

# Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

Fakultät für Mathematik und Physik

BACHELORARBEIT

im Studiengang Nanotechnologie vorgelegt von

#### Philipp Luca Hoffmann

an den Prüfer Dr.-Ing. Mark Bieler

2023

Herstellung und elektrische Charakterisierung strukturierter dünner Niobschichten für supraleitende Nanodraht-Einzelphotonendetektoren



Die Bachelorarbeit wurde von Philipp Luca Hoffmann ausgeführt an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig unter der Betreuung von Dr. rer. nat. Alexander Fernández Scarioni und Dr. Sebastian Raupach

DOI: 10.15488/14438

# Abstract

This bachelor thesis deals with the fabrication and electrical characterisation of nanostructured niobium thin films to be used as precursors for superconducting nanowire single photon detectors (SNSPDs). Different fabrication processes were ivestigated to derive possible effects of the processes on the superconducting properties. The superconducting properties were measured using two cryostats and four-point resistance measurements, and a critical temperature, critical current (at 5 K) and residual resistance ratio could be determined for the structures. The author shows that a protective layer on the thin niobium films is required to achieve high values for the critical temperature, critical current and residual resistance ratio. The results also show that a two-nanometre thin gold-palladium layer can significantly improve these values, although it might lead to residues during etching. In addition, the author discusses the influence of the hard mask materials used on the properties of the niobium layers. Finally, the author recommends further quantitative analysis to confirm his qualitative results and to investigate other mask materials that could improve the process. Overall, the work makes an important contribution to the development of advanced quantum technologies and SNSPDs in particular. The work was carried out at the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig, Germany.

## Kurzzusammenfassung

Diese Bachelorarbeit befasst sich mit der Herstellung und elektrischen Charakterisierung von nanostrukturierten Niob-Dünnschichten, die als Precursor für supraleitende Nanodraht-Einzelphotonendetektoren (SNSPDs) verwendet werden sollen. Es wurden unterschiedliche Fertigungsprozesse untersucht, um mögliche Effekte der Prozesse auf die supraleitenden Eigenschaften ableiten zu können. Die supraleitenden Eigenschaften wurden mittels zweier Kryostate und Vier-Punkt-Widerstandsmessungen gemessen und es konnten kritische Temperatur, kritischer Strom (bei 5 K) und Restwiderstandsverhältnis für die Strukturen bestimmt werden. Der Autor zeigt, dass eine Schutzschicht auf dem dünnen Niobfilm erforderlich ist, um hohe Werte für die kritische Temperatur, den kritischen Strom und das Restwiderstandsverhältnis zu erreichen. Die Ergebnisse zeigen auch, dass eine zwei Nanometer dünne Gold-Palladium-Schicht diese Werte erheblich verbessern kann, obwohl sie beim Ätzen Rückstände hinterlassen kann. Darüber hinaus diskutiert der Autor den Einfluss der verwendeten Hartmaskenmaterialien auf die Eigenschaften der Niebschichten. Schließlich empfiehlt der Autor weitere quantitative Analysen, um seine qualitativen Ergebnisse zu bestätigen und andere Maskenmaterialien zu untersuchen, die den Prozess verbessern könnten. Insgesamt leistet die Arbeit einen wichtigen Beitrag zur Entwicklung fortgeschrittener Quantentechnologien und insbesondere von SNSPDs. Die Arbeit wurde an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig, Deutschland, durchgeführt.

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich für die breite Unterstützung und Motivation bei der Erstellung dieser Bachelorarbeit bedanken.

Zuerst möchte ich mich bei Dr.-Ing. Mark Bieler für die Ermöglichung dieser Arbeit sowie für die Begutachtung dieser Arbeit bedanken. Ein besonderer Dank gilt Dr. rer. nat. Alexander Fernández Scarioni für die hervorragende Betreuung, ich konnte viel lernen und möchte mich für das immer offene Ohr bedanken. Außerdem möchte ich mich bei meinem Co-Betreuer Dr. Sebastian Raupach für seine Ideen und Ratschläge sowie die Vermittlung bedanken, ohne die diese Bachelorarbeit nicht zustande gekommen wäre.

Ein weiterer Dank gilt Fabian Kaap, Christoph Kißling, Asen Lyubenov Georgiev, Victor Gaydamachenko und Dr. Lukas Grünhaupt für die vielen bereichernden Diskussionen und Tipps.

Außerdem möchte ich mich bei Dr. Hao Tian und Dr. Silke Wolter für die hilfreichen Tipps bei der Erstellung von Skizzen und Schaltplänen bedanken.

Ein großes Dankeschön geht an Kathrin Störr und Maikel Petrich für ihr immer offenes Ohr und die viele Hilfe im Reinraumzentrum der PTB. Weiterhin möchte ich mich bei Rolf-Werner Gerdau, Peter Hinze und Dr. Thomas Weimann für die Hilfe im Reinraum bedanken.

Weiterhin danke ich Dr. Dr. Oliver Kieler für die Bereitstellung des Kryostaten sowie Michel Schröder für die Hilfe bei der Arbeit mit dem Kryostat.

Ein besonderer Dank gilt dem Evangelischen Studienwerk Villigst, ohne dessen finanzielle und breite ideelle Unterstützung diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Ein herzlicher Dank gilt auch meinen Eltern, meiner Schwester und meinen Freunden für die stetige Unterstützung und den mentalen Rückhalt.

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung									
2.	Theorie									
	2.1.	Grundlagen der Supraleitung	3							
		2.1.1. Superconducting Nanowire Single-Photon-Detector	8							
	2.2.	Prozesstechnologien in der Nanoproduktionstechnik	10							
		2.2.1. Lithografie	11							
		2.2.2. Physikalische Depositionsverfahren	14							
		2.2.3. Ätzverfahren	16							
3.	Met	hoden	19							
	3.1.	Herstellung von supraleitenden Nanodrähten	19							
		3.1.1. Gesamtübersicht des Prozessablaufs	20							
		3.1.2. Abscheidung von Schichten - Schritt 1	20							
		3.1.3. Marker-Erstellung - Schritt 2	21							
		3.1.4. Niob-Strukturierung - Schritt 3	22							
		3.1.5. Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4	24							
		3.1.6. Sägen und Bonden - Schritt 5	24							
		3.1.7. Prozessbegleitende Messungen	25							
	3.2.	Prozessvariation der Herstellung								
		3.2.1. Struktur-Layout	27							
	3.3.	Elektrische Charakterisierung und Messplatzaufbau	28							
		3.3.1. Elektrische Messungen	28							
		3.3.2. Messplatzaufbau 1	30							
		3.3.3. Messplatzaufbau 2	32							
	3.4.	Messplan	33							
4.	Aus	wertung und Diskussion	36							
	4.1.	Mäander-Struktur	47							
	4.2.	Wafer 7 <sup>*</sup> und Wafer 8 <sup>*</sup>	49							
5.	Fazi	t und Ausblick	53							



Α.	Proz	essabla	auf	55				
	A.1.	Prozes	sablauf Wafer 2	55				
		A.1.1.	Lagenabscheidung - Schritt 1	55				
		A.1.2.	Marker-Erstellung - Schritt 2	55				
		A.1.3.	Niob-Strukturierung Schritt 3	56				
		A.1.4.	Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4	57				
		A.1.5.	Sägen und Bonden - Schritt 5	58				
	A.2.	Prozes	sablauf Wafer 6	59				
		A.2.1.	Lagenabscheidung - Schritt 1	59				
		A.2.2.	Marker-Erstellung - Schritt 2	60				
		A.2.3.	Niob-Strukturierung Schritt 3	61				
		A.2.4.	Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4	62				
		A.2.5.	Sägen und Bonden - Schritt 5	63				
B.	Ausv	werte-S	kripte in Python	65				
C.	Defi	nition o	les Bestimmtheitsmaßes	69				
D.	D. Interne Bezeichnungen     70							

# 1. Einleitung

Der Bereich der Quantentechnologie ist ein Gebiet des rasch wachsendem Interesses und wachsender Entwicklung [TJS20]. Insbesondere *Quantumcomputing* ist aufgrund ihres Verbesserungs-Potentials für Optimierungsaufgaben [Vik+20], Simulationen [Cha+23], maschinelle Lernverfahren [Bia+17] wie auch der Quantenkryptographie [Eke91] zu einem immer wichtigeren Thema geworden. Eine Schlüsselkomponente der Quanteninformatik ist die Entwicklung von Hochleistungs-Einzelphotonendetektoren [Eis+11]. Supraleitende Nanodraht-Einzelphotonendetektoren (SNSPDs) haben sich aufgrund ihrer hohen Detektionseffizienz, ihres geringen Rauschens und ihrer schnellen Reaktionszeit als einer der vielversprechendsten Kandidaten für die Detektion einzelner Photonen erwiesen [HI19].

Diese Arbeit befasst sich mit der Herstellung und elektrischen Charakterisierung von dünnen Niobschichten als Vorstufe für ein SNSPD, die im Reinraumzentrum der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) hergestellt und in einem Kryostaten getestet wurden. Die Arbeiten wurden im Rahmen des Forschungsprojektes Quantum-Valley-Lower-Saxony (QVLS bzw. projektspezifisch QVLS-Q1-T1.3-Raupach/Bieler) durchgeführt, das den Bereich der Quantentechnologien in Niedersachsen entwickeln und fördern soll. Ziel dieser Vorarbeiten ist es, wichtige Grundlagen für die Prozessierung von strukturiertem, dünnem Niob zu legen, um später einen SNSPD als Sensor in einem Ionenfallen-Quantencomputer-Demonstrator einsetzen zu können.

Im zweiten Kapitel dieser Arbeit werden die theoretischen Hintergründe und Grundlagen der Supraleitung und SNSPDs sowie der typischer Prozesse in der Nanotechnologie dargestellt. Im dritten Kapitel wird zunächst die Herstellung und Prozessvariation der Niob-Dünnschichten dargestellt und anschließend auf die elektrische Charakterisierung eingegangen, wobei auch der Messplatzaufbau mit Kryostat beschrieben wird. Anschließend werden die Messergebnisse und die Auswirkungen verschiedener Prozessvariationen auf diese diskutiert. Abschließend werden im fünften Kapitel die Schlussfolgerungen und Zukunftsaussichten dieser Arbeit erörtert und Empfehlungen zur weiteren Verbesserung der Prozessentwicklung für dünne Niobschichten gegeben.

Insgesamt behandelt diese Arbeit eine detaillierte Untersuchung der Herstellung und elektrischen Charakterisierung von dünnen Niob-Strukturen als Vorstufe von SNSPDs, die wichtige Komponenten für die Entwicklung fortschrittlicher Quantentechnologien sind. Die Ergebnisse dieser



Forschung können wertvolle Erkenntnisse für die Verbesserung von Niob-basierten SNSPDs und für die Entwicklung von Ionenfallen-Quantencomputern liefern, die das Potenzial haben, die Welt des Rechnens zu revolutionieren.

# 2. Theorie

Ziel dieses Kapitels ist es, die theoretischen Grundlagen zu liefern, die im weiteren Verlauf dieser Arbeit Gegenstand der Diskussion sein werden. Dabei wird im ersten Abschnitt allgemeiner auf die Supraleitung und anschließend im speziellen auf die Funktionsweise und die Typen von *Superconducting-Nanowire Single-Photon-Detectors* (im folgenden abgekürzt als *SNSPDs*) eingegangen. Im zweiten Abschnitt des Kapitels werden die verschiedenen Prozesstechnologien zur Mikro- und Nanostrukturierung vorgestellt, die zur Herstellung der Strukturen verwendet wurden.

# 2.1. Grundlagen der Supraleitung

Beim Ubergang eines Materials vom normalleitenden in den supraleitenden Zustand treten mehrere Effekte auf, von denen der nicht mehr messbare Widerstand der bekannteste ist. Dieser Effekt darf jedoch nicht als Ausbildung eines idealen Leiters missverstanden werden, sondern als Ausbildung eines idealen Diamagneten, der ebenfalls keinen Widerstand aufweisen darf [MO33]. Dabei ist dies nur einer von mehreren Effekten rund um die Supraleitung. Unter anderem wird diese bei bestimmten Temperaturen und auch Magnetfeldern zusammenbrechen, welches im folgenden verdeutlicht wird.



Abb. 2.1.: Schematische Darstellung der Cooper-Paarung. a) Das Elektron 1 zieht die Atomrümpfe des Gitters an, bewegt sich aber weiter. b) Durch diese elektrostatische Anziehung und die Trägheit der Atomrümpfe bildet sich eine positive Ladungsmulde.
c) Durch diese positive Ladungsmulde wird ein weiteres Elektron angezogen, diese beiden Elektronen bilden eine attraktive Wechselwirkung, wobei die Bewegung der Atomrümpfe (virtuelles Phonon) das Austauschteilchen bildet (aus [GM18]).



Zur Erklärung der Supraleitung gibt es mehrere Theorien, wobei hier vorrangig auf die (phänomenologische) Beschreibung durch die London'schen Gleichungen Bezug genommen und die vereinfachte, elementare Aussage der Bardeen-Cooper-Schrieffer-Theorie (kurz: BCS-Theorie) aufgezeigt wird. Dabei wird zunächst eine einfache, aber auch praktische Vorstellung von Supraleitung gegeben und diese dann anhand der London'schen Gleichungen für bestimmte Effekte verwendet. Grundlage der BCS-Theorie ist die Idee der Bildung sogenannter Cooper-Paare, die man sich wie folgt vorstellen kann: Ein Elektron bewegt sich durch das Gitter, wobei sich die positiv geladenen Atomrümpfe der Gitteratome zu dem Elektron hinziehen (Abb. 2.1a). Aufgrund der Trägheit der Atomrümpfe bilden diese auch nach dem Durchgang des Elektrons noch für kurze Zeit eine positive Ladungsansammlung (Abb. 2.1b), die als Potentialmulde für ein weiteres Elektron dient (Abb. 2.1c) [Frö52]. Die Coulomb-Abstoßung des ersten und des nachfolgenden Elektrons ist wegen der großen zeitlichen und damit räumlichen Distanz (10 bis 100 nm nach [GM18]) und der sonstigen Abschirmung des Gitters gering [BS51]. Durch dieses "Folgen" des zweiten Elektrons entsteht eine Bindung zwischen diesen beiden Elektronen, wobei die als Phonon quantisierte Gitterschwingung das Austauschteilchen bildet [Coo56]. Damit ist die Grundidee der Cooper-Paarung erklärt. Die BCS-Theorie geht noch einen Schritt weiter und spricht davon, dass das Fermi-Gas der Elektronen zu einem Zwei-Phasen-Gemisch wird. Die zweite Phase wird von Cooper-Paaren gebildet, die aufgrund des ganzzahligen Gesamtspins der beiden Elektronen eine makroskopische Materiewelle bilden (in den meisten Fällen als Singulett-Zustand mit dem Gesamtspin s = 0 bezeichnet [GM18]).

