

**Fabrikation und Analyse supraleitender  
diffusionsgekühlter Hot-Electron-Bolometer  
als Terahertz-Heterodyn timer**

**Inaugural-Dissertation**  
zur  
Erlangung des Doktorgrades  
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Universität zu Köln

vorgelegt von  
**Jörg Stodolka**  
aus Bensberg



**Köln 2002**

Berichterstatter:

Prof. Dr. J. Stutzki

Prof. Dr. J. Jolie

Tag der mündlichen Prüfung:

14.01.2003

Forschen und Wissen - Physik

**Jörg Stodolka**

**Fabrikation und Analyse supraleitender  
diffusionsgekühlter Hot-Electron-Bolometer  
als Terahertz-Heterodyn timer**

D 38 (Diss. Universität Köln)

**GCA-Verlag  
Herdecke 2003**

**Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek**

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Copyright GCA-Verlag, Herdecke 2003

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

ISSN 1436-1205

ISBN 3-89863-122-2

GCA-Verlag der GCA mbH, Bahnhofstr. 31, D 58313 Herdecke

Telefon 02330/10520 - Telefax 02330/2207

Internet: [www.gca-verlag.de](http://www.gca-verlag.de) - eMail: [info@gca-verlag.de](mailto:info@gca-verlag.de)

„In gravitational fields there are no such things as rigid bodies with Euclidean properties.“  
„That’s really, really, really damn good to know.“

David Lynch, *The angriest dog in the world*

Umschlagbild:

Mikroskopische Aufnahme eines zerkratzten, verunreinigten  
Quarzsubstrates, beleuchtet von einer Spaltlampe

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Zusammenfassung/Summary</b>	<b>1</b>
1.1 Zusammenfassung . . . . .	1
1.2 Summary . . . . .	3
<b>2 Einleitung</b>	<b>7</b>
2.1 Astronomie im THz-Bereich . . . . .	7
2.2 Detektion von Strahlung . . . . .	8
<b>3 Bolometer als Heterodyn timer</b>	<b>13</b>
3.1 Einführung . . . . .	13
3.2 Heterodyn timer . . . . .	14
3.3 Bolometertypen . . . . .	15
<b>4 Theorie supraleitender HEBs</b>	<b>19</b>
4.1 Einführung . . . . .	19
4.2 Kühlmechanismen . . . . .	20
4.3 Die Strom-Spannungs-Kennlinie . . . . .	24
4.4 Die Widerstand-Temperatur-Kennlinie . . . . .	26
4.5 Das Lumped-Element-Modell . . . . .	30
4.6 Das Hotspot-Modell . . . . .	31
4.6.1 Mathematische Formulierung . . . . .	33
4.6.2 Self heating und Elektrothermisches Feedback . . . . .	36
4.6.3 Mischergewinn (Gain) . . . . .	40
<b>5 Rauschanalyse</b>	<b>43</b>
5.1 Einführung . . . . .	43
5.2 Rauschmechanismen eines HEB . . . . .	44
5.2.1 HEB-Rauschen im Lumped-Element-Modell . . . . .	45
5.2.2 HEB-Rauschen im Hotspot-Modell . . . . .	47

---

<b>6</b>	<b>Fabrikation</b>	<b>49</b>
6.1	Technologische Grundlagen . . . . .	49
6.1.1	Strukturierungsverfahren . . . . .	49
6.1.2	Metalldeposition . . . . .	52
6.2	Frühere Fabrikationsverfahren . . . . .	55
6.2.1	HEB-Fabrikation per Liftoff . . . . .	55
6.2.2	HEB-Fabrikation mit Reaktivionen-Ätzen, Self-Alignment	56
6.3	Der optimierte KOSMA-Fabrikationsprozess . . . . .	56
6.3.1	Einige spezielle Anmerkungen zum Fabrikationsprozess .	64
6.3.1.1	Notwendige Sauberkeit der Sputterblenden . . .	64
6.3.1.2	Aspekte der Mikrostrukturierung mittels EBL . .	65
6.4	ESD-Schutz und HEB-Lebensdauer . . . . .	70
6.5	Leistungsmerkmale der optimierten Fabrikation . . . . .	72
6.6	Transparenz der Au/Nb-Kontaktfläche, Proximityeffekt . . . . .	76
<b>7</b>	<b>Gleichstromcharakterisierung</b>	<b>83</b>
7.1	Widerstand-Temperatur-Verhalten, Wärmeleitung und -kapazität	83
7.2	Zusammenhang zwischen R/T- und I/V-Kennlinien . . . . .	85
7.2.1	Bedeutung für die Deviceauswahl . . . . .	89
<b>8</b>	<b>Heterodynmessungen</b>	<b>91</b>
8.1	Einführung . . . . .	91
8.2	Mischerblock und Deviceeinbau . . . . .	91
8.3	Messaufbau . . . . .	93
8.4	Fourier-Transformations-Spektrometer Messungen . . . . .	94
8.5	Grundlagen zur Bestimmung der Mischercharakteristika . . . . .	96
8.5.1	Y-Faktor Methode und Hot/Cold-Messung . . . . .	96
8.5.2	Komponenten der Empfängerverstärkung . . . . .	97
8.5.3	Komponenten des Systemrauschens . . . . .	98

