajouter des électrons. Cependant, n'étant pas situées du même côté du gaz, leur effet sur la courbure de la bande à l'interface et donc sur les différentes propriétés du gaz — mobilité, supraconductivité, spin-orbite — ne sera pas exactement le même.

Pour cette étude, nous avons mesuré l'échantillon B dans la gamme  $-50V < V_{TG} < +50V$  et  $-15V < V_{BG} < -20V$ . Cette gamme restreinte de  $V_{TG}$  assure une parfaite réversibilité et reproductibilité des résultats : en effet, lorsqu'on applique une trop forte tension de grille (typiquement  $|V_{TG}| > 90V$ ), des relaxations temporelles commencent à apparaître dans les mesures, très vraisemblablement liées à des impuretés dans le diélectrique, comme détaillé dans l'annexe E.

### 4.2.1 Extraction des densités et mobilités des porteurs

#### 4.2.1.1 Effet Hall

Nous avons mesuré la tension transverse  $V_H$  induite par un champ magnétique  $B$  de 0 à 4T perpendiculaire au gaz d'électron parcouru par un courant  $I$ , due à l'effet Hall. Cette mesure  $V_H(B)/I$  nous donne une droite, dont la pente est égale la constante de Hall  $R_H = \frac{1}{I} \frac{\partial V_H}{\partial B}$ . Dans un métal 2D comprenant un seul type de porteur (ici, des électrons de charge  $(-e)$ ) de densité surfacique  $n_S$  et de mobilité  $\mu$ , la constante de Hall vaut  $R_H = 1/en_S$ .

Lorsque l'on dope l'échantillon, par exemple en augmentant  $V_{BG}$ , tout en fixant  $V_{TG} = 0V$  (la Top Gate produit le même effet), la densité de porteur tirée de la mesure de Hall  $n_H = 1/eR_H$  croît d'abord pour  $V_{BG} = -15V$  à  $0V$  comme attendu d'après l'équation de la charge d'un condensateur  $e\delta n_S = C_{S,BG}\delta V_{BG}$ , où  $n_S$  représente la charge surfacique du gaz 2D et  $C_{S,BG}$  la capacité surfacique qu'il forme avec la Back Gate. À  $V_{BG} > 0V$ , cependant,  $n_H$  décroît avec  $V_{BG}$ , comme on peut le voir sur la figure 4.16.

Cette inflexion de  $n_H(V_{BG})$ , qui n'est pas physique puisque l'on continue à ajouter des électrons au gaz 2D, est en fait due à l'apparition d'électrons de plus haute mobilité dans l'interface, comme nous l'avons montré dans un article précédent (Biscaras et al, PRL 2012 [32]). Selon le modèle le plus simple, où l'on suppose la présence de deux types de porteurs à l'interface, des électrons peu mobiles (1) (Low-Mobility Carriers, LMC) et des électrons très mobiles (2) (High-Mobility Carriers, HMC), de densités  $n_1$  et  $n_2$  et de mobilités  $\mu_1$  et  $\mu_2$ , l'effet Hall est alors donné par la formule (4.14) [81] :

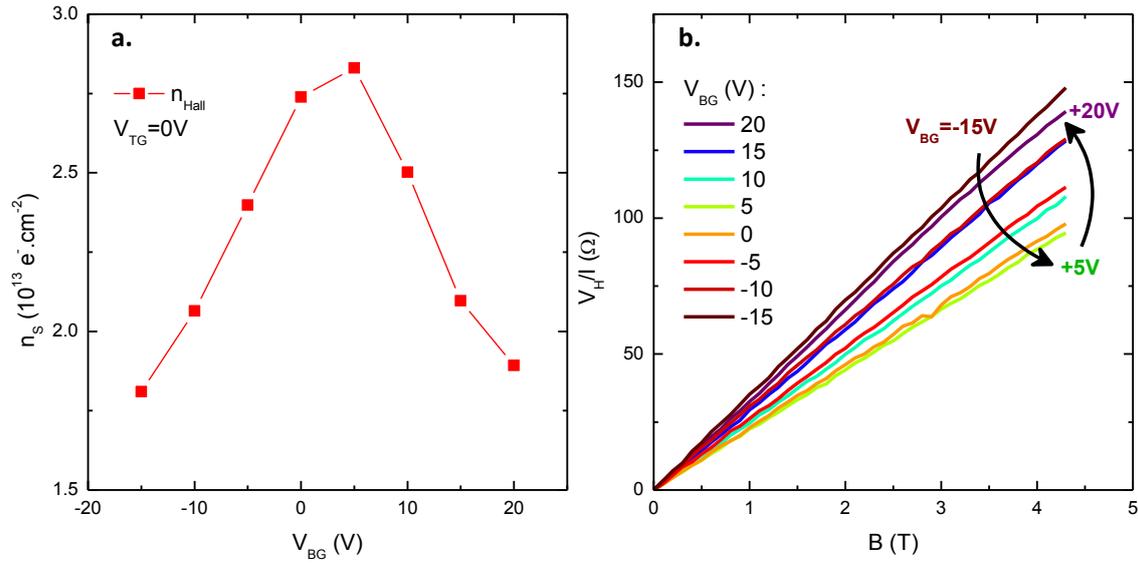


FIGURE 4.16 – a) Densité de porteurs calculée d'après la pente de l'effet Hall à bas champ. b) Mesure d'effet Hall d'où sont tirées les données de la figure (a), montrant une non-monotonie de la pente de l'effet Hall avec la tension de grille.

$$\frac{V_H}{I} = \frac{B}{e} \frac{\frac{n_1 \mu_1^2}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2^2}{1 + \mu_2^2 B^2}}{\left( \frac{n_1 \mu_1}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2}{1 + \mu_2^2 B^2} \right)^2 + \left( \frac{n_1 \mu_1^2 B}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2^2 B}{1 + \mu_2^2 B^2} \right)^2} \quad (4.14)$$

La figure 4.17 illustre schématiquement cette formule. La tension de Hall est alors une fonction non-linéaire du champ magnétique :

- À haut champ  $B \rightarrow \infty$ , la fonction  $\frac{V_H(B)}{I}$  est une droite de pente  $R_{H,\infty} = \frac{1}{e(n_1+n_2)}$ , soit  $R_{H,\infty} = \frac{1}{en_S}$  où  $n_S = n_1 + n_2$  est la densité totale de porteurs. On retrouve donc l'effet Hall linéaire habituel à un seul porteur.
- À bas champ  $B \rightarrow 0$ , la fonction  $\frac{V_H(B)}{I}$  est une droite de pente  $R_H = \frac{1}{e} \frac{n_1 \mu_1^2 + n_2 \mu_2^2}{(n_1 \mu_1 + n_2 \mu_2)^2}$ .  
On peut encore écrire :  $R_H = \frac{1}{en_S} \frac{n_1 \mu_1^2 + n_2 \mu_2^2}{n_S \mu^2}$ .

On voit donc que la pente de l'effet Hall à bas champ ne donne pas la densité de porteurs totale à l'interface, mais une valeur  $n_H = 1/eR_H \neq n_S$ , qui n'a pas de sens physique, de l'ordre de  $n_S$  mais corrigée d'un facteur dépendant des différents paramètres du modèle.

En définissant les conductances  $\sigma_1 = en_1 \mu_1$  et  $\sigma_2 = en_2 \mu_2$  des deux canaux en parallèle, ainsi que la conductance totale  $\sigma = 1/R_S = \sigma_1 + \sigma_2$  et la mobilité totale  $\mu = \sigma/en_S$ , on peut aussi définir une mobilité "de Hall"  $\mu_H = \frac{\sigma}{en_H} = \frac{\sigma_1 \mu_1 + \sigma_2 \mu_2}{\sigma}$ .  $\mu_H$  n'a pas non plus de sens physique, mais est une sorte de moyenne sur les différentes mobilités pondérées par les conductances des différents canaux. On voit que si l'un des deux canaux domine le transport — comme c'est le cas en régime très sous-dopé (LMC dominant) et très sur-dopé (HMC dominant) —,  $\mu_H$  nous donnera une estimation fiable de la mobilité des porteurs

dominants. Dans tous les cas, on a  $\mu_1 < \mu_H < \mu_2$ .

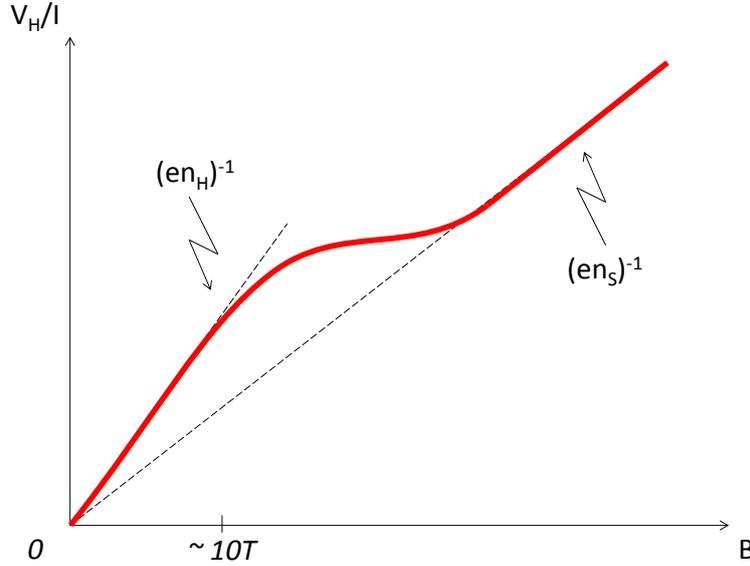


FIGURE 4.17 – Représentation schématique de l’allure de la fonction décrite par l’équation (4.14). La pente de la courbe à bas champ correspond à la constante de Hall à bas champ  $R_H = 1/en_H$ , tandis que la pente à haut champ vaut  $R_{H,\infty} = 1/en_S$  et correspond à la densité totale d’électrons  $n_S$ .

Dans nos échantillons, cette non-linéarité de l’effet Hall est visible uniquement à des valeurs de champs magnétiques typiquement supérieures à 10T, qui ne sont malheureusement pas accessible dans notre cryostat (bobine de 7T maximum). Une mesure d’effet Hall à fort champ magnétique (quelques dizaines de Tesla) pourrait permettre d’extraire les 4 paramètres  $n_1, n_2, \mu_1, \mu_2$  en ajustant la formule (4.14) aux mesures.

Une méthode alternative consiste à mesurer la capacité du condensateur formé par le gaz et les différentes grilles (Top Gate et Back Gate), ce qui permet de remonter à la densité totale d’électrons à l’interface, comme détaillé dans le prochain paragraphe.

#### 4.2.1.2 Densité totale

En intégrant la capacité entre la Back Gate et le gaz mesurée par impédance complexe et en la comparant aux mesures d’effet Hall en régime sous-dopé comme détaillé dans l’annexe C, on peut remonter à la densité totale d’électrons à l’interface. En combinant ces résultats avec la capacité entre la Top Gate et le gaz mesurée comme expliqué au paragraphe 4.1.2 (voir aussi l’annexe C pour plus de détails), on peut calculer la densité totale en fonction de  $V_{BG}$  et  $V_{TG}$ , selon la formule :

$$n_{tot}(V_{BG}, V_{TG}) = n_H(-10V, 0V) + C_{S,TG}V_{TG} + \frac{\tilde{\alpha}}{eS} \int_{-10V}^{V_{BG}} (C_{BG,mesuré}(V_{BG}) - C_{fils}) dV_{BG} \quad (4.15)$$

où  $S$  est la surface totale du gaz (y compris les larges amenées de courant lithographiées),  $\tilde{\alpha} = 2,9$  un paramètre prenant en compte l’exaltation du champ électrique par effet de pointe sur les plus petits motifs ( $10\mu\text{m}$ ) comparés aux zones les plus larges, et

$C_{fils}$  est la capacité parasite due aux fils le long du cryostat. Les valeurs de ces paramètres sont détaillées et justifiées dans l'annexe C.

Les résultats, présentés sur la figure 4.18, montrent un très bon accord avec les mesures de Hall à  $V_{BG} < 0V$ . On peut remarquer que le désaccord ( $n_H < n_{tot}$ ) dû à l'apparition des HMC est visible dès  $V_{BG} = 0V$  pour les plus grandes valeurs de Top Gate ( $V_{BG} > +10V$ ). La densité totale de porteurs varie donc de  $1,5$  à  $5 \times 10^{13} e^- \cdot cm^{-2}$  sur l'ensemble du diagramme de phase.

La variation non-linéaire de  $n_{tot}$  en fonction de  $V_{BG}$  est due à la dépendance de  $\epsilon_{R,SrTiO_3}$  en fonction du champ électrique  $F$  (voir chapitre 1).

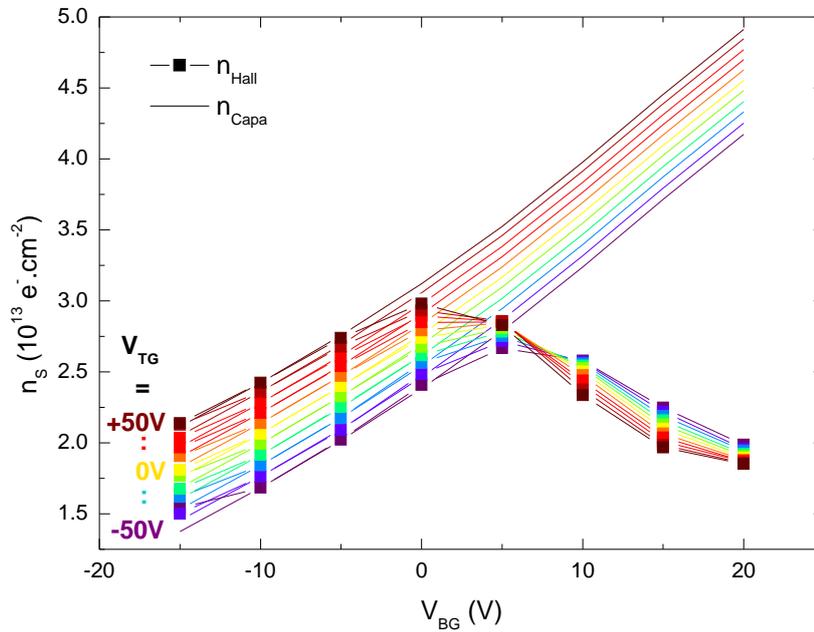


FIGURE 4.18 – Comparaison entre densités de porteurs totales (traits épais) et mesurées par effet Hall (carrés et traits fins) en fonction de la Back Gate pour  $V_{TG} = -50V$  (violet) à  $+50V$  (marron) par pas de  $10V$ .

#### 4.2.1.3 Modèle à deux fluides

Connaissant la densité totale de porteurs à l'interface, on peut extraire les densités et mobilités des différents porteurs indépendamment, suivant la démarche de la référence [32]. Dans un modèle à types de porteurs 1 et 2, on cherche donc 4 paramètres :  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu_2$ . Pour cela, on dispose des 3 équations (4.16) :

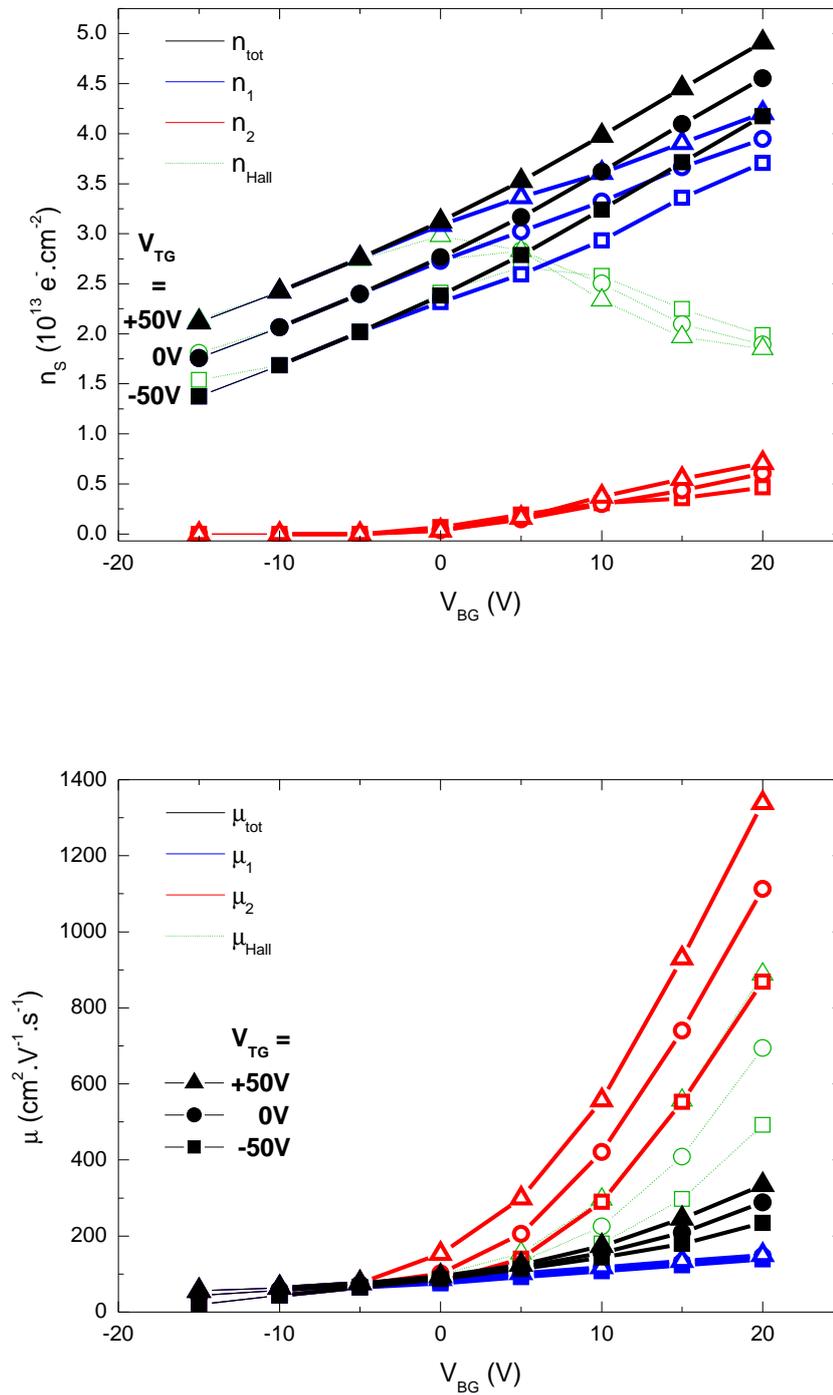


FIGURE 4.19 – Densités (en haut) et mobilités (en bas) extraites du modèle à 2 porteurs, en fonction de  $V_{BG}$ , pour des Top Gate de +50V (triangles), 0V (ronds) et -50V (carrés) : porteurs peu mobiles (LMC)  $n_1$  et  $\mu_1$  (en bleu) ; porteurs très mobiles (HMC)  $n_2$  et  $\mu_2$  (en rouge) ; densités et mobilités totales  $n_{tot}$  et  $\mu_{tot}$  (en noir) ; densités et mobilités  $n_{Hall}$  et  $\mu_{Hall}$  mesurées par effet Hall (en vert).

$$\begin{aligned}
n_1 + n_2 &= n_{tot} && \text{(issue de la mesure de capacité)} \\
n_1\mu_1 + n_2\mu_2 &= \frac{1}{eR_S} && \text{(issue de la mesure de résistance)} \\
n_1\mu_1^2 + n_2\mu_2^2 &= \frac{1}{e^2R_S^2n_H} && \text{(issue de la mesure de Hall)}
\end{aligned} \tag{4.16}$$

En l'absence de mesure à haut champ magnétique, il manque une équation pour résoudre le système de manière unique, et l'on doit faire une hypothèse supplémentaire. On peut par exemple supposer que la mobilité des LMC varie faiblement avec la tension de grille, comme l'indiquent les mesures sur des échantillons de LaTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> [32]. Pour l'échantillon B, l'hypothèse la plus simple est celle d'une dépendance linéaire de  $\mu_1(V_{BG})$  (voir l'annexe D pour plus de détails). En supposant que les LMC sont les seuls présents à  $V_{BG} < 0V$ , on obtient alors l'évolution de  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu_2$  en fonction des tensions de grille, présentée sur la figure 4.19.

Les LMC constituent donc l'essentiel des porteurs dans tout le diagramme de phase. Les HMC apparaissent à  $V_{BG} = 0V$ , et leur densité augmente faiblement jusqu'à atteindre  $0,75 \times 10^{13} e^- .cm^{-2}$  au point de dopage maximal, soit 15% des porteurs (figure 4.19, en haut). Les HMC sont donc toujours environ 10 fois moins nombreux que les LMC.

À l'inverse, si la mobilité des LMC varie peu, celle des HMC augmente très rapidement à  $V_{BG} > 0V$ , jusqu'à atteindre  $1400 cm^2 .V^{-1} .s^{-1}$  au point de dopage maximal (figure 4.19, en bas). Les HMC sont donc jusqu'à 10 fois plus mobiles que les LMC, et leur mobilité augmente très rapidement avec la tension de grille.

#### 4.2.1.4 Comparaison avec la magnétorésistance

Comme nous l'avons présenté au paragraphe 4.1.4.3, la magnétorésistance classique est proportionnelle à  $(\mu B)^2$ . A fort dopage — dans notre cas, à  $V_{BG} > 0V$  —, ce terme domine le signal de magnétorésistance. À partir des ajustements de la magnétoconductance selon la formule (4.8), on peut donc définir une mobilité "de Köhler"  $\mu_K$  selon la formule :

$$\mu_K = a\sqrt{A_K} \tag{4.17}$$

Le calcul du paramètre  $a$  dans un modèle semi-classique, pour un modèle à un seul porteur, donne  $a = 1,62$  [139]. Cependant, cette valeur est rarement rencontrée exactement dans la réalité, à cause des limites du modèle semi-classique, et on considèrera donc  $a$  comme un paramètre ajustable, typiquement compris entre 1 et 2.