#### Kritische Temperatur $T_c$

Nun kann man die bisherige Betrachtung der Cooper-Paare weiterführen und sich fragen, warum dieser Effekt nur bei niedrigen Temperaturen auftritt und bei Temperaturerhöhung an einem bestimmten Punkt, der kritischen Temperatur oder auch Sprungtemperatur, zusammenbricht. Der Grund liegt darin, dass die gebildeten Cooperpaare durch den Energieeintrag aus der Umgebung oberhalb der kritischen Temperatur wieder aus ihrer Bindung gelöst werden [BK13]. Dadurch kondensieren nicht genügend Elektronen in der supraleitenden Phase. Unterhalb der kritischen Temperatur kondensieren mehr Elektronen als in die andere Phase "verdampfen". Wie bereits sprachlich angedeutet, kann man dies auch in Analogie zu einem Phasenübergang zwischen flüssig und gasförmig sehen. Nach dem Duschen kondensiert das Wasser am (relativ gesehen) kalten Spiegel, weil das Wasser dort in eine energetisch günstigere Nahordnung eintritt. Wäre der Spiegel dagegen warm, würde das Wasser dort nicht kondensieren, da die Wassermoleküle durch die thermische Anregung des Spiegels zu schnell für eine Nahordnung werden [Bin+16]. Es sind also entsprechend niedrige Temperaturen erforderlich, damit die Supraleitung einsetzt. Darüber hinaus hängt die kritische Temperatur auch entscheidend vom Material und von der Reinheit des Materials ab, wofür es verschiedene Erklärungen gibt. Unter anderem spielen die Veränderung des Gitters bzw. Gitterdefekte und die unterschiedliche Anzahl der Valenzelektronen der Störatome eine Rolle [BK13].



#### Kritischer Strom *I*<sub>c</sub>

Der kritische Strom hängt mit dem kritischen Magnetfeld  $B_c$  zusammen. Supraleiter verdrängen bei Annäherung an einen idealen Diamagneten ein äußeres Magnetfeld fast vollständig aus ihrem Inneren. Dies ist der sogenannte Meißner-Ochsenfeld-Effekt.[MO33] An der Oberfläche bilden sich Supraströme (mit der Suprastromdiche  $J_S$ ), die ein entsprechendes Gegenfeld aufbauen und damit das Innere des Supraleiters magnetfeldfrei halten. Allerdings haben die Supraströme an der Oberfläche eine endliche Eindringtiefe, so dass Magnetfeldlinien in den Supraleiter eindringen. Dies wird physikalisch durch die zweite London'sche Gleichung beschrieben [LL35] [GM18]:

$$\vec{\nabla} \times \left(\frac{m_S}{n_S \cdot q_S^2} \cdot \vec{J_s}\right) + \vec{B} = 0 \tag{2.1}$$

 $m_S$ =Masse eines Cooper-Paars,  $n_S$ =Anzahl Cooperpaare,  $q_S$ =Ladung eines Cooper-Paars

Sowohl das eindringende Magnetfeld als auch der Suprastrom nehmen im Inneren des Supraleiters exponentiell ab. Die Konstante in der exponentiellen Abschirmfunktion ist die London'sche Eindringtiefe  $\lambda_L$ . Liegt beispielsweise ein homogenes Magnetfeld in z-Richtung vor und ist die Oberfläche-normale eines Supraleiters parallel zur x-Achse, so ergibt sich die Lösung der zweiten London'schen Gleichung, mit der magnetischen Feldkonstante  $\mu_0$ , wie folgt:

$$B_z(x) = B_0 \cdot e^{-x/\lambda_L} \text{ mit } \lambda_L = \sqrt{\frac{m_S}{\mu_0 n_S q_S^2}}$$
(2.2)

Nach dieser Betrachtung fließen die Cooper-Paare bzw. der Suprastrom nur in der Nähe der Oberfläche des Supraleiters. Nun stellt sich die Frage, wie groß das Feld werden kann, denn um das magnetische Feld zu verschieben, muss Arbeit aufgewendet werden, und diese kann nicht unendlich groß werden, da sonst unendlich viel Energie aufgewendet werden müsste. Dies widerspricht dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik. Es gibt also ein Feld, bei dem sich die Verdrängungsarbeit und die durch die Kondensation der Elektronen zu Cooper-Paaren gewonnene Energie aufheben. Dies ist das kritische Feld  $B_c$  [GM18]. Aus der vorangegangenen Diskussion über die kritische Temperatur ist auch schnell ersichtlich, dass das kritische Feld ebenfalls temperaturabhängig ist, da sich bei niedrigeren Temperaturen eine höhere Anzahl an Cooperpaaren bildet. Dadurch ist die absolut verfügbare Kondensationsenergie höher und es kann mehr Verdrängungsarbeit geleistet werden. Aus dieser Veranschaulichung und einer empirischen Näherung ergibt sich folgender Zusammenhang für das kritische Feld und die Temperatur [BK13]:

$$B_c(T) = B_c(0) \cdot \left(1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2\right)$$
(2.3)

Aus der Kenntnis des kritischen Feldes kann nun der kritische Strom definiert werden. Der kritische Strom induziert nämlich ein eigenes Magnetfeld, das durch den Meißner-Ochsenfeld-Effekt ebenfalls aus dem Supraleiter verdrängt wird. Es gibt also eine Begrenzung der Suprastromdichte



durch das kritische Feld. Aus der zweiten London'schen Gleichung und der Geometrie des Supraleiters ergibt sich ein kritischer Strom. Dieser kritische Strom, der sich aus der London'schen Gleichung ableiten lässt, ist in der Regel größer als der gemessene. Dies liegt daran, dass es einen weiteren begrenzenden Effekt auf den Supraleiterstrom gibt, der in den London'schen Gleichungen nicht auftaucht bzw. als konstant angenommen wird. Es handelt sich um die Bildung und Zerstörung von Cooper-Paaren in Abhängigkeit von der Stromstärke. Die Zerstörung der Cooper-Paare nimmt mit höheren Strömen zu, da die zusätzlich eingeprägte kinetische Energie des Stromes die Kondensationsenergie bzw. Bildungsenthalpie der Cooper-Paare übersteigt und diese zerstört (siehe unter "BCS-kritische-Stromdichte" in [GM18]). Daraus ergeben sich zwei Faktoren, die den Strom, der durch den Supraleiter fließen kann, begrenzen. Aus der BCS-Theorie lässt sich auch eine Formel ableiten, die die kritische Stromdichte angibt, die aber meist nur zur Abschätzung geeignet ist, da Gitterfehler und die Bewegung der Flusslinien ebenfalls zu starken Abweichungen führen können [GM18].

Insbesondere beim kritischen Strom wirken sich Gitterfehler negativ aus, da sie die lokale Cooper-Paar-Dichte stark reduzieren. Dadurch wird der supraleitende Strom in diesen lokalen Bereichen räumlich eingeengt und kann ggf. die kritische Stromdichte überschreiten. Daher ist es nicht nur für eine hohe kritische Temperatur, sondern auch für einen hohen kritischen Strom notwendig, möglichst fehlerarme Schichten herzustellen [Cha18].

#### Shubnikov-Phase



Abb. 2.2.: Ab einer bestimmten externen Magnetfeldstärke ( $\mu_0 H_{ext}$ ) bilden sich sog. "Flussschläuche" als Kreis-Supraströme im Supraleiter (aus [GM18]).

Ergänzend zur Betrachtung des kritischen Feldes sei darauf hingewiesen, dass neben dem Meißner-Ochsenfeld-Effekt bei bestimmten Supraleitern noch ein weiterer Effekt auftreten kann, nämlich die sogenannte Shubnikov-Phase [Abr57]. Dabei dringen partiell magnetische



Feldlinien in den Supraleiter ein (wie in Abb. 2.2), die (bei homogenem Gitter) als magnetischer Fluss einen diskreten Wert in der Größe des Elementarflussquantums  $\Phi_0$  annehmen. Das Elementarflussquant ist verknüpft mit den SI-Konstanten und definiert sich als  $\Phi_0 = \frac{\hbar}{2e} \approx$ 2,06·10<sup>-4</sup> Wb. In dieser Phase, in der das Magnetfeld teilweise in den Supraleiter eindringt, ergibt sich ein gewisser energetischer Vorteil gegenüber der Meißner-Phase, in der das Magnetfeld vollständig verdrängt wird. Daraus ergeben sich zwei Werte für das "kritische Feld". Der erste Wert beschreibt in der Literatur, wann der Supraleiter von der Meißner-Phase in die Shubnikov-Phase übergeht. Der zweite Wert gibt an, wann die Supraleitung als solche vollständig verschwindet und das Magnetfeld den Supraleiter vollständig durchflutet. Dabei ist zu beachten, dass dieser zweite Wert deutlich höher ist als das kritische Feld von Supraleitern, die nur in der Meißner-Phase vorliegen [BK13]. Aufgrund des höheren Wertes des kritischen Feldes, bei dem die Supraleitung zusammenbricht, bzw. der geringeren Verdrängungsenergie durch den Einschluss in Flussschläuchen können Supraleiter in der Shubnikov-Phase höhere Supraströme aufnehmen, dadurch ist die kritische Stromdichte bzw. der kritische Strom größer [GM18].

#### Niob als Supraleiter

In dieser Arbeit wird das Element Niob als Supraleiter verwendet, dabei soll hier kurz auf die Eigenschaften des Niobs verwiesen werden. Übliche Werte sind in Tab. 2.1 nach [MW05] angezeigt.

Tab. 2.1.: Einige	Werte zur	Einordnung von	Niob	als	Supraleiter.
-------------------	-----------	----------------	------	-----	--------------

Größen	$T_c$ in K	$\lambda_L(T=0K)$ in nm	$B_{c,th}$ in mT
Werte	$9,\!25$	32-45	206

Für SNSPDs hat sich Niobnitrid (NbN) weitgehend durchgesetzt. Deshalb sollen hier die Unterschiede zwischen den beiden Werkstoffen dargestellt werden. Niobnitrid hat eine höhere kritische Temperatur als Niob. Allerdings hat Niob im Vergleich zu Niobnitrid eine kleinere supraleitende Bandlücke, d.h. es wird weniger Energie benötigt, um ein Cooperpaar zu spalten. Aufgrund des Diffusionskoeffizienten ist jedoch auch der Hotspot größer (siehe 2.1.1), was zu einer geringeren lokalen Erwärmung führt, was wiederum den Einfluss der Erwärmung auf den Supraleiter schwächt. Die Totzeit nach der Detektion ist bei Niob geringer, allerdings ist auch die Detektionsbandbreite kleiner [Cha18]. Zudem führt die geringere kinetische Induktivität (siehe Abb. 2.4) des Niobs gegenüber Niobnitrid zu einer schnelleren Relaxion des Detektors [Ann+10]. Niob-Prozesse an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt sind bereits gut etabliert, jedoch nur für dickere Schichten als für SNSPDs benötigt werden. Bei einem klar umrissenen Anforderungsbereich wie im Projekt "Quantum-Valley-Lower-Saxony" überwiegen die Totzeitund Prozessvorteile von Niob gegenüber Niobnitrid. Daher wird in dieser Bachelorarbeit Niob verwendet und untersucht.



## 2.1.1. Superconducting Nanowire Single-Photon-Detector

Für den Nachweis einzelner Photonen gibt es verschiedene Detektortypen. Zum einen gibt es den Typ der Lawinenphotodiode oder auch Single-Photon Avalanche Diode (SPAD), die sowohl den photoelektrischen als auch den Lawineneffekt ausnutzt. Dabei regt das Photon ein Elektron in der Diode an, wobei das Elektron durch den Lawinen- oder Avalanche-Effekt verstärkt wird. Durch die hohe Vorspannung der Diode kann es jedoch bei hohen Photonenströmen zur Zerstörung der Diode kommen. Darüber hinaus gibt es den sogenannten Übergangskantensensor oder Transition Edge Sensor (TES), der ähnlich wie der SNSPD funktioniert. Auch dieser Sensor basiert auf Supraleitern. Dieser wird in der Nähe der kritischen Temperatur gehalten, sollte nun ein Photon einfallen, erwärmt sich das Material und der Widerstand des Materials erhöht sich. Das Auslesen der Detektion erfolgt ähnlich wie beim später vorgestellten SNSPD. Der Vorteil ist, dass mehrere Photonen gemessen werden können, da der Widerstand im Übergangsbereich um  $T_c$  allmählich ansteigt. Nachteilig sind die längeren Totzeiten des Sensors im Vergleich zum SNSPD (>ps vs. <10 ns)[Küc20].

Im Jahr 2001 wurde erstmals ein supraleitender Nanodraht-Einzelphotonendetektor hergestellt [SGK01]. Dieser Sensor basiert auf einem supraleitenden Nanodraht, der mit einem Strom vorgespannt ist, der in der Nähe der kritischen Stromdichte des Leiters liegt.



Abb. 2.3.: a) Nanodraht im statischen Zustand mit eingeprägtem Strom kleiner  $I_c$ . b) Einfall eines Photons und damit Erzeugung eines Hotspots, die durchflossene Fläche ist kleiner und die Stromdichte übersteigt die kritische Stromdichte. c) Durch Überschreiten der kritischen Stromdichte ist der gesamte Querschnitt nicht mehr supraleitend.



Ein Photon wird nun dadurch registriert, dass die Supraleitung durch den Einfall zusammenbricht. Dies geschieht dadurch, dass das einfallende Photon zu einer lokalen Erwärmung im Leiter führt, dieser lokale Teil ist nicht mehr supraleitend. In der Folge fließt der Suprastrom um diese Stelle herum, wie in Abb. 2.3b gezeigt, dabei kann die kritische Stromdichte in diesem Bereich überschritten werden, wodurch nun der gesamte Abschnitt normalleitend wird (Abb. 2.3c). Die daraus resultierende Streuung an dieser nicht mehr supraleitenden Stelle erhöht den Wärmeeintrag. Dies könnte zu einer weiteren Erwärmung des Nanodrahtes führen. Dies würde eine erneute Detektion verhindern. Entsprechend muss der elektronische Aufbau für die Detektion gestaltet werden. Alternativ kann auch wieder eine Cooperpaarbetrachtung durchgeführt werden. Das Photon führt lokal zu einem Aufbrechen der Cooperpaare, wodurch die gewonnene Kondensationsenergie in diesem Bereich sinkt und durch die bereits hohe eingebrachte kinetische und Feldverdrängungsenergie des Stromes zu einem weiteren Aufbrechen der Cooperpaare und zum Zusammenbruch der Supraleitung in diesem Bereich führt [Ann+09].



