

Fabrication d'un résonateur en nitrure de niobium pour effectuer des mesures de résonance magnétique nucléaire

ÉTIENNE LEFRANÇOIS

Université de Sherbrooke
etienne.lefrancois@usherbrooke.ca

Résumé

Un résonateur est un dispositif qui agit comme filtre passe-bande, c'est-à-dire qu'il ne laisse passer qu'une bande ou intervalle de fréquences. Il sert aussi à amplifier l'amplitude de signaux. En résonance magnétique nucléaire, les signaux qui sont observés sont généralement très faible en amplitude et résultent d'un champ magnétique élevé et d'une basse température, c'est pourquoi un résonateur en nitrure de niobium est fabriqué. En effet, le nitrure de niobium est un matériau supraconducteur au contact de l'hélium liquide et résistant à des champs magnétiques élevés. Il est conçu par des méthodes de microfabrication et est composé d'un condensateur (doigts interdigités) et d'une inductance (méandre) en parallèle. Le facteur de qualité ainsi que l'évolution de la fréquence de résonance en fonction du champ magnétique externe appliqué constituent des résultats qui concordent avec les caractéristiques des mesures en résonance magnétique nucléaire.

I. INTRODUCTION

LA physique expérimentale constitue un large éventail de méthodes et de procédés différents servant à prendre des mesures de plusieurs échantillons pour en connaître leurs propriétés diverses telles la structure du réseau cristallin ou la réponse sous l'influence d'un champ magnétique ou encore sous l'influence de basses températures. La résonance magnétique nucléaire (RMN) est une branche de la physique qui s'intéresse à l'alignement des spins d'un échantillon quelconque lorsque celui-ci est sous l'influence d'un champ magnétique. La physique de la RMN permet de connaître les propriétés magnétiques de certains matériaux et pour ce faire, les échantillons doivent être soumis à des signaux électriques sous formes de pulsations de fortes puissances (environ $1kW$), pour finalement observer des signaux très faibles en réponse au signal d'entrée. C'est pourquoi l'utilisation d'un résonateur est utile lors de l'acqui-

sition des mesures, car le signal observé peut ainsi être amplifié. L'objectif est donc de fabriquer un résonateur, à l'aide de procédés de microfabrication, qui doit résonner sous l'influence d'un haut champ magnétique et qui doit être supraconducteur au contact de l'hélium liquide.

II. NOTIONS THÉORIQUES

La résonance est un phénomène physique pour lequel un système absorbe préférentiellement de l'énergie sous forme mécanique ou sous forme électromagnétique. Ainsi, à une ou certaines fréquence(s), un système réagit de façon particulièrement importante à une certaine excitation, d'où l'intérêt d'utiliser un résonateur dans un circuit électrique. En effet, un résonateur entre en résonance à une certaine fréquence, ce qui permet d'amplifier le signal appliqué dans le système pour lequel on effectue des mesures.

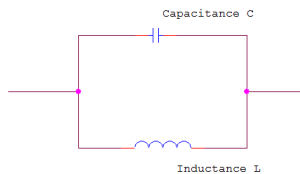
Le spin est une notion de mécanique quan-

tique qui peut être comparé à la masse et à la charge électrique. Le spin est une propriété fondamentale des particules qui leur confère leurs propriétés magnétique et cinétique.

La RMN mesure les transitions magnétiques des atomes qui constituent l'échantillon étudié. Autrement dit, une transition magnétique correspond souvent à l'alignement du spin de chacun des atomes par rapport à une direction préférentielle. Ces transitions sont observables notamment lorsque la prise de mesures se fait par rapport au balayage en champ magnétique.

Des notions sur la théorie des circuits électriques sont utiles lorsqu'il s'agit de la conception d'un résonateur, puisque la résonance est observée lorsqu'un signal est envoyé dans le dispositif de façon à mesurer la transmission de celui-ci. La transmission est décrite par une analyse fréquentielle qui relie le signal d'entrée au signal de sortie et qui filtre le spectre de fréquence.