Dans un modèle à deux fluides formant deux canaux de conduction, indépendants, en parallèle, la magnéto-conductance classique de l'échantillon est la somme de celles des deux canaux :  $A_K B^2 = -\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = -\frac{\Delta\sigma_1}{\sigma} - \frac{\Delta\sigma_2}{\sigma} = \frac{\sigma_1}{\sigma}(\mu_1 B)^2 + \frac{\sigma_2}{\sigma}(\mu_2 B)^2$ . On peut donc relier le terme  $A_K$  issu de la mesure de magnétorésistance aux paramètres  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu_2$ , et définir une mobilité "de Köhler" à deux porteurs  $\mu_{K12}$  selon la formule :

$$\mu_{K12}^2 = \frac{n_1\mu_1^3 + n_2\mu_2^3}{n_1\mu_1 + n_2\mu_2} \tag{4.18}$$

La comparaison des valeurs de  $\sqrt{A_K}$  (tirées des mesures de magnétorésistance) et de  $\mu_{K12}$  (tirées des mesures de Hall et de capacité) montre qu'avec une valeur unique de  $a = 1,22$  les valeurs de  $\mu_K$  et  $\mu_{K12}$  sont en bon accord, comme le montre la figure 4.20.

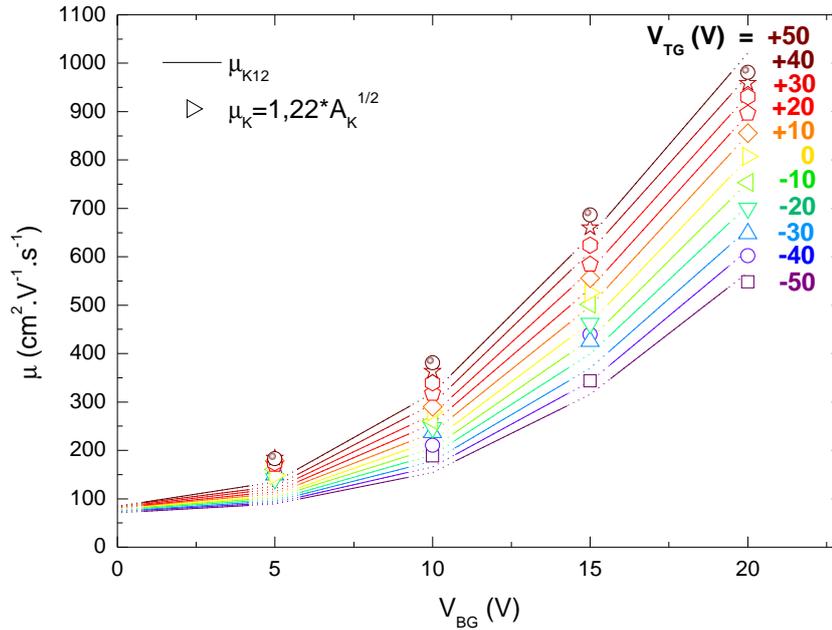


FIGURE 4.20 – Comparaison entre les mobilités de Köhler calculées à partir du modèle à 2 porteurs  $\mu_{K12}$  (traits continus et discontinus), et extraites des mesures de magnétorésistance  $\mu_K$  pour un paramètre  $a = 1,22$  (points creux), en fonction de  $V_{BG} > 0V$  (régime sur-dopé), pour des valeurs de Top Gate allant de +50V (sphères marrons) à -50V (carrés violets) par pas de 10V.

#### 4.2.1.5 Conclusion

En conclusion de cette section, nous avons montré que les propriétés de transport du gaz dans l'état métallique pouvaient être expliquées dans le cadre d'un modèle à 2 fluides, et qu'il est possible d'extraire la densité totale, et les densités et mobilités des deux types de porteurs. Les résultats obtenus sont cohérents avec les mesures de résistance, d'effet Hall, de capacité et de magnétorésistance classique. Ils montrent l'apparition à  $V_{BG} > 0V$  de porteurs de haute mobilité, qui sont, au point de dopage maximum, jusqu'à 10 fois plus mobiles et 10 fois moins nombreux que les porteurs de faible mobilité. Ces porteurs peu mobiles sont les seuls présents à  $V_{BG} < 0V$ .

## 4.2.2 Comparaison entre les deux grilles : mobilités

### 4.2.2.1 Éléments de théorie

Maintenant que nous avons extraits les densités et mobilités des différents porteurs, nous pouvons comparer les rôles respectifs de la Back Gate et de la Top Gate, qui ne seront pas exactement les mêmes. En effet, chacune des deux grilles a un double effet sur le gaz, comme cela est résumé sur la figure 4.21 :

- D'une part, elle dope le gaz en électrons par effet capacitif. Le puits de potentiel est redéfini de manière auto-cohérente et les différents paramètres du gaz varient en conséquence : augmentation de la mobilité et du couplage spin-orbite, variation en forme de dôme de la température critique supraconductrice, etc.
- D'autre part, elle modifie l'environnement électrostatique du puits quantique 2D. La Back Gate tire la bande de conduction du substrat de  $\text{SrTiO}_3$  vers le haut ( $V_{BG} < 0\text{V}$ ) ou vers le bas ( $V_{BG} > 0\text{V}$ ), et attire les électrons vers le substrat. La Top Gate ne joue pas sur la bande de conduction du  $\text{SrTiO}_3$ , et attire au contraire les électrons vers l'interface.

Il est à noter toutefois que ce second effet est toujours faible devant le pur effet du dopage. Dans toute notre étude comparative sur le rôle des deux grilles, on se s'attend donc jamais à ce que l'augmentation d'une des deux grilles aille à l'encontre de l'effet dominant du dopage : augmentation de  $\mu$  et de  $B_{SO}$ , dôme de  $T_C$ , etc. On cherchera toujours un effet de second ordre, qui soit spécifique à une grille donnée, par rapport à cette variation dominante.

On peut alors avancer un argument simple, développé dans le cadre de la théorie des gaz 2D semi-conducteurs : une Top Gate augmentant vers les valeurs positives attire de plus en plus les électrons vers l'interface, ce qui réduit leur mobilité en augmentant leur confinement 2D, et en les concentrant dans une zone (l'interface) où le taux de défauts est *a priori* maximal comparé au substrat. Augmenter la Back Gate au contraire attire les électrons vers le substrat, réduisant leur confinement 2D et leur rendant donc un caractère partiellement 3D, tout en les éloignant de l'interface où le taux de défaut est maximal, ce qui augmente leur mobilité. Ce scénario est résumé sur la figure 4.21. Pour un calcul rigoureux de la forme du puits et des différentes sous-bandes, on pourra se référer à notre précédente publication [32].

Tsuneya Ando [8] a ainsi calculé que la dépendance de la mobilité par rapport à la densité de porteurs devait suivre une loi de puissance de type :

$$\mu \propto n_S^\gamma \quad (4.19)$$

où  $\gamma \sim 1$ . Le calcul exact de  $\gamma$  est complexe et dépend fortement des différents paramètres du système (densité, épaisseur de la couche supérieure du semiconducteur, distance entre les dopants et le gaz, etc). Il requiert notamment des hypothèses très précises sur la structure de bande à l'interface, qui est encore aujourd'hui peu comprise dans les interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . Cependant, Hirakawa et al [77] ont montré que les paramètres  $\gamma$  associés à une Top Gate ou à une Back Gate ne sont pas les mêmes, et qu'ils sont ordonnés :  $\gamma_{TG} < \gamma_{BG}$ . Cela signifie qu'une Back Gate est plus efficace pour augmenter la mobilité qu'une Top Gate, conformément à l'argument qualitatif évoqué ci-dessus.

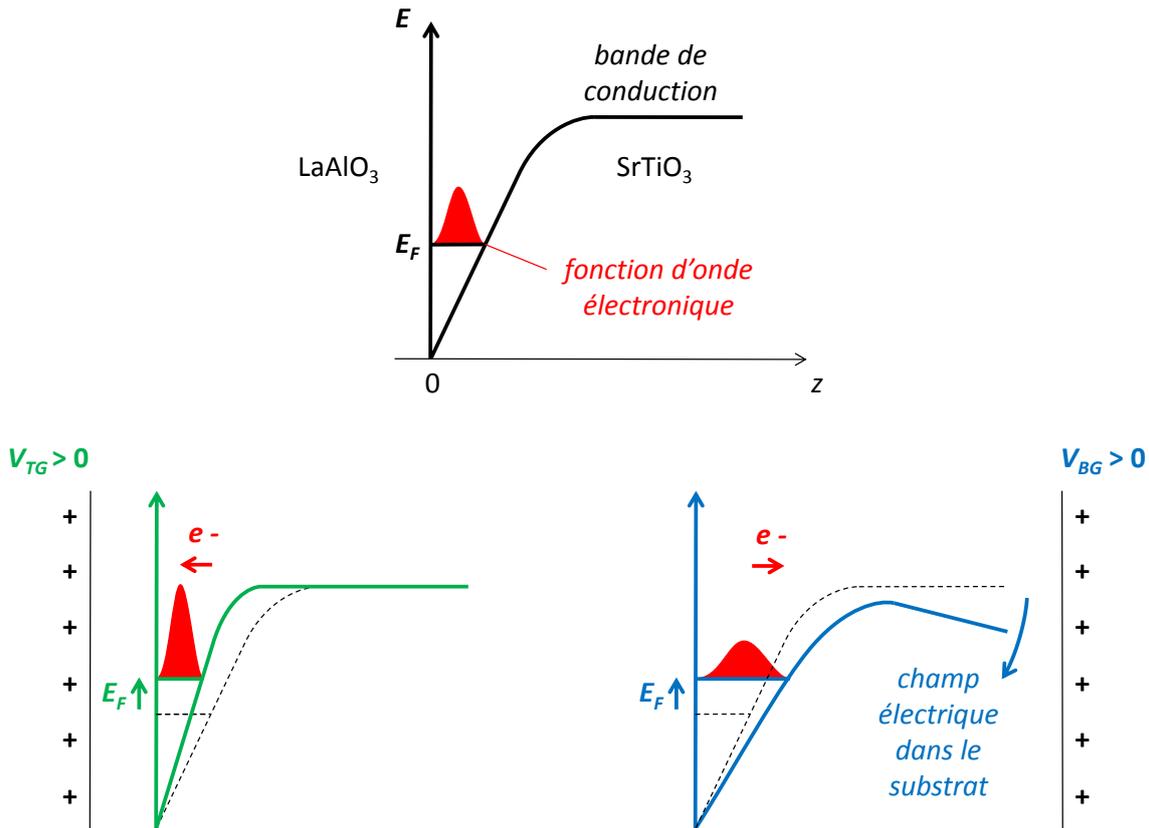


FIGURE 4.21 – **Schéma du puits de potentiel.** (En haut) La présence du gaz 2D à l'interface courbe la bande de conduction du SrTiO<sub>3</sub>, qui passe sous le niveau de Fermi  $E_F$ . L'enveloppe de la fonction d'onde des électrons dans la direction de confinement  $Z$  perpendiculaire à l'interface est représentée en rouge. (En bas à gauche) Lorsqu'on applique une tension positive sur la Top Gate, on attire les électrons vers l'interface. (En bas à droite) Lorsqu'on applique une tension positive sur la Back Gate, on attire au contraire les électrons vers le substrat. De plus, contrairement à la Top Gate, on déforme la bande de conduction loin dans le substrat car on y applique un champ électrique. Dans les deux cas, on augmente le niveau de Fermi en dopant le gaz en électrons.

#### 4.2.2.2 Mesures

Dans nos mesures, on observe effectivement une telle dépendance dans les variations de la mobilité totale  $\mu_{tot}$  par rapport à la densité totale  $n_{tot}$ , représentées sur la figure 4.22 : quel soit le point  $(V_{BG}, V_{TG})$  du diagramme de phase où l'on se place, on augmente plus rapidement la mobilité en augmentant Back Gate à  $V_{TG}$  constant (en suivant les traits pointillés) qu'en augmentant la Top Gate à  $V_{BG}$  constant (en suivant les points d'une même couleur).

Plus quantitativement, on peut tracer  $\mu_{tot}(n_{tot})$  en échelle logarithmique (insert) et extraire les exposants  $\gamma_{BG}$  et  $\gamma_{TG}$  de la formule (4.19). Une telle analyse n'a de sens quantitativement que pour  $V_{BG} \leq 0V$ , pour lequel un seul type de porteurs est présent. Les exposants  $\gamma_{BG}$  et  $\gamma_{TG}$  dépendent alors du point  $(V_{BG}, V_{TG})$  du diagramme de phase considéré, mais on trouve toujours  $\gamma_{BG} > \gamma_{TG}$ , comme attendu d'après Hirakawa et al [77]. Par exemple, en  $(V_{BG} = -5V, V_{TG} = -50V)$ , on trouve  $\gamma_{BG} = 1,9 > \gamma_{TG} = 1,0$  (tracé

en insert de la figure 4.22), qui sont des valeurs tout-à-fait comparables à celles mesurées dans la référence [77].

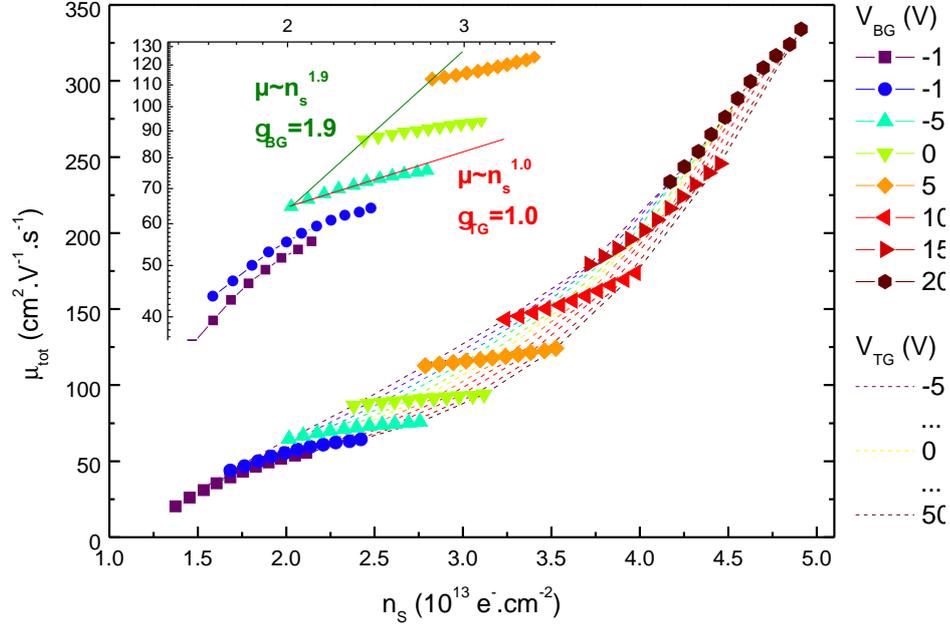


FIGURE 4.22 – Mobilité totale  $\mu_{tot}$  en fonction de la densité totale  $n_{tot}$ . Les points d’une même forme et d’une même couleur représentent la même valeur de Back Gate, de  $V_{BG} = -15\text{V}$  (carrés violets) à  $+20\text{V}$  (hexagones marrons). Parcourir une série de points identiques de gauche à droite revient donc à augmenter la Top Gate à  $V_{BG}$  constant. Les lignes en pointillés représentent les lignes de Top Gate constante, de  $V_{TG} = -50\text{V}$  (pointillés violets) à  $+50\text{V}$  (pointillés marrons). Insert : mêmes données représentées en échelle logarithmique pour  $V_{BG} = -15\text{V}$  (carrés violets) à  $+5\text{V}$  (losanges oranges), et exemple d’ajustement par la formule (4.19).

À  $V_{BG} > 0\text{V}$ , l’analyse est plus complexe car on a plusieurs types de porteurs. L’extraction de  $\gamma$  n’aura donc pas de sens quantitatif. Néanmoins, comme le montre la figure 4.23, quelle que soit la mobilité considérée —  $\mu_1$  (LMC),  $\mu_2$  (HMC) ou  $\mu_{tot}$  —, la variation de la mobilité en fonction de la densité totale est toujours plus rapide en Back Gate qu’en Top Gate, en tout point du diagramme de phase : la droite verte (Back Gate augmente à  $V_{TG}$  constant) a toujours une pente  $\gamma_{BG}$  plus grande que celle  $\gamma_{TG}$  de la droite rouge (Top Gate augmente à  $V_{BG}$  constant). L’argument de Hirakawa et al [77] est donc toujours valable.

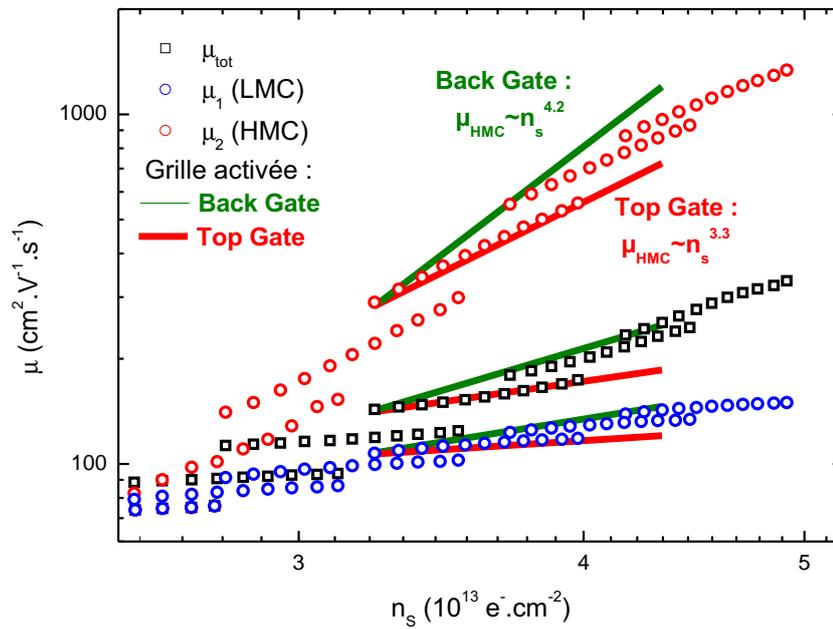


FIGURE 4.23 – Mobilité totale (carrés noirs), mobilité des LMC (ronds bleus) et des HMC (ronds rouges) en fonction de la densité totale de porteurs, en échelle logarithmique. Les droites vertes et rouges représentent des ajustements par la formule 4.19 au point ( $V_{BG} = -5\text{V}$ ,  $V_{TG} = -50\text{V}$ ) de la variation en Back Gate à  $V_{TG}$  constant (vert), et en Top Gate à  $V_{BG}$  constant (rouge).

### 4.2.3 Comparaison entre les deux grilles : spin-orbite

#### 4.2.3.1 Analyse de la magnétoconductance

Comme expliqué au paragraphe 4.1.4, les mesures de magnétoconductance ont été ajustées à l'aide de la formule (4.8). La figure 4.24 montre les mesures et les ajustements obtenus.

Tout comme lors de l'étude en Top Gate seule présentée au paragraphe 4.1.4, on peut identifier 3 régimes :

- Pour  $V_{BG} = -15\text{V}$  et  $V_{TG} \leq -30\text{V}$ , Il est difficile d'obtenir des ajustements corrects. De plus, ceux-ci donnent des valeurs de  $B_\phi$  augmentant lorsqu'on diminue  $V_{TG}$ , ce qui contredit le fait que le taux de collisions inélastiques ne dépend *a priori* que de la température. Étant donnée la très forte résistance du gaz dans ce régime ( $R_S > 10\text{k}\Omega/\square$ ), qui n'est pas liée à une diminution violente du nombre de porteurs ( $n_S > 1 \times 10^{13}\text{e}^-\cdot\text{cm}^{-2}$ ), il semblerait que dans ce régime le gaz ne présente plus vraiment un caractère 2D, mais plutôt un caractère de type filamentaire percolatif, de dimension fractale, comprise entre 1 et 2, comme expliqué au paragraphe 4.1.3.2. La formule de Maekawa-Fukuyama (4.8) étant calculée pour un métal 2D localisant faiblement, elle n'est donc plus valable dans ce cas.
- Pour  $V_{BG} = -15\text{V}$  à  $+5\text{V}$ , on peut extraire correctement les paramètres  $B_\phi$  et  $B_{SO}$ , et le terme de Köhler est négligeable, comme expliqué au paragraphe 4.1.4. On observe alors que  $B_\phi$  est constant avec le dopage, quelle que soit la grille utilisée, comme le montre la figure 4.25, et que  $B_{SO}$  augmente avec les deux tensions de grille, comme expliqué au paragraphe 4.1.4.
- À  $V_{BG} \geq 10\text{V}$ , la magnétorésistance classique domine et seul le terme de Köhler peut être extrait correctement. On observe comme au paragraphe 4.1.4 une forte augmentation du terme de Köhler avec le dopage, quelle que soit la tension de grille utilisée, cohérente avec l'apparition de porteurs très mobiles, comme détaillé au paragraphe 4.2.1.4.

La figure 4.26 résume les résultats des mesures et la répartition de ces 3 régimes dans le diagramme de phase.

#### 4.2.3.2 Spin-orbite

Comme on peut le voir sur la figure 4.26, pour les valeurs de Back Gate  $V_{BG} = -15, -10$  et  $-5\text{V}$  pour lesquelles l'extraction du paramètre  $B_{SO}$  est nette, on augmente plus fortement  $B_{SO}$  en augmentant la Back Gate que la Top Gate.

Ce résultat est surprenant : si on reprend les considérations du paragraphe 4.2.2 ci-dessus, la Back Gate étend davantage le gaz dans le substrat. Le champ électrique à l'interface, et donc le couplage spin-orbite, doit donc augmenter moins vite qu'avec la Top Gate, qui rapproche au contraire le gaz de l'interface.  $B_{SO}$  devrait donc en théorie augmenter plus rapidement en Top Gate qu'en Back Gate.