Abb. 2.4.: Schaltbild des Ausleseverfahrens für SNSPDs. Der Zweig mit der kinetischen Induktivität und dem Schalter ist das elektrische Äquivalent zum SNSPD, rechts davon ist das Auslesen-System. Im Moment des Umschaltens des Schalters (Photonen-Einfall) ändert sich der Stromteiler und man erhält eine Spannung über die Widerstände rechts.

Abb. 2.4 zeigt das Schaltbild eines möglichen Aufbaus für optische Messungen mit einem SNSPD. In den SNSPD wird ein Strom  $I_B$  eingeprägt. Der Zweig mit der Induktivität  $L_k$  (kinetische Induktivität) und dem Schalter stellt den SNSPD dar. Die kinetische Induktivität ist das elektrotechnische Abbild der Trägheit von Ladungsträgern. Dieser ist supraleitend und wird der Einfachheit halber als widerstandslos angenommen. Trifft nun ein Photon auf den Nanodraht, so dass ein nicht supraleitender Abschnitt entsteht, so hat diese Struktur einen Widerstand  $R_{Hotspot}$ . Dies wird durch den Schalter in diesem Zweig veranschaulicht, der umschaltet und nun bestimmt der Widerstand des Hotspots bzw. des nicht mehr supraleitenden Abschnitts den Widerstand dieses Zweiges. Nun muss man verstehen, wie sich diese Schaltung auf die Spannung des Shunt-Widerstandes  $R_S$  bzw. auf den 50 Ohm Innenwiderstand des Operationsverstärkers auswirkt.



Solange der SNSPD supraleitend ist, ist die Gleichstromquelle kurzgeschlossen, da der Strom gemäß des Stromteilers am meisten über den niederohmigsten Zweig fließt, in diesem Fall über den SNSPD, da auch die kinetische Induktivität eine reelle Impedanz (Resistanz) von null Ohm hat. Der Strom fließt also über diesen Zweig und führt wegen des fehlenden Widerstandes zu keinem Spannungsabfall (die Spannung fällt nur über den Innenwiderstand der Stromquelle und die nicht eingezeichneten parasitären Widerstände ab). Wenn nun ein Photon auf den SNSPD trifft und dieser Zweig hochohmig wird, fällt eine Spannung über den Hotspot-Widerstand ab, außerdem ändert sich das Stromteilerverhältnis. Der Eingangswiderstand des Operationsverstärkers und der Shunt-Widerstand sind nun gleich- oder niederohmig gegenüber dem Hotspot-Widerstand. Um den Eingang des Operationsverstärkers zu schonen bzw. vor hoher Leistung zu schützen. wird dieser Shuntwiderstand eingefügt, damit er die entsprechende Leistung aufnimmt. Die dabei entstehende Spannungsspitze wird vom Operationsverstärker verstärkt und von der Auswerteelektronik (z.B. Oszilloskop) als Impuls registriert. Das Oszilloskop ist daher nötig, da sich die maximale Zählrate bei über 100 MHz befindet und die Totzeiten unter zehn Nanosekunden. Daher ist eine möglichst hohe Zeitauflösung nötig, um das kurze Event von weniger als zehn Nanosekunden zu registrieren [Küc20].

Aus dieser Betrachtung wird auch deutlich, warum Nanodrähte für diese Anwendung besonders geeignet sind. Zum einen spielt die Wärmekapazität der dünnen Nanodrähte eine Rolle, zum anderen der Fluss des Suprastroms, der nur mit der London'schen Eindringtiefe in den Supraleiter eindringt. Durch die nanoskalige Ausführung der supraleitenden Schicht ist diese kleiner als die London'sche Eindringtiefe und auch die Wärmekapazität ist klein, so dass eine entsprechende Erwärmung durch ein einzelnes Photon möglich ist. Andererseits ist für eine einfache Detektion ein möglichst großer Spannungshub wünschenswert, wodurch ein großer Widerstand für  $R_{Hotspot}$  in Frage kommt. Außerdem würde ein großer Widerstand auch den Stromteiler und damit die Entlastung des Nanodrahtes begünstigen. Ein großer Widerstand wird durch eine dünne Struktur bzw. einen kleinen Querschnitt erreicht. Somit vereint ein Nanodraht alle geforderten Eigenschaften (Eindringtiefe, Wärmekapazität, hoher Widerstand).

Um die Wahrscheinlichkeit zu erhöhen, dass ein Photon auf einen Abschnitt des Nanodrahtes auftrifft, sollte außerdem eine Mäanderstruktur mit hohem Füllfaktor gewählt werden, wo also der Abstand zwischen den einzelnen Nanodrähten so klein wie möglich ist.

# 2.2. Prozesstechnologien in der Nanoproduktionstechnik

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen der Produktionstechnologien vorgestellt, die bei der Herstellung der SNSPDs in der PTB verwendet werden. Eine gute Einführung und Beschreibung der nanotechnologischen Prozesse bietet das Lehrbuch von Ulrich Hilleringmann [Hil19].



# 2.2.1. Lithografie

Um eine Bearbeitung in kleineren lokalen Bereichen auf dem Wafer zu ermöglichen, werden mit Hilfe einer Maskierung bestimmte Bereiche verdeckt und andere freigelegt. Dabei gibt es eine breite Variation von möglichen Masken, Belichtungsverfahren und Verfahrensabläufen. Im Folgenden wird auf die wichtigsten Grundlagen für die Lithografieprozesse in dieser Arbeit hingewiesen.

#### Lithografische-Masken

Es gibt unterschiedlichste Arten von Lithografiemasken, dabei kann man allgemein zwischen Lackmasken die zum Beispiel aus Fotolack oder aus PMMA (Polymethylmethacrylat als Matrixmaterial) bestehen (auch Weichmasken genannt) und Metallmasken aus Chrom oder Aluminium (auch Hartmasken genannt) unterscheiden. Für die Lackmasken zudem gibt es die Differenzierung zwischen Negativ- und Positivlack. Dabei ist dies eine gewisse Analogie zur Fotografie, wo es Negativ- und Positiv-(Dia)-Film gibt. Darüber hinaus gibt es noch die Unterscheidung, ob das verwendete Belichtungsverfahren mit Photonen oder Elektronen arbeitet. Dies hat auch Auswirkungen auf den Lack, der dann bei Photonenbelichtungsverfahren oft als Photolack bezeichnet wird.

Lackmasken werden vor allem wegen ihrer einfachen Handhabung und guten Integrierbarkeit in den Prozess verwendet. Sie bestehen aus einem Matrixmaterial, das letztlich die eigentliche Maske bildet, einem strahlungsempfindlichen Sensitizer und ein Lösungsmittel, um die beiden vorgenannten Komponenten in eine flüssige Form zu bringen. Der Auftrag erfolgt in der Regel durch Rotationsbeschichtung (*spin coating*). Der Lack wird mit Hilfe einer Pipette auf das Substrat aufgetragen, durch die Rotation wird ein Teil des Lacks abgeschleudert. Die Menge (bzw. die Dicke) des abgeschleuderten Lackes bzw. die verbleibende Lackdicke kann über die Viskosität des Lackes und die Drehzahl eingestellt werden. Häufig schließt sich ein Ausback-Schritt (*Pre-Bake*) an, bei dem ein Teil des Lösemittels verdampft wird und der unbelichtete Lack eine gewisse Festigkeit erhält.

Das Substrat mit den aufgetragenen Lack wird dann belichtet (Abb. 2.5a). Hier kommt eine wichtige Eigenschaft des Lackes zum Tragen, nämlich ob es sich um einen Negativ- oder Positivlack handelt. Bei einem Negativlack werden an den Stellen des Lichteinfalls Radikale des Sensitizers gebildet, die eine Polymerisation des Matrixmaterials auslösen. Die belichteten Stellen bilden Polymerketten und werden dadurch hart und chemisch unlöslich für den nachfolgenden Entwickler, der die nicht polymerisierten Teile auflöst und entfernt (Abb. 2.5b). Beim Positivlack verhält es sich umgekehrt, hier werden die belichteten Stellen durch den Sensitizers gestört und können durch den Entwickler gelöst und entfernt werden (Abb. 2.5c).



Abb. 2.5.: a) Belichtung mit Licht, wobei nur ein bestimmter Teil des Fotolacks belichtet wird.
b) Beim Negativlack wird die belichtete Stelle unlöslich und bleibt beim Entwickeln erhalten. c) Beim Positivlack wird die belichtete Stelle löslicher und beim Entwickeln entfernt.

Eine einfache Möglichkeit eine Hartmaske zu erzeugen, besteht darin, das Hartmaskenmaterial auf eine bereits entwickelte Lackmaske aufzubringen. In diesem Fall bilden die nicht lackierten Stellen die endgültige Hartmaske. Die Stellen, an denen das Material bearbeitet werden soll, werden nicht mit dem Hartmaskenmaterial versiegelt, da der darunterliegende Lack dies verhindert. Die Entfernung der lackierten Stellen und des darüber liegenden Hartmaskenmaterials erfolgt durch eine anschließende Lösemittelbehandlung. Die Hartmaske selbst kann metallbasiert sein, aber auch  $SiO_2$  oder  $Si_3N_4$  werden häufig verwendet.

#### Belichtungsverfahren

Um eine Spaltung bzw. Radikalbildung des Sensitizers in der Lackmaske zu bewirken, ist eine entsprechende Belichtung mit einer geeigneten Strahlungsart erforderlich. In großindustriellen Prozessen wird hierfür aufgrund der Skalierbarkeit und der gleichzeitigen Belichtung eines gesamten Wafers die optische Belichtung eingesetzt. Die Belichtung erfolgt dabei meist durch Projektionsbelichtung mit kurzwelligem Licht (UV-Licht aufgrund der immer kleiner werdenden Strukturgrößen). Bei diesen Verfahren werden Fotolacke angewendet. Dieses Verfahren zeichnet sich durch einen hohen Durchsatz sowie eine kostengünstigere Maskenherstellung aus, da diese weniger hochauflösend strukturiert werden müssen. Nachteilig ist jedoch die geringe Flexibilität des Verfahrens. Für jede Änderung der Struktur muss eine neue Belichtungsmaske hergestellt werden, so dass sich die optische Belichtung erst bei einem fertig entwickelten und in größeren Stückzahlen benötigten Produkt anbietet.

Im Gegensatz dazu steht die Elektronenstrahllithographie, bei der nicht elektromagnetische Wellen, sondern beschleunigte Elektronen als Belichtungsstrahlung dienen. Hierfür sind PMMA basierte Lacke gut geeignet. Dazu muss zunächst ein Ultrahochvakuum (1µPa bis 1 nPa nach [Int19] und [Hil19]) erzeugt werden, um die freie Weglänge für die Elektronen, zur Vermeidung von Kollisionen mit gasförmigen Atomen/Molekülen, zu vergrößern. Dies ist mit einem hohen



technischen Aufwand verbunden. Darüber hinaus wird häufig mit dem Raster-Scan-Verfahren belichtet. Dabei werden die Strukturen nach und nach mit dem Elektronenstrahl abgefahren, ähnlich wie beim Zeichnen mit einem Bleistift. Dies führt im Vergleich zur Projektionsbelichtung zu einer deutlich längeren Prozesszeit. Dafür erhält man durch den Verzicht auf eine Belichtungsmaske bzw. durch die direkte Belichtung der Strukturen auf der Lackmaske eine deutlich höhere Flexibilität.

Zudem ergibt sich noch ein anderer Vorteil. Das Auflösungsvermögen lässt sich gegenüber sehr aufwendigen optischen Strahlungsquellen einfacher erhöhen. Dabei lässt sich dies im Folgenden veranschaulichen mit dem kleinsten, auflösbaren Abstand a welcher nach [Hil19] gegeben ist als:

$$a = k_F \cdot \frac{\lambda}{NA} \tag{2.4}$$

 $k_F$ =Kohärenzfaktor, NA=Numerische Aperatur,  $\lambda$ =Wellenlänge

Der Kohärenzfaktor wird dimensionslos mit ca. 0,6 für inkohärentes Licht [Hil19] angegeben. Dabei gilt noch zu beachten, dass die Wellenlänge der Elektronen sich aus de-Broglie-Wellenlänge  $\lambda_{dB}$  und Beschleunigungsspannung U ergeben [Dem16].

$$\lambda_{dB} = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m \cdot E_{kin}}} = \frac{h}{\sqrt{2m_e eU}} \text{ mit } E_{kin} = e \cdot U$$
(2.5)

h=Plank'sches Wirkungsquantum, p=Impuls, e=Elektronenladung,  $m_e=$ Elektronenmasse

Daraus folgt, dass mit steigender Beschleunigungsspannung U die de-Broglie-Wellenlänge und damit der kleinste auflösbare Abstand sinkt. Somit können mit steigender Beschleunigungsspannung kleinere Strukturen belichtet werden. Es bleibt jedoch die Einschränkung, dass mit steigender Beschleunigungsspannung die effektive Dosis, sprich die Anzahl der Elektronen pro Zeit und Fläche, für die Polymerisation abnimmt, d.h. es müssen höhere Dosen gewählt werden [SS21]. Die De-Broglie-Wellenlänge eines Elektrons mit einer Energie von 100 keV beträgt 4 pm, was deutlich kleiner ist als die damit erreichbare Auflösung. Dies liegt wiederum an der Elektronenoptik und der Abstoßung der Elektronen bei hoher Intensität (hoher Dosis) und den damit verbundenen schlechten Werten für die numerische Apertur und den Kohärenzfaktor (siehe Formel 2.4) [Hil19].

Aufgrund der höheren Flexibilität und ebenso guten Auflösungen gegenüber optischer Lithografie, wird die Elektronenstrahllithographie trotz der höheren Prozessdauer bevorzugt in der Forschung eingesetzt. An der PTB ist ein 100 kV-System vorhanden von der Firma Raith.

#### Wafervorbereitung

Es soll noch kurz auf die Vorbereitung des Substrats vor dem eigentlichen Auftragen des Lackes und Entwicklung eingegangen werden. Um ein möglichst gutes Ergebnis der Maskierung



und damit der Strukturierung des Wafers zu gewährleisten, sollten folgende Schritte vor der Belackung durchgeführt werden. Zunächst sollte die Waferoberfläche mittels Stickstoff von möglichen Partikeln (trotz Reinraum) befreit werden. Danach sollte eine Dehydrierung durch Erwärmung erfolgen, um die entstandene Benetzung mit Wasser bei Raumtemperatur zu reduzieren oder ganz zu entfernen, so dass eine möglichst gute Haftung des Lackes auf dem Wafer ermöglicht wird. Es ist ratsam, zusätzlich einen Haftvermittler (*Primer*) wie HDMS (Hexamethyldisilazan) aufzutragen, um die Haftung des Lacks zu verbessern. Das spätere Lackierergebnis kann durch diese Vorarbeiten deutlich verbessert werden.