Figure 1 – Résonateur composé d'un condensateur et d'une inductance



La fréquence de résonance est donnée par l'équation suivante :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (1)$$

La notion d'impédance électrique est importante lorsqu'il est question d'un circuit résonnant. L'impédance électrique correspond à l'opposition d'une composante électrique au passage d'un courant alternatif à travers celle-ci, donc elle joue un rôle résistif. En effet, l'impédance est une généralisation de la loi d'Ohm $V = RI$ qui correspond plutôt à $V = ZI$. L'impédance est notée Z et est un nombre complexe, puisque des composantes

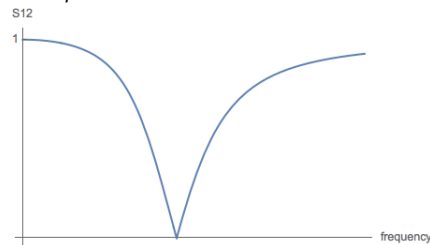
électriques telles que le condensateur ainsi que l'inductance admettent un comportement électromagnétique en fonction d'un courant alternatif, donc d'une fréquence. De plus, ces composantes induisent un déphasage ϕ dans le circuit électrique. On note : l'impédance d'une résistance $Z_R = R$ (impédance complètement réelle, donc aucun déphasage du signal induit), l'impédance d'une inductance $Z_L = i\omega L$ et l'impédance d'un condensateur $Z_C = \frac{1}{i\omega C}$.

L'équation suivante représente la fonction de transfert, donc la fonction qui illustre la résonance du résonateur :

$$S_{12}(\omega) = \sqrt{\frac{1}{1 + \left(\frac{\omega L}{2R(1 - \omega^2 LC)}\right)^2}} \quad (2)$$

où ω est donné par $2\pi f$. L'équation (1) est déduite à partir de la loi de Kirchhoff (ou la loi des mailles) ainsi que par la notion de diviseur de tension. Le graphique suivant montre la fonction de transmission d'un circuit L-C en parallèle (figure 1) :

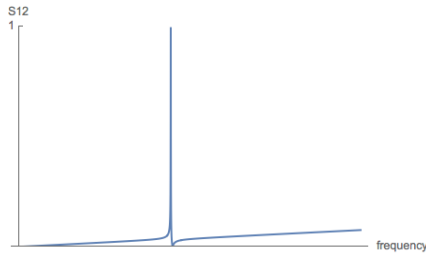
Figure 2 – Fonction de transmission d'un circuit L-C en parallèle [2]



La transmission est maximale (transmission de 1) pour toutes les fréquences qui ne correspondent pas au pic de résonance.

Toutefois, il est intéressant d'observer un important facteur de qualité, donc en couplant en série un condensateur de faible capacité de part et d'autre du résonateur, le signal envoyé dans le circuit est atténué par ceux-ci, mais la résonance est d'autant meilleure. Le graphique suivant montre la fonction de transmission du résonateur lorsque deux condensateurs sont placés en série de part et d'autre de celui-ci :

Figure 3 – Fonction de transmission du résonateur couplé à deux condensateurs



Le facteur de qualité est donné par le ratio entre la fréquence de résonance et la différence des fréquences à mi-hauteur :

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f_{\frac{1}{2}}} \quad (3)$$

III. MATÉRIEL ET MÉTHODES

I. Caractéristiques du résonateur et appareillage

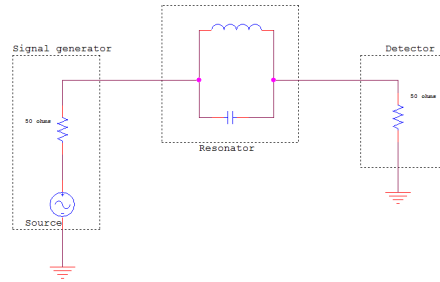
Le résonateur a été conçu par des méthodes de microfabrication, de sorte qu'il puisse être fonctionnel sur une puce de $10mm$ par $10mm$.