Pour tester ce comportement qualitatif, nous avons calculé le champ électrique à l'interface en résolvant numériquement les équations de Poisson et de Schrödinger de manière

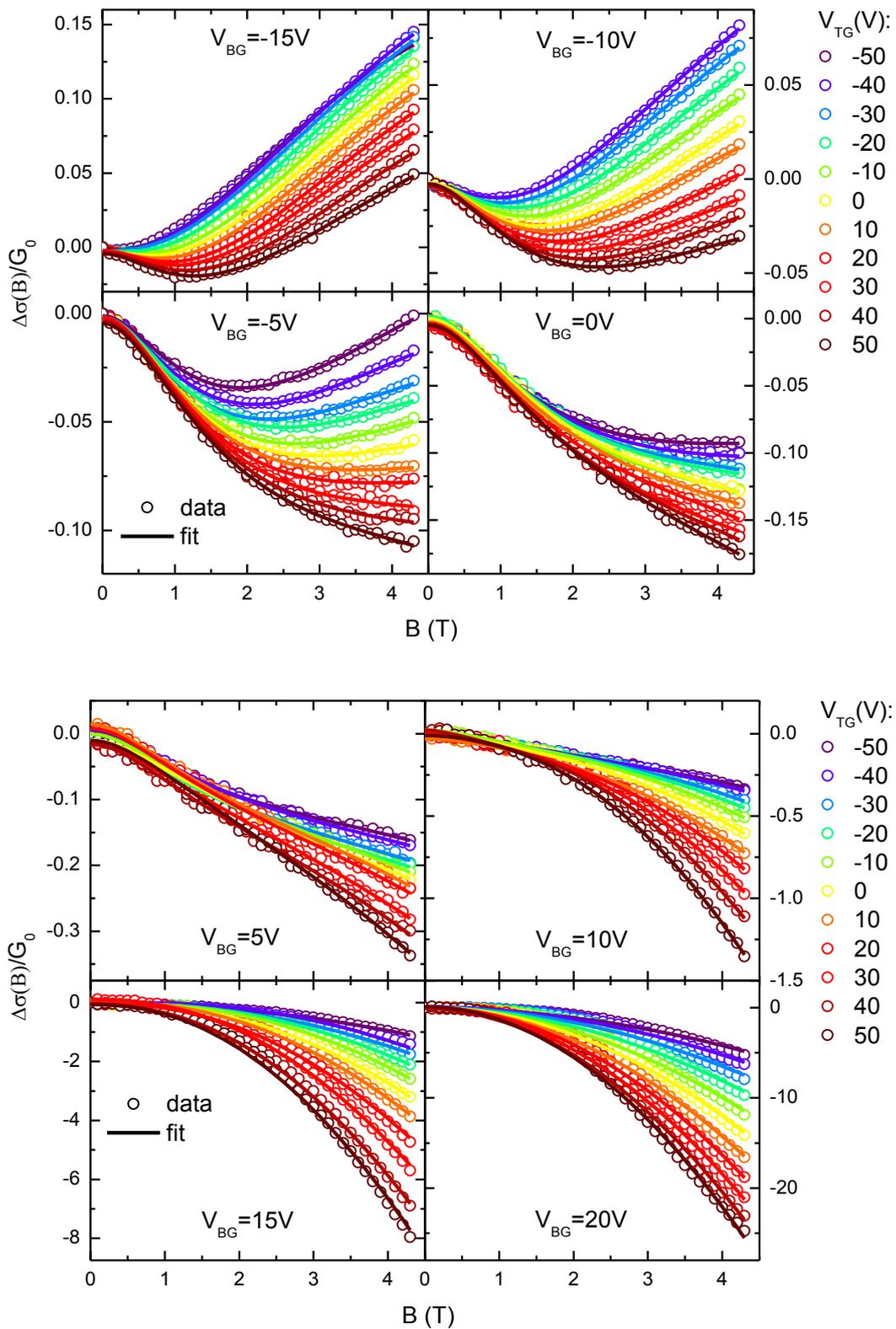


FIGURE 4.24 – Magnéto-conductance mesurée (ronds ouverts) et ajustée (traits continus) à  $T = 5K$ , à  $V_{BG} = -15V$  à  $+20V$ , et pour  $V_{TG} = -50V$  (violet) à  $+50V$  (marron) par pas de  $10V$ .

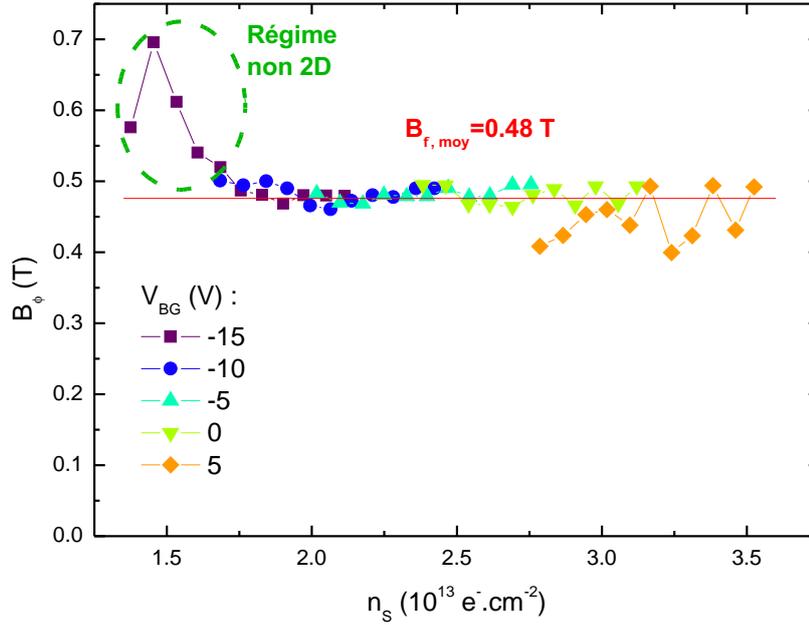


FIGURE 4.25 – Paramètres  $B_\phi$  extraits des mesures à  $T = 5\text{K}$  de la figure 4.24, en fonction de la densité totale d'électrons  $n_{tot}$ . Pour une même valeur de Back Gate (même couleur et même forme de point), le point le plus à gauche ( $n_{tot}$  minimal) correspond à  $V_{TG} = -50\text{V}$ , et le point le plus à droite ( $n_{tot}$  maximal) à  $V_{TG} = +50\text{V}$ .

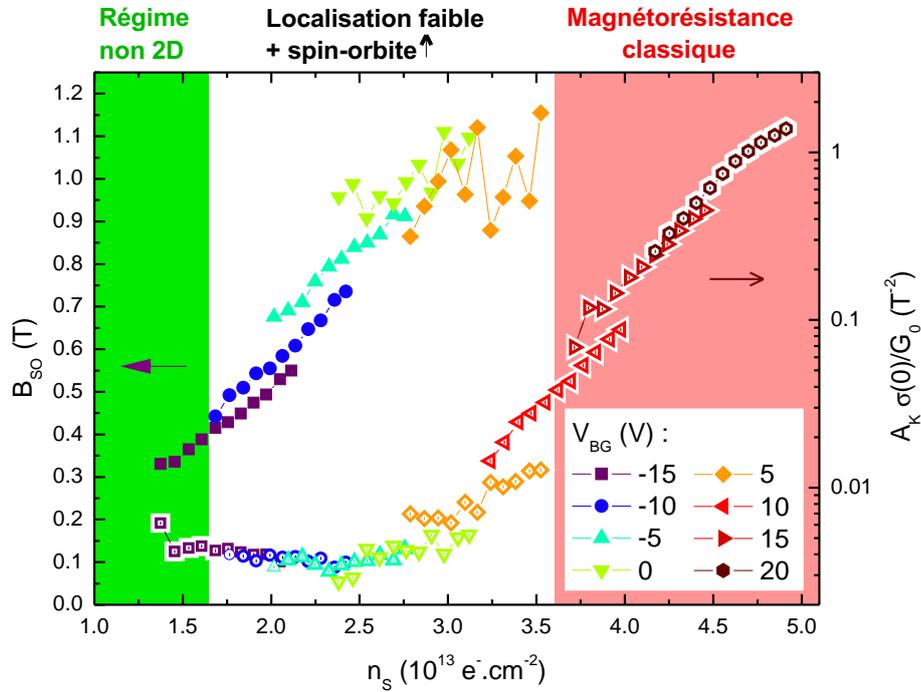


FIGURE 4.26 –  $B_{SO}$  (points pleins, axe gauche) et terme de Köhler non normalisé (points creux, axe droit) issus des données de la figure 4.24, en fonction de  $n_{tot}$ . Les 3 régimes décrits dans le texte principal sont représentés schématiquement.

auto-cohérente, comme expliqué dans la référence [32], avec les valeurs de densités issues de nos mesures. Le résultat est tracé sur la figure 4.27. Effectivement, on voit que la Top Gate augmente plus rapidement le champ électrique à l'interface que la Back Gate.

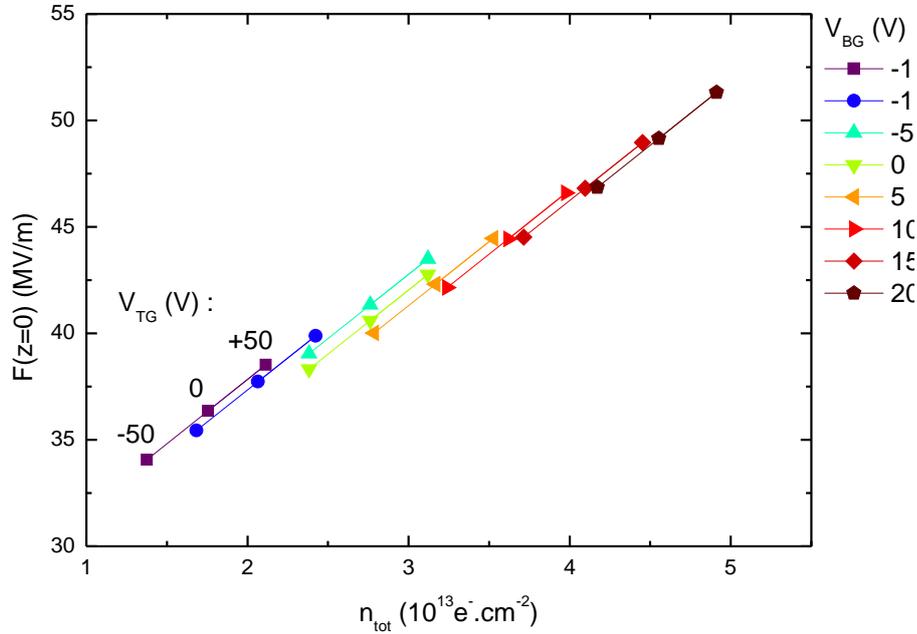


FIGURE 4.27 – Champ électrique à l'interface  $F(z = 0)$  en fonction de la densité totale de porteurs calculé comme détaillé dans la référence [32]. Chaque ligne de points d'une même couleur représente une même valeur de Back Gate, pour  $V_{\text{TG}} = -50, 0$  et  $+50\text{V}$ .

Il est possible cependant que le couplage de type Rashba ne soit pas exactement lié au champ électrique à l'interface : en effet, dans l'hypothèse d'une barrière de potentiel infinie en  $z = 0$  (début de la couche de  $\text{LaAlO}_3$ ), la densité d'électron y est théoriquement nulle. Il faudrait plutôt calculer le champ électrique moyen subi par chaque sous-bande du puits quantique 2D, en pondérant le champ électrique en chaque point du substrat par la densité de probabilité de présence de la fonction d'onde correspondante. Ces calculs sont actuellement en cours. Étant donnée la dépendance non-triviale de la constante diélectrique du  $\text{SrTiO}_3$  au champ électrique, celui-ci variant rapidement lorsqu'on s'éloigne de l'interface, ses résultats sont probablement moins intuitifs que les considérations très simples évoquées au paragraphe 4.2.2. Cette étude doit néanmoins être approfondie.

#### 4.2.4 Comparaison entre les deux grilles : supraconductivité

Nous avons mesuré les transitions supraconductrices en température pour toutes les valeurs de Back Gate et tous les 25V en Top Gate, présentées sur la figure 4.28.

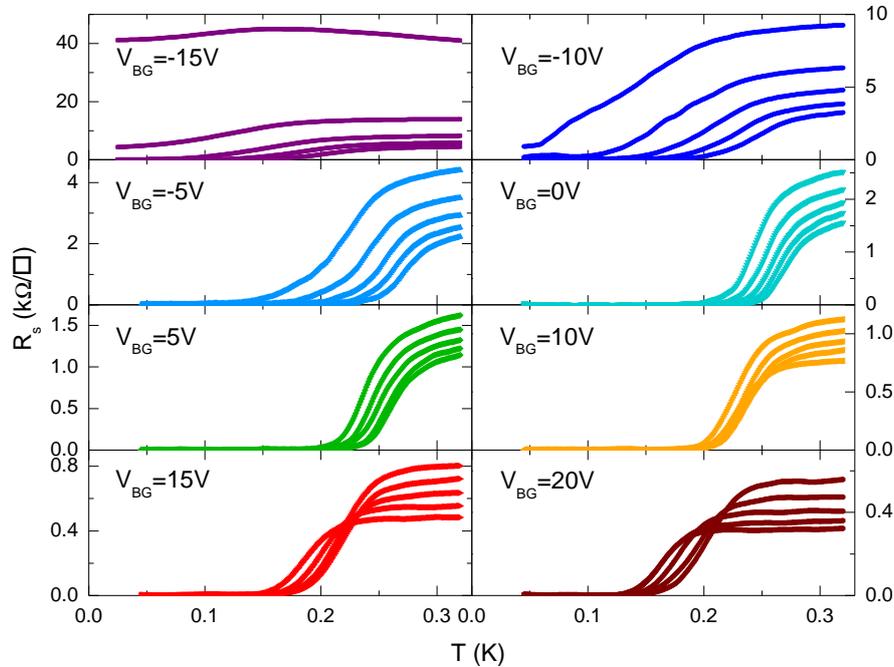


FIGURE 4.28 – Transition supraconductrice : résistance en fonction de la température. Chaque graphique représente une valeur de Back Gate, dans lequel les 5 courbes représentent les valeurs  $V_{TG} = +50, +25, 0, -25$  et  $-50V$ , respectivement, dans l'ordre croissant des résistances à 320mK.

Sur la figure 4.29, nous avons reporté la température critique (chute de résistance de 50%) en fonction de la densité totale de porteurs. On observe plusieurs régimes :

- À  $V_{BG} \leq 0V$ , la  $T_C$  est une fonction mono-valuée, rapidement croissante, de  $V_{BG}$  et  $V_{TG}$ . La supraconductivité est facilement détruite par l'application d'une Back Gate ou d'une Top Gate, car on est proche de la densité critique minimale pour que le gaz soit supraconducteur :  $n_{S,min} = 1,5 \times 10^{13} e^- .cm^{-2}$ . Les effets d'une Back Gate et d'une Top Gate sont donc essentiellement les mêmes.
- À  $V_{BG} \geq 15V$ , à l'incertitude liée à la détermination de  $T_C$  près, celle-ci varie de la même façon en Back Gate et en Top Gate, rapporté à la densité de porteurs. On est à droite du dôme, du côté sur-dopé, où la supraconductivité est détruite avec le dopage par un mécanisme non élucidé (voir à ce sujet le paragraphe 1.1.5).
- Pour  $0V \leq V_{BG} \leq 15V$ , on observe un régime étrange : la  $T_C$  forme bien un dôme supraconducteur quelle que soit la grille utilisée pour doper, mais les points d'inflexion de ces dômes ne sont pas confondus : il survient à  $V_{BG} = 0V$  pour une

densité autour de  $2,5 \times 10^{13} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$  pour un dopage en Back Gate (en suivant une ligne discontinue), tandis qu'en Top Gate il se situe plutôt à  $V_{BG} = 10\text{V}$  autour de  $3,5 \times 10^{13} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$  (en suivant une ligne continue). Ce décalage des dômes supraconducteur a une conséquence surprenante : pour un point du diagramme de phase situé entre  $V_{BG} = 0\text{V}$  et  $V_{BG} = 10\text{V}$ , augmenter la Top Gate revient à augmenter la  $T_C$ , tandis qu'augmenter la Back Gate revient faire baisser la  $T_C$  ! Ce comportement étrange n'est pas encore compris. La principale difficulté pour l'interpréter est qu'on ignore le mécanisme exact qui fait baisser la  $T_C$  du côté sur-dopé.

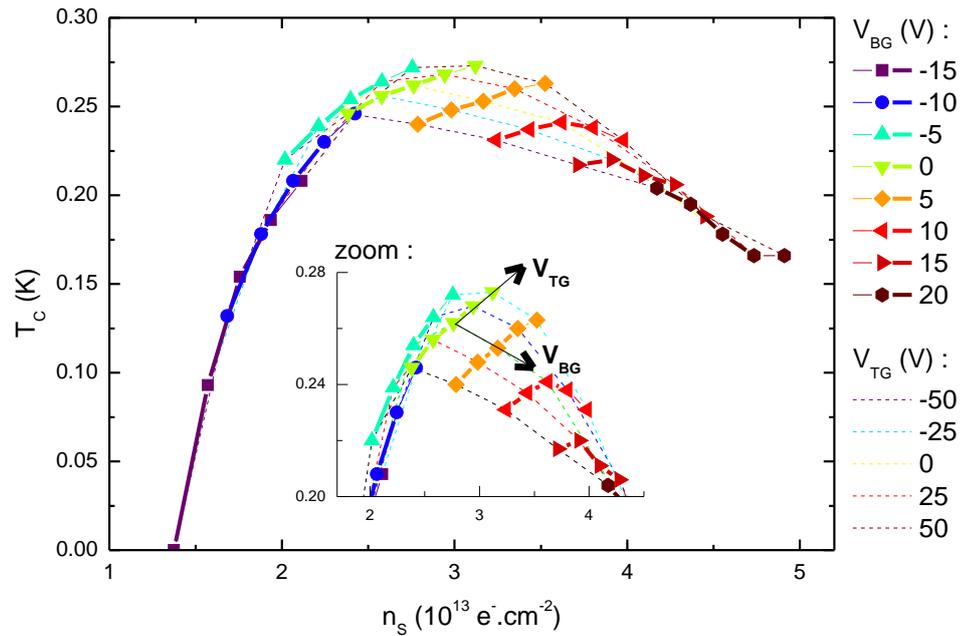


FIGURE 4.29 – Température critique en fonction de la densité totale de porteurs, pour  $V_{BG} = -15$  à  $+20\text{V}$  et  $V_{TG} = -50$  à  $+50\text{V}$ .

#### 4.2.5 Comparaison Top Gate - Back Gate : conclusion

Nous avons mesuré la densité de porteur, la mobilité, la force du couplage spin-orbite et la température critique supraconductrice du gaz en fonction des deux grilles dans un régime où son comportement est parfaitement réversible et reproductible. Si les deux grilles ont au premier ordre le même effet sur le gaz, au second ordre on peut observer certaines différences.

La mobilité est plus fortement augmentée à l'aide d'une Back Gate qu'avec la Top Gate, conformément à un modèle simple qui a été vérifié dans des gaz 2D à l'interface de semi-conducteurs.

Le spin-orbite augmente également plus fortement en Back Gate qu'en Top Gate, en contradiction avec les variations du champ électrique à l'interface responsable du couplage Rashba, ce qui n'est à ce jour pas compris.

Enfin, les dômes supraconducteurs en Back Gate et en Top Gate sont décalés. Une compréhension de l'origine physique de la chute de  $T_C$  côté sur-dopé est nécessaire pour comprendre ce phénomène. L'interprétation de ces trois observations est encore aujourd'hui à l'étude.

# Conclusions et perspectives

Au cours de cette thèse, nous avons tout d'abord au chapitre 3 étudié la transition supraconductrice en deux dimensions à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  par plusieurs approches : à l'aide du modèle BKT pour la transition en température, par l'analyse par le groupe de renormalisation pour la transition en champ magnétique et à l'aide du modèle RCSJ pour l'étude statistique du courant d'échappement. Ces analyses montrent que la transition supraconductrice est dominée par la physique des fluctuations de phase du modèle  $XY$  en deux dimensions, qui décrit bien la transition BKT et le scénario SOK d'un réseau inhomogène de jonctions Josephson. L'origine de ces variations spatiales de densité électronique peut être due aux inhomogénéités du matériau, liée aux domaines tétraonaux du  $\text{SrTiO}_3$ , ou intrinsèque, due aux fluctuations importantes de la très faible densité superfluide.

En particulier, l'étude de la transition en champ électrique (en fonction du dopage électrostatique) par l'analyse par le groupe de renormalisation semble indiquer une transition dominée par les fluctuations de densité avec un produit d'exposants associé  $z\nu = 3/2$ . Dans ce scénario, l'interface est le siège d'une séparation de phase électronique, due soit au couplage Rashba [43], soit à la compressibilité négative résultant de la forme du puits de potentiel 2D [154]. Le gaz 2D est alors spatialement divisé en zones normales et supraconductrices. Ce travail, qui n'est pas présenté dans cette thèse, est actuellement en cours d'approfondissement au sein du laboratoire.

Cette supraconductivité intrinsèquement inhomogène à l'échelle microscopique demande à être étudiée par une sonde locale, par exemple par microscopie à effet tunnel (STM). C'est malheureusement extrêmement difficile à cause de la grande épaisseur de la couche de  $\text{LaAlO}_3$  (2nm). Une alternative consiste à accéder aux propriétés de transport locales en définissant des géométries particulières à l'échelle de la longueur de cohérence supraconductrice (quelques dizaines de nanomètres), et la réalisation de dispositifs à Top Gates locales pourrait apporter un éclairage nouveau sur la distribution de ces inhomogénéités.

Ensuite, nous avons démontré au chapitre 4 la possibilité de contrôler le couplage spin-orbite et la supraconductivité par l'application d'une tension sur une grille située au-dessus du gaz. Cette mesure ouvre la voie à la réalisation de dispositifs avec des grilles locales, permettant de manipuler le gaz 2D dans ses dimensions transverses à l'échelle mésoscopique, dont nous donnons ici quelques exemples.

Un dispositif de type point contact quantique (QPC), dont le schéma est présenté sur la figure 4.30, permettrait dans l'état normal de contrôler le nombre de canaux de conduction, et dans l'état supraconducteur de réaliser une jonction Josephson de type S-N-S entre deux réservoirs supraconducteurs (S) et une zone normale (N), de dimensions et de conductivité réglables par effet de champ, formée par le même gaz 2D suffisamment déplété pour passer la transition supraconducteur-métal. Cette configuration offre une transparence optimale des barrières S-N puisqu'il s'agit du même matériau, contrairement à des dispositifs simi-

lares constitués d'un nanofil semi-conducteur (InAs [54, 51] ou InSb [124, 50] par exemple) couplé à des réservoirs formés par des supraconducteurs conventionnels (Nb, Al ou NbN), où le désaccord entre les fonctions d'onde dû à la différence de surface de Fermi (matériaux distincts) et de dimensions (3D ou 2D) affaiblit systématiquement le couplage par effet de proximité. L'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  constitue à cet égard un système unique. Le transport dans une telle jonction se faisant via les états liés d'Andreev [18], qui sont polarisés en spin, la présence d'un fort couplage spin-orbite affectera fortement ces états, donnant lieu à une relation courant-phase (CPR) anormale [95, 145, 176]. L'observation directe des états d'Andreev dépendants du spin est un enjeu considérable en soi autant qu'une étape importante pour l'observation de fermions de Majorana.