## 2.2.2. Physikalische Depositionsverfahren

»Das Ziel der Depositionsverfahren ist die reproduzierbare Erzeugung homogener partikelfreier Schichten«[Hil19], um gute elektrische und in gewissem Umfang auch mechanische Eigenschaften zu erzielen. Dabei lassen sich die Abscheideverfahren grob in zwei Kategorien einteilen, chemische und physikalische Verfahren. Vereinfacht kann gesagt werden, dass bei physikalischen Verfahren die Abscheidung der Beschichtungsatome / -moleküle durch kinetischen Aufprall erfolgt, während bei chemischen Verfahren die Abscheidung auf der Substratoberfläche durch eine chemische Reaktion erfolgt. Im Folgenden werden zwei physikalische Abscheideverfahren vorgestellt.

#### Aufdampf-Deposition

Bei diesem Verfahren wird der Schichtwerkstoff durch Aufheizen in die gasförmige Phase überführt und durch thermische Anregung mit geringer kinetischer Energie (0,1 eV [Hil19]) auf dem Substrat abgeschieden. Aufgrund des Vakuums und der damit verbundenen großen mittleren freien Weglänge verläuft dieser Prozess geradlinig und richtungsabhängig (anisotrop). Die Erwärmung des Schichtwerkstoffes erfolgt thermisch oder durch einen Elektronenstrahl. Bei der thermischen Erwärmung wird der Tiegel des Schichtwerkstoffes (auch "Schiffchen" genannt, meist aus Wolfram) durch Stromdurchgang erhitzt, diese Wärme wird auf den Schichtwerkstoff übertragen. Beim Elektronenstrahlverdampfen wird das Schichtmaterial mittels eines auf das Schichtmaterial gerichteten Elektronenstrahls erhitzt. Aufgrund der besseren Steuerbarkeit des Elektronenstrahls, kann die Abscheidung insgesamt besser gesteuert werden. Allerdings muss das Schichtmaterial leitfähig sein, so dass Isolatoren nur durch thermisches Verdampfen aufgebracht werden können. Nachteilig beim Aufdampf-Verfahren ist, dass Legierungen aufgrund der unterschiedlichen Dampfdrücke der Elemente nicht in ihrem Legierungsverhältnis auf dem Substrat abgeschieden werden können. Somit können keine bzw. nur fehlerbehaftete Legierungen abgeschieden werden. Wie in Abb.2.6 zu sehen ist, führt die sehr geradlinige Ablagerung dazu, dass die Kantenwände bzw. die vertikalen Flächen nicht bedeckt werden. Dies hat den Vorteil, dass keine so genannten Zäune (Fences oder Rabbit-Ears), d.h. Ablagerungen an den Randflächen bzw. an den Rändern der horizontalen Flächen, entstehen.





Abb. 2.6.: a) Ein geradliniger Materialfluss b) Abgeschiedenes Material, wobei die Kanten bzw. die vertikalen Flächen nicht bedeckt werden. Dies ist je nach geplanter Schichtfolge der Strukturen gewünscht oder unerwünscht.

#### Kathodenzerstäubung (Sputtern)

Beim Kathodenzerstäuben wird das Schichtmaterial, das so genannte Target, durch beschleunigte Ionen, die im Vakuum aus dem Restgas oder einem neu zugeführten Edelgas erzeugt werden, abgetragen. Die aus dem Target herausgeschlagenen Targetatome werden durch den Impulsübertrag beschleunigt und prallen kinetisch auf die Substratoberfläche auf (Abb. 2.7). Die kinetische Energie ist dabei deutlich höher als beim Aufdampfen ((1 bis 10) eV gegenüber 0,1 eV [Hil19]). Dies führt zu einer deutlich höheren mechanischen Festigkeit und besseren elektrischen Eigenschaften.

Aufgrund des höheren Drucks in der Anlage und der damit geringeren freien mittleren Weglänge führen die zusätzlichen Streuprozesse zu vermehrten Abscheidungen an vertikalen Flächen bzw. Kanten. Dadurch bilden sich beim Sputtern auch vermehrt Zäune, wenn Strukturen und nicht ganze Flächen abgeschieden werden.

Desweiteren kann man die Kathodenzerstäubung in der Polarität des Targets unterscheiden. Damit die Wahrscheinlickeit sich erhöht, dass die positiv geladenen Gas-Ionen mit dem Target kollidieren, wird eine negative Spannung zwischen Target und Substrat angelegt. Wenn diese konstant ist, spricht man vom DC-Sputtern.

Bei elektrisch isolierenden Targets wird eine Wechselspannung angelegt, das ist das sogenannte HF-Sputtern. Durch die unterschiedliche Beweglichkeit von Elektronen und Gasionen kommt es zu einer Aufladung des Targets. Dabei laden die Elektronen während der positiven Halbwelle das Target an der Oberfläche auf, können es aber während der negativen Halbwelle nicht schnell verlassen, wodurch die Gas-Ionen wie beim DC-Sputtern den Isolator abtragen.

So können mit dem Sputtern sowohl isolierende als auch metallische Schichten mit hohen Abscheideraten hergestellt werden. Ein weiterer Vorteil ist, dass durch den kinetischen Abtrag





Abb. 2.7.: Schematische Darstellung des Stossprozesses beim DC-Sputtern.

des Targets die Stoffmengenverhältnisse des Targets während der Abscheidung nicht verändert werden. Dadurch können auch Legierungen effektiv und reproduzierbar abgeschieden werden.

# 2.2.3. Ätzverfahren

Um Material vom Substrat abzutragen, werden Ätzverfahren eingesetzt, von denen es viele gibt, wobei hier nur zuerst ein allgemeiner Einblick gegeben wird und danach ein Ätzverfahren vertieft beschrieben.

Ganz grob kann man die Ätzverfahren in chemische (oft nasschemische) und physikalische (sog. trockene) Ätzverfahren einteilen. Dabei beruhen die chemischen Verfahren auf einer chemischen Reaktion des Ätzmittels, während es sich bei den trockenen Verfahren um einen physikalischen Abtrag handelt. Es gibt aber auch Ätzprozesse, bei denen chemische Verfahren durch einen physikalischen Abtrag unterstützt werden.

Zur Beschreibung von Ätzverfahren gibt es eine Vielzahl von Parametern, von denen drei für die Beurteilung von Ätzverfahren von besonderer Bedeutung sind. Dies ist die Ätzrate, die Selektivität und der Grad der Anisotropie des Ätzprozesses, die im folgenden nochmal näher beschrieben werden:

Die Ätzrate als  $r_{Ae}$  beschreibt die abgetragene Materialmenge pro Zeiteinheit und wird häufig in Nanometer pro Sekunde oder Nanometer pro Minute angegeben. Die Ätzrate hängt stark von der Umgebungstemperatur (bei nasschemischen Verfahren) oder der Substrattemperatur (bei trockenen Verfahren) ab.



Die **Selektivität** gibt an, wie stark das Ätzmittel den zu ätzenden Stoff (Substrat) angreift, ohne andere Stoffe zu ätzen. Dabei wird diese oft mit dem Parameter  $S_{Ae}$  beschrieben, wobei dieser oft nur im Zusammenhang mit konkreten Material-Kombinationen brauchbar ist. Als Beispiel mit dem Parameter  $S_{Ae} = 2$  wird das Material A doppelt so schnell geätzt wie das Material B. Es ist also ein Vergleich von Ätzraten bei unterschiedlichen Materialien.

Der Grad der Anisotropie gibt die Richtungsabhängigkeit des Ätzprozesses an, wobei ein stark anisotroper Ätzprozess eine besonders starke Richtungsabhängigkeit aufweist, während ein isotroper Ätzprozess keine Richtungsabhängigkeit aufweist. Verallgemeinert lässt sich die Anisotropie über die Ätzraten in vertikaler und lateraler Richtung beschreiben als "Grad der Anisotropie ( $\gamma$ )":

$$\gamma = 1 - \frac{r_{Ae-lateral}}{r_{Ae-vertikal}} \tag{2.6}$$

#### Induktiv-gekoppeltes Plasma unterstütztes reaktives Ionenätzen (ICP-RIE)

Aufgrund der guten Steuerbarkeit, der hohen Ätzraten, der hohen Anisotropie sowie der durch Reaktionsgase einstellbaren Selektivität ist dieses Verfahren weit verbreitet. Das reaktive Ionenätzen ist ein verstärktes physikalisches Abtragungsverfahren. Durch Ionisation und Beschleunigung des Prozessgases werden Atome des zu ätzenden Materials aus dem Stoffverbund herausgeschlagen. Dies ähnelt der Kathodenzerstäubung, bei der ebenfalls ionisierte Prozessgase zum Abtrag des Targets führen. Zusätzlich ist das Prozessgas für eine chemische Reaktion ausgelegt. Die im Plasma gebildeten Radikale reagieren zusätzlich zum physikalischen Abtrag mit dem Material und führen ebenfalls zu einem Ätzprozess und einem verbesserten Abtransport des geätzten Materials.





Abb. 2.8.: Aufbau einer ICP-RIE-Anlage, wobei die obige Spule ein Plasma unabhängig von der HF-Leistung induziert, während die HF-Bias-Spannung zu einer Bewegung des Plasmas führt und damit zu einem physikalischen Abtrag (aus [Hil19]).

Zusätzlich kann durch eine induktiv gekoppelte Ionisation über eine externe Spule die Ionendichte im Plasma unabhängig von der HF-Leistung der eigentlichen RIE-Anlage erhöht werden (Abb.2.8). Durch die höhere Ionen- und Radikaldichte wird die Ätzrate massiv erhöht. Bei den Prozessgasen ist zu beachten, dass chlor- oder fluorhaltige Gase wie SiCl<sub>3</sub> oder SF<sub>6</sub> flüchtige Verbindungen bilden und somit das geätzte Material gut abtragen. Kohlenstoffhaltige Prozessgase wie CF<sub>4</sub> oder CHF<sub>3</sub> ermöglichen die Polymerbildung an den Substraträndern und damit eine stärkere anisotrope Ätzung.

Die Hauptparameter dieser Ätztechnik sind somit die ICP-Leistung, die HF-Bias-Leistung sowie die Konzentration, der Druck und die Temperatur des reaktiven Prozessgases sowie die chemische Zusammensetzung des Prozessgases. Hinzu kommt die Ätzdauer, die sich häufig aus der eigentlichen Ätzdauer bis zum Eintreten einer vorher definierten Änderung, z.B. im Kontrast, und einer zusätzlich durchgeführten *Overetch*-Dauer zusammensetzt, um eventuell nicht detektierte Reste des geätzten Materials noch zu entfernen.

# 3. Methoden

Für die Herstellung und elektrische Vermessung von Niob-basierten SNSPDs werden mehrere Methoden gewählt, die eine Prozessvariation ermöglichen und die Auswirkungen unterschiedlicher Prozesse oder Prozessparameter untersuchen.

Der erste Abschnitt dieses Kapitels befasst sich in erster Linie mit den Produktionsprozessen sowie der Prozessvariation. Der zweite Abschnitt dieses Kapitels befasst sich mit den Messaufbauten zur Überprüfung der mechanischen und elektrischen Eigenschaften.

# 3.1. Herstellung von supraleitenden Nanodrähten

Die Herstellung der in dieser Arbeit vermessenen Nanodrähte erfolgt mit den Mitteln der Nanoproduktionstechnik, diese wurden in ihrer grundsätzlichen Wirkungsweise bereits in Abschnitt 2.2 beschrieben. An dieser Stelle soll nun der Ablauf mit einigen Prozessvariationen beleuchtet werden, wobei auf die Parameter und Messwerte näher eingegangen wird. Eine Gesamtübersicht ist in Abb. 3.1 enthalten.





### 3.1.1. Gesamtübersicht des Prozessablaufs

Abb. 3.1.: Die Abbildung zeigt den kompletten Prozessablauf mit den Schritten Lackierung, Aluminium-Hartmaske und Gold-Palladium-Schutzschicht. A) Abscheidung der Schichten. B) Herstellung der Marker für die Lithografie-Anlage. C) Zuerst wird eine Aluminium-Hartmaske mittels Lack abgeschieden, dann (C-4) wird der Wafer geätzt und die Hartmaske mit einer anderen Ätzlösung entfernt. D) Zuletzt werden Goldkontaktflächen mittels Lack aufgedampft.

### 3.1.2. Abscheidung von Schichten - Schritt 1

Zuerst werden alle notwendigen Schichten auf einen Silizium-Wafer abgeschieden. Dabei ist der Schichtaufbau meistens gleich, siehe Abb. 3.2.



Abb. 3.2.: Schichtaufbau der abgeschiedenen Schichten in der Sputteranlage (nicht maßstabsgetreu).

Der Wafer, der das Substrat bildet, ist ein 370 µm-Siliziumwafer mit einer Siliziumoxidschicht von 300 nm. Der erste Schritt der Herstellung ist die Kathodenzerstäubung in der Cluster-Sputteranlage (Abb. 3.1A), wo zuerst eine Vorreinigung mit geringem Materialabtrag stattfindet (umgekehrter Sputterprozess, Target ist durch eine Abdeckung geschüzt). Danach wird zuerst Aluminiumoxid ( $Al_2O_3$ ) in einer Dicke von 40 nm abgeschieden. Darauf wird wiederum, je nach produzierten Wafer, 15 nm oder 30 nm Niob abgeschieden. Dabei ist 15 nm das eigentliche Ziel während 30 nm als Prozessvariation gemacht wurde, um mögliche Veränderungen durch die Schichtdicke auf die elektrischen und thermischen Eigenschaften nachzuweisen. Eine weitere Variation ist eine 2 nm Goldpalladium-Schicht auf dem Niob, welches durch Versieglung der Oberfläche eine chemische-Inertisierung des Niobs bewirken könnte.



Abb. 3.3.: Aufnahme der Sputteranlage des Reinraumzentrums der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig, gebaut von der Firma Leybold.