Les caractéristiques du dispositif sont les suivantes :

- Substrat d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), communément appelé saphir
- L'épaisseur du substrat est de $0.43mm$
- Le motif qui représente le circuit L-C est fait en nitrate de niobium (NbN)
- L'épaisseur de NbN est de $100nm$
- Les soudures qui relient le porte-échantillon en cuivre et le dispositif sont en aluminium

Le schéma suivant illustre le montage expérimental qui a servi à observer la résonance. En effet, le générateur de signal est un analyseur vectoriel qui peut générer un signal jusqu'à $3GHz$ et des puissances comprises entre $-45dBm$ et $10dBm$. Le détecteur est aussi l'analyseur vectoriel, car le signal parcourt tout le circuit et revient par la suite à l'appareil. Notons que l'impédance d'entrée et de sortie de l'appareil est de 50Ω , ceci pour limiter les réflexions parasites lors du passage du signal.

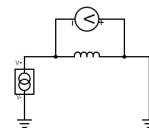
Figure 4 – Circuit électrique de résonance



Il est important de noter que le NbN est un matériau qui présente de bonnes caractéristiques isolantes à température ambiante, c'est-à-dire qu'il est très résistif ($R \simeq 200k\Omega$). Cependant, ce matériau est supraconducteur ($R = 0\Omega$) lorsqu'il est dans l'hélium liquide, c'est donc l'intérêt de travailler à basse température.

Le schéma suivant montre le montage qui a servi à obtenir le courant critique. Le méandre (qui correspond aussi à un méandre) est traversé par un courant CC et un voltmètre en parallèle avec celui-ci mesure la tension aux bornes du méandre et il est placé dans l'hélium liquide. En effet, lorsque le courant qui traverse le méandre dépasse le courant critique, celui-ci chauffe, ce qui crée une résistance, donc perd son caractère supraconducteur :

Figure 5 – Circuit servant à trouver le courant critique



II. Fabrication du résonateur

Le dispositif a été fabriqué à l'aide de procédés de microfabrication impliquant l'utilisation de salles propres. Ces salles sont des endroits à empoussièrement contrôlé, c'est-à-dire que le nombre de particules dans l'air ambiant doit respecter un seuil. Ceci permet d'obtenir des échantillons exempts de poussières et de particules contenues dans l'air pouvant affecter la

qualité des échantillons.

Plusieurs étapes ont été respectées pour la fabrication de l'échantillon :

- Nettoyage du substrat à l'aide d'acétone et d'isopropanol (solvants) dans le bain à ultrasons
- Application de la résine LOR5A pendant 1min à 4000RPM, cuisson à 175°C pendant 10min
- Application de la résine (photosensible) S1805 pendant 1min à 4000RPM, cuisson à 115°C pendant 1min
- Exposition aux rayons ultraviolets du motif du résonateur en *.bitmap* sur la résine photosensible grâce au système de photolithographie optique
- Développement du motif à l'aide du développeur MF319 (solvant)
- Dépôt de NbN sur le substrat par *sputtering* (technique de pulvérisation cathodique pour le dépôt de couches minces évaporées métalliques) à l'aide du PLASSYS
- Soulèvement du métal excédentaire (ne participant pas au motif du résonateur) à l'aide du solvant *remover 1165*

Les figures suivantes montrent la capacité et l'inductance qui composent le résonateur. Évidemment, les deux composantes sont liées l'une à l'autre :

Figure 6 – Condensateur (doigts interdigités) en NbN sur le substrat de saphir après la microfabrication