La CPR peut aussi être mesurée de manière plus précise en géométrie circulaire par interférométrie de SQUID [176, 133, 55]. Le circuit est alors divisé en deux branches parallèles comportant chacune un lien faible, et la CPR est sensible au flux magnétique traversant l'anneau. Ce type de géométrie pourrait mettre en évidence l'effet Aharonov-Casher [2], qui est l'équivalent en spin de l'effet Aharonov-Bohm pour une particule chargée [105].

Enfin, des fils unidimensionnels peuvent être réalisés par effet de champ électrostatique à l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . La présence conjointe de supraconductivité et d'un fort couplage spin-orbite au sein du même matériau autorise selon des prédictions théoriques l'existence d'une paires de fermions de Majorana localisés à chaque extrémité d'un fil 1D [3, 4, 5]. La quête de cette supraconductivité topologique se concentre aujourd'hui sur des fils unidimensionnels de semi-conducteurs à fort couplage spin-orbite où la supraconductivité est induite par effet de proximité [51, 124]. Dans une interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ , ces deux phénomènes sont au contraire contrôlés conjointement au sein du même matériau, ce qui pourrait permettre d'observer de tels états topologiques plus facilement.

De tels dispositifs sont actuellement en cours de fabrication au laboratoire, et devraient permettre prochainement de s'intéresser à cette physique mésoscopique à l'interface d'oxydes incluant de fortes corrélations. La première démonstration du contrôle de l'interface  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  par une Top Gate présentée ici constitue à cet égard une étape cruciale ouvrant la voie à un vaste champ d'étude.

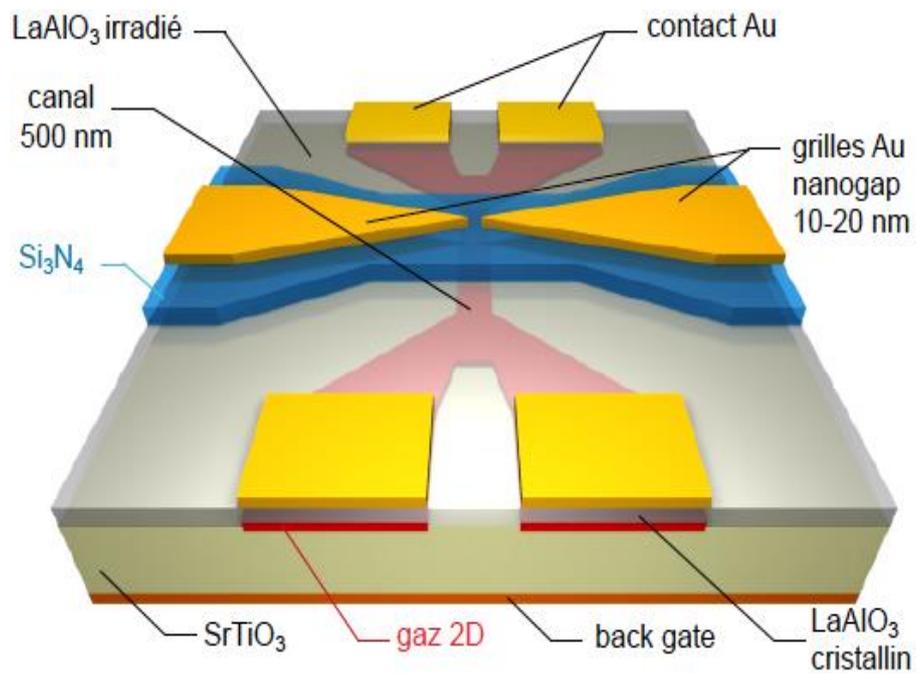


FIGURE 4.30 – Schéma d'un dispositif de point contact quantique (QPC) à l'interface d'oxydes.



# Annexe A

## Régime de diffusion de phase

Si la dynamique d'une jonction Josephson est bien comprise par un modèle TA ou MQT pur dans le régime *fortement sous-amorti*  $Q \gg 1$ , en revanche, dans le régime *modérément sous-amorti*, lorsque  $Q \gtrsim 1$ , les choses sont plus complexes. Après échappement d'un minimum de potentiel, la particule peut se repiéger dans le minimum suivant à cause de la friction. Elle peut ensuite s'échapper à nouveau, puis se repiéger, se reéchapper, et ainsi de suite. Ce phénomène est appelé *régime de diffusion de phase* (Phase Diffusion, PD) car la particule, dont la coordonnée est la différence de phase  $\phi$ , se déplace de minimum en minimum de façon diffusive.

Cette annexe détaille diverses approches utilisées dans la littérature pour prendre en compte l'influence de la PD sur la distribution de courant d'échappement (SCD).

### A.1 Taux de repiégeage

Le taux de repiégeage dû aux fluctuations thermiques après un échappement a été calculée par Ben-Jacob et al [20] pour  $Q \gg 1$  :

$$\Gamma_R = \frac{I - I_R}{I_c} \omega_P \sqrt{\frac{E_J}{2\pi k_B T}} \exp\left(-\frac{E_J Q^2 (I - I_R)^2}{2k_B T I_C^2}\right) \quad (\text{A.1})$$

On notera qu'en théorie, cette formule n'est valable que dans le cas  $Q \gg 1$ . Elle est cependant couramment utilisée dans la littérature pour le calcul de la diffusion de phase, par exemple par Fenton et Warburton [58] ou Krasnov et al [94], en l'absence de solution analytique pour le cas  $Q \gtrsim 1$ .

### A.2 Dépendance en fréquence de $Q$

Martinis et Kautz [115, 86] ont montré que la dépendance en fréquence du facteur de qualité  $Q$ , due au couplage avec l'environnement électromagnétique, pouvait expliquer la coexistence de la diffusion de phase avec une hystérèse dans les courbes  $I - V$ . En effet, la jonction Josephson, modélisée par un circuit RCSJ, n'est pas isolée, mais placée dans un environnement électromagnétique dû au système de mesure. La caractérisation de cet environnement nécessite une modélisation précise du système de mesure. La façon la plus simple de le représenter consiste à ajouter une impédance complexe en parallèle du circuit RCSJ, par exemple un circuit RC en série, comme le montre la figure A.1.

FIGURE A.1 – Exemple de circuit équivalent : modélisation de l’environnement électromagnétique par une impédance complexe en parallèle, formée d’un circuit RC série. Figure tirée de la référence [86].

FIGURE A.2 – Dépendance en fréquence de  $Q$  pour le circuit de la figure A.1. Figure tirée de la référence [86].

Le facteur de qualité calculé avec la formule (3.38)  $Q_0 \approx 4I_C/\pi I_R$  correspond au comportement à fréquence nulle, car la courbe  $I - V$  est mesurée en DC, et est donc insensible à une impédance complexe en parallèle. Cependant, l’échappement est lui un phénomène régi par les oscillations de la particule au fond du puits de potentiel à la fréquence plasma  $\omega_P \sim 50\text{GHz}$ . Une impédance complexe en parallèle affectera donc la dynamique d’échappement, et notamment la friction, caractérisée par un facteur de qualité haute fréquence  $Q_1$  différent de  $Q_0$ . Martinis et Kautz ont montré qu’on pouvait d’une manière générale modéliser la dépendance en fréquence de  $Q(\omega)$  par ces deux valeurs  $Q_0(\omega = 0)$  et

$Q_1(\omega = \omega_P)$ , et que l'on a alors  $Q_1 < Q_0$ , comme le montre la figure A.2. La friction, et donc la diffusion de phase, est donc augmentée comparé à ce qu'on attend d'après les mesures DC.

Le modèle RCSJ nous dit que la friction cause le repiégeage d'une particule libre lorsque le courant est égal au courant de retour  $I_R$ . Il s'agit bien du comportement DC, mesuré sur les courbes  $I - V$  : la particule est définitivement repiégée à  $I_R$  relié au facteur de qualité par  $Q_0 \approx 4I_C/I_R$ . A fréquence finie cependant, le repiégeage d'une particule peut avoir lieu bien au-dessus de  $I_R$ , dès que le courant atteint une valeur minimale  $I_m$  relié au facteur de qualité haute fréquence par  $Q_1 \approx 4I_C/I_m$ . On doit donc en théorie remplacer  $I_R$  par  $I_m$  dans l'équation (A.1), et on a les relations générales :

$$\begin{aligned} I_R < I_m < I_C \\ 1 < Q_1 < Q_0 \end{aligned} \tag{A.2}$$

### A.3 Croisement TA-PD

Au-delà d'une certaine température  $T^*$ , le repiégeage devient plus important que l'échappement thermique (qui est lui-même supérieur à l'échappement quantique, à haute température) : on passe dans un régime de diffusion de phase (PD).

Krasnov et al [94] ont proposé la méthode suivante pour estimer  $T^*$ . On a un croisement entre régime TA pur et PD lorsque le taux de repiégeage  $\Gamma_R$  devient égal au taux d'échappement  $\Gamma_{TA}$  :

$$\Gamma_R(T^*) = \Gamma_{TA}(T^*) \tag{A.3}$$

Le taux d'échappement au courant le plus probable  $\Gamma_{TA}(< I_{SW} >)$  peut être grossièrement estimé comme étant l'inverse de la durée totale d'une rampe. C'est-à-dire, on exprime que l'échappement est certain entre  $I = 0$  et  $I_C$ , et on suppose que tous les évènements d'échappement on lieu à la valeur  $< I_{SW} >$  :

$$\Gamma_{TA}(< I_{SW} >) \approx \frac{dI}{dt} / I_C \tag{A.4}$$

Des équations (3.40) et (A.4) il découle que  $\Delta U(< I_{SW} >) \approx \ln\left(\frac{a_t \omega_P I_C}{2\pi(dI/dt)}\right) = Y$ . L'équation (A.3) nous donne alors une approximation grossière de  $T^*$  :

$$T^* \simeq \frac{16E_J}{9Q^2 Y^{1/3} k_B} \left[ \sqrt{1 + \left(1 - \frac{4}{\pi Q}\right) \frac{3Q^2}{\sqrt{8} Y^{1/3}} - 1} \right]^2 \tag{A.5}$$

### A.4 Méthodes de calcul de la diffusion de phase

Contrairement aux régimes TA ou MQT purs qui peuvent être analysées à l'aide des formules du paragraphe 3.3.4 qui font consensus dans la littérature, il n'existe pas de formulation analytique du régime PD. Diverses approches ont été utilisées dans la littérature pour calculer les distributions de courant d'échappement (SCD). Nous allons en détailler quelques-unes.

### A.4.1 Simulations Monte-Carlo

On détaillera ici la méthode utilisée par Fenton et Warburton [58], qui aussi été appliquée par exemple par Kautz et Martinis [86] ou Männick et al [111]. Pour éviter toute confusion, on dira que la particule est *piégée* lorsqu'elle dans un puits de potentiel, *échappée* lorsqu'elle est hors d'un puits mais susceptible d'être repiégée (c'est le régime PD : le système est toujours supraconducteur), *courante* lorsqu'elle s'est définitivement échappée avec un probabilité d'être repiégée négligeable (le système est alors dans l'état résistif), et enfin *repiégée* si elle définitivement stockée dans un puits de potentiel.

Un simulation Monte-Carlo consiste à calculer la trajectoire d'une particule en lui appliquant à chaque instant une certaine probabilité de transition vers un autre état, dépendante des lois physiques du système, puis en faisant une moyenne statistique sur un grand nombre d'événements simulés ainsi. Dans notre cas, on suppose que la particule est initialement piégée dans un minimum de potentiel à  $I = 0$ , puis on applique une rampe de courant de vitesse  $\frac{dI}{dt}$ . Le temps étant discrétisé numériquement en pas de temps  $\delta t$ , à un instant  $t$  on applique une probabilité  $\Gamma_E \delta t$  de s'échapper si la particule est piégée, et  $\Gamma_R \delta t$  d'être piégée si elle est échappée. On augmente alors le courant de  $\frac{dI}{dt} \delta t$ , et on recommence jusqu'à atteindre  $I_C$ .

On se fixe alors un critère pour déterminer si la particule est *échappée* ou *courante*, sous la forme d'un temps  $\tau$  choisi selon l'expérience : à un instant  $t$ , si au cours de la dernière période de durée  $\tau$  écoulée (c'est-à-dire entre  $t - \tau$  et  $t$ ) la particule a passé plus de 50% de son temps dans l'état échappé, on considère que le système est définitivement passé dans l'état résistif, et on enregistre le courant d'échappement  $I_{SW}$  comme étant le courant  $I$  à l'instant  $t$ . Si au contraire la particule a passé moins de 50% de son temps dans l'état échappé, on considère qu'elle a encore une probabilité non négligeable d'être repiégée, et on continue la simulation.

Ces simulations montrent le résultats suivant, également observé expérimentalement : lorsqu'on augmente la température — les variations de  $I_C(T)$  étant négligeables à  $T < T_C/2$  —, l'échappement a lieu de plus en plus tôt car les fluctuations thermiques sont plus importantes : le courant moyen d'échappement  $\langle I_{SW} \rangle$  diminue avec  $T$ . Lorsqu'on atteint la température de croisement  $T^*$ ,  $\langle I_{SW} \rangle$  devient proche du courant de retour  $I_R$ , qui peut être considéré comme pratiquement indépendant de la température [58]. En-dessous du courant de retour, la particule est systématiquement repiégée :  $I_R$  agit donc comme un courant de coupure sur la SCD, tout échappement définitif étant impossible à  $I < I_R$ . Cela a pour effet de comprimer la SCD, c'est-à-dire de réduire fortement  $\sigma_{SW}$ , d'un ordre de grandeur ou plus, pendant que  $\langle I_{SW} \rangle$  sature à sa valeur minimale  $I_R$ . Dans le cas extrême  $T \gg T^*$ , on aurait donc une probabilité d'être dans l'état courant infinie à  $I > I_R$ , et nulle à  $I < I_R$ .

Les analyses par une méthode Monte-Carlo prennent en compte toute la physique du système et reproduisent correctement les résultats expérimentaux. Cependant, elles sont lourdes à mettre en place et rendent difficiles la visualisation de l'influence des différents paramètres. On cherche donc également des méthodes plus directes pour calculer la PD.

### A.4.2 Coupure à $I_{ER}$

S'inspirant de leurs simulations Monte-Carlo, Fenton et Warburton [58] proposent de comparer leurs résultats avec un modèle simple : on calcule le courant de coupure  $I_{ER} \geq I_R$  auquel  $\Gamma_E = \Gamma_R$ , et on prend comme SCD la distribution TA pure, tronquée à  $I = I_{ER}$ . Le résultat est quantitativement proche des simulations Monte-Carlo en ce qui concerne  $\langle I_{SW} \rangle$  et  $\sigma_{SW}$ , bien que la forme globale de la SCD soit fautive. Malgré sa brutalité, cette méthode montre bien que  $I_R$  agit comme un courant de coupure sur la SCD.

### A.4.3 Approximation à un seul évènement de repiégeage

Dans cette méthode proposée par Krasnov et al [94], on suppose qu'après un échappement la particule peut être repiégée une et une seule fois : soit elle est repiégée, et le système est toujours dans l'état supraconducteur, sans possibilité de s'échapper un deuxième fois ; soit elle est courante.

On part d'une particule dans l'état piégée, on calcule sa probabilité d'échappement par TA ou MQT au courant  $I$ . Puis, si la particule est échappée à  $I$ , on calcule sa probabilité  $P_{nR}$  de ne pas être repiégée avant que le courant n'atteigne le courant critique  $I_C$  :

$$P_{nR} = 1 - \int_I^{I_C} P_R(I') dI' \quad (\text{A.6})$$

où la probabilité d'être repiégée entre  $I$  et  $I + dI$  est liée au taux de repiégeage  $\Gamma_R$  de l'équation (A.1) par :

$$P_R(I) = \frac{\Gamma_R(I)}{\frac{dI}{dt}} \left[ 1 - \int_I^{I_C} P_R(I') dI' \right] \quad (\text{A.7})$$

ce qui donne finalement :

$$P_{nR} = \exp \left[ - \int_I^{I_C} \frac{\Gamma_R(I')}{\frac{dI}{dt}} dI' \right] \quad (\text{A.8})$$

La probabilité que la particule soit dans l'état courante à  $I$  — c'est-à-dire, la probabilité de mesurer un passage à l'état résistif — est donc égale à la probabilité d'échappement par TA ou MQT, multipliée par la probabilité de ne pas être repiégée :

$$P(I) = P_E(I) \times P_{nR}(I) \quad (\text{A.9})$$

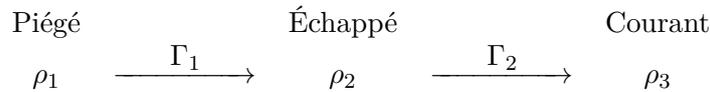
On remarquera que  $P_{nR}$  est une probabilité conditionnelle, sans dimension, au contraire de  $P$  et  $P_E$  qui sont des probabilités par unité de courant. En pratique, appliquer la formule (A.9) revient donc à multiplier la SCD TA calculée comme expliqué au paragraphe 3.3.4.4 par la fonction  $P_{nR}(I)$ . Celle-ci ressemble à une fonction seuil de Heavyside adoucie : elle vaut 0 à faible courant, et passe à 1 assez rapidement autour d'un courant de coupure qu'on appellera  $I_{1R}$ . La comparaison du  $I_{1R}$  de Krasnov et al [94] au  $I_{ER}$  de Fenton et Warburton [58] montrent qu'on a toujours  $I_{1R} \geq I_{ER}$  quelque soient les paramètres du système. Il s'agit donc de deux définitions légèrement différentes du même phénomène.

Cette méthode est donc similaire au calcul Monte-Carlo, sauf qu'on se limite à l'ordre 1 dans le calcul des repiégeages. Cette hypothèse est bien sûr physiquement incohérente, puisque le régime PD caractérise justement un régime où la particule subit typiquement un grand nombre de repiégeages. Elle a cependant le mérite d'éviter la complexité des

multiples repiégeages possibles, et permet d'obtenir une solution analytique, dont le résultat est proche des simulations. Des tentatives ont été faites pour poursuivre le calcul au-delà de l'ordre 1, par exemple par Männick et al [111].

#### A.4.4 Modèle cinétique

On peut citer enfin une élégante méthode proposée par Yu et al [175]. On exprime que la mesure à un courant  $I$  résulte de l'équilibre entre les populations de 3 états qui s'échangent des particules entre eux : l'état piégé 1, l'état échappé 2 et l'état courant 3. Les populations sont notées  $\rho_1, \rho_2, \rho_3$ , le taux d'échappement de 1 vers 2 est noté  $\Gamma_1 = \Gamma_{TA}$  ou  $\Gamma_{MQT}$  et le taux de transition de 2 vers 3  $\Gamma_2$  (distinct de  $\Gamma_R$ !). On suppose qu'il n'y a pas de retour possible de l'état 2 vers 1, ni de l'état 3 vers 2 ou 1 : une particule en régime PD ne peut pas être définitivement repiégée, et une particule courante ne peut pas rentrer à nouveau dans un régime de diffusion de phase (l'état résistif est définitif).



La population des états est régie par un modèle cinétique :

$$\begin{aligned}
 \frac{d\rho_1}{dt} &= -\Gamma_1\rho_1 \\
 \frac{d\rho_2}{dt} &= \Gamma_1\rho_1 - \Gamma_2\rho_2 \\
 \frac{d\rho_3}{dt} &= \Gamma_2\rho_2
 \end{aligned} \tag{A.10}$$

Connaissant  $\Gamma_1$ , on peut alors calculer  $\Gamma_2$  à partir de la SCD mesurée  $P(I) = d\rho_3/dI$ . Cette méthode permet de quantifier l'échappement du régime PD vers courant, mais pas de le calculer analytiquement à partir des données du système.

#### A.4.5 Conclusion

Les simulations Monte-Carlo sont la seule méthode la plus complète pour calculer la SCD en régime PD. D'autres modèles plus simples permettent néanmoins d'extraire certaines grandeurs à partir des mesures, où de donner un sens physique aux résultats. Toutes les méthodes prédisent une forte contraction de la SCD, c'est-à-dire une réduction de  $\sigma_{SW}$  d'un bon ordre de grandeur, en présence de PD comparé à un régime TA ou MQT pur. La diffusion de phase agit donc comme une coupure sur la SCD TA-MQT à un courant de coupure caractérisé par  $I_R$ .

Notons finalement quelques limites de ces modèles. Tout d'abord, ils utilisent systématiquement la formule de Ben-Jacob et al pour  $\Gamma_R$ , qui n'est en théorie valable que pour  $Q \gg 1$ . L'expression de  $\Gamma_R$  dans le cas  $Q \geq 1$  n'est pas connue. Ensuite, celle-ci est calculée pour un échappement thermique : pour le régime de diffusion de phase dû aux fluctuations quantiques, s'il existe des approches théoriques dans le régime modérément sur-dopé ( $Q \leq 1$ ) [9] [109], le régime modérément sous-dopé ( $Q \geq 1$ ) est quant à lui encore peu modélisé [72] [52].

## Annexe B

# Chauffage électronique

Nous avons envisagé la possibilité que l'hystérèse observée dans les courbes  $I - V$  soit due à un découplage entre les températures des électrons et des phonons. Lors de la rampe montante dans l'état supraconducteur, on n'a aucun apport de puissance chaude puisque  $V = 0$ . Par contre, lorsqu'on diminue le courant depuis l'état résistif, au courant de retour  $I_R$  les électrons reçoivent une puissance de chauffage  $P_{ch} = RI_R^2$ . À basse température, la température des électrons  $T_e$  peut alors être différente de la température des phonons  $T_{ph}$  (c'est-à-dire celle du substrat). Plus précisément, si le refroidissement a uniquement lieu via le couplage électron-phonon on a en régime stationnaire [80, 28, 66] :

$$RI_R^2 = \Sigma \Omega (T_e^5 - T_{ph}^5) \quad (\text{B.1})$$

où  $\Sigma$  est un paramètre décrivant le couplage électron-phonon et  $\Omega$  le volume du gaz 2D. Le paramètre  $\Sigma$  est malheureusement inconnu pour  $\text{SrTiO}_3$ , ce qui empêche de faire une comparaison quantitative. Il est néanmoins une caractéristique intrinsèque du matériau : le terme de refroidissement (terme de droite de l'équation (B.1) doit donc être constant avec  $V_{BG}$ . Or la puissance de chauffage varie de façon non-monotone avec  $V_{BG}$ , comme le montre la figure B.1 : l'hystérèse des courbes  $I - V$  ne peut donc pas être due uniquement à un découplage des températures électronique et phononique, car l'équation (B.1) n'est pas vérifiée.