## 3.1.3. Marker-Erstellung - Schritt 2

Damit die Positionierung des Wafers innerhalb der Elektronenstrahl-Lithografieanlage bei den nachfolgenden Schritten konsistent ist, werden zuerst Marker zur Positionsbestimmung auf den Wafer prozessiert (Abb. 3.1-B1-B4). Dafür wird zuerst der Wafer belackt mittels eines PMMA-Positiv-Lacks. Dabei wird wie in Sektion 2.2.1 beschrieben, der Wafer durch Dehydrierung und mechanischem Säubern in einer Strömung von gasförmigen Stickstoff vorbereitet. Es schließt sich eine Belichtung mittels Elektronenstrahl-Lithografie an und dann eine Entwicklung mittels des passenden Entwicklers. Darauf folgt nun das eigentliche Aufdampfen der Marker auf den nicht mehr lackierten Stellen des Wafers. Dies wird mit einer Verdampfungsanlage der Firma Pfeiffer realisiert, die in Abb. 3.4 zu sehen ist. Dabei wird zuerst 10 nm Titan als Haftvermittler und anschließend 40 nm Gold als eigentliches Marker-Material aufgetragen. Durch den starken Kontrast in der Elektronstrahl-Lithografie, bedingt durch die unterschiedlichen Ordnungszahlen von Gold und Niob, eignet sich dieses Verfahren gut als Markierung für die Positionierung des Wafers.





Abb. 3.4.: Aufnahme der thermischen Aufdampfanlage des Reinraumzentrums der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig, gebaut von der Firma Pfeiffer Vacuum.

## 3.1.4. Niob-Strukturierung - Schritt 3

Dies ist der wichtigste Schritt (Abb. 3.1-C1-C4), da hiermit die zuvor abgeschiedenen Niobschicht ihre Struktur und die damit verbundenen elektrischen und thermodynamischen Eigenschaften erhält. Ein Abbild der Struktur wird mit Hilfe einer Lackmaske oder einer Aluminiumhartmaske aufgebracht. Dies geschieht wiederum wie im Abschnitt 2.2.1 beschrieben. Nach Fertigstellung der Maske wird der Wafer einem ICP-RIE Ätzprozess (die verwendete Anlage ist unter Abb. 3.5 zu sehen) unterzogen. Dabei wird mittels SF<sub>6</sub> geätzt und die Niobschicht an den unmaskierten Stellen entfernt, wie in Abschnitt 2.2.3 grundlegend beschrieben. Dabei dient die Aluminumoxid-Lage als Ätzstop, da diese von den gebildeten Fluor-Radikalen nicht angegriffen wird (dafür würde man eher Chlorverbindungen nutzen [Hil19]) und der physikalische Abtrag ebenfalls gering ist. Um den Verlauf des Ätzprozesses und das Durchätzen der Niobschicht zu überwachen, wurde eine Endpunktdetektion eingesetzt, die die Rückstreuung eines auf den Wafer gerichteten



Lasers misst. Durch das stark unterschiedliche Reflexionsverhalten von Niob und Aluminiumoxid kann der Ätzprozess gut überwacht werden. Insgesamt hat man einen anisotropen, selektiven Ätzprozess.

Danach wird die Lackmaske durch das Lösungsmittel Aceton oder die Aluminium-Hartmaske durch entsprechende Aluminium-Ätzmittel entfernt. Dabei wurden im Rahmen dieser Arbeit zwei Ätzmittel für Aluminium verwendet. Das eine Ätzmittel ist der Entwickler *ma-D 332*, der durch die Lauge Natriumhydroxid (NaOH) eine entsprechende Oxidation an elementarem Aluminium bewirkt, das anschließend als Aluminiumnatriumdioxid vorliegt, welches aufgrund des wässrigen Milieus sofort in Lösung geht und in der folgenden Reaktionsgleichung als Hydrat vorliegt.

$$2Al_{(s)} + 2NaOH_{(aq)} + 6H_2O_{(l)} \longrightarrow 2Na[Al(OH)_4]_{(aq)} + 3H_{2(g)}$$

Ein Teil der Wasserstoffatome wird zu elementarem Wasserstoff reduziert [Bin+16]. Zudem wird ma-D 332 auch zur Entwicklung der Negativ-Lackmaske genutzt. Zudem gilt es zu beachten, dass bei hoher Konzentration der Natriumhydroxid-Lauge es zu einem Anätzen von Aluminiumoxid kommen kann, dabei gilt folgendes Reaktionsschema nach [Hu+09]:

$$Al_2O_{3(s)} + 2NaOH_{(aq)} \longrightarrow 2Na[AlO_2]_{(aq)} + H_2O_{(l)}$$

Mit *TechniEtch Al80* wird über eine Säure geätzt. Dabei besteht dieses Ätzmittel, ein Gemisch, aus Phosphorsäure, Salpetersäure und Essigsäure wie auch Wasser als Lösemittel. Die Salpetersäure oxidiert zuerst das Aluminium, wodurch sich Aluminiumoxid bildet und ein Teil des Stickstoffs reduziert wird. Danach greift die Phosphorsäure die gebildeten Aluminiumoxid-Strukturen an und führt zu einer Säure-Base-Reaktion, wodurch das Aluminium als Aluminiumphosphat in Lösung geht [Kra20]. Die Essigsäure dient als pH-Puffer, um den pH-Wert zu halten, da dieser durch die Bildung von Wasser ohne säuerlichen Puffer allmählich steigen und damit neutral werden würde.

$$2Al_{(s)} + 2HNO_{3(aq)} \longrightarrow Al_2O_{3(s)} + 2NO_{(g)} + H_2O_{(l)}$$

$$Al_2O_{3(s)} + 2H_3PO_{4(aq)} \longrightarrow 2AlPO_{4(aq)} + 3H_2O_{(l)}$$

Dabei kann sich nach [Kra20] auch eine Nioboxid-Schicht bilden, die vor weiterem Einlagern von Wasserstoff schützt:

$$6Nb_{(s)} + 10HNO_{3(aq)} \longrightarrow 3Nb_2O_{5(s)} + 10NO_{(g)} + 5H_2O_{(l)}$$

Nach dem Entfernen der Maske kann mit dem nächsten Schritt der Prozessierung begonnen



#### werden.



Abb. 3.5.: Aufnahme der ICP-RIE-Ätzanlage des Reinraumzentrums der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig, gebaut von der Firma Sentech.

#### 3.1.5. Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4

Nach dem Herstellen der Strukturen werden zur besseren Kontaktierung der Bonddrähte, die eine elektrische Verbindung zwischen Chip und Leiterplatten-Carrier herstellen, Goldkontakte auf den Endpunkten der Strukturen abgeschieden (Abb. 3.1-D1-D3).

Hierfür wird zuerst der Wafer mit einer Lackmaske versehen, wobei durch den Positiv-Lack nur noch die Niob-Flächen der späteren Goldkontakte freiliegen. Nun wird mittels thermischen Aufdampfens wie in 2.2.2 beschrieben, zuerst 10 nm Titan als Haftvermittler und anschließend 40 nm Gold als eigentlicher Kontakt aufgetragen.

### 3.1.6. Sägen und Bonden - Schritt 5

Nachdem der Chip fertig prozessiert wurde, wird dieser gesägt und gebondet. Dabei wird vor dem Sägen erneut ein Lack aufgetragen, um die Chips auf dem Wafer vor möglichen Einflüssen beim Sägen zu schützen. Der Wafer wird anhand seiner Marker ausgerichtet und die einzelnen Chips werden an ihren Rändern angesägt, aber nicht komplett durchgesägt. Diese werden nach dem Sägen durch leichtes Biegen des Wafers abgebrochen und anschließend in Aceton gelegt, um den Schutzlack zu entfernen. Danach werden die Chips auf dem Leiterplatten-Carrier mittels einer Silberpaste fixiert. Anschließend werden die Goldkontakte mittels dünner Aluminiumdrähte,



sog. Bonddrähte, mit den Kontaktflächen der Leiterplatte verbunden. In Abb. 3.6 ist ein Chip auf einer Leiterplatte zu sehen, der für die Messungen fertig ist.



Abb. 3.6.: Am Ende des Prozesses ist der hergestellte Chip auf einer Leiterplatte montiert, welche mit Bonddrähten die eigentlichen Steckverbindungen kontaktiert.

### 3.1.7. Prozessbegleitende Messungen

Während der Produktion werden vor allem optische Messungen unter dem Mikroskop durchgeführt, um eventuelle Fehler in der Lackierung oder der Lackentwicklung zu erkennen. Diese Messungen werden mit dem *Leica DM8000-M* durchgeführt. Zusätzlich wird der fertige Wafer teilweise mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Hierfür wird das *Zeiss Gemini* 560 verwendet. Bevor der Wafer geschnitten und die Chips gebondet werden, erfolgt eine Vorcharakterisierung bei Raumtemperatur mit einem *Prober*, einem Gerät, das die einzelnen Gold-Pads mit Wolfram-Spitzen kontaktiert und mit einer einfachen Zweipunktmessung die Widerstandswerte der Strukturen misst. Dazu wird das Gerät *Suss PM 5 II* verwendet. Zusätzlich werden an zwei Stellen jedes Wafers die Höhe der Struktur und die Struktur selber mit einem Rasterkraftmikroskop (engl. *Atomic-Force-Microscope*, im folgenden AFM abgekürzt) aufgenommen. Von besonderem Interesse ist der Höhenunterschied zwischen Aluminiumoxid und der Niob/Gold-Palladium-Oberfläche der Struktur und dem Gold-Kontaktpad zum Niob/Gold-Palladium. Dazu wird der *JPK Nanowizard 4* verwendet. Auf diese Weise kann die Qualität der einzelnen Prozessschritte überprüft werden.

# 3.2. Prozessvariation der Herstellung

Um mögliche Vor- und Nachteile von unterschiedlichen Prozessen bzw. deren Parametern abzuschätzen, werden mehrere Prozesse variiert. Um die Prozessvariationen besser bemessen zu können, werden zuerst nur Nanostreifen in verschiedenen Dicken hergestellt. In Tabelle 3.1 sind die Prozessvariation bzw. Abänderungen im Aufbau der Strukturen aufgezeigt.

Tab. 3.1.: In der Tabelle werden die einzelne	n Variationen	der F	Prozess	e bzw.	. des A	ufbaus	$\operatorname{der}$
Strukturen gegeben. Die Wafer $7^*$	und 8 <sup>*</sup> wurder	n zum	Ende	dieser	Arbeit	bearbe	itet
und konnten nicht elektrisch verm	essen werden.						

Wafer	maD-332	Maske	Au-Schutz	TechniEtch Al80	Nb-Dicke	Strukturhöhe
1	Х	Al-20 nm	-	-	$15\mathrm{nm}$	$15\mathrm{nm}$
2	Х	Lackmaske	-	-	$15\mathrm{nm}$	$15\mathrm{nm}$
3	Х	Lackmaske	-	-	$30\mathrm{nm}$	$30\mathrm{nm}$
4	Х	Lackmaske	$2\mathrm{nm}$	-	$15\mathrm{nm}$	17 nm
5	-	$Al-25\mathrm{nm}$	-	Х	$15\mathrm{nm}$	$15\mathrm{nm}$
6	Х	$Al-25\mathrm{nm}$	$2\mathrm{nm}$	-	$15\mathrm{nm}$	$17\mathrm{nm}$
$7^*$	Х	$\mathrm{Al}\text{-}25\mathrm{nm}$	$2\mathrm{nm}$	-	$15\mathrm{nm}$	$17\mathrm{nm}$
8*	Х	$\operatorname{Cr-25nm}$	$2\mathrm{nm}$	-	$15\mathrm{nm}$	17 nm

Im Folgenden wird erläutert, warum diese Varianten gewählt wurden. Im dritten Prozessschritt (3.1.4) stellt sich die Frage, ob zur Maskierung der nicht zu ätzenden Bereiche eine Aluminium-Hartmaske oder eine Lackmaske verwendet werden soll. Die Lackmaske soll die dünnen Strukturen entsprechend abdecken, wobei das Problem besteht, dass dieser Lack aufgrund des hohen Verhältnisses von Höhe zu Breite (5000 nm zu 500 nm, also 10 zu 1 bemessen) potentiell umkippen könnte. Dieser Vergleich dient daher der Abschätzung, inwieweit kleine Strukturen von 500 nm hergestellt werden können. Zudem finden sich für diesen Abgleich noch 100 nm breite Strukturen auf jeden Wafer, die aber nicht elektrisch gemessen werden.

Darauf aufbauend stellt sich bei der Variante mit der Aluminium-Hartmaske die Frage, wie die Maske nach der Strukturierung mittels ICP-RIE entfernt werden soll. Hierzu wurden bereits in Abschnitt 3.1.4 zwei Möglichkeiten vorgestellt. Der Unterschied besteht darin, dass bei der einen eine Ätzlösung und bei der anderen eine Lauge verwendet wird. Aus Beobachtungen und Experimenten ist bekannt, dass Niob bei Kontakt mit Natronlauge Wasserstoffeinlagerungen bildet, die wiederum die supraleitenden Eigenschaften verschlechtern (niedrigerer  $T_c$  etc.) [Kaa20][Kra20]. Mit dieser Variation, bei der einmal beide Ätzmittel eingesetzt werden, sollen daher die möglichen Auswirkungen der Wasserstoffeinlagerung der Natronlauge auf das Niob untersucht werden.

Als weiterer Parameter ist eine Schutzschicht vorgesehen, um mögliche Oxidationen und andere,



möglicherweise prozessbedingte Veränderungen (Wasserstoffeinlagerungen) des Niobs an der Oberfläche abzuschätzen, da diese durch die Gold-Palladium-Schicht geschützt ist. Dadurch sollte ein Unterschied zwischen geschütztem und ungeschütztem Niob bei elektrischen Messungen sichtbar werden.

Zusätzlich wird einmal die Dicke der Niobschicht variiert, um die veränderten Eigenschaften durch Verringerung bzw. Erhöhung der Dicke abschätzen zu können. Es ist davon auszugehen, dass sich zumindest die Eigenschaften nahe dem kritischen Strom verbessern, da die Stromdichte bei gleichen Strom abnimmt.

Die Wafer 7<sup>\*</sup> und 8<sup>\*</sup> wurden während der Erstellung dieser Arbeit hergestellt und konnten nicht mehr elektrisch vermessen werden. Es wurden jedoch wesentliche Verbesserungen gegenüber den vorhergehenden Wafern erzielt, die am Ende des Auswertungskapitels dargestellt werden.

### 3.2.1. Struktur-Layout



Abb. 3.7.: Schematische Darstellung des Aufbaus von Streifenstrukturen. Über die gesamte Fläche der Struktur befindet sich Niob als Leiter. Im mittleren, oberen Bereich der Struktur befindet sich der eigentliche Messstreifen. Dieser kann dünner sein als der Rest der Struktur, die Breitenangaben beziehen sich immer auf diesen Bereich. Die beiden äußeren Arme bilden die Leiter für die Stromeinprägung. Die inneren Leiter dienen zum Abgreifen der Spannung am Messstreifen. Unten sind Quadrate eingezeichnet, die die Goldkontaktpads darstellen.