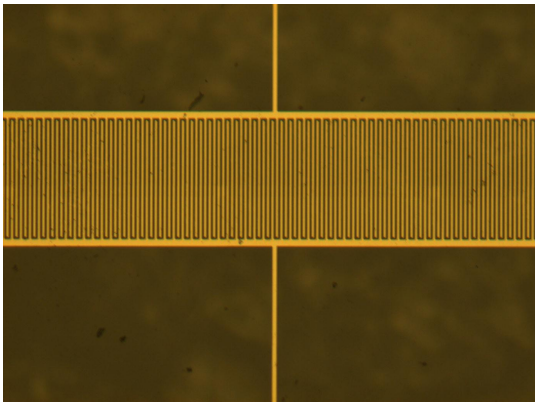
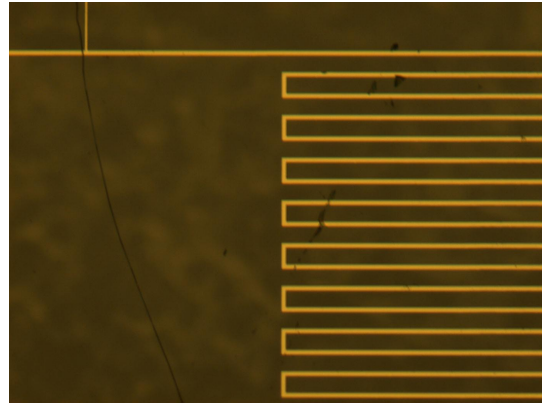


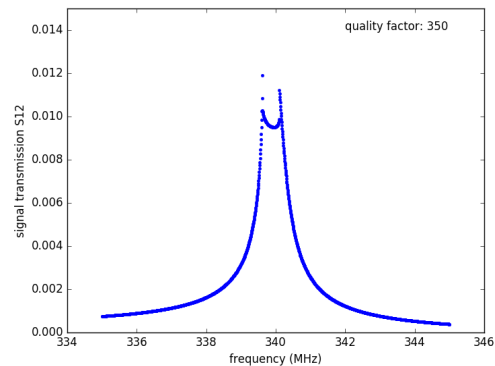
Figure 7 – Inductance (méandre) en NbN sur le substrat de saphir après la microfabrication



IV. RÉSULTATS

En premier lieu, il faut s'assurer que le dispositif présente une résonance claire et calculer le facteur de qualité. Le graphique suivant montre la résonance et le facteur de qualité correspondant au résonateur :

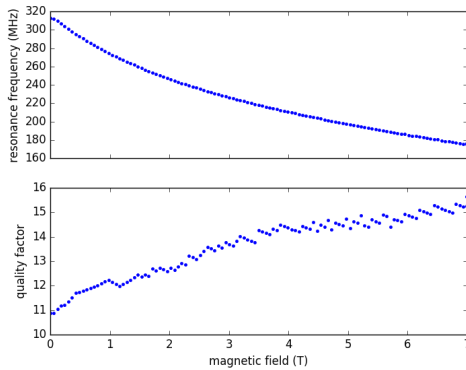
Figure 8 – Mesure de la transmission du résonateur couplé de deux condensateurs à 4K



L'objectif étant de fabriquer un dispositif qui peut résonner en présence d'un fort champ magnétique externe (pour les mesures de RMN), on doit regarder l'effet du champ magnétique externe en fonction de la fréquence de résonance du résonateur, ainsi que l'effet de celui-ci sur le facteur de qualité. Le graphique suivant montre à la fois la fréquence de résonance du résonateur ainsi que le facteur de

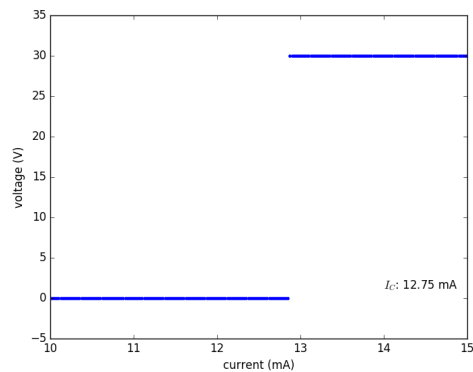
qualité pour des mêmes valeurs de champ magnétique :

Figure 9 – Mesure de la fréquence de résonance et du facteur de qualité en fonction du champ magnétique externe appliqué à 4K