On voit également sur la figure B.1 que l'hystérèse (caractérisée par le facteur de qualité  $Q$ ) est fortement décorrélée de  $P_{ch}$ , ce qui indique que le chauffage ne peut pas être la seule explication à l'hystérèse observée.

Enfin, on remarquera qu'un découplage des températures électronique et phononique aura systématiquement pour conséquence d'augmenter l'hystérèse. Les valeurs de  $Q$  mesurées étant très proches de 1, les valeurs de  $Q$  réelles correspondantes seraient donc encore plus faibles, ce qui place clairement le système dans le régime modérément sous-amorti. Si les valeurs quantitatives peuvent être affectés, cela ne change donc pas fondamentalement la physique du système telle que présentée au chapitre 3.

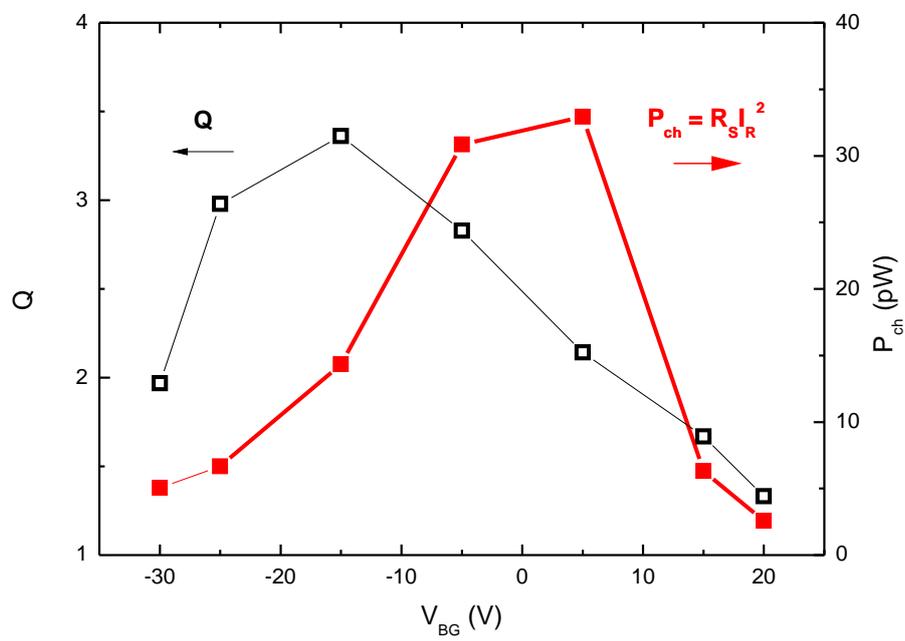


FIGURE B.1 – À gauche : facteur de qualité  $Q = 4I_C/\pi I_R$  caractérisant l'hystérèse. À droite : puissance de chauffage lors du retour  $P_{ch} = RI_R^2$ .

## Annexe C

# Calcul de la densité totale d'électrons

Cette annexe détaille l'extraction de la densité totale de porteurs dans les mesures présentées dans la section 4.2 à l'aide des mesures de capacité et d'effet Hall.

### C.1 Back Gate

Nous avons mesuré l'impédance complexe  $Z$  à basse fréquence ( $f = 107\text{Hz}$ ) du condensateur formé par le gaz 2D (à la masse) et la Back Gate (au potentiel  $V_{BG}$ ) — la Top Gate étant maintenue à la masse ( $V_{TG} = 0\text{V}$ ) — ce qui permet de calculer sa capacité  $C_{BG}$ , selon la formule :

$$\text{Im}(Z) = \frac{1}{2\pi f C_{BG}} \quad (\text{C.1})$$

La fréquence choisie pour la mesure doit être suffisamment faible (ie, approcher du régime DC) pour éviter toute coupure du signal par les filtres  $RC$  du circuit, formés par la capacité et la résistance des fils le long du cryostat, et par la résistance du gaz lui-même, qui dépend de  $V_{BG}$ . À l'inverse, une fréquence de mesure trop faible donnera un signal trop bruité. Nous avons vérifié expérimentalement que la capacité mesurée varie de moins de 3% pour  $f = 10$  à  $500\text{Hz}$ , ce qui montre que l'on mesure bien la limite  $f \rightarrow 0$  de l'impédance complexe. La capacité ainsi mesurée est montrée sur la figure C.1.

L'électrode constituée par la Back Gate peut être considérée comme un plan infini, situé à une distance  $t = 500\mu\text{m}$  du gaz (épaisseur du substrat de  $\text{SrTiO}_3$ ), tandis que l'électrode constituée par le gaz contient l'ensemble du motif de  $\text{LaAlO}_3$  cristallin (conducteur) enchâssé dans la matrice de  $\text{LaAlO}_3$  amorphe (isolant). Il ne s'agit donc pas d'un condensateur plan, car la Back Gate est située à une distance du gaz comparable ( $500\mu\text{m}$ ) à la taille caractéristique du circuit. Deux considérations sont à prendre en compte :

- D'une part, pour une telle géométrie (électrode plane infinie — électrode plane finie), la capacité surfacique  $C_S$  de l'électrode plane finie augmente lorsqu'on diminue sa taille caractéristique  $w$ , par effet de pointe électrostatique. En effet, les lignes de champ issues de toute la Back Gate se concentrent au niveau du gaz, qui "voit" une électrode plus grande que lui-même, et est donc soumis à une influence électrostatique de la Back Gate plus forte que si Back Gate et gaz avaient la même

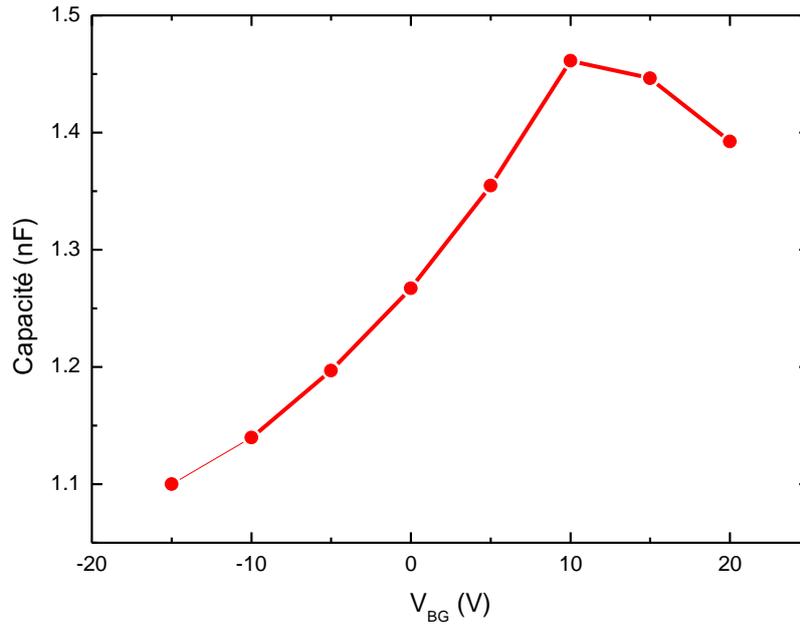


FIGURE C.1 – Capacité gaz — Back Gate mesurée à  $V_{TG} = 0V$  en fonction de  $V_{BG}$

surface (cas du condensateur plan). Cet effet, qui est un simple phénomène géométrique, directement issu des lois de l'électrostatique, a été par exemple étudié dans des interfaces  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  par Rakhmievitch, Dagan et al [143].

- De plus, dans le  $\text{SrTiO}_3$  à basse température, la constante diélectrique varie en fonction du champ électrique selon la formule (1.1.4).

On peut calculer exactement la capacité pour cette géométrie avec le logiciel de simulation par éléments finis COMSOL. Bien que cette capacité ne soit pas calculable analytiquement, on peut néanmoins comparer les données mesurées à la densité mesurée par effet Hall à l'aide de quelques hypothèses simples :

- Concernant la dépendance de la constante diélectrique en champ électrique  $\epsilon_R(F)$ , on peut supposer, comme semblent l'indiquer les simulations COMSOL, que l'exaltation du champ électrique dû à l'effet de pointe reste limité à une zone très proche des petits motifs (quelques centaines de nm), de sorte que dans le substrat de  $\text{SrTiO}_3$ , le champ électrique est essentiellement celui d'un condensateur plan  $F = \frac{V_{BG}}{t}$ . La constante diélectrique  $\epsilon_R(F)$  est alors uniforme dans le substrat, et ne dépend que de la valeur de la tension de grille  $V_{BG}$ , ie :  $\epsilon_R(V_{BG}) = \frac{t}{\epsilon_0} C_{S,plan}(V_{BG})$ .
- Si  $\epsilon_R$  est uniforme dans le substrat, concernant la dépendance géométrique, on peut alors supposer que la capacité surfacique  $C_S(w)$  d'un motif de taille caractéristique  $w$  est augmentée d'un facteur  $\alpha(w)$ , de l'ordre de 1 et supérieur à 1, par rapport à la capacité surfacique d'un motif de taille infini (condensateur plan) :  $C_S(w) = \alpha(w)C_{S,plan}$ .

La surface totale du motif,  $S = 1,81\text{mm}^2$ , est essentiellement dominée par les 6 carrés de  $500\mu\text{m}$  servant à contacter l'échantillon (surface totale :  $1,5\text{mm}^2$ ). On peut donc supposer que la capacité mesurée est celle d'un motif de taille caractéristique  $500\mu\text{m}$  et de surface  $S$ . Nous avons comparé les mesures de la figure C.1 à des mesures effectuées sur un échantillon pleine plaque (condensateur plan) de  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  dans le même cryostat. D'une part, la capacité montre une dépendance très similaire en  $V_{BG}$ , ce qui corrobore l'hypothèse d'uniformité de  $\epsilon_R$ . D'autre part la capacité surfacique du motif est supérieure d'un facteur  $\alpha(500\mu\text{m}) = 1,67$  à celle de l'échantillon pleine plaque, ce qui montre bien l'amplification par effet de pointe de la capacité surfacique dans des petits motifs. Le canal mesuré par effet Hall fait quant à lui  $30 \times 10\mu\text{m}$  : sa capacité surfacique sera donc supérieure d'un facteur  $\tilde{\alpha} = \alpha(10\mu\text{m})/\alpha(500\mu\text{m}) > 1$  à celle du motif entier, qui est celle mesurée par impédance complexe.

La mesure de capacité ne nous donne cependant que la variation de la densité de porteurs par effet de champ. Pour remonter à la densité de porteurs totale à l'interface  $n_{tot}(V_{BG})$ , il faut donc intégrer la relation  $e\delta n_{tot} = C_{S,BG}\delta V_{BG}$  en fonction de  $V_{BG}$ . À  $V_{BG} < 0\text{V}$ , un seul type de porteurs est présent à l'interface et la mesure de la densité par effet Hall donne bien la densité totale. L'intégration de  $n_{tot}$  à l'aide de la mesure de capacité doit donc correspondre à la mesure de Hall pour  $V_{BG} < 0\text{V}$ . On choisit de fixer  $n_{tot}(V_{BG} = -10\text{V}) = n_H(V_{BG} = -10\text{V})$ , et on considère  $\tilde{\alpha} > 1$  comme un paramètre libre pour assurer  $n_H(V_{BG} < 0\text{V}) = n_{tot}(V_{BG} < 0\text{V})$ . On aurait pu choisir de fixer  $n_{tot}$  à  $V_{BG} = -15\text{V}$  (tension de grille minimale) au lieu de  $-10\text{V}$ , mais la mesure de Hall y est plus bruitée en raison du caractère très résistif de l'échantillon à  $V_{BG} = -15\text{V}$ . La densité de porteurs totale est alors donnée par la formule (C.2) :

$$n_{tot}(V_{BG}) = n_H(-10\text{V}) + \frac{\tilde{\alpha}}{eS} \int_{-10\text{V}}^{V_{BG}} (C_{mesuré}(V_{BG}) - C_{fils}) dV_{BG} \quad (\text{C.2})$$

où  $C_{fils} = 0.5\text{nF}$  est la capacité parasite des fils de mesure le long du cryostat. Sa valeur a été mesurée sur des échantillons pleine plaque de  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  dans le même cryostat, dont elle est caractéristique. L'ajustement aux mesures de Hall à  $V_{BG} \leq 0\text{V}$  donne  $\tilde{\alpha} = 2,9$ , soit  $\alpha(10\mu\text{m}) = 4,8$ . Cela signifie que la capacité surfacique d'un motif de  $10\mu\text{m}$  de large est environ 5 fois supérieure à celle d'un condensateur plan, ce qui est tout à fait réaliste.

On peut comparer ces résultats à la densité de porteur totale qu'on obtiendrait en intégrant directement la valeur de la constante diélectrique de  $\text{SrTiO}_3$  mesurée par Neville et al [130], donnée par la formule (1.1.4), selon l'équation (C.3) :

$$n_{tot,Neville}(V_{BG}) = n_H(-10\text{V}) + \frac{\tilde{\alpha}_{Neville}}{eS} \int_{-10\text{V}}^{V_{BG}} \frac{\epsilon_0 \epsilon_{R,Neville}(F = V_{BG}/t)}{t} dV_{BG} \quad (\text{C.3})$$

On trouve alors un paramètre  $\tilde{\alpha}_{Neville} = 2,9$  identique à celui extrait de nos mesures, ce qui confirme la validité des hypothèses effectuées. La comparaison entre mesures de Hall, intégration de la capacité mesurée et intégration de la constante diélectrique de Neville est montrée sur la figure C.2.

On constate que la capacité mesurée donne une valeur de  $n_{tot}$  légèrement supérieure à celle de Neville pour  $V_{BG} > 0\text{V}$ . En effet, dans le  $\text{SrTiO}_3$  la constante diélectrique est

normalement maximale à champ nul ( $V_{BG} = 0V$ ), tandis que notre capacité mesurée est maximale pour une valeur de  $V_{BG} = 10V$ . Ce décalage est vraisemblablement dû à des traces de ferroélectricité dans le substrat : le  $SrTiO_3$  est un paraélectrique quantique à basse température, mais la transition ferroélectrique peut éventuellement être complète localement sous l'effet de défauts ou de contraintes locales. Honig, Ilani et al [78] ont montré que les domaines tétragonaux du  $SrTiO_3$  sont sensibles au champ électrique et se déplacent lorsqu'on varie la tension de Back Gate, suggérant que les parois des domaines tétragonaux pourraient être polarisées électriquement. Nous avons fréquemment observé dans des échantillons  $LaTiO_3/SrTiO_3$  et  $LaAlO_3/SrTiO_3$  pleines plaques une hystérèse de la capacité selon que l'on mesure de  $+200$  à  $-200V$  ou l'inverse, avec un décalage du maximum de la capacité de 5 à 10V selon le sens de variation de  $V_{BG}$ . Cette hystérèse est par contre invisible si l'on applique de faibles tensions (moins de quelques dizaines de volts). Cette polarisabilité montre bien le caractère partiellement ferroélectrique du  $SrTiO_3$  à basse température. Dans le cas de l'échantillon B qui nous intéresse ici, la capacité ne présente pas d'hystérèse, car les voltages appliqués ( $-15$  à  $+20V$ ) sont insuffisants pour modifier la polarisation partielle du substrat. Un décalage de  $+10V$  du maximum de la capacité, réversible, est donc tout à fait habituel pour ce type d'échantillon.

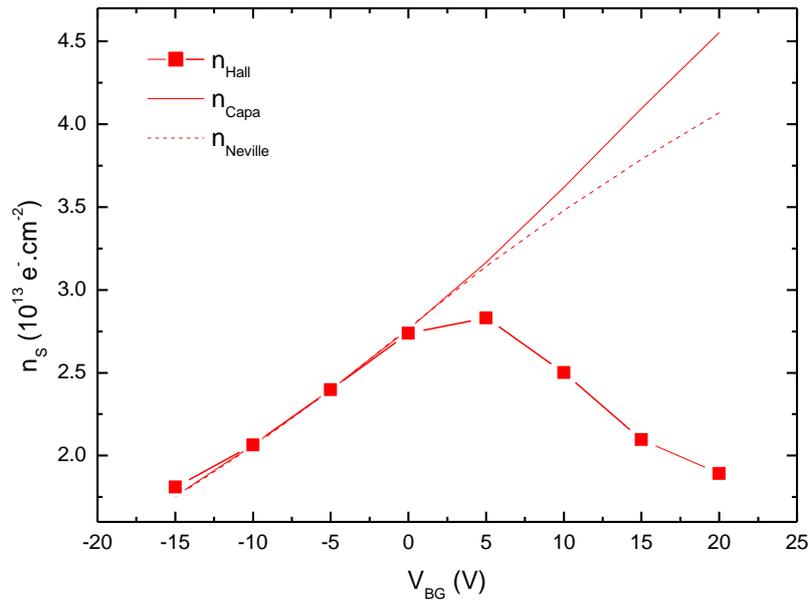


FIGURE C.2 – Comparaison entre la densité de porteurs mesurée par effet Hall (carrés rouges) et la densité totale obtenue par intégration de la capacité mesurée (trait rouge épais) ou en intégrant la constante diélectrique de Neville (trait rouge pointillé)

En comparant les mesures d'effet Hall et les mesures de capacité, nous avons donc pu remonter à la densité de porteurs totale à l'interface et quantifier sa variation en Back Gate.

## C.2 Top Gate

La variation de la densité de porteurs par l'application d'une Top Gate est beaucoup plus simple. D'une part, la constante diélectrique du  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est indépendante de la tension de grille, d'autre part la fine épaisseur du diélectrique permet de faire l'hypothèse d'un condensateur plan.

Concernant la constante diélectrique, l'indice optique du  $\text{Si}_3\text{N}_4$  déposé au LPN a été précisément caractérisé en fonction des différentes conditions de croissance, et vaut  $n = 2,0 \pm 0,1$ , soit  $\epsilon_{R,AC} = 4$ . Cependant, il s'agit là du comportement à haute fréquence. La constante diélectrique DC n'a pas pu être mesurée. Elle est généralement plus grande :  $\epsilon_R = 6$  à  $9$  dans la littérature, cette valeur dépendant fortement des conditions de croissance. D'après la thèse de Stéphane Bécu [17],  $\epsilon_R$  varie très peu en température, de moins de 2% entre 0 et 300K, et très peu en champ électrique, de moins de 2% entre 0 et 250V appliqués pour notre épaisseur de diélectrique. On peut donc considérer que la constante diélectrique DC du  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dans notre échantillon est constante avec la température et la tension de grille, et prend une valeur *a priori* inconnue comprise entre 6 et 9.

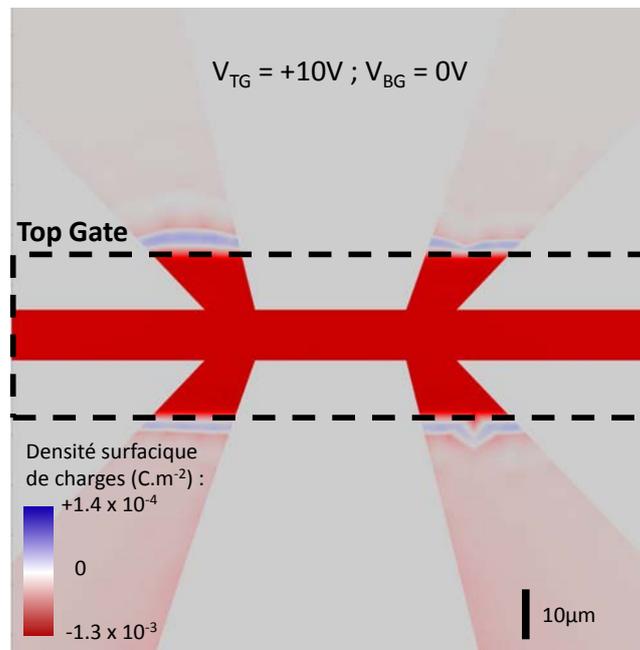


FIGURE C.3 – Variation de la densité de charge surfacique dans le gaz par application d'une Top Gate positive ( $V_{TG} = +10V$ ,  $V_{BG} = 0V$ ), simulée par le logiciel COMSOL. Le gaz est dopé en électrons (variation de charge négative, en rouge) quasi-uniformément sous la Top Gate (dessinée en pointillés noirs), tandis que sa densité reste constante en dehors (variation de charge négligeable, en rose clair). Les variations positives (en bleu) aux bords de la Top Gate sont dues à des problèmes de convergence numérique (taille finie du maillage) et ne sont pas physiques.

Concernant la géométrie de la Top Gate, l'épaisseur du diélectrique,  $t = 539\text{nm}$ , est faible devant la taille caractéristique de la barre de Hall, large de  $10\mu\text{m}$ . Les lignes de champ électrique provenant de zones de la Top Gate qui ne sont pas situées directement

au-dessus du gaz deviennent rapidement très longues dès qu'on s'éloigne de la verticale du gaz, et leur champ électrique est donc beaucoup plus faible que pour les zones de la Top Gate situées à la verticale du gaz. L'influence électrostatique des zones du gaz qui ne sont pas directement recouvertes par la Top Gate est donc négligeable. On peut donc faire l'hypothèse que la capacité entre la Top Gate et le gaz dans la barre de Hall est celle d'un condensateur plan, de capacité surfacique :

$$C_{S,TG} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_R S_{i_3} N_4}{t} \quad (C.4)$$

Cette hypothèse est confirmée par les simulations COMSOL, qui montrent que les variations de densité de porteurs par l'application d'une Top Gate sont homogènes sur la surface du gaz directement recouverte par la Top Gate, et négligeables dès qu'on s'en éloigne de plus de quelques micromètres, comme le montre la figure C.3.

Malheureusement, la faible surface de la Top Gate ne permet pas une mesure directe de la capacité gaz — Top Gate par impédance complexe. Une estimation simple, en supposant  $\epsilon_R = 7$  et en prenant la surface de recouvrement Top Gate — gaz  $S_{TG-2DEG} = 2168 \mu\text{m}^2$  et l'épaisseur du diélectrique  $t = 539 \text{nm}$ , donne une capacité totale de  $C_{TG} = 2,5 \times 10^{-13} \text{F}$ , soit 3 ordres de grandeurs plus petite que la capacité parasite  $C_{fils} = 5 \times 10^{-10} \text{F}$  due au fils le long du cryostat. La capacité surfacique  $C_{S,TG} \approx 7 \times 10^{10} \text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1}$  de la Top Gate n'est donc pas négligeable, mais sa capacité totale est noyée dans le bruit de mesure à cause de la très faible surface totale de la Top Gate.