---

8.6	Kalibration der ZF-Ketten . . . . .	100
8.7	Messung der Systemrauschtemperatur . . . . .	103
8.8	Bestimmung des LO-Leistungsbedarfs . . . . .	112
8.9	Messung der Zwischenfrequenz-Gainbandbreite . . . . .	114
8.9.1	Messaufbau . . . . .	114
8.9.2	Ergebnisse . . . . .	115
8.10	Komponenten des Mischerrauschens . . . . .	117
8.11	Vergleich von Experiment und Theorie . . . . .	121
8.11.1	Vergleich der effektiven Zeit- und Diffusionskonstanten . . . . .	125
8.11.2	Bedeutung des ZF-Lastwiderstands für das Mischen . . . . .	126
8.12	Abschließende Diskussion . . . . .	127
<b>9</b>	<b>Ausblick</b>	<b>131</b>
<b>A</b>	<b>Fabrikationsprozess für HEBs</b>	<b>133</b>
<b>B</b>	<b>Realisierungsmöglichkeiten eines Heterodyn timers</b>	<b>137</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>139</b>
	<b>Danksagung</b>	<b>147</b>
	<b>Erklärung</b>	<b>149</b>
	<b>Kurzzusammenfassung/Abstract</b>	<b>151</b>
	<b>Lebenslauf</b>	<b>153</b>



# 1 Zusammenfassung/Summary

## 1.1 Zusammenfassung

Die Ausweitung der Astronomie in den Terahertz-Bereich erfordert die Entwicklung neuer Detektoren, die hohe Empfindlichkeit und hohes spektrales Auflösungsvermögen vereinen. Das Problem ist hier, dass für Frequenzen oberhalb von 100 GHz keine rauscharmen Verstärker zur Verfügung stehen. Man verwendet daher meist Heterodynempfänger. Bei diesem Empfängertyp wird das einfallende Signal mit einer von einem Lokaloszillator (LO) erzeugten kohärenten Strahlung überlagert und kohärent auf eine niedrigere Frequenz umgesetzt. Diese ist die Differenzfrequenz (Zwischenfrequenz) von Lokaloszillator- und Signalfrequenz und kann bei geeigneter Wahl der LO-Frequenz nahe der Signalfrequenz nachfolgend auch rauscharm verstärkt werden. In einem Heterodynempfänger geschieht der Umsatz der Hoch- auf die Zwischenfrequenz in einem Mischerelement. Für den Einsatz deutlich oberhalb von 1 THz sind supraleitende Hot-Electron-Bolometer derzeit die vielversprechendsten Kandidaten für solche Elemente. Die vorliegende Arbeit beschreibt die Fabrikation und Charakterisierung supraleitender diffusionsgekühlter Hot-Electron-Bolometer (HEB) für Anwendungen in einem Hohlleitermischer.