# 3.3. Elektrische Charakterisierung und Messplatzaufbau

Zuerst wird vorgestellt, was die elektrischen Kennwerte sind und wie diese erhoben und ausgewertet werden. Die Messungen selbst werden an zwei unterschiedlichen Kryostaten bzw. Messplätzen gemacht, daher werden anschließend beide kurz vorgestellt.

## 3.3.1. Elektrische Messungen

Bereits im Kapitel 2 wurden wichtige Parameter für einen Supraleiter defininiert. Dabei sind vorrangig die kritische Temperatur und der kritische Strom wichtig, da diese ausschlaggebend für die Funktion des SNSPDs sind. Zudem soll das sogenannte *Restwiderstandsverhältnis* (residual resistance ratio), im folgenden abgekürzt als RRR, gemessen werden. Dabei ist das RRR der Quotient der Widerstandswerte bei Raumtemperatur (um die 300 K) und einer geringen Temperatur, die knapp über  $T_c$  liegt, z.B. 10 K.

$$RRR = \frac{R(300 \,\mathrm{K})}{R(10 \,\mathrm{K})} \tag{3.1}$$

Durch das Restwiderstandsverhältnis kann man die Güte einer leitfähigen Schicht bestimmen. Dabei ist der Widerstand bei niedrigen Temperaturen hauptsächlich bedingt durch die Gitterfehler, während bei hohen Temperaturen durch die deutlich höhere Anzahl thermischer Phononen gegenüber geringeren Temperaturen es zu mehr Elektron-Phonon-Streuung kommt. Ist eine Schicht gut, so ist der Gitterfehler-Widerstand bei geringen Temperaturen sehr klein, während bei hohen Temperaturen die Phonon-Elektron-Streuung deutlich überwiegen sollte (bei geringer Anzahl von Gitterfehlern). Dadurch wird der Quotient sehr groß, sprich: Eine gute Schicht hat ein hohes Restwiderstandsverhältnis [GM18]. Alle diese Kennwerte haben die Eigenschaft, dass zur Berechnung bzw. Auswertung der Widerstand benötigt wird. Deshalb wird hauptsächlich der Widerstand gemessen. Dies geschieht durch Einprägen eines Stromes und Abgreifen der darüber abfallenden Spannung. Das Problem besteht nun darin, dass bei der Messung des Widerstandes sehr große Widerstandsunterschiede zwischen nicht messbar und sehr hoch auftreten. Daraus ergibt sich die Schwierigkeit, eine Anordnung zu haben, die sowohl einen sehr kleinen als auch einen sehr großen Widerstand ohne Umbau messen kann.

Allgemein kann für den Bereich der Gleichstrom- bzw. Niederfrequenzmessungen gesagt werden, dass Faktoren wie Wellenimpedanz und Abschlusswiderstand keine Rolle spielen. Dies hat den Vorteil, dass Twisted-Pair-Kabel anstelle von Koaxialkabeln verwendet werden können. Durch die kleinere Fläche zwischen den Leitern sind magnetisch induzierte Störungen unwahrscheinlicher [Eki06]. Um hohe Widerstände zu messen, sind kleine Ströme erforderlich, damit die Spannung für den Aufbau nicht zu groß wird. In diesem Fall ist es von Vorteil, eine zusätzliche Abschirmung um den Leiter zu legen, den sogenannten *Guard*, der auf dem Potential des Stromleiters liegt. Dies konnte jedoch aufgrund der Nichtverfügbarkeit dieser Kabel für Tieftemperaturanwendun-


gen nicht realisiert werden. Dennoch ist eine gute und genaue Stromversorgung möglich, indem der Strom eingeprägt und direkt in der Stromquelle gemessen wird.

Bei der Messung kleiner Widerstände sind entsprechend hohe Ströme erforderlich, um einen großen Spannungsabfall zu erzeugen. Da die Ströme durch den kritischen Strom begrenzt sind, müssen entsprechend kleine Spannungen gemessen werden können. Bei kleinen Spannungen sind vor allem zwei Störquellen von Bedeutung, einerseits Thermospannungen, die gerade durch die große Temperaturdifferenz des Kryostaten entstehen, und andererseits Erdschleifen, die durch einen geeigneten Aufbau des Messplatzes verringert oder sogar vermieden werden können.

Der thermoelektrische Effekt kann nur mit großem Aufwand reduziert werden. Daher wird er bei der Auswertung entsprechend eliminiert. Dies geschieht, indem nicht ein einzelner Strom eingeprägt wird, sondern dieser von seinem "negativen Wert" (also umgekehrter Polarität) schrittweise auf den tatsächlichen Wert erhöht wird. Dabei durchläuft er Null. Nach dem Ohmschen Gesetz sollte sich nun eine Gerade ergeben. Diese Gerade hat einen Offset, der die Thermospannung darstellt, und eine Steigung, die natürlich den Widerstand darstellt. Dadurch lässt sich die Thermoelektrische-Spannung herausrechnen.

Zudem ist beim Messen kleiner Widerstände relevant, dass der Widerstand der Anschlusskabel mitgemessen wird. Dieses Problem kann man fast vollkommen umgehen, indem man die sogenannte Vier-Leiter-Methode (auch Kelvin-Methode genannt) anwendet. Dabei wird die Probe über vier Kabel angeschlossen. Zwei sind mit der Stromquelle und zwei mit dem Voltmeter verbunden. Dabei fließt der Strom hauptsächlich über die Kabel der Stromquelle und der Probe. Währenddessen fließt über die Kabel des Voltmeters ein sehr kleiner Strom, wodurch der Spannungsabfall über den Kabeln gegenüber dem Spannungsabfall über der Probe (durch den großen Strom) vernachlässigbar klein ist. Dadurch lässt sich ohne großer Verfälschung auch ein kleiner Widerstand mit längeren Leitungen messen. Vier Messungen, bei denen die Vier-Leiter-Methode verwendet wurde, sind in Abb. 3.8 zu sehen. Bei diesen Messungen kann man auch den durch die Thermospannung verursachten Offset sehen. Bei 0 A hat die gemessene Spannung bei den verschiedenen Temperaturen einen unterschiedlichen Wert.





Abb. 3.8.: Drei Strom-Spannungs-Kennlinien bei verschiedenen Temperaturen einer Teststruktur. Es ist zu erkennen, dass sich der Spannungsoffset in Abhängigkeit von der Thermospannung geringfügig ändert. Besonders bei der Temperatur 7,65 K lässt sich ein geringer Offset erkennen. Durch einen linearen Fit pro Messaufnahme kann man diesen Offset herausrechnen und nur den für die Auswertung interessanten Widerstandswert (Steigung) nehmen.

## 3.3.2. Messplatzaufbau 1

Die Messungen die in dieser Bachelorarbeit hauptsächlich diskutiert werden, wurden an dem im folgenden vorgestellten Kryostaten gemacht. Dabei handelt es sich um ein Oxford Optistat der zu den sog. Cryocoolern gehört (Abb. 3.9 und Abb. 3.10). Dabei wird über einen Pulsröhren-Kühlkreis der Probenraum gekühlt. Dabei sind "nur" Temperaturen bis um die 4 K möglich. Da aber die Betriebstemperatur der späteren SNSPDs bei 5 K und der beste  $T_c$ -Wert von Niob über 9 K liegt, wird der wichtigste Temperaturbereich abgedeckt. Zudem reduziert die Einfachheit des Kryostaten durch nur einen Kühlkreis die Bedienung und Fehlerquellenanzahl deutlich. Sprich für die elektrische Vermessung ist dieses Kryostat ausreichend.





Abb. 3.9.: Der Messplatz besteht aus drei Komponenten. Zunächst ist ganz links die Vakuumpumpe zu nennen, die das Isolier- und Probenvakuum realisiert. In der Mitte befindet sich in blau der eigentliche Kryostat. Rechts folgt ein Rackschrank mit mehreren Messgeräten und einer Kabelverteilerdose zum Anschluss der Probe an die Messgeräte.



Abb. 3.10.: a) Nahaufnahme des Kryostaten von oben. Der Probenhalter (engl. *Dip-Stick*) ist bereits im Kryostat eingebaut. Von dort führen Fischer-Stecker zum Rack-Schrank.
b) Nahaufnahme des Mess-Racks: Die Fischer-Stecker geben ihr Signal an die Verteilerbox weiter, von wo es über Koaxialkabel zu den Messgeräten gelangt. Der Kryostat-Controller steuert den Pulsröhren-Kompressor und die Heizelemente im Kryostat, wodurch die Temperatur geregelt wird.

Die Probe wird mit Hilfe eines Probenhalters in den Kryostat eingebaut. Abb. 3.11 zeigt die Spitze des Probenhalters. Dieser ist so ausgelegt, dass eine gute Verbindung zu dem Kälte-Reservoir entsteht und die Verkabelung für die Messungen insgesamt 16 Kabel führen kann, um alle vier Strukturen pro Chip mit den vier Kabeln des Messaufbaus verbunden werden können. Zudem wird ein "Becher" aus Mu-Metall über den Probenhalter gestülpt, der zusätzlich zu dem Kryostat elektromagnetische-Felder (insbesonders niederfrequente Magnetfelder) abschirmt. Die elektrischen Messungen in diesem Messaufbau wurden mit der Stromquelle *Keithley 6221* und dem Nanovoltmeter *Keithley 2182* durchgeführt.



Abb. 3.11.: Rechts auf der grünen Leiterplatte befindet sich die Probe. Seidenisolierte Kupferkabel, von denen immer zwei als Twisted-Pair-Kabel ausgeführt sind, führen zu den Kabeln, die aus dem Kryostat herausführen. Diese münden in den Fischersteckern.

## 3.3.3. Messplatzaufbau 2

Der zweite nicht so häufig verwendete Kryostat ist von *Entropy-Cryogenics* (Abb. 3.12) und besitzt als erste Kühlstufe eine zweistufige Pulsröhre und als zweite (je nach Zähl-Art dritte) Stufe eine adiabatische Entmagnetisierungs-Kühlung [EH00] (im folgenden abgekürzt als *ADR*). Dadurch lassen sich geringere Temperaturen als am Kryostat des ersten Messplatzes erreichen. Aufgrund längerer Einkühl- und Aufwärmperioden wird dieses Kryostat nur sekundär verwendet und als Vergleichsmessung genutzt. Das Gerät zur Messung von Strom und Spanung ist ein *Sourcemeter Keithley 2450*, also ein Messinstrument wo eine Stromquelle und ein Spannungsmessgerät bereits integriert ist.





Abb. 3.12.: Nahansicht des zweiten Kryostaten. Die grüne Leiterplatte dient als Konnektor zum Chip. Davon führt ein Flachbandkabel ab welches das Signal aus dem Kryostat herausführt. Dabei ist zu beachten, dass an diesem Kryostat auch optische Messungen durchgeführt werden können und auch von anderen Projekten Experimente stattfinden.

## 3.4. Messplan

Nach der Klärung der einzelnen Prozessierungsvarianten und des Messaufbaus werden die relevanten Messwerte nochmals dargestellt. Um die verschiedenen Prozesse miteinander vergleichen und Rückschlüsse ziehen zu können, sowie dem zeitlichen Rahmen dieser Arbeit gerecht zu werden, werden nur bestimmte Strukturen vermessen. Dabei hat sich während der Herstellung herausgestellt, dass bei der Strukturierung des Niobs mittels einer Lackmaske, fehlerhafte Strukturierungen bei Strukturen kleiner als 300 nm auftreten. Daher werden vorrangig 500 µm und 500 nm Strukturen pro Prozessvariation elektrisch gemessen. In der Tabelle 3.2 ist eine



Übersicht der Parameter angegeben, die für die Messungen relevant waren.

Es ist bereits klar, dass für jede Prozessvariation zwei Strukturen gemessen werden müssen. Aus der vorangegangenen Diskussion geht hervor, dass die drei interessanten Messgrößen die kritische Temperatur, der kritische Strom und das Restwiderstandsverhältnis sind, die alle drei möglichst hoch sein sollten [Cha18]. Andere Messparameter müssen jedoch zusätzlich eingegrenzt werden. Bei der kritischen Temperatur ist es wichtig, dass der eingeprägte Strom möglichst klein ist, da ansonsten der Strom bzw. das daraus resultierende Magnetfeld, die Messung von  $T_c$  beeinflusst. Hinzu kommt, dass die Erwärmung der nicht supraleitenden Stromkabel der Temperatur der Struktur gegenüber die Temperatur des Temperatursensors verändern kann. Ein kleiner Strom verringert auch diesen Effekt, da weniger Leistung umgesetzt wird. Gleichzeitig wird der minimal verwendbare Strom durch externe Einkopplungen und Kriechströme begrenzt, da kein Triaxkabel verwendet wird. Der Pico-Ampere-Bereich ist daher schwer zu realisieren. Daher wird ein Maximalstrom von 10 nA eingeprägt, der einen guten Kompromiss zwischen zu kleinem und zu großem Strom darstellt. Zudem wird wie bereits beschrieben, der Strom bei jeder Temperatur variiert, um über die Steigung der so aufgenommenden Strom-Spannungs-Kennlinie den Widerstand zu ermitteln.

Das Restwiderstandsverhältnis hängt davon ab, ob die Struktur supraleitend ist oder nicht, denn bei sehr kleinen Widerständen ist das Restwiderstandsverhältnis sehr groß und konvergiert theoretisch gegen unendlich. Daher sollte zuerst die kritische Temperatur bestimmt und dann etwas oberhalb davon gemessen werden. Um eine Vergleichbarkeit zu erreichen, wird der Widerstand bei tiefen Temperaturen für das Restwiderstandsverhältnis jeweils bei 10 K und bei  $T_c + 1 \,\mathrm{K}$  bestimmt. Dadurch erhält man einen konstanten Absolutwert und einen konstanten Relativwert zur kritischen Temperatur. Damit ist eine Vergleichbarkeit gegeben. Gleichzeitig stellt sich die Frage nach dem zu verwendenden Strom. Auch wenn der kritische Strom nicht mehr der begrenzende Faktor ist, da die Strukturen nicht mehr supraleitend sind, wird dennoch ein kleiner Strom von maximal 30 nA eingeprägt, damit sich die Zuleitungen nicht zu stark erwärmen und auch die nun normal leitende Struktur nicht zu heiß wird. Auch hier wird zur besseren Bestimmbarkeit des Widerstandes eine Strom-Spannungs-Kennlinie aufgenommen. Der kritische Strom wird gemessen, wenn die kritische Temperatur größer als 5K ist, entsprechend wird dann der kritische Strom bei der Temperatur von 5 K gemessen. Dieser Wert wurde gewählt, da die späteren SNSPDs des Projektes "Quantum-Valley-Lower-Saxony" bei dieser Temperatur betrieben werden sollen. Leider ist bei diesen hohen Strömen, die bei der Mesung von  $T_c$ auftreten, eine Erwärmung der Zuleitungen vorhersehbar. Es kann davon ausgegangen werden, dass aufgrund der Temperaturregelung des Kryostates, eine notwendige Temperaturstabilität garantiert ist. Darüber hinaus kann die Temperaturstabilität weiter verbessert werden, indem die Zeit zwischen den Messungen, in der sich die Temperatur stabilisiert, verlängert wird.