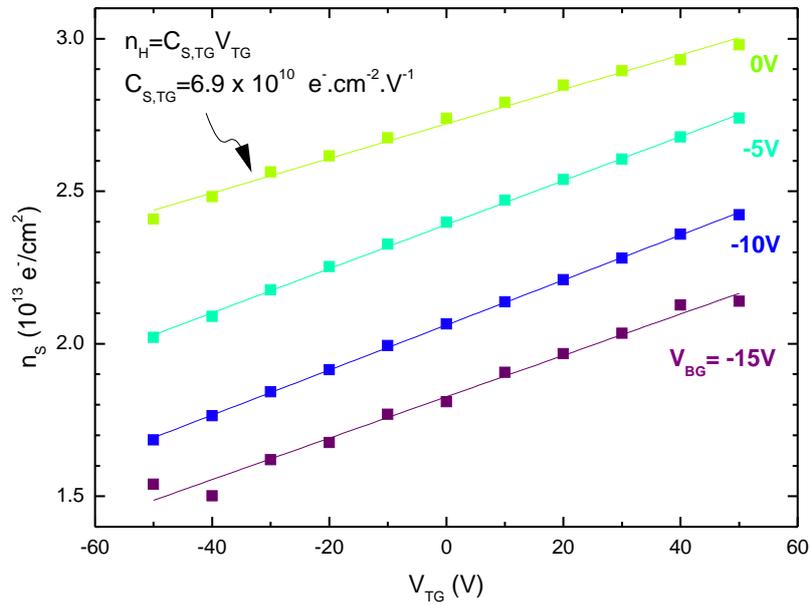


FIGURE C.4 – Mesure de densité de porteurs par effet Hall en fonction de  $V_{TG}$  pour des tensions de Back Gate négatives  $V_{BG} = -15, -10, -5$  et  $0\text{V}$ , et ajustements linéaires des 4 courbes  $n_H(V_{TG})$ .

On peut néanmoins l'extraire à partir de mesures de Hall. En effet, à  $V_{BG} < 0\text{V}$  où l'on a un seul type de porteurs, la variation de la densité de porteurs mesurée par effet

Hall  $n_H$  en fonction de  $V_{TG}$  nous donne la capacité surfacique de la Top Gate, selon la formule :

$$C_{S,TG} = \frac{\partial n_H}{\partial V_{TG}} (e^- \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1}) \quad (\text{C.5})$$

La mesure de densité de porteur par effet Hall en fonction de la tension de Top Gate  $n_H(V_{TG})$  pour les différentes Back Gate négatives est représentée en en figure C.4. Pour les 4 tensions de Back Gate de ce régime,  $V_{BG} = -15, -10, -5$  et  $0\text{V}$ , la courbe  $n_H(V_{TG})$  présente une variation quasi-linéaire, de pentes similaires, conformément à l'hypothèse d'un condensateur plan de constante diélectrique invariante. On fait un ajustement linéaire de ces 4 courbes, et on calcule la moyenne de leurs coefficients directeurs. On trouve ainsi une capacité surfacique de :  $C_{S,TG} = 6,9 \pm 0,5 \times 10^{10} e^- \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{V}^{-1}$ . On peut ainsi calculer la constante diélectrique du  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de notre échantillon :  $\epsilon_R = 6,73$ , qui est une valeur tout à fait réaliste (comprise entre 6 et 9).

### C.3 Conclusion : densité totale de porteurs

Nous avons montré que le rôle des deux grilles peut être compris de manière quantitative. Nous pouvons donc à présent extraire la densité totale de porteurs à l'interface en fonction de  $V_{TG}$  et de  $V_{BG}$  dans tout le diagramme de phase selon la formule :

$$n_{tot}(V_{BG}, V_{TG}) = n_H(-10\text{V}, 0\text{V}) + C_{S,TG} V_{TG} + \frac{\tilde{\alpha}}{eS} \int_{-10\text{V}}^{V_{BG}} (C_{BG,mesuré}(V_{BG}) - C_{fils}) dV_{BG} \quad (\text{C.6})$$

Le résultat, présenté sur la figure C.5, montre un très bon accord avec les mesures de Hall à  $V_{BG} < 0\text{V}$ . On peut remarquer que le désaccord ( $n_H < n_{tot}$ ) dû à l'apparition des HMC est visible dès  $V_{BG} = 0\text{V}$  pour les plus grandes valeurs de Top Gate ( $V_{BG} > +10\text{V}$ ). La densité totale de porteurs varie donc de  $1,5$  à  $5 \times 10^{13} e^- \cdot \text{cm}^{-2}$  sur l'ensemble du diagramme de phase.

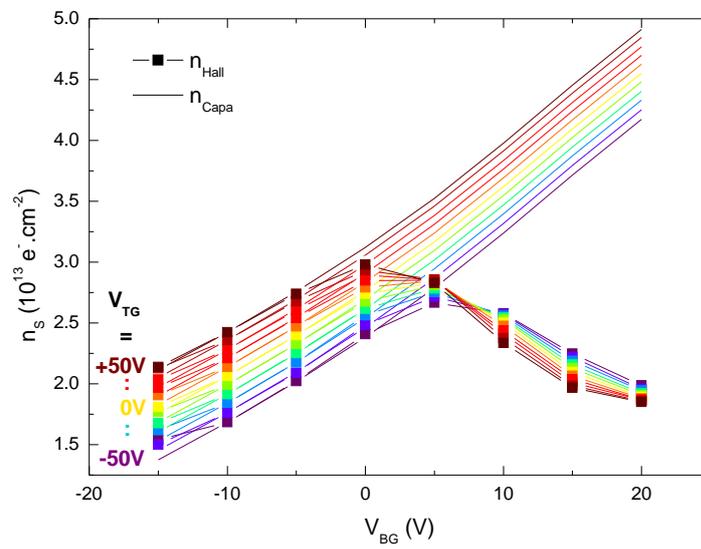


FIGURE C.5 – Comparaison entre densités de porteurs totales (traits épais) et mesurées par effet Hall (carrés et traits fins) en fonction de la Back Gate pour  $V_{TG} = -50\text{V}$  (violet) à  $+50\text{V}$  (marron) par pas de  $10\text{V}$ .

# Annexe D

## Modèle à deux fluides

Cette annexe détaille les hypothèses faites lors de l'analyse selon le modèle à deux fluides dans la section 4.2.1.3.

Connaissant la densité totale de porteurs à l'interface, nous pouvons essayer d'extraire les densités et mobilités des différents porteurs indépendamment. Le puits quantique 2D à l'interface contient vraisemblablement de nombreuses sous-bandes dues au confinement 2D (typiquement, de 3 à 6 ou plus [32]). Néanmoins, la structure de bande exacte n'est pas connue, et le modèle le plus simple consiste donc à les regrouper en 2 types de porteurs, ce qui minimise l'espace des paramètres. On cherche donc 4 paramètres :  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu_2$ . Pour cela, on dispose de 3 équations :

$$\begin{aligned} n_1 + n_2 &= n_{tot} && \text{(issue de la mesure de capacité)} \\ n_1\mu_1 + n_2\mu_2 &= \frac{1}{eR_S} && \text{(issue de la mesure de résistance)} \\ n_1\mu_1^2 + n_2\mu_2^2 &= \frac{1}{e^2R_S^2n_H} && \text{(issue de la mesure de Hall)} \end{aligned} \tag{D.1}$$

En l'absence de mesure à haut champ magnétique, il manque une équation pour résoudre le système de manière unique. On a donc besoin d'une hypothèse supplémentaire. En particulier, on peut supposer que la mobilité des LMC varie faiblement avec la tension de grille. Des mesures à haut champ sur certains échantillons de LaTiO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> montrent que  $\mu_1$  est quasiment constant avec  $V_{BG}$ . Pour l'échantillon B, cette hypothèse ne tient pas, car dans le régime  $V_{BG} < 0V$  où l'on a un seul type de porteurs (les LMC), la mobilité augmente de 30 à 100 cm<sup>2</sup>.V<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup> entre -15V et 0V, et supposer  $\mu_1 = 30\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$  constante donne des résultats physiquement inacceptables : la mobilité  $\mu_1$  à  $V_{BG} > 0$  est donc au moins supérieure à 100 cm<sup>2</sup>.V<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup>. D'autre part  $\mu_1$  doit nécessairement rester inférieure à  $\mu_{tot}$  à  $V_{BG} > 0V$ , car  $\mu_1 = \mu_{tot}$  signifierait que l'on a un seul type de porteurs, ce qui est contredit par la décroissance de  $n_H$ . À la Back Gate maximale  $V_{BG} = +20V$ ,  $\mu_{tot} = 300\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$  : on peut donc estimer que  $100\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1} < \mu_1 < 200\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$  à cette tension de grille. En accord avec ces critères, on fait donc l'hypothèse la plus simple, celle d'une dépendance linéaire de  $\mu_1$  en  $V_{BG}$ , de la façon suivante :

- À  $V_{BG} < 0V$ , on suppose que seule les LMC sont présents :  $\mu_1 = \mu_H = \mu_{tot}$ .  $\mu_1(V_{BG}, V_{TG})$  augmente alors presque linéairement avec  $V_{BG}$ .

- À  $V_{BG} \geq 0V$ , où HMC et LMC sont présents, on suppose que  $\mu_1$  continue d'augmenter linéairement : on prend  $\mu_1(V_{BG}, V_{TG}) = \mu_{tot}(V_{BG} = -5V, V_{TG}) + a(V_{BG} - (-5V))$ , où  $a = 3,16279\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  est la pente de la droite  $\mu_1(V_{BG} < 0V)$  pour  $V_{TG} = 0V$ , et  $V_{BG} = -5V$  est le dernier point en Back Gate où seuls les LMC sont présents.

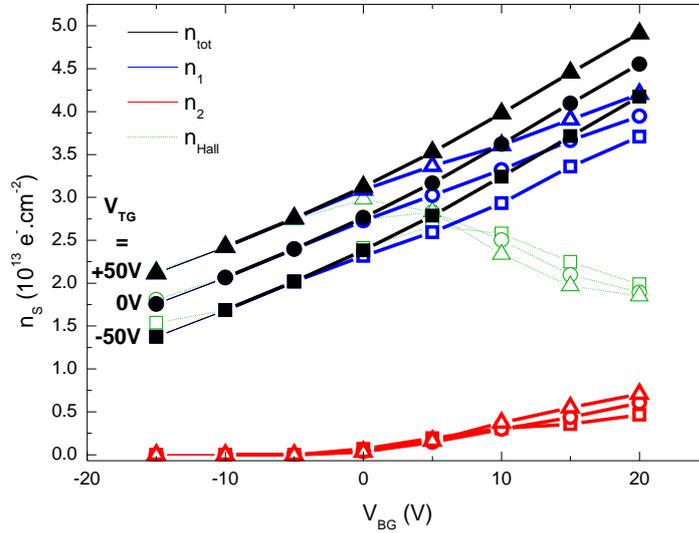


FIGURE D.1 – Densités de porteurs : peu mobiles  $n_1$  (en bleu), très mobiles  $n_2$  (en rouge), totale (en noir), et mesurée par effet Hall (en vert), en fonction de  $V_{BG}$ , pour des Top Gate de  $+50V$  (triangles),  $0V$  (ronds) et  $-50V$  (carrés).

On trouve ainsi  $\mu_1 \approx 150\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  à  $V_{BG} = +20V$ , ce qui correspond bien au critère de tolérance  $100\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} < \mu_1 < 200\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  énoncé ci-dessus.

On peut alors déterminer de manière univoque les valeurs des 4 paramètres  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu$  selon les équations suivantes :

$$\begin{aligned} \mu_2 &= \mu_{tot} \frac{\mu_H - \mu_1}{\mu_{tot} - \mu_1} \\ n_1 &= n_{tot} \frac{\mu_2 - \mu_{tot}}{\mu_2 - \mu_1} \\ n_2 &= n_{tot} - n_1 \end{aligned} \quad (\text{D.2})$$

Les figures D.1 et D.2 représentent les densités de porteurs et les mobilités ainsi obtenues.

Les LMC constituent donc l'essentiel ( $> 85\%$ ) des porteurs dans tout le diagramme de phase. Les HMC apparaissent à  $V_{BG} = 0V$ , et leur densité augmente faiblement jusqu'à atteindre  $0,75\text{e}^- \cdot \text{cm}^{-2}$  au point de dopage maximal ( $V_{BG} = +20V$ ,  $V_{TG} = +50V$ ), soit  $15\%$  des porteurs. Les HMC sont donc toujours environ 10 fois moins nombreux que les LMC.

À l'inverse, si la mobilité des LMC varie peu, en cohérence avec les hypothèses  $\mu_1 < \mu_{tot}$  et  $\mu_1(V_{BG} > 0V) \geq \mu_1(V_{BG} = 0V)$ , celle des HMC augmente très rapidement à  $V_{BG} >$

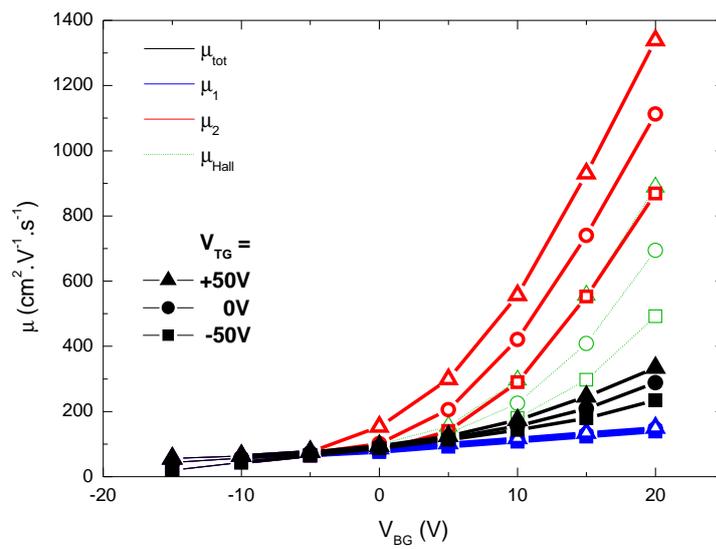


FIGURE D.2 – Mobilités : des LMC  $\mu_1$  (en bleu), des HMC  $\mu_2$  (en rouge), totale (en noir), et mesurée par effet Hall (en vert), en fonction de  $V_{BG}$ , pour des Top Gate de +50V (triangles), 0V (ronds) et -50V (carrés).

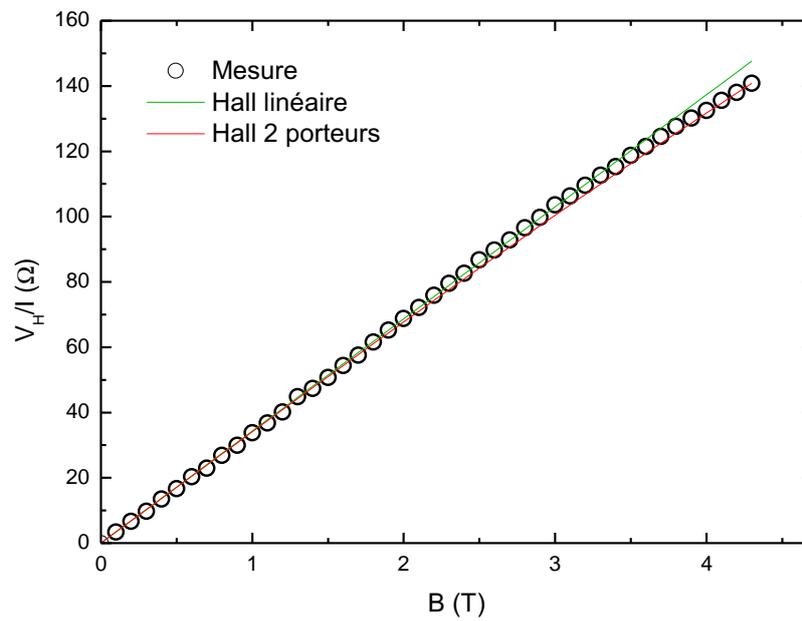


FIGURE D.3 – Comparaison entre effet Hall mesuré (ronds noirs), ajusté par un modèle à un seul porteur (trait vert), et calculé selon le modèle à 2 porteurs de la formule (4.14) avec les paramètres montrés en figure D.2 (trait rouge), au point de dopage maximal :  $V_{BG} = +20V$ ,  $V_{TG} = +50V$ .

0V, jusqu'à atteindre  $1400\text{cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$  au point de dopage maximal. Les HMC sont donc jusqu'à 10 fois plus mobiles que les LMC, et leur mobilité augmente très rapidement avec la tension de grille.

La cohérence de ces résultats peut être vérifiée en calculant  $V_H(B)/I$  avec la formule (4.14) et en le comparant aux mesures d'effet Hall. Au point de dopage maximal ( $V_{BG} = +20\text{V}$ ,  $V_{TG} = +50\text{V}$ ), où une légère non-linéarité de l'effet Hall dues aux HMC est visible dans les mesures, la figure D.3 montre que les paramètres  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $\mu_1$  et  $\mu_2$  calculés précédemment permettent de reproduire correctement cette courbure, contrairement à un modèle d'effet Hall à un seul porteur, linéaire, qui sur-estime la mesure à fort champ magnétique.

# Annexe E

## Relaxations et hystérèse

Cette annexe détaille un phénomène pouvant parasiter les mesures en Top Gate à forte tension de grille  $V_{TG}$ , où les propriétés du gaz présentent parfois une relaxation temporelle et une hystérèse. Celles-ci peuvent imposer des contraintes expérimentales, mais ne perturbent pas la physique du gaz 2D en Top Gate telle que décrite au chapitre 4.

- Pour  $-50V < V_{TG} < +50V$ , ces relaxations sont absentes, et toutes les propriétés du gaz sont modifiées instantanément et de manière totalement indépendante de l'historique des tensions de grille appliquées précédemment.
- Pour  $-80V < V_{TG} < +80V$ , lors de l'application d'une tension de grille toutes les propriétés du gaz évoluent lentement avant de saturer. Les mesures entre  $-80V$  et  $+80V$  suivent alors une faible boucle d'hystérèse, et sont donc reproductibles à condition d'appliquer la même histoire en grille (balayage de  $-80V$  à  $+80V$  dans le même sens), et d'attendre quelques minutes après chaque changement de grille pour que le gaz soit stabilisé.
- Enfin, pour  $90V < |V_{TG}| < 130V$ , les propriétés du gaz relaxent fortement au cours du temps sans se stabiliser. La résistance diverge vers l'infini au cours temps à  $V_{TG} < 90V$ , jusqu'à prendre des valeurs supérieures à  $100 \text{ k}\Omega/\square$  où le gaz a un comportement non-ohmique, visible sur les caractéristiques courant-tension. A  $V_{TG} > 90V$ , au bout de quelques heures, la résistance du gaz sature à sa valeur minimale  $R_S = 240\Omega/\square$ . Les propriétés du gaz suivent alors une forte boucle d'hystérèse, montrée en figure E.1, dépendante de la vitesse de variation de la tension de grille. Il est possible de mesurer le gaz de manière reproductible à condition d'appliquer la même histoire en grille (balayage de  $-130V$  à  $+130V$  dans le même sens) et d'attendre le même temps entre chaque grille.

Ces relaxations dépendent uniquement de la valeur absolue de la tension de grille, et non pas de l'état du gaz lui-même : en effet, quelque soit la résistance initiale du gaz à  $V_{TG} = 0V$  — modulable en parcourant la boucle d'hystérèse ou à l'aide de la Back Gate —, les trois régimes décrits ci-dessus sont toujours présents, avec les mêmes gammes de voltage — réversible à  $|V_{TG}| < 50V$ , légèrement hystérétique à  $50V < |V_{TG}| < 80V$  et fortement relaxant à  $90V < |V_{TG}| < 130V$ . Nous formulons donc l'hypothèse que ces relaxations à fort voltage trouvent leur origine dans le diélectrique lui-même, dues au piégeage de charges lors de la charge ou de la décharge de la Top Gate, et à la propagation possible de ces charges au sein du diélectrique, avec des temps caractéristiques très longs (plusieurs

heures) par des mécanismes de type verre de Coulomb. Ces relaxations semblent donc liées à des imperfections du diélectrique — fissures apparues lors du refroidissement, impuretés... —, sans lien avec les propriétés intrinsèques du gaz d'électrons.

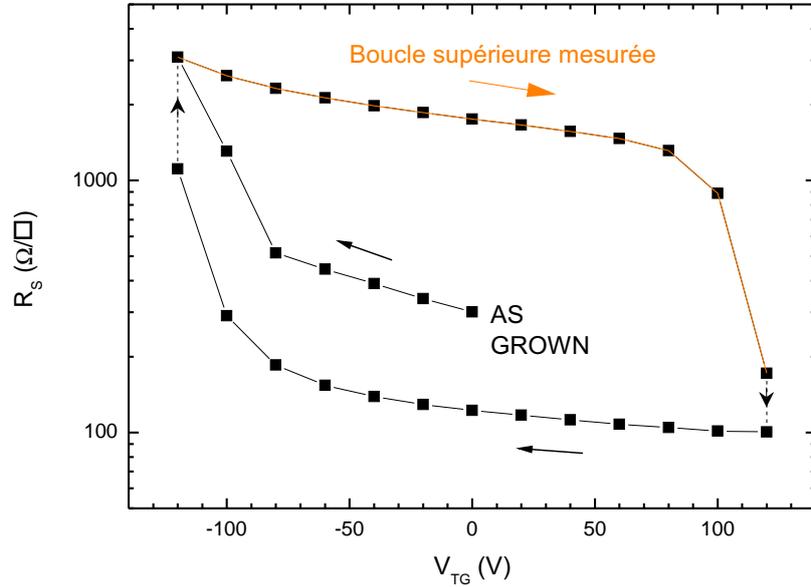


FIGURE E.1 – Exemple de boucle d’hystérèse de la résistance par carré en fonction de la tension de grille obtenue en partant de l’échantillon avant toute polarisation juste après le refroidissement (AS GROWN), puis en appliquant  $V_{TG} = -130$  V à  $+130$  V. Toutes les mesures présentées dans cette section 4.1 ont été prises sur la boucle supérieure, en orange.