Ein solches Bolometer ist ein hochempfindlicher Leistungsdetektor und besteht aus einem Niobstreifen (Nb) als supraleitendem Strahlungsabsorber zwischen zwei Goldanschlussstrukturen (Au). Der Supraleiter ist so dünn gewählt (10-20 nm), dass Elektronengas und Gitter entkoppeln und damit einfallende Photonen nur das Elektronengas erhitzen. Die lokale Erhöhung der Temperatur im Supraleiter oberhalb der Sprungtemperatur und die damit verbundene Phasenänderung kann als Widerstandsänderung gemessen werden. Die heißen Elektronen ('hot electrons') diffundieren dann aus dem Niob in die als Wärmesenken dienenden Gold-Anschlüsse und das System kühlt wieder ab. Die Effektivität der Kühlung bestimmt dabei die Reaktionszeit des Bolometers, innerhalb der es auf Änderungen der eingestrahlten Leistung reagieren kann. Sie ist im Wesentlichen durch die Länge des Supraleiterstreifens und die Transparenz des Nb/Au-Übergangs gegeben. Dadurch ist auch die maximale Frequenz der Leistungsänderung bestimmt, der das Bolometer noch folgen kann und damit die beim Frequenzmischen größte mögliche Frequenzdifferenz. Für astronomische Beobachtungen sind Zwischenfrequenzbandbreiten von mehreren GHz gewünscht, da gerade bei der Beobachtung von Galaxien stark dopplerverbreiterte Spektrallinien mit Breiten bis in den GHz-Bereich auftreten können. Damit ist ein extrem schnelles und empfindliches Bolometer gefordert mit einer Reaktionszeit von wenigen zehn Pikosekunden. Unter Berücksichtigung materialspezifischer Konstanten und der Geometrie des Bolometers ergibt sich daraus für Nb als Supraleiter eine Bolometerlänge im Bereich von 100 nm. Die Fertigung eines diffusionsgekühlten HEBs stellt damit höchste Anforderungen an die Mikrostrukturierung und kann nur unter Verwendung von Verfahren der industri-

ellen Halbleiterfertigung durchgeführt werden. Darüberhinaus geschieht die Strukturdefinition mittels Elektronenstrahlithographie.

Im Rahmen dieser Arbeit ist es gelungen, ein reproduzierbares Fabrikationsverfahren für diffusionsgekühlte HEBs zu etablieren. Die Belichtungsparameter der Elektronenstrahlithographie wie auch die Entwicklungszeiten des Lacks wurden optimiert, so dass nun kleinste Strukturen mit lateralen Abmessungen um 100 nm auch ohne die Verwendung eines Zweilagigen-Resists zu erhalten sind. Der wesentliche Vorteil dabei ist die Vermeidung von hohen Prozesstemperaturen, die zu intermetallischer Diffusion und damit zur Verminderung der Filmqualität führen können. Die Bolometerbrücke selbst wird unter Verwendung einer Ätzmaske aus einer großflächigen Niobschicht in einem Reaktivionen-Ätzschritt herausgeätzt. Zur Optimierung der Transparenz des Nb/Au-Kontaktes ist diese großflächige Nb-Schicht durch eine dünne Au-Schicht vor Oxidation geschützt. Der Wechsel des Maskenmaterials von Gold zu Aluminium brachte den entscheidenden Vorteil, die Maske nach dem Ätzen nasschemisch ohne Beeinträchtigung des darunter befindlichen Niobs entfernen zu können. Die Einführung zusätzlicher Kühlpausen während der Ätzschritte resultierte in einer weiteren Verbesserung der Filmqualität durch Verminderung der intermetallischen Diffusion. Die hergestellten Elemente wurden in DC-Messungen charakterisiert. Da Heterodynmessungen im Vergleich viel aufwändiger sind, wurde versucht, Kriterien zu finden, die Aufschluss über die Tauglichkeit der einzelnen Bolometer als Mischerelemente schon aus diesen DC-Messungen geben können. Als wesentlich stellte sich der Verlauf der Widerstand-Temperatur-Kennlinie heraus. Diese liefert neben einer Aussage über die Niobqualität auch Informationen über die Homogenität der Brücke wie über die Transparenz des Nb/Au-Kontaktes. Durch die Etablierung des neuen Fabrikationsprozesses sind nun die Voraussetzungen für eine systematische Untersuchung supraleitender HEBs geschaffen. Die durchgeführten Heterodynmessungen eines Bolometers mit den Abmessungen  $(170 \times 150 \times 12) \text{ nm}^3$  sind die bislang umfangreichsten Charakterisierungen des Mischverhaltens eines Hot-Electron-Bolometers am I. Physikalischen Institut der Universität zu Köln. Dabei wurde bei 880 GHz Lokaloszillatorfrequenz und einer Zwischenfrequenz von 1 GHz bei einer Badtemperatur von 4.7 K eine minimale DSB-Systemrauschtemperatur von 2200 K gemessen. Der DSB-Mischergain betrug -15 dB. Durch weiteres Abkühlen auf 3 K reduzierte sich die Rauschtemperatur um die Hälfte auf 1100 K, während sich der Mischergain verdoppelte auf -12 dB. Als Zwischenfrequenzbandbreite wurden im rauschärmsten, stabilen Biaspunkt (0.3 mV, 2200 K) 3.7 GHz gemessen.