Tab. 3.2.:	Übersicht	der drei	Kenngrößen	$\operatorname{der}$	Strukturen	und de	er Aufn	ahme-Pa	rameter	$\operatorname{der}$
	Strom-Spa	annungs-I	Kennlinie							
	1					1			_	

Messgröße	Temperatur	Strom-Intervallgrenzen	Strom-Schrittgröße
$T_c$	$3,7\mathrm{K}$ bis $9\mathrm{K}$	$-10 \mathrm{nA}$ bis $10 \mathrm{nA}$	1 nA
RRR	$T_c + 1 \mathrm{K}$ und $10 \mathrm{K}$	$-30\mathrm{nA}$ bis $30\mathrm{nA}$	2 nA
$I_c$	$5\mathrm{K}$	Variabel	Variabel

# 4. Auswertung und Diskussion

In diesem Abschnitt sollen die Messungen vorgestellt und diskutiert werden. Dabei wird zuerst genauer auf den Wert der kritischen Temperatur eingegangen.

Im Abschnitt 3.3.1 wurde bereits gezeigt, wie die Messwerte entsprechend erfasst werden, wobei hier grundsätzlich der Kryostat aus Messplatzaufbau 1 (Abs. 3.3.2) verwendet wird, sofern in den Diagrammen nicht anders beschrieben. Als Beispiel für die klassischen Auswertschritte soll nun die Messung des Wafers 6 (siehe Tab. 3.1) gezeigt werden, da diese besonders anschauliche Werte darstellt. Dabei werden zunächst Strom-Spannungs-Kennlinien bei verschiedenen Temperaturen aufgenommen. Aus diesen wird wiederum der Widerstand mit einer Geraden berechnet und diese Widerstandswerte werden wiederum über der Temperatur aufgetragen. Dabei kann in einem ersten Schritt über die größte Steigung zwischen zwei Temperaturpunkten des Widerstandes die kritische Temperatur ermittelt werden. Problematisch ist jedoch, dass diese Näherung der kritischen Temperatur von der Schrittweite der Temperaturpunkte der Messungen abhängt. Daher sollte dies nur als erster "Schätzwert" für den Anfangswert für die Interpolation mittels einer "logistischen" Funktion dienen. Da diese normalerweise Wachstumsprozesse beschreibt [HS20], ist es diesmal von Vorteil, dass der Wendepunkt bei 50% des Abstandes zwischen Anfangswert und Sättigungswert liegt. Damit liegt die interpolierte kritische Temperatur durch die logistische Funktion immer in der Mitte zwischen supraleitenden und normalleitenden Widerstandswerten, wenn man davon ausgeht, dass die normalleitenden Werte möglichst nahe an der kritischen Temperatur aufgenommen wurden. Die Funktion wurde in leicht abgewandelter Form an die in [HS20] zu findende Funktion angepasst, wodurch die kritische Temperatur leichter aus den Parametern extrahiert werden kann.

$$f_{Logistisch}(x) = \frac{A}{1 + e^{-k \cdot (x - x_0)}} + B \tag{4.1}$$

x =Variable (z.B. Temperatur), A =Sättigungswert, k = Wachstumskonstante,  $x_0 =$ Wendepunkt auf der x-Achse (z.B. kritische Temperatur), B =Offset

Mit Hilfe der Formel 4.1 können die berechneten Widerstandswerte als Funktion der Temperatur approximiert werden.





Abb. 4.1.: a) Strom-Spannungs-Kennlinien des Übergangsbereiches um  $T_c$  bei Wafer 6. Dabei ist die Veränderung der Steigung der Kennlinien durch den Übergang von dem supraleitenden in den normalleitenden Zustand geschuldet. b) Die Widerstandswerte gegenüber der Temperatur aufgetragen. Dabei entspricht die größte Steigung zwischen zwei Punkten  $T_c$  aus den Messwerten. Dementsprechend entspricht die Temperatur des Wendepunktes der Logistischen-Fit-Funktion der kritischen Temperatur der Fitfunktion.

Diesen Logistischen-Fit kann man auf die weiteren Messungen übertragen und daraus eine Übersicht der kritischen Temperatur über die einzelnen Wafer erstellen. Dabei kann man ebenfalls







Abb. 4.2.: a) Das Bestimmtsheitsmaß der Fits mit der Logistikfunktionen gegen die einzelnen Wafer aufgetragen mit farblicher Markierung der Strukturen und zweimal fehlerhafter Werte. b) Gesamtübersicht der  $T_c$ -Werte gegen die einzelnen Wafer ausgetragen. Dabei sind die beiden Strukturbreiten farblich unterschiedlich markiert. Werte, die fehlerbehaftet sind, kommen eingeschränkt vor.

In Abbildung 4.2 lassen sich erste Zusammenhänge sehr gut erkennen. Auf fehlerbehaftete Werte wird später eingegangen. Es wird deutlich, dass die Wafer 4 und 6 mit Gold-Palladium-Schutzschicht (Tab. 3.1) im Vergleich zu den Variationen ohne Gold-Palladium-Schicht sehr gute Werte bei der kritischen Temperatur aufweisen. Bei den 500 µm-Strukturen zeigt sich, dass die in Abschnitt 3.1.4 beschriebene Wasserstoffeinlagerung in Niob, die bei Laugen wie NaOH oder daraus resultierend maD - 332 auftritt, keinen großen Einfluss auf die kritische Temperatur der dünnen Strukturen hat. Jedoch sollte dies mittels Transmissionselektronenmikroskopie



und der damit einhergehende chemische Analyse überprüft werden. Darüber hinaus zeigen die 500 µm-Werte von Wafer 1 und 2, dass kein Unterschied zwischen einer Lackmaske und einer Aluminium-Hartmaske zu Unterschieden in den Eigenschaften der kritischen Temperatur führt. Weiterhin wurde der Einfluss unterschiedlicher Dicken auf die kritische Temperatur der Wafer 2 und 3 untersucht. Hierbei ist besonders zu beachten, dass sich bei der nachfolgenden Diskussion der fehlerbehafteten Werte herausstellt, dass es sich bei Wafer 3 um einen Totalausfall der Messung handelte und somit keine Aussage über unterschiedliche Dicken getroffen werden kann.



Abb. 4.3.: Vier Widerstand-Temperatur-Kurven die verarbeitet wurden für die Berechnung von  $T_c$ . Dabei kommt es zu fehlerbehafteten Werten, da die Fit-Funktion nicht richtig anliegt (Wafer 2 und 3). Die vertikalen Linien haben die gleiche bedeutung wie in Abb. 4.1.



Im Folgenden werden die in Abb. 4.2 dargestellten "fehlerbehafteten Werte" anhand von vier Beispielen in Abb. 4.3 näher erläutert. Bei der Anwendung der Fit-Funktion können verschiedene Probleme auftreten. Ein Fall ist, dass die Annahme des Übergangs von supraleitend zu normalleitend nicht eintritt. Dies ist bei Wafer 3 für beide Strukturen der Fall. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich beide im normalleitenden Zustand befinden und durch den nicht vorhandenen Sprung des Widerstandes die Regression des Fits divergiert und es keine verwertbaren Parameter für die logistische Funktion gibt. Die resultierenden kritischen Temperaturen sind nicht richtig, da die Funktion keinen Sprung wiedergibt. Ein ähnlicher Fall liegt vor, wenn der Sprung zwischen supraleitend und normalleitend nur teilweise erfolgt, wie bei Wafer 2 mit der 500 nm-Struktur. Auch hier ist der Fit fehlerhaft, da die gemessenen Werte durch den limitierten Temperaturbereich von der Annahme eines vollständigen Sprungs abweichen, aber dennoch eine gewisse Ähnlichkeit zu einem Sprung und eine Konvergenz gegen den normalleitenden Widerstandswert aufweisen. Es sei darauf hingewiesen, dass die logistische Funktion die kritische Temperatur in den Wendepunkt legt. Betrachtet man nun die Kurve von Wafer 2, dessen normalleitender Widerstandswert bei etwa 50 k $\Omega$  liegt, und nimmt an, dass der supraleitende Widerstandswert um  $0 k\Omega$  liegen könnte, so würde die kritische Temperatur der logistischen Funktion etwa bei dem Widerstandswert von  $25 \,\mathrm{k\Omega}$  liegen, der die Mitte zwischen den beiden Widerstandswerten markiert. Man sieht, dass die beiden angenäherten kritischen Temperaturen nahe bei diesem Wert liegen, und man könnte annehmen, dass die kritische Temperatur der ungefähre Wert von 4,25 K sein könnte. Ein weiteres Problem entsteht, wenn der Fit den Sprung sehr gut wiedergibt und eine kritische Temperatur ausgibt, sich aber durch die Ausreißer das Bestimmtheitsmaß als Fitgüte verschlechtert, obwohl der Fit selbst gut ist. Besonders deutlich wird dies bei Wafer 5, wo die Fitfunktion den Verlauf der Widerstand-Temperatur-Kurve gut wiedergibt, das Bestimmtheitsmaß mit  $R^2 = 42,67\%$  aber eher schlecht ist. Dies liegt vor allem an dem massiven Ausreißer, der am Übergang aufgetreten ist. Dieser verschlechtert durch seinen großen Abstand zur eigentlichen Funktion das Bestimmtheitsmaß massiv. Aus diesem Grund wurden einige Bestimmtheitsmaße als "fehlerhafte Werte" deklariert. Weiterhin ist zu beachten, dass bei den 500 µm-Strukturen aufgrund des geringen Widerstandes, wenn diese normal leitend sind, auch die Spannung aufgrund des geringen Stromes sehr gering ist und dies zu einem eher verrauschten Widerstandswert führt, wie in der Streuung bei Wafer 5 zu sehen ist. Zum Abschluss dieser Diskussion der einzelnen Widerstand-Temperatur-Kurven sei noch einmal auf Wafer 3 hingewiesen, der am Messplatz 1 keine Supraleitung ausbildet. Daher ist ein Vergleich der kritischen Temperaturen mit Wafer 3 nicht möglich und eine Untersuchung des Einflusses der Dicke nur eingeschränkt möglich. Es bleibt also nur der Vergleich zwischen dickem Niob als makroskopisches Material mit der kritischen Temperatur von 9,25 K. Hier ist  $T_c$  deutlich größer als bei den vermessenen dünnen Niob-Nanostrukturen.





Abb. 4.4.: Kritischer Strom verschiedener Strukturen, deren kritische Temperatur über 5 K liegt. Dabei wurden alle Werte bei 5 K aufgenommen. Die eingeblendeten Werte wurden nicht mit einer Logistischen-Funktion berechnet, sondern über den Messwert der größten Steigung der Spannung. Bei Wafer 2 überlagern sich die beiden Messwerte.

Nun kann der kritische Strom betrachtet werden. Dabei ist zu beachten, dass dieser bei 5 K gemessen wurde und die Wafer 1 und 3 aufgrund ihrer niedrigen bzw. nicht messbaren kritischen Temperatur nicht in diese Betrachtung einbezogen werden. In Abb. 4.4 ist der kritische Strom als Funktion der verschiedenen gemessenen Strukturen aufgetragen. Als erstes fällt ähnlich wie bei der Übersicht der  $T_c$ -Werte auf, dass die Wafer 4 und 6 wieder besser abschneiden als die Wafer ohne Gold-Palladium-Schutzschicht. Dies liegt natürlich daran, dass bei einem besseren  $T_c$  auch ein besserer kritischer Strom auftritt (siehe Formel 2.3). Auf den ersten Blick scheint es, dass die Unterschiede zwischen Wafer 5 und den beiden Wafern 4 und 6 bei den 500 nm-Strukturen nicht sehr groß sind. Dies ist jedoch nur auf die Achsenskalierung zurückzuführen. Während die beiden besseren Werte der geschützten Strukturen (Wafer 4 und 6) um die 1 mA liegen, ist der kritische Strom bei Wafer 5 mit 10 µA deutlich niedriger als bei den beiden anderen.

Da für eine hohe Detektionseffizienz von SNSPDs bei langen Wellenlängen ein hoher Strom in der nähe des kritischen Stroms notwendig ist, spricht dies wiederum für die Gold-Palladium-Schutzschicht auf den Wafern 4 und 6. Allerdings ist zu bedenken, dass im Detektionsfall die hohe Leistung, die durch den hohen Strom und den hohen Widerstand der dünnen Strukturen entsteht, auch abgeführt werden muss. Dies könnte wiederum kontraproduktiv für die Relaxationszeit sein. Jedoch fällt aufgrund der hohen thermischen Masse des Probenhalters gegenüber der Hotspot-Erwärmung dies kaum ins Gewicht. Die Relaxionszeit wird maßgebend durch die kinetische Induktivität beeinflusst (siehe Abschnitt 2.1.1)[HI19] [Ker+06].





Abb. 4.5.: Das Restwiderstandsverhältnis der unterschiedlichen Wafer, wobei die Widerstandswerte bei 10 K und um die 293 K berücksichtigt wurden. Dabei gab es Ausreißer bei Wafer 3 mit der höheren Temperatur um 288 K.

Auch bei der Betrachtung des Restwiderstandsverhältnisses, das in Abb. 4.5 dargestellt ist, ergibt sich ein ähnliches Bild wie zuvor. Auch hier weisen die Wafer mit Gold-Palladium-Beschichtung die besten Werte auf. Darüber hinaus liegen die Wafer 2 und 5 in einem ähnlichen Mittelfeld der Werte. Wafer 3 zeigt neben keinen echten supraleitenden Eigenschaften auch das schlechteste Restwiderstandsverhältnis. Aus dieser Grafik wird nochmals der Zusammenhang deutlich, dass gerade elementare Supraleiter eine hohe Reinheit für ebendiese benötigen. Dies wird dadurch deutlich, dass ein hohes Restwiderstandsverhältnis für wenig Gitterfehler und Fremdatome im Gitter spricht und dies für eine hohe kritische Temperatur bzw. für gute supraleitende Eigenschaften bei Supraleitern notwendig ist, wie in Abschnitt 2.1 beschrieben.