De plus, malgré cette hystérèse en  $V_{TG}$ , les propriétés du gaz sont toujours monovaluées : à une valeur de résistance donnée correspond toujours la même densité de porteurs et la même température critique supraconductrice. Cette propriété, associée au fait que l’hystérèse dépend uniquement de la valeur absolue de la tension de grille, montre que l’on peut bien moduler les propriétés du gaz, sans perturber sa nature intrinsèque, par l’application d’une Top Gate, et ce, de manière reproductible, à condition d’appliquer la même histoire en grille. Toutes les mesures présentées dans cette section ont été prises sur la branche supérieure de la boucle d’hystérèse présentée en figure E.1, de  $-110$  V à  $+110$  V, après avoir laissé relaxer le gaz jusqu’à la même valeur  $R_S = 20$  k $\Omega/\square$  à  $V_{TG} = -110$  V.

## E.1 Comparaison Top Gate - Back Gate

Les mesures en Top Gate présentées à la section 4.1 présentant des relaxations temporelles et un hystérèse en  $V_{TG}$  pour  $|V_{TG}| > 50$  V, on s’est limité pour cette comparaison au régime parfaitement réversible en Top Gate, soit  $-50$  V  $< V_{TG} < +50$  V, afin d’éviter tout effet non contrôlé dû aux relaxations ou à l’hystérèse. Avant la mesure, l’échantillon a été réchauffé et maintenu pendant plusieurs jours à la température, l’atmosphère et l’éclairage ambiants afin d’éviter tout phénomène de charges piégées. Nous avons pu constater en effet que par cette procédure le gaz retrouvait toutes ses valeurs nominales : pour plus

de détails, on pourra se référer à l'étude extensive que nous avons menée sur les effet de l'historique en tension de grille et le phénomène d'échappement hors du puits quantique 2D des électrons, présentée dans la référence [30]. La tension appliquée sur la Back Gate varie elle de -15V à +20V, car l'échantillon présente un caractère isolant —  $R_S > 100\text{k}\Omega/\square$  et caractéristique courant-tension non-ohmique — à  $V_{BG} < -15\text{V}$ , tandis que tous les propriétés du gaz — conductance  $\sigma_S = 1/R_S$ , densité de porteur,  $T_C$  — saturent à leur valeur maximale à  $V_{BG} > +20\text{V}$ .



# Bibliographie

- [1] *Superconductivity*, chapter 19. Marcel Dekker, New York, 1969.
- [2] Y. Aharonov and A. Casher. Topological quantum effects for neutral particles. *Phys. Rev. Lett.*, 53 :319–321, Jul 1984.
- [3] Jason Alicea. Majorana fermions in a tunable semiconductor device. *Phys. Rev. B*, 81 :125318, Mar 2010.
- [4] Jason Alicea. New directions in the pursuit of majorana fermions in solid state systems. *Reports on Progress in Physics*, 75(7) :076501, 2012.
- [5] Jason Alicea, Yuval Oreg, Gil Refael, Felix von Oppen, and Matthew PA Fisher. Non-abelian statistics and topological quantum information processing in 1d wire networks. *Nature Physics*, 7(5) :412–417, 2011.
- [6] Boris L Altshuler, AG Aronov, and DE Khmelnitsky. Effects of electron-electron collisions with small energy transfers on quantum localisation. *Journal of Physics C : Solid State Physics*, 15(36) :7367, 1982.
- [7] Vinay Ambegaokar, B. I. Halperin, David R. Nelson, and Eric D. Siggia. Dynamics of superfluid films. *Phys. Rev. B*, 21 :1806–1826, Mar 1980.
- [8] Tsuneya Ando. Self-consistent results for a gaas/alxgal-xas heterojuncton. ii. low temperature mobility. *Journal of the Physical Society of Japan*, 51(12) :3900–3907, 1982.
- [9] J. Ankerhold. Overdamped quantum phase diffusion and charging effects in josephson junctions. *EPL (Europhysics Letters)*, 67(2) :280, 2004.
- [10] J. Appel. Soft-mode superconductivity in  $\text{SrTiO}_{3-x}$ . *Phys. Rev.*, 180 :508–516, Apr 1969.
- [11] Ariando, X Wang, G Baskaran, ZQ Liu, J Huijben, JB Yi, A Annadi, A Roy Barman, A Rusydi, S Dhar, YP Feng, et al. Electronic phase separation at the laalo3/srtio3 interface. *Nature communications*, 2 :188, 2011.
- [12] LG Aslamasov and AI Larkin. The influence of fluctuation pairing of electrons on the conductivity of normal metal. *Physics Letters A*, 26(6) :238–239, 1968.
- [13] H. Aubin, C. A. Marrache-Kikuchi, A. Pourret, K. Behnia, L. Bergé, L. Dumoulin, and J. Lesueur. Magnetic-field-induced quantum superconductor-insulator transition in  $\text{nb}_{0.15}\text{si}_{0.85}$ . *Phys. Rev. B*, 73 :094521, Mar 2006.
- [14] Antonio Barone and Gianfranco Paterno. *Physics and applications of the Josephson effect*. Wiley, 1982.
- [15] M Basletic, J-L Maurice, C Carrétéro, Gervasi Herranz, Olivier Copie, Manuel Bibes, Éric Jacquet, Karim Bouzehouane, Stephen Fusil, and Agnes Barthélémy. Mapping the spatial distribution of charge carriers in laalo3/srtio3 heterostructures. *Nature materials*, 7(8) :621–625, 2008.

- [16] M. R. Beasley, J. E. Mooij, and T. P. Orlando. Possibility of vortex-antivortex pair dissociation in two-dimensional superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 42 :1165–1168, Apr 1979.
- [17] Stéphane Bécu. *Etude des non-linéarités de permittivité de diélectriques utilisés en microélectronique. Application aux capacités MIM*. PhD thesis, Université de Provence-Aix-Marseille I, 2006.
- [18] C. Beenakker. Random-matrix theory of quantum transport. *Rev. Mod. Phys.*, 69 :731–808, Jul 1997.
- [19] C. Bell, S. Harashima, Y. Kozuka, M. Kim, B. G. Kim, Y. Hikita, and H. Y. Hwang. Dominant mobility modulation by the electric field effect at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :226802, Nov 2009.
- [20] E. Ben-Jacob, D. J. Bergman, B. J. Matkowsky, and Z. Schuss. Lifetime of oscillatory steady states. *Phys. Rev. A*, 26 :2805–2816, Nov 1982.
- [21] M. Ben Shalom, M. Sachs, D. Rakhmilevitch, A. Palevski, and Y. Dagan. Tuning spin-orbit coupling and superconductivity at the  $\text{SrTiO}_3/\text{LaAlO}_3$  interface : A magnetotransport study. *Phys. Rev. Lett.*, 104 :126802, Mar 2010.
- [22] L. Benfatto, C. Castellani, and T. Giamarchi. Broadening of the Berezinskii-Kosterlitz-Thouless superconducting transition by inhomogeneity and finite-size effects. *Phys. Rev. B*, 80 :214506, Dec 2009.
- [23] VL Berezinskii. Destruction of long-range order in one-dimensional and two-dimensional systems possessing a continuous symmetry group. ii. quantum systems. *Sov. Phys. JETP*, 34 :610–616, 1972.
- [24] VL Berezinskii. Destruction of long-range order in one-dimensional and two-dimensional systems having a continuous symmetry group i. classical systems. *Sov. Phys. JETP*, 32(3) :493–500, 1971.
- [25] G. Berner, M. Sing, H. Fujiwara, A. Yasui, Y. Saitoh, A. Yamasaki, Y. Nishitani, A. Sekiyama, N. Pavlenko, T. Kopp, C. Richter, J. Mannhart, S. Suga, and R. Claessen. Direct  $k$ -space mapping of the electronic structure in an oxide-oxide interface. *Phys. Rev. Lett.*, 110 :247601, Jun 2013.
- [26] Julie A Bert, Beena Kalisky, Christopher Bell, Minu Kim, Yasuyuki Hikita, Harold Y Hwang, and Kathryn A Moler. Direct imaging of the coexistence of ferromagnetism and superconductivity at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Nature physics*, 7(10) :767–771, 2011.
- [27] Julie A. Bert, Katja C. Nowack, Beena Kalisky, Hilary Noad, John R. Kirtley, Chris Bell, Hiroki K. Sato, Masayuki Hosoda, Yasayuki Hikita, Harold Y. Hwang, and Kathryn A. Moler. Gate-tuned superfluid density at the superconducting  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. B*, 86 :060503, Aug 2012.
- [28] A. Betz, F. Vialla, D. Brunel, C. Voisin, M. Picher, A. Cavanna, A. Madouri, G. Fève, J.-M. Berroir, B. Plaçais, and E. Pallecchi. Hot electron cooling by acoustic phonons in graphene. *Phys. Rev. Lett.*, 109 :056805, Aug 2012.
- [29] G. Binnig, A. Baratoff, H. Hoenig, and J. Bednorz. Two-band superconductivity in Nb-doped  $\text{SrTiO}_3$ . *Phys. Rev. Lett.*, 45 :1352–1355, Oct 1980.
- [30] J. Biscaras, N. Bergeal, S. Hurand, C. Feuillet-Palma, A. Rastogi, R. C. Budhani, D. LeBoeuf, C. Proust, and J. Lesueur. Multiple quantum phase transitions at the superconducting  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *arXiv :1209.6464v1*, 2012.

- [31] J. Biscaras, N. Bergeal, S. Hurand, C. Feuillet-Palma, A. Rastogi, R.C. Budhani, M. Grilli, S. Caprara, and J. Lesueur. Multiple quantum criticality in a two-dimensional superconductor. *Nature materials*, 12(6) :542–548, 2013.
- [32] J. Biscaras, N. Bergeal, S. Hurand, C. Grossetête, A. Rastogi, R. C. Budhani, D. Le-Boeuf, C. Proust, and J. Lesueur. Two-dimensional superconducting phase in  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  heterostructures induced by high-mobility carrier doping. *Phys. Rev. Lett.*, 108 :247004, Jun 2012.
- [33] J. Biscaras, S. Hurand, N. Bergeal, C. Feuillet-Palma, A. Rastogi, R. C. Budhani, and J. Lesueur. Magnetoresistance study of the back-gated metallic  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *in preparation*.
- [34] J. Biscaras, S. Hurand, C. Feuillet-Palma, A. Rastogi, R.C. Budhani, N. Reyren, E. Lesne, J. Lesueur, and N. Bergeal. Limit of the electrostatic doping in two-dimensional electron gases of  $\text{La}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ . *Scientific reports*, 4, 2014.
- [35] Johan Biscaras. *Supraconductivité bi-dimensionnelle à l'interface d'Oxydes de Titane*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2012.
- [36] Johan Biscaras, Nicolas Bergeal, Akhilesh Kushwaha, Thomas Wolf, Ankur Rastogi, Ramesh Chandra Budhani, and Jerome Lesueur. Two-dimensional superconductivity at a mott insulator/band insulator interface  $\text{LaTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ . *Nature communications*, 1 :89, 2010.
- [37] Alexander Brinkman, M Huijben, M Van Zalk, J Huijben, U Zeitler, JC Maan, WG Van der Wiel, G Rijnders, DHA Blank, and H Hilgenkamp. Magnetic effects at the interface between non-magnetic oxides. *Nature materials*, 6(7) :493–496, 2007.
- [38] M. Büttiker, E. P. Harris, and R. Landauer. Thermal activation in extremely underdamped josephson-junction circuits. *Phys. Rev. B*, 28 :1268–1275, Aug 1983.
- [39] Yu A Bychkov and E I Rashba. Oscillatory effects and the magnetic susceptibility of carriers in inversion layers. *Journal of Physics C : Solid State Physics*, 17(33) :6039, 1984.
- [40] A. O. Caldeira and A. J. Leggett. Influence of dissipation on quantum tunneling in macroscopic systems. *Phys. Rev. Lett.*, 46 :211–214, Jan 1981.
- [41] S. Caprara, J. Biscaras, N. Bergeal, D. Bucheli, S. Hurand, C. Feuillet-Palma, A. Rastogi, R. C. Budhani, J. Lesueur, and M. Grilli. Multiband superconductivity and nanoscale inhomogeneity at oxide interfaces. *Phys. Rev. B*, 88 :020504, Jul 2013.
- [42] S. Caprara, M. Grilli, B. Leridon, and J. Lesueur. Extended paraconductivity regime in underdoped cuprates. *Phys. Rev. B*, 72 :104509, Sep 2005.
- [43] S. Caprara, F. Peronaci, and M. Grilli. Intrinsic instability of electronic interfaces with strong rashba coupling. *Phys. Rev. Lett.*, 109 :196401, Nov 2012.
- [44] A. D. Caviglia, M. Gabay, S. Gariglio, N. Reyren, C. Cancellieri, and J.-M. Triscone. Tunable rashba spin-orbit interaction at oxide interfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 104 :126803, Mar 2010.
- [45] AD Caviglia, Stefano Gariglio, Nicolas Reyren, Didier Jaccard, T Schneider, M Gabay, S Thiel, G Hammerl, J Mannhart, and J-M Triscone. Electric field control of the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface ground state. *Nature*, 456(7222) :624–627, 2008.
- [46] Cheng Cen, Daniela F Bogorin, and Jeremy Levy. Thermal activation and quantum field emission in a sketch-based oxide nanotransistor. *Nanotechnology*, 21(47) :475201, 2010.

- [47] Cheng Cen, S Thiel, G Hammerl, CW Schneider, KE Andersen, CS Hellberg, J Mannhart, and J Levy. Nanoscale control of an interfacial metal–insulator transition at room temperature. *Nature materials*, 7(4) :298–302, 2008.
- [48] Hanghui Chen, Alexie M. Kolpak, and Sohrab Ismail-Beigi. Fundamental asymmetry in interfacial electronic reconstruction between insulating oxides : An ab initio study. *Phys. Rev. B*, 79 :161402, Apr 2009.
- [49] Guanglei Cheng, Joshua P. Veazey, Patrick Irvin, Cheng Cen, Daniela F. Bogorin, Feng Bi, Mengchen Huang, Shicheng Lu, Chung-Wung Bark, Sangwoo Ryu, Kwang-Hwan Cho, Chang-Beom Eom, and Jeremy Levy. Anomalous transport in sketched nanostructures at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. X*, 3 :011021, Mar 2013.
- [50] Anindya Das, Yuval Ronen, Yonatan Most, Yuval Oreg, Moty Heiblum, and Hadas Shtrikman. Zero-bias peaks and splitting in an  $\text{AlInAs}$  nanowire topological superconductor as a signature of majorana fermions. *Nature Physics*, 8(12) :887–895, 2012.
- [51] MT Deng, CL Yu, GY Huang, Marcus Larsson, P Caroff, and HQ Xu. Anomalous zero-bias conductance peak in a  $\text{Nb-InSb}$  nanowire– $\text{Nb}$  hybrid device. *Nano letters*, 12(12) :6414–6419, 2012.
- [52] S. Denisov, S. Kohler, and P. Hänggi. Underdamped quantum ratchets. *EPL (Europhysics Letters)*, 85(4) :40003, 2009.
- [53] D. A. Dikin, M. Mehta, C. W. Bark, C. M. Folkman, C. B. Eom, and V. Chandrasekhar. Coexistence of superconductivity and ferromagnetism in two dimensions. *Phys. Rev. Lett.*, 107 :056802, Jul 2011.
- [54] Yong-Joo Doh, Jordan A van Dam, Aarnoud L Roest, Erik PAM Bakkers, Leo P Kouwenhoven, and Silvano De Franceschi. Tunable supercurrent through semiconductor nanowires. *science*, 309(5732) :272–275, 2005.
- [55] Fabrizio Dolcini and Francesco Giazotto. Switching the sign of josephson current through aharonov-bohm interferometry. *Phys. Rev. B*, 75 :140511, Apr 2007.
- [56] P. D. Eerkes, W. G. van der Wiel, and H. Hilgenkamp. Modulation of conductance and superconductivity by top-gating in  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  2-dimensional electron systems. *Applied Physics Letters*, 103(20) :–, 2013.
- [57] K. Epstein, A. M. Goldman, and A. M. Kadin. Vortex-antivortex pair dissociation in two-dimensional superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 47 :534–537, Aug 1981.
- [58] J. C. Fenton and P. A. Warburton. Monte carlo simulations of thermal fluctuations in moderately damped josephson junctions : Multiple escape and retrapping, switching-and return-current distributions, and hysteresis. *Phys. Rev. B*, 78 :054526, Aug 2008.
- [59] A. Fete, S. Gariglio, A. D. Caviglia, J.-M. Triscone, and M. Gabay. Rashba induced magnetoconductance oscillations in the  $\text{LaAlO}_3\text{-SrTiO}_3$  heterostructure. *Phys. Rev. B*, 86 :201105, Nov 2012.
- [60] Matthew P. A. Fisher. Quantum phase transitions in disordered two-dimensional superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 65 :923–926, Aug 1990.
- [61] H. P. R. Frederikse, W. R. Thurber, and W. R. Hosler. Electronic transport in strontium titanate. *Phys. Rev.*, 134 :A442–A445, Apr 1964.
- [62] Evgenij Freidkin, Peter S Riseborough, and Peter Hänggi. Quantum tunneling at low temperatures : Results for weak damping. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 64(2) :237–246, 1986.

- [63] VF Gantmakher, MV Golubkov, JGS Lok, and AK Geim. Giant negative magnetoresistance of semi-insulating amorphous indium oxide films in strong magnetic fields. *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, 109 :1765–1778, 1996.
- [64] Anupam Garg. Escape-field distribution for escape from a metastable potential well subject to a steadily increasing bias field. *Phys. Rev. B*, 51 :15592–15595, Jun 1995.
- [65] A. V. Germanenko. Spin effects and quantum corrections to the conductivity of two-dimensional systems. *Low Temperature Physics*, 35(1), 2009.
- [66] Francesco Giazotto, Tero Heikkilä, Arttu Luukanen, Alexander Savin, and Jukka Pekola. Opportunities for mesoscopies in thermometry and refrigeration : Physics and applications. *Rev. Mod. Phys.*, 78 :217–274, Mar 2006.
- [67] A. M. Goldman. Superconductor-insulator transitions. *International Journal of Modern Physics B*, 24(20n21) :4081–4101, 2010.
- [68] Rudolf Gross and Achim Marx. *Applied Superconductivity : Josephson Effect and Superconducting Electronics*, chapter 3. Walther-Meissner-Institut, Bayerische Akademie der Wissenschaften, 2005.
- [69] Daniel E Grupp and Allen M Goldman. Giant piezoelectric effect in strontium titanate at cryogenic temperatures. *Science*, 276(5311) :392–394, 1997.
- [70] JH Haeni, P Irvin, W Chang, R Uecker, P Reiche, YL Li, S Choudhury, W Tian, ME Hawley, B Craigo, et al. Room-temperature ferroelectricity in strained  $\text{SrTiO}_3$ . *Nature*, 430(7001) :758–761, 2004.
- [71] B.I. Halperin and David R. Nelson. Resistive transition in superconducting films. *Journal of Low Temperature Physics*, 36(5-6) :599–616, 1979.
- [72] Peter Hänggi and Fabio Marchesoni. Artificial brownian motors : Controlling transport on the nanoscale. *Rev. Mod. Phys.*, 81 :387–442, Mar 2009.
- [73] A Brooks Harris. Effect of random defects on the critical behaviour of ising models. *Journal of Physics C : Solid State Physics*, 7(9) :1671, 1974.
- [74] D. B. Haviland, Y. Liu, and A. M. Goldman. Onset of superconductivity in the two-dimensional limit. *Phys. Rev. Lett.*, 62 :2180–2183, May 1989.
- [75] Michel Héritier. *Physique de la matière condensée : des atomes froids aux supraconducteurs à haute température critique*. EDP sciences, 2013.
- [76] Shinobu Hikami, Anatoly I. Larkin, and Yosuke Nagaoka. Spin-orbit interaction and magnetoresistance in the two dimensional random system. *Progress of Theoretical Physics*, 63(2) :707–710, 1980.
- [77] K. Hirakawa, H. Sakaki, and J. Yoshino. Mobility modulation of the two-dimensional electron gas via controlled deformation of the electron wave function in selectively doped  $\text{AlGaAs-GaAs}$  heterojunctions. *Phys. Rev. Lett.*, 54 :1279–1282, Mar 1985.
- [78] Maayan Honig, Joseph A Sulpizio, Jonathan Drori, Arjun Joshua, Eli Zeldov, and Shahal Ilani. Local electrostatic imaging of striped domain order in  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ . *Nature materials*, 12(12) :1112–1118, 2013.
- [79] Y. Hotta, T. Susaki, and H. Hwang. Polar discontinuity doping of the  $\text{LaVO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. Lett.*, 99 :236805, Dec 2007.
- [80] B. Huard, H. Pothier, D. Esteve, and K. Nagaev. Electron heating in metallic resistors at sub-kelvin temperature. *Phys. Rev. B*, 76 :165426, Oct 2007.
- [81] C M Hurd. *The Hall effect in metals and alloys*, volume 12. Plenum Press, 1972.