Für diffusionsgekühlte HEBs sind diese Ergebnisse momentan 'state-of-the-art'. Es sind zwar schon deutlich niedrigere Rauschtemperaturen unterhalb von 1000 K von anderen Gruppen gemessen worden, diese Resultate ließen sich jedoch später nicht mehr reproduzieren. Ohnehin haben Probleme in der Prozessentwicklung dazu geführt, dass viele Gruppen die Herstellung diffusionsgekühlter Bolometer aufgegeben haben. Mit dem in dieser Arbeit vorgestellten Verfahren ist es uns als momentan zwei-

ter Gruppe weltweit neben dem Jet Propulsion Laboratory möglich, reproduzierbar solche Bolometer herzustellen.

Für einen Vergleich der experimentell erhaltenen Ergebnisse mit Vorhersagen der Theorie wurden zwei theoretische Ansätze herangezogen. Beim 'Lumped-Element'-Modell wird das Bolometer in Näherung als konzentriertes Element angesehen. Damit wird das Verhalten des HEBs immer auf eine Änderung der Eigenschaften des gesamten Supraleiters zurückgeführt. Im Unterschied dazu wird im 'Hotspot'-Modell von der Existenz einer Temperaturverteilung ausgegangen, die zur Ausbildung eines normalleitenden Hotspots in der supraleitenden Brücke führt und damit eine Unterscheidung der Brücke in normal- und supraleitende Bereiche zur Folge hat. Der Vergleich der Ergebnisse aus Simulationsrechnungen mit dem Experiment legt nahe, dass die Physik mit dem Hotspot-Modell besser beschrieben wird. So zeigen die Vorhersagen des Mischergains in beiden Modellen einen deutlichen Offset von 10 dB, der Verlauf mit der Spannung entspricht im Hotspot-Modell jedoch besser dem experimentellen Ergebnis. Offensichtlich ist das Hotspot-Modell ein sinnvoller Ansatz, der aber noch einer Weiterentwicklung bedarf. Dies wird deutlich in der Simulation der Strom-Spannungskennlinien. Hier treten gerade in dem Bereich Abweichungen von den realen, gemessenen Kennlinien auf, in dem sich der optimale Arbeitspunkt des HEBs befindet. Diese Abweichungen führen auch zu einer deutlichen Überschätzung des Mischergains. Es sind somit noch weitere physikalische Vorgänge, insbesondere die Physik an Supraleiter/Normalleiter-Grenzflächen, in das Modell mit einzubeziehen.

## 1.2 Summary

Expanding astronomical observations to the **far infrared** (FIR) above 1 THz promises new insights into the process of star formation and the galactic evolution. For FIR astronomy new detectors of high resolution and sensitivity have to be developed. As no low-noise amplifiers are available above 100 GHz heterodyne receivers are used. For heterodyne detection the weak incoming signal is combined with a strong signal locally generated by a **local oscillator** (LO). The resulting signal shows a power modulation at the **intermediate frequency** (IF) which is the difference frequency between the superposing signals. The IF can be amplified without adding much noise to the signal. Downconversion of the signal to be detected takes place in a mixer. Superconducting Hot-Electron-Bolometers have become established as sensitive mixer devices in the THz region. This work describes the fabrication and characterization of superconducting diffusion-cooled Hot-Electron-Bolometers (HEB) for applications in a waveguide mixer at 800 - 900 GHz.