Aus der bisherigen Diskussion geht hervor, dass insbesondere die Strukturen mit einer Gold-Palladium-Schutzschicht (Wafer 4 und 6) gegenüber den Wafern ohne Schutzschicht hinsichtlich der kritischen Temperatur, des kritischen Stroms und des Restwiderstandsverhältnisses gut abschneiden. Außerdem ist bei der kritischen Temperatur zu erkennen, dass das Entfernen der Aluminium-Hartmaske mit Lauge oder Säure keinen Unterschied macht (bei 500 µm). Nun stellt sich die Frage, wie sich die Lackmaske auf die Strukturen auswirkt. In den Messdaten sieht man bei der kritischen Temperatur keine großen Unterschiede zwischen Wafer 2 mit Lackmaske und den beiden Wafern 1 und 5 mit Aluminium-Hartmaske bei 500 µm, wobei Wafer 2 etwas schlechter abschneidet. Bei vergleich der Wafern 4 und 6 ist ein geringfügig schlechterer Wert von  $T_c$  für den Wafer 6 mit Aluminium-Hartmaske festzustellen.



Neben dieser Betrachtung der Messwerte wurden jedoch auch prozessbegleitende Messungen durchgeführt. Hier zeigt sich, dass die Lackmaske bei sehr dünnen Streifen in Richtung 200 nm versagt. Aufgrund des großen Verhältnisses der Lackhöhe zur Lackbreite kann der Lackbereich leichter Kippen und es kann beim Entwickeln zum Wegschwimmen durch den Entwickler kommen (Abb. 4.6). Um kleinere Strukturen zu erzeugen, ist eine Prozessierung mittels einer Hartmaske, in diesem Fall mit Aluminium, unablässig. Dabei zeigt jedoch, dass der Höhenunterschied zwischen der Niob-Oberfläche und des Aluminiumoxid-Schicht stark variiert und besonders bei Anwendungen einer Hartmaske Abweichungen zu erkennen sind, welche im folgenden betrachtet werden.



Abb. 4.6.: Eine beschädigte Lackstruktur für einen 200 nm-Steg (Wafer 2), wobei der Lack aufgrund des hohen Aspektverhältnisses umklappt und bei der Entwicklung auch weggeschwemmt wird (mit rotem Kreis markiert). Dadurch kann das Niob nicht mehr entsprechend geätzt werden, wodurch dünne Strukturen eine sehr hohe Ausfallquote haben.

Bei der Messung der Höhe zwischen der Aluminiumoxid-Schicht und der Niob- bzw. Niob-Gold-Palladium-Struktur wird auf das Rasterkraftmikroskop (*AFM* wie in Abschnitt 3.1.7 beschrieben) zurückgegriffen. Dadurch lassen sich sehr genau die entsprechenden Höhenunterschiede messen und lassen dadurch potentielle Rückschlüsse auf den Prozesse zu. Dabei wird zuerst sich eine passende Struktur ausgewählt, in diesem Fall eine der auch elektrisch gemessenen Strukturen und zwar die 500 µm-Struktur. Anschließend wird die Messsonde entsprechend ausgerichtet und ein 2D-Scan abgefahren. Aus diesem 2D-"Bild" wird ein Höhenprofil ausgelesen und damit der Höhenunterschied zwischen Niob-Struktur und Aluminiumoxid-Schicht bestimmt.





Abb. 4.7.: (a) Messsonde (unten) über einer Streifenstruktur. Diese Ansicht dient zur groben Ausrichtung der Messsonde. (b) AFM-Aufnahme einer Niob-Aluminiumoxid-Kante, die ein Höhenprofil erzeugt, wobei die Höhendifferenz entlang der weißen Linie gemessen wird.

In Abb. 4.7 (b) sieht man eine AFM-Aufnahme der Niob-Aluminiumoxid-Kante, dabei wird bereits ersichtlich, dass sich direkt an der Kante weitere Ablagerungen beim ICP-RIE-Ätzen gebildet haben, sogenannte *Fences* (Abschnitt 2.2.2). Aus der eingezeichneten, weißen Linie kann man wiederum ein Höhenprofil als Schnitt machen.



Abb. 4.8.: Profil aus dem Schnitt in Abb. 4.7(b). Dabei handelt es sich um Wafer 4 mit nominell 13 nm Differenz. abei wurden zwei Geraden bzw. Balken eingezeichnet, um die Differenz besser bestimmen zu können. Außerdem ist ein *Fence* noch an der Kante zu erkennen.



In Abb. 4.8 sieht man, wie das Profil aus Abb. 4.7 aussieht und es wird mittels zweier eingezogener Geraden der Höhenunterschied berechnet. Diese Prozedur kann für alle Wafer wiederholt werden, so dass eine Auswertung der verschiedenen Höhenunterschiede möglich ist. Die geplante Strukturhöhe bzw. der geplante Höhenunterschied zwischen Niob und Aluminiumoxid wurde bereits in Tab. 3.1 in der Spalte "Strukturhöhe" angegeben und kann nun mit den gemessenen Werten verglichen werden.



Abb. 4.9.: Gemessener Höhenunterschied zwischen Niob und Aluminiumoxid bezogen auf die verschiedenen Wafer. Zusätzlich ist die erwartete Höhendifferenz eingezeichnet. Insbesondere die Wafer mit Aluminium-Hartmaske (Wafer 1,5,6) zeigen starke Abweichungen.

Die gemessenen Höhen im Vergleich zu den geplanten Höhen sind in Abb. 4.9 dargestellt. Vergleicht man nun diese Werte, so fällt zunächst auf, dass die Werte der mit Aluminium-Hartmaske verarbeiteten Wafer 1, 5 und 6 gegenüber den Wafern 2 und 4 deutlich größere Abweichungen zu größeren Höhenunterschieden aufweisen. Auffällig ist, dass auch Wafer 3 mit größerer Dicke Abweichungen aufweist. Bei Wafer 5 lässt sich die Abweichung gut dadurch erklären, dass die saure Ätzlösung *TechniEtch-Al80* das Aluminium zuerst in Aluminiumoxid umwandelt und dann durch Phosphorsäure auflöst (wie in Abschnitt 3.1.4 beschrieben). Dementsprechend ist die Höhenabweichung bei Wafer 5 auf einen Abtrag der Aluminiumoxidschicht zurückzuführen. Die Abweichungen bei den Wafern 2 und 4 sind wahrscheinlich Ungenauigkeiten bzw. Varianz in der Sputterabscheidung, da der Sputterprozess sehr kurz mit hohen Abscheideraten stattfindet und dadurch eine Ungenauigkeit entsteht. Bei den Wafern 1 und 6 ist zu beachten, dass hier im Gegensatz zu den Wafern mit Lackmaske maD-332 nicht nur für die Lackentwicklung (zum Aufbringen der Aluminium-Hartmaske), sondern auch als Ätzmittel zum Entfernen der Aluminium-Hartmaske nach dem ICP-RIE-Ätzen verwendet wurde. Da die Lauge also direkten Kontakt mit dem Aluminiumoxid hatte, wurde dieses bei Wafer 1 und 6 auch entsprechend



geätzt (wie in Abschnitt 3.1.4 beschrieben). Bei den Wafern 2, 3 und 4 wird maD-332 nur für die Entwicklung der Lackmaske verwendet, die vor dem ICP-RIE-Ätzen erfolgt, so dass das Aluminiumoxid noch von der Niobschicht bedeckt ist und nicht vom Entwickler angegriffen werden kann.

Bei Wafer 3 bleibt die große Abweichung schwer erklärbar. Zwar musste der Lack für die Niobstrukturierung mehrfach nachentwickelt werden, da der Entwickler den Lack beim ersten Mal nicht vollständig entfernt hat, doch sollte dies keinen Einfluss auf das Aluminiumoxid haben, da dieses von der Niobschicht verdeckt wird. Eine Möglichkeit wäre, dass der ICP-RIE Ätzschritt nicht bis zum Aluminiumoxid durchgeätzt hat. Dies ist jedoch unwahrscheinlich, da der Atzprozess optisch überwacht wird. Zum einen wird die Oberfläche des Wafers während des Ätzens mit einer 2D-Kamera beobachtet, wobei sich der Kontrast beim Erreichen der Aluminiumoxidschicht ändert und man somit Niob deutlich vom Untergrund unterscheiden kann. Zum anderen wird während des Ätzprozesses eine Ellipsometrie durchgeführt. Dabei wird polarisiertes Laserlicht auf den Wafer gestrahlt und die Rückstreuung gemessen. Eine Veränderung zeigt an, dass diese Schicht geätzt wurde. Durch diese Überwachung des Ätzfortschritts erscheint es unwahrscheinlich, dass das Niob nicht bis zum Aluminiumoxid weggeätzt wurde. Es könnte aber auch der umgekehrte Fall eingetreten sein, dass diesmal nicht zu wenig geätzt wurde, sondern so lange geätzt werden musste, bis der Lack bereits weggeätzt war. Dies erscheint aber ebenfalls unwahrscheinlich, da mit diesem Lack auch deutlich dickere Strukturen geätzt werden, so dass dort der Spielraum bis zum Abtrag des Lackes groß genug sein sollte. Ebenso könnte ein Problem im Sputterprozess vorgelegen haben, das zu einer insgesamt schlechten Abscheidung geführt hat. Dafür würden neben der Höhenabweichung auch das sehr schlechte Restwiderstandsverhältnis (Abb. 4.5) sowie die schlechten supraleitenden Eigenschaften (Abb. 4.2) von Wafer 3 sprechen.

Aus dieser Betrachtung der Höhenunterschiede kann nun speziell für die Aluminium-Hartmaske der Schluss gezogen werden, dass zwar eine Hartmaske für die Strukturierung von Sub-200 nm-Strukturen notwendig ist, Aluminium als Hartmaskenmaterial aber den Nachteil hat, dass Ätzlösungen zur Entfernung der Maske auch den Aluminiumoxidträger angreifen. Dadurch können auch die Niobstrukturen unterätzt werden, was zu einer geringeren Wärmeleitfähigkeit führt. Dies kann die Wärmeabfuhr bei der Detektion des SNSPD beeinträchtigen. Daher sollte im Anschluss an diese Arbeit geprüft werden, ob eine Chrom-Hartmaske eine weitere Möglichkeit der Maskierung darstellt. Da Chrom mit einer anderen Ätzlösung geätzt wird, könnte dadurch der Aluminiumoxid-Untergrund beim Niob-Strukturierungsschritt weniger beansprucht werden. Dies könnte zu weniger Unterätzen der Niobstrukturen führen. Beispielsweise greift die Chromätzlösung *TechniEtch Cr01* Aluminium nur schwach an und ist sauer, wodurch auch mögliche Wasserstoffeinlagerungen unwahrscheinlicher werden, da diese vor allem bei Laugen auftreten (siehe Abschnitt 3.1.4).



## 4.1. Mäander-Struktur



Abb. 4.10.: Eine Mäanderstruktur mit einer Fläche von 30 µm x 30 µm, wobei der Niob-Steg 120 nm breit ist und einen Abstand von 80 nm zu den anderen Niob-Stegen einhält. Das Foto wurde mittels REM aufgenommen und der Chip wurde auf Wafer 6 mitprozessiert.

Neben den Stegstrukturen wurde auf Wafer 6 auch eine Mäanderstruktur hergestellt. Eine REM-Abbildung von der Struktur ist in Abb. 4.10 zu sehen. Dies sollte nochmals die Prozessvariation mit guten Eigenschaften, wie die Gold-Palladium-Schutzschicht für bessere Supraleitungseigenschaften und die Aluminium-Hartmaske für kleine Strukturen, in eine 120 nm breite Niob-Mäanderstruktur bringen. Dadurch können erste Erkenntnisse für die weitere Herstellung von SNSPD-nahen Mäanderstrukturen gewonnen werden. Dazu wurde dieser Mäander in Messplatz 1 vermessen und der Widerstand wiederum über eine Vierleitermessung bestimmt. Dabei ist zu beachten, dass die Struktur nur zwei Zuleitungen besitzt. Zwei Drähte sind jeweils auf ein Bondpad gebondet. Somit wird der Widerstand der Struktur nicht direkt, sondern indirekt mit dem Widerstand der Niob-Zuleitungen und den Bondpands gemessen. Jedoch sollten die Niob-Zuleitungen durch hiere höhere Breite ein höheres  $T_c$  als die Mäanderstruktur selbst aufweisen und dadurch zu keiner Verfälschung führen. Zudem geben die Gold-Pads ein Offset-Wiederstand an, der aber sehr gering ist.



Tab.	4.1.:	Vergleich	der	charakteristischen	Werte	$\operatorname{der}$	Mäanderstruktur	gegenüber	$\operatorname{der}$	$500\mathrm{nm}$ -
		Struktur.								
			1	1			1			

Struktur	Strukturbreite	Kritische Temperatur	Kritische Stromdichte	RRR
Mäander Wafer-6	$120\mathrm{nm}$	$6{,}296\mathrm{K}$	$7,389  {{ m GA}\over{ m m^2}}$	1,29
Steg Wafer-6	$500\mathrm{nm}$	$7,\!63\mathrm{K}$	$16.7  \frac{\mathrm{GA}}{\mathrm{m}^2}$	2,46
Steg Wafer-6	$500\mu{ m m}$	$7,94\mathrm{K}$	$286,5 \frac{\mathrm{MA}}{\mathrm{m}^2}$	2,75

Die sonstigen Bedingungen blieben bei den elektrischen Messungen gegenüber den anderen Teststrukturen gleich. Man kann nun in der Tab. 4.1 die Werte der Mäander-Struktur und nochmals die Werte der beiden Teststrukturen für Wafer 6 ablesen. Aus dieser Gegenüberstellung lässt sich zuerst lesen, dass die charakteristischen Werte der Mäanderstruktur deutlich schlechter sind als die der beiden Stege. Zuerst sollte darauf geachtet werden, dass die Struktur schmaler ist als die beiden anderen. Bereits vom Schritt in den Nanometer-Bereich lässt sich eine Verschlechterung der Werte beobachten. Jedoch ist die Verschlechterung deutlich geringer als von der Steg zur Mäander-Struktur im Nanometer-Bereich.

Zwei Dinge sind wichtig. Erstens sind die seitlichen Bereiche der Niobstruktur nicht mit Gold-Palladium beschichtet. Daher sollte an diesen Stellen zwischen den Prozessschritten eine Oxidation mit Luftsauerstoff stattfinden können. Dies sollte bei allen Strukturen der Fall sein, allerdings ist aufgrund der schmalen Struktur das wahrscheinliche Verhältnis von unoxidiertem zu oxidiertem Volumen geringer, d.h. es steht weniger Niob für die Supraleitung zur Verfügung. Zweitens ist diese Struktur deutlich länger (Mäander: 18 mm, Streifen: 1 mm), was mehrere Effekte haben kann. Zum einen erhöht die längere Struktur