- [82] M. Itoh, R. Wang, Y. Inaguma, T. Yamaguchi, Y.-J. Shan, and T. Nakamura. Ferroelectricity induced by oxygen isotope exchange in strontium titanate perovskite. *Phys. Rev. Lett.*, 82 :3540–3543, Apr 1999.
- [83] David Jasnow and Michael Wortis. High-temperature critical indices for the classical anisotropic heisenberg model. *Phys. Rev.*, 176 :739–750, Dec 1968.
- [84] Arjun Joshua, S Pecker, J Ruhman, E Altman, and S Ilani. A universal critical density underlying the physics of electrons at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Nature communications*, 3 :1129, 2012.
- [85] Beena Kalisky, Eric M Spanton, Hilary Noad, John R Kirtley, Katja C Nowack, Christopher Bell, Hiroki K Sato, Masayuki Hosoda, Yanwu Xie, Yasuyuki Hikita, et al. Locally enhanced conductivity due to the tetragonal domain structure in  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  heterointerfaces. *Nature materials*, 12(12) :1091–1095, 2013.
- [86] R. L. Kautz and John M. Martinis. Noise-affected i-v curves in small hysteretic josephson junctions. *Phys. Rev. B*, 42 :9903–9937, Dec 1990.
- [87] Y. S. Kim, D. J. Kim, T. H. Kim, T. W. Noh, J. S. Choi, B. H. Park, and J.-G. Yoon. Observation of room-temperature ferroelectricity in tetragonal strontium titanate thin films on  $\text{SrTiO}_3$  (001) substrates. *Applied Physics Letters*, 91(4) :–, 2007.
- [88] Jens Kisker and Heiko Rieger. Bose-glass and mott-insulator phase in the disordered boson hubbard model. *Phys. Rev. B*, 55 :R11981–R11984, May 1997.
- [89] J. M. Kivioja, T. E. Nieminen, J. Claudon, O. Buisson, F. W. J. Hekking, and J. P. Pekola. Observation of transition from escape dynamics to underdamped phase diffusion in a josephson junction. *Phys. Rev. Lett.*, 94 :247002, Jun 2005.
- [90] S. N. Klimin, J. Tempere, J. T. Devreese, and D. van der Marel. Interface superconductivity in  $\text{LaAlO}_3 - \text{SrTiO}_3$  heterostructures. *Phys. Rev. B*, 89 :184514, May 2014.
- [91] C. S. Koonce, Marvin L. Cohen, J. F. Schooley, W. R. Hosler, and E. R. Pfeiffer. Superconducting transition temperatures of semiconducting  $\text{SrTiO}_3$ . *Phys. Rev.*, 163 :380–390, Nov 1967.
- [92] JM Kosterlitz and DJ Thouless. Long range order and metastability in two dimensional solids and superfluids.(application of dislocation theory). *Journal of Physics C : Solid State Physics*, 5(11) :L124, 1972.
- [93] Hendrik Anthony Kramers. Brownian motion in a field of force and the diffusion model of chemical reactions. *Physica*, 7(4) :284–304, 1940.
- [94] V. M. Krasnov, T. Bauch, S. Intiso, E. Hürfeld, T. Akazaki, H. Takayanagi, and P. Delsing. Collapse of thermal activation in moderately damped josephson junctions. *Phys. Rev. Lett.*, 95 :157002, Oct 2005.
- [95] Ilya V Krive, Sergei I Kulinich, Robert I Shekhter, and Mats Jonson. Charge and spin effects in mesoscopic josephson junctions (review). *Low temperature physics*, 30(7) :554–567, 2004.
- [96] Frank Lechermann, Lewin Boehnke, Daniel Grieger, and Christoph Piefke. Electron correlation and magnetism at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface : An dft+ dmft investigation. *arXiv preprint arXiv :1401.6105*, 2014.
- [97] Jaekwang Lee and Alexander A. Demkov. Charge origin and localization at the n-type  $\text{SrTiO}_3/\text{LaAlO}_3$  interface. *Phys. Rev. B*, 78 :193104, Nov 2008.
- [98] Patrick A. Lee and T. V. Ramakrishnan. Disordered electronic systems. *Rev. Mod. Phys.*, 57 :287–337, Apr 1985.

- [99] Lu Li, C Richter, J Mannhart, and RC Ashoori. Coexistence of magnetic order and two-dimensional superconductivity at laalo3/srtio3 interfaces. *Nature Physics*, 7(10) :762–766, 2011.
- [100] Lu Li, C Richter, S Paetel, T Kopp, J Mannhart, and RC Ashoori. Very large capacitance enhancement in a two-dimensional electron system. *Science*, 332(6031) :825–828, 2011.
- [101] Ying-Hong Li and S. Teitel. Finite-size scaling study of the three-dimensional classical XY model. *Phys. Rev. B*, 40 :9122–9125, Nov 1989.
- [102] Yun Li and Jaejun Yu. Modulation of electron carrier density at the n-type laalo3/srtio3 interface by water adsorption. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 25(26) :265004, 2013.
- [103] Seung-Gu Lim, Stas Kriventsov, Thomas N. Jackson, J. H. Haeni, D. G. Schlom, A. M. Balbashov, R. Uecker, P. Reiche, J. L. Freeouf, and G. Lučovský. Dielectric functions and optical bandgaps of high-k dielectrics for metal-oxide-semiconductor field-effect transistors by far ultraviolet spectroscopic ellipsometry. *Journal of Applied Physics*, 91(7), 2002.
- [104] Xiao Lin, Zengwei Zhu, Beno<sup>^</sup>Fauqué, and Kamran Behnia. Fermi surface of the most dilute superconductor. *Phys. Rev. X*, 3 :021002, Apr 2013.
- [105] Xin Liu, M. Borunda, Xiong-Jun Liu, and Jairo Sinova. Control of josephson current by aharonov-casher phase in a rashba ring. *Phys. Rev. B*, 80 :174524, Nov 2009.
- [106] Z. Q. Liu, C. J. Li, W. M. Lü, X. H. Huang, Z. Huang, S. W. Zeng, X. P. Qiu, L. S. Huang, A. Annadi, J. S. Chen, J. M. D. Coey, T. Venkatesan, and Ariando. Origin of the two-dimensional electron gas at laalo3/srtio3 interfaces : The role of oxygen vacancies and electronic reconstruction. *Phys. Rev. X*, 3 :021010, May 2013.
- [107] R. Loetzsch, A. Lubcke, I. Uschmann, E. Foerster, V. Grosse, M. Thuerk, T. Koettig, F. Schmidl, and P. Seidel. The cubic to tetragonal phase transition in srtio3 single crystals near its surface under internal and external strains. *Applied Physics Letters*, 96(7) :-, 2010.
- [108] Farrel W Lytle. X-ray diffractometry of low-temperature phase transformations in strontium titanate. *Journal of Applied Physics*, 35(7) :2212–2215, 2004.
- [109] L. Machura, M. Kostur, P. Talkner, J. Łuczka, and P. Hänggi. Quantum diffusion in biased washboard potentials : Strong friction limit. *Phys. Rev. E*, 73 :031105, Mar 2006.
- [110] Sadamichi Maekawa and Hidetoshi Fukuyama. Magnetoresistance in two-dimensional disordered systems : Effects of zeeman splitting and spin-orbit scattering. *Journal of the Physical Society of Japan*, 50(8) :2516–2524, 1981.
- [111] J. Männik, S. Li, W. Qiu, W. Chen, V. Patel, S. Han, and J. E. Lukens. Crossover from kramers to phase-diffusion switching in moderately damped josephson junctions. *Phys. Rev. B*, 71 :220509, Jun 2005.
- [112] N. Marković, C. Christiansen, and A. M. Goldman. Thickness–magnetic field phase diagram at the superconductor-insulator transition in 2d. *Phys. Rev. Lett.*, 81 :5217–5220, Dec 1998.
- [113] C. A. Marrache-Kikuchi, H. Aubin, A. Pourret, K. Behnia, J. Lesueur, L. Bergé, and L. Dumoulin. Thickness-tuned superconductor-insulator transitions under magnetic field in *a*-nbsi. *Phys. Rev. B*, 78 :144520, Oct 2008.

- [114] John M. Martinis, Michel H. Devoret, and John Clarke. Experimental tests for the quantum behavior of a macroscopic degree of freedom : The phase difference across a josephson junction. *Phys. Rev. B*, 35 :4682–4698, Apr 1987.
- [115] John M. Martinis and R. L. Kautz. Classical phase diffusion in small hysteretic josephson junctions. *Phys. Rev. Lett.*, 63 :1507–1510, Oct 1989.
- [116] L. Mattheiss. Energy bands for  $\text{knif}_3$ ,  $\text{srtio}_3$ ,  $\text{kmoo}_3$ , and  $\text{ktao}_3$ . *Phys. Rev. B*, 6 :4718–4740, Dec 1972.
- [117] A. McCollam, S. Wenderich, M. K. Kruize, V. K. Guduru, H. J. A. Molegraaf, M. Huijben, G. Koster, D. H. A. Blank, G. Rijnders, A. Brinkman, H. Hilgenkamp, U. Zeitler, and J. C. Maan. Quantum oscillations and subband properties of the two-dimensional electron gas at the  $\text{laalo}_3/\text{srtio}_3$  interface. *APL Materials*, 2(2) :–, 2014.
- [118] DE McCumber. Effect of ac impedance on dc voltage-current characteristics of superconductor weak-link junctions. *Journal of Applied Physics*, 39(7) :3113–3118, 1968.
- [119] W Meevasana, PDC King, RH He, SK Mo, M Hashimoto, A Tamai, P Songsiriritthigul, F Baumberger, and ZX Shen. Creation and control of a two-dimensional electron liquid at the bare  $\text{srtio}_3$  surface. *Nature materials*, 10(2) :114–118, 2011.
- [120] L. Miu, P. Wagner, U. Frey, A. Hadish, Dana Miu, and H. Adrian. Vortex unbinding and layer decoupling in epitaxial  $\text{bi}_2\text{sr}_2\text{ca}_2\text{cu}_3\text{o}_{10+d}$  films. *Phys. Rev. B*, 52 :4553–4558, Aug 1995.
- [121] Pouya Moetakef, Tyler A Cain, Daniel G Ouellette, Jack Y Zhang, Dmitri O Klenov, Anderson Janotti, Chris G Van de Walle, Siddharth Rajan, S James Allen, and Susanne Stemmer. Electrostatic carrier doping of  $\text{gdtio}_3/\text{srtio}_3$  interfaces. *Applied Physics Letters*, 99(23) :232116, 2011.
- [122] Kathryn Moler. Local conductivity enhancement due to the tetragonal domain structure in  $\text{laalo}_3\text{-srtio}_3$  heterointerfaces. *Bulletin of the American Physical Society*, 59, 2014.
- [123] Kathryn Moler. private communication. 2014.
- [124] Vincent Mourik, Kun Zuo, SM Frolov, SR Plissard, EPAM Bakkers, and LP Kouwenhoven. Signatures of majorana fermions in hybrid superconductor-semiconductor nanowire devices. *Science*, 336(6084) :1003–1007, 2012.
- [125] K. A. Mueller, W. Berlinger, and F. Waldner. Characteristic structural phase transition in perovskite-type compounds. *Phys. Rev. Lett.*, 21 :814–817, Sep 1968.
- [126] K. A. Muller and H. Burkard.  $\text{SrTiO}_3$  : An intrinsic quantum paraelectric below 4 k. *Phys. Rev. B*, 19 :3593–3602, Apr 1979.
- [127] A. Murphy, P. Weinberg, T. Aref, U. C. Coskun, V. Vakaryuk, A. Levchenko, and A. Bezryadin. Universal features of counting statistics of thermal and quantum phase slips in nanosize superconducting circuits. *Phys. Rev. Lett.*, 110 :247001, Jun 2013.
- [128] Naoyuki Nakagawa, Harold Y Hwang, and David A Muller. Why some interfaces cannot be sharp. *Nature materials*, 5(3) :204–209, 2006.
- [129] David R. Nelson and J. M. Kosterlitz. Universal jump in the superfluid density of two-dimensional superfluids. *Phys. Rev. Lett.*, 39 :1201–1205, Nov 1977.
- [130] R. C. Neville, B. Hoeneisen, and C. A. Mead. Permittivity of strontium titanate. *Journal of Applied Physics*, 43(5), 1972.

- [131] A Ohtomo and HY Hwang. A high-mobility electron gas at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  heterointerface. *Nature*, 427(6973) :423–426, 2004.
- [132] Satoshi Okamoto and Andrew J Millis. Electronic reconstruction at an interface between a mott insulator and a band insulator. *Nature*, 428(6983) :630–633, 2004.
- [133] Hui Pan, Yimin Cui, Hailong Wang, and Rongming Wang. Spin-polarized andreev reflection and spin accumulation in a quantum-dot aharonov-bohm interferometer with spin-orbit interaction effects. *Journal of Applied Physics*, 110(3) :033706, 2011.
- [134] N. Pavlenko, T. Kopp, E. Y. Tsymbal, G. A. Sawatzky, and J. Mannhart. Magnetic and superconducting phases at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface : The role of interfacial  $3d$  electrons. *Phys. Rev. B*, 85 :020407, Jan 2012.
- [135] Rossitza Pentcheva and Warren E. Pickett. Avoiding the polarization catastrophe in  $\text{LaAlO}_3$  overlayers on  $\text{SrTiO}_3(001)$  through polar distortion. *Phys. Rev. Lett.*, 102 :107602, Mar 2009.
- [136] Paolo Perna, Davide Maccariello, Milan Radovic, U Scotti Di Uccio, Ilaria Palleschi, Marta Codda, Daniele Marré, Claudia Cantoni, Jaume Gazquez, Maria Varela, et al. Conducting interfaces between band insulating oxides : The  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  heterostructure. *Applied Physics Letters*, 97(15) :152111, 2010.
- [137] Zoran S. Popović, Sashi Satpathy, and Richard M. Martin. Origin of the two-dimensional electron gas carrier density at the  $\text{LaAlO}_3$  on  $\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. Lett.*, 101 :256801, Dec 2008.
- [138] A Pourret, H Aubin, J Lesueur, CA Marrache-Kikuchi, L Berge, L Dumoulin, and K Behnia. Observation of the nernst signal generated by fluctuating cooper pairs. *Nature Physics*, 2(10) :683–686, 2006.
- [139] Ernest Henry Putley. *The Hall effect and semi-conductor physics*. Dover, 1968.
- [140] L. Qiao, T.C. Droubay, T.C. Kaspar, P.V. Sushko, and S.A. Chambers. Cation mixing, band offsets and electric fields at  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3(001)$  heterojunctions with variable  $\text{La}:\text{Al}$  atom ratio. *Surface Science*, 605(15-16) :1381 – 1387, 2011.
- [141] Roberto Raimondi, Cosimo Gorini, Peter Schwab, and Michael Dzierzawa. Quasi-classical approach to the spin hall effect in the two-dimensional electron gas. *Phys. Rev. B*, 74 :035340, Jul 2006.
- [142] D. Rakhmievitch, M. Ben Shalom, M. Eshkol, A. Tsukernik, A. Palevski, and Y. Dagan. Phase coherent transport in  $\text{SrTiO}_3/\text{LaAlO}_3$  interfaces. *Phys. Rev. B*, 82 :235119, Dec 2010.
- [143] D. Rakhmievitch, I. Neder, M. Ben Shalom, A. Tsukernik, M. Karpovski, Y. Dagan, and A. Palevski. Anomalous response to gate voltage application in mesoscopic  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  devices. *Phys. Rev. B*, 87 :125409, Mar 2013.
- [144] ML Reinle-Schmitt, C Cancellieri, Danfeng Li, Denis Fontaine, M Medarde, E Pomjakushina, CW Schneider, Stefano Gariglio, Ph Ghosez, J-M Triscone, et al. Tunable conductivity threshold at polar oxide interfaces. *Nature communications*, 3 :932, 2012.
- [145] A. Reynoso, Gonzalo Usaj, C. Balseiro, D. Feinberg, and M. Avignon. Anomalous josephson current in junctions with spin polarizing quantum point contacts. *Phys. Rev. Lett.*, 101 :107001, Sep 2008.
- [146] N. Reyren, M. Bibes, E. Lesne, J.-M. George, C. Deranlot, S. Collin, A. Barthélémy, and H. Jaffrès. Gate-controlled spin injection at  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 108 :186802, Apr 2012.

- [147] N. Reyren, S. Gariglio, A. D. Caviglia, D. Jaccard, T. Schneider, and J.-M. Triscone. Anisotropy of the superconducting transport properties of the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Applied Physics Letters*, 94(11) :–, 2009.
- [148] Nicolas Reyren, S Thiel, AD Caviglia, L Fitting Kourkoutis, G Hammerl, C Richter, CW Schneider, T Kopp, A-S Rüetschi, Didier Jaccard, et al. Superconducting interfaces between insulating oxides. *Science*, 317(5842) :1196–1199, 2007.
- [149] Jonathan Ruhman, Arjun Joshua, Shahal Ilani, and Ehud Altman. Competition between kondo screening and magnetism at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *arXiv preprint arXiv :1311.4541*, 2013.
- [150] AF Santander-Syro, O Copie, T Kondo, F Fortuna, S Pailhes, R Weht, XG Qiu, F Bertran, A Nicolaou, A Taleb-Ibrahimi, et al. Two-dimensional electron gas with universal subbands at the surface of  $\text{SrTiO}_3$ . *Nature*, 469(7329) :189–193, 2011.
- [151] Etsuro Sawaguchi, Atsushi Kikuchi, and Yoichi Kodera. Microscopic examination of  $\text{SrTiO}_3$  at low temperatures. *Journal of the Physical Society of Japan*, 18(3) :459–460, 1963.
- [152] C. W. Schneider, S. Thiel, G. Hammerl, C. Richter, and J. Mannhart. Microlithography of electron gases formed at interfaces in oxide heterostructures. *Applied Physics Letters*, 89(12) :–, 2006.
- [153] T. Schneider, A. D. Caviglia, S. Gariglio, N. Reyren, and J.-M. Triscone. Electrostatically-tuned superconductor-metal-insulator quantum transition at the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. B*, 79 :184502, May 2009.
- [154] G Seibold, D Bucheli, S Caprara, and M Grilli. Phase separation and long wave-length charge instabilities in spin-orbit coupled systems. *arXiv preprint arXiv :1407.4280*, 2014.
- [155] Snir Seri and Lior Klein. Antisymmetric magnetoresistance of the  $\text{SrTiO}_3/\text{LaAlO}_3$  interface. *Phys. Rev. B*, 80 :180410, Nov 2009.
- [156] Won-joon Son, Eunae Cho, Jaichan Lee, and Seungwu Han. Hydrogen adsorption and carrier generation in  $\text{LaAlO}_3$ - $\text{SrTiO}_3$  heterointerfaces : a first-principles study. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 22(31) :315501, 2010.
- [157] S. L. Sondhi, S. M. Girvin, J. P. Carini, and D. Shahar. Continuous quantum phase transitions. *Rev. Mod. Phys.*, 69 :315–333, Jan 1997.
- [158] B. Spivak, P. Oretó, and S. A. Kivelson. Theory of quantum metal to superconductor transitions in highly conducting systems. *Phys. Rev. B*, 77 :214523, Jun 2008.
- [159] Massimiliano Stengel. First-principles modeling of electrostatically doped perovskite systems. *Phys. Rev. Lett.*, 106 :136803, Mar 2011.
- [160] WC Stewart. Current-voltage characteristics of josephson junctions. *Applied Physics Letters*, 12(8) :277–280, 1968.
- [161] D. Stornaiuolo, S. Gariglio, N. J. G. Couto, A. Fete, A. D. Caviglia, G. Seyfarth, D. Jaccard, A. F. Morpurgo, and J.-M. Triscone. In-plane electronic confinement in superconducting  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  nanostructures. *Applied Physics Letters*, 101(22) :–, 2012.
- [162] Yasutami Takada. Theory of superconductivity in polar semiconductors and its application to n-type semiconducting  $\text{SrTiO}_3$ . *Journal of the Physical Society of Japan*, 49(4) :1267–1275, 1980.

- [163] Stefan Thiel, German Hammerl, A Schmehl, CW Schneider, and Jochen Mannhart. Tunable quasi-two-dimensional electron gases in oxide heterostructures. *Science*, 313(5795) :1942–1945, 2006.
- [164] O. N. Tufte and P. W. Chapman. Electron mobility in semiconducting strontium titanate. *Phys. Rev.*, 155 :796–802, Mar 1967.
- [165] K Ueno, S Nakamura, H Shimotani, A Ohtomo, N Kimura, T Nojima, H Aoki, Y Iwasa, and M Kawasaki. Electric-field-induced superconductivity in an insulator. *Nature materials*, 7(11) :855–858, 2008.
- [166] D. van der Marel, J. van Mechelen, and I. Mazin. Common fermi-liquid origin of  $T^2$  resistivity and superconductivity in  $n$ -type  $\text{SrTiO}_3$ . *Phys. Rev. B*, 84 :205111, Nov 2011.
- [167] L. W. van Heeringen, G. A. de Wijs, A. McCollam, J. C. Maan, and A. Fasolino.  $k \cdot p$  subband structure of the  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interface. *Phys. Rev. B*, 88 :205140, Nov 2013.
- [168] Joshua P Veazey, Guanglei Cheng, Patrick Irvin, Cheng Cen, Daniela F Bogorin, Feng Bi, Mengchen Huang, Chung-Wung Bark, Sangwoo Ryu, Kwang-Hwan Cho, et al. Oxide-based platform for reconfigurable superconducting nanoelectronics. *Nanotechnology*, 24(37) :375201, 2013.
- [169] Ulrich Weiss. *Quantum dissipative systems*, volume 10. World Scientific, 1999.
- [170] Georg Wild. Macroscopic quantum tunneling in josephson junctions - a method to characterize a well-shielded low temperature setup. Master's thesis, Walther-Meissner-Institut (WMI), Bayerische Akademie der Wissenschaften, 2004.
- [171] P. R. Willmott, S. A. Pauli, R. Herger, C. M. Schlepütz, D. Martoccia, B. D. Patterson, B. Delley, R. Clarke, D. Kumah, C. Cionca, and Y. Yacoby. Structural basis for the conducting interface between  $\text{LaAlO}_3$  and  $\text{SrTiO}_3$ . *Phys. Rev. Lett.*, 99 :155502, Oct 2007.
- [172] Kenneth G. Wilson and Michael E. Fisher. Critical exponents in 3.99 dimensions. *Phys. Rev. Lett.*, 28 :240–243, Jan 1972.
- [173] Hans-Peter Wittmann and Albert Schmid. Anomalous magnetoconductance beyond the diffusion limit. *Journal of Low Temperature Physics*, 69(1-2) :131–149, 1987.
- [174] Yanwu Xie, Yasuyuki Hikita, Christopher Bell, and Harold Y Hwang. Control of electronic conduction at an oxide heterointerface using surface polar adsorbates. *Nature communications*, 2 :494, 2011.
- [175] H. F. Yu, X. B. Zhu, Z. H. Peng, Ye Tian, D. J. Cui, G. H. Chen, D. N. Zheng, X. N. Jing, Li Lu, S. P. Zhao, and Siyuan Han. Quantum phase diffusion in a small underdamped josephson junction. *Phys. Rev. Lett.*, 107 :067004, Aug 2011.
- [176] A. Zazunov, R. Egger, T. Jonckheere, and T. Martin. Anomalous josephson current through a spin-orbit coupled quantum dot. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :147004, Oct 2009.
- [177] Zhicheng Zhong, Anna Tóth, and Karsten Held. Theory of spin-orbit coupling at  $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$  interfaces and  $\text{SrTiO}_3$  surfaces. *Phys. Rev. B*, 87 :161102, Apr 2013.