A diffusion-cooled HEB is a highly sensitive power detector consisting of a superconducting strip of niobium (Nb) between two normal conducting heat-sinks of 70 nm gold (Au). The Nb strip is very thin (10 -12 nm), so that only the electron gas is heated by absorbed photons creating hot electrons. The local increase of temperature above

the critical temperature of the superconductor leads to a change of device resistance. The hot electrons diffuse out of the bridge into the normal conducting heat sinks and the bolometer cools down. The cooling efficiency limits the speed of the device and is described by the thermal response time  $\tau$  which stands for the element's reaction time. For a diffusion-cooled HEB of a given thickness,  $\tau$  is mainly determined by bolometer length and transparency of the Nb/Au interface. It limits the response up to a maximum intermediate frequency, i. e. a maximum frequency of power change the bolometer can follow. To meet the requirements for astronomical applications such as SOFIA, thermal response times down to several tenths of picoseconds are needed to achieve intermediate frequencies up to 8 GHz. This is due to the fact that doppler-broadened spectral lines of galaxies show linewidths in the GHz-region. Taking into account the device geometry and specific constants of Nb the bolometer length has to be very short down to 100 nm. The fabrication of a diffusion-cooled HEB can only be achieved by the use of nanotechnology such as **Electron-Beam-Lithography** (EBL).

We have established a reproducible fabrication process for diffusion-cooled HEBs. Small structures are patterned by EBL using over-exposure and over-development to achieve small lateral device dimensions down to 100 nm. This procedure has the advantage of keeping the temperature for baking the resist at low 120 °C and thus avoiding strong intermetallic diffusion which would be supported by the use of two-layer resists requiring higher baking temperatures. The bolometer bridge is etched out of a Nb blanket layer in a reactive-ion etch (RIE) using an aluminum (Al) strip as etch mask. A thin Au contact layer in-situ deposited over the Nb blanket layer is used to prevent the Nb from oxidation and to ensure an optimum transparency of the Nb/Au interface between bridge material and Au heat sinks. The advantage of using Al instead of Au as material of the etch mask is a very simple and selective removal of the Al after definition of the bridge. A wet etch can be used that is rather tolerant against thickness variations of the etch mask and does not show any effect on the Nb. The introduction of cooling breaks during the RIE steps lead to a further improvement of the film quality by preventing intermetallic diffusion. The fabrication process presented in detail in this thesis leads to a yield of approx. 70 % per batch.

The fabricated bolometers are characterized in DC-measurements. Those experiments are much easier to perform than heterodyne measurements and device preparation is much less complicated. Hence we tried to find criteria for a preselection of elements that are suitable for heterodyne measurements. The shape of the resistance vs. temperature characteristic proved to be an important indicator for device quality: It gives information on film quality, the homogeneity of the bolometer bridge and on the transparency of the Nb/Au interface. With a reproducible fabrication process at hand systematic experiments on the heterodyne behavior of our HEBs are finally made possible. We have performed heterodyne measurements of an HEB of dimensions (170 x 150 x 12) nm<sup>3</sup> in a fixed tuned waveguide mixer at 786, 820 and 880 GHz at bath temperatures of 4.7 K and 3 K. At an LO frequency of 880 GHz at 1 GHz intermediate frequency the minimum DSB noise temperature was 2200 K. The DSB mixer gain was measured

to be -15 dB. Reducing the bath temperature to 3 K resulted in an decrease of noise temperature to 1100 K, while the gain increased to -12 dB. The 3 dB IF-Bandwidth at optimum (i.e. stable, low noise) bias was measured to be 3.7 GHz. We compare the results of our measurements with predictions of two different theories. The 'lumped-element'-model is a simple model assuming the whole bolometer bridge is at the same temperature. In the framework of this theory the HEB is treated as a transition-edge bolometer operated in the center of the R/T-transition from superconductivity to normal conductivity. According to this model a change of mixer characteristics is due to a change of properties of the whole bolometer. The hotspot model takes into account the presence of a temperature distribution that separates the bolometer bridge into a normal conducting region near the center of the bridge and two superconducting parts adjacent to the heat sinks.

Comparing simulations with values obtained in our experiments show better agreement with the hotspot model. Still both theories overestimate the mixer gain by 10 dB but the change of gain with the bias voltage is better approximated by the hotspot model. In conclusion the hotspot model can be seen as a first step to understand the physical behavior of a bolometer in a heterodyne measurement. Its main problem is the unsatisfactory approximation of the current-voltage characteristics at low bias voltages where the HEB is biased. This shows that more physical aspects, especially Andreev reflection at superconductor/normalconductor-interfaces, have to be implemented.