Le dernier graphique montre la courbe courant-tension d'un méandre de NbN . Cette courbe sert à trouver le courant critique pour lequel le NbN change de l'état supraconducteur à l'état normal. Cette information est utile pour connaître la puissance maximale à injecter pour les mesures en RMN pour que le résonateur soit supraconducteur en tout temps. En effet, les mesures de RMN nécessitent une grande puissance d'entrée puisque les signaux détectés sont faibles. La puissance étant proportionnelle au courant, on peut donc savoir quelle gamme de puissances à utiliser :

Figure 10 – Mesure du courant critique du méandre de NbN à partir de la courbe $I - V$ à 4K



V. DISCUSSION

Le premier graphique de la figure 7 montre la résonance du dispositif. Si on se réfère au graphique de la figure 3, on constate que les pics de résonance sont différents. En effet, le pic expérimental présente deux petits pics en son sommet. Cela est probablement dû au fait que la partie imaginaire de l'impédance du circuit présente deux abscisses à l'origine, engendrés par un effet capacitif du méandre qui constitue l'inductance. Si on considère un circuit parfait, sans pertes et sans effets parasites qui dépendent de la fréquence, on aurait un pic de résonance semblable à celui de la figure 3 et ainsi un meilleur facteur de qualité.

De plus, le circuit, bien que supraconducteur (c'est-à-dire $R = 0\Omega$), semble présenter un aspect résistif qui pourrait correspondre à ce qu'on appelle l'effet pelliculaire (ou effet de peau). Ce phénomène est directement lié à la fréquence qui est envoyée dans le circuit. En effet, le courant a tendance à circuler sur les couches externes du méandre, diminuant ainsi la densité de courant dans celui-ci. Ceci engendre ainsi une opposition à la circulation du courant.

Ensuite, le graphique de la figure 8 montre la relation entre à la fois la fréquence de résonance et le facteur de qualité du résonateur en fonction du champ magnétique externe noté B_0 . L'aspect crucial ici est de constater que le résonateur résonne même à champ B_0 élevé. En effet, les mesures en RMN ont parfois intérêt à champ magnétique élevé, puisque les transitions de phases magnétiques des spins sont provoquées à de hauts champs quelques fois. Ainsi, la fonction principale du résonateur est respectée. De plus, le facteur de qualité augmente plus B_0 est élevé, ce qui engendre une meilleure qualité du dispositif.

En sachant cependant que les échantillons qui sont étudiés en RMN possèdent chacun une fréquence de résonance propre par la relation $f_0 = \frac{\gamma}{2\pi} B_0$ où γ est le rapport gyromagnétique donné par $\frac{q}{2m}$ [1], on peut donc ajuster la fréquence de résonance du circuit $L - C$ à la même fréquence de résonance de l'échantillon

étudié en simplement fixant B_0 en en faisant une acquisition en fréquence.

Finalement, le graphique de la figure 9 montre la courbe courant-tension du méandre qui représente l'inductance du résonateur. En effet, le courant critique représente le courant au-delà duquel le résonateur n'est plus supraconducteur et il est déterminé grâce au saut important qui sépare la courbe en deux parties. En effet, la section la plus basse de la courbe montre une pente constante qui représente $R = \frac{V}{I}$ et qui est fixée à 0Ω . Dans cette région, le méandre est supraconducteur, tandis que la section de la courbe la plus élevée présente une pente constante de $2k\Omega$, le méandre

n'est donc plus supraconducteur à partir de $12.75mA$. Ainsi, ce graphique permet d'exciter le résonateur avec une puissance contrôlée et suffisante pour maintenir la supraconductivité du dispositif. Notons que le dispositif est résonant seulement lorsqu'il est supraconducteur.

RÉFÉRENCES

- [1] David J. Griffiths, *Introduction to Electrodynamics*, Pearson, Reed College, 4nd edition, 2013.
- [2] Guy Bernier, *Travaux pratiques I*, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, 2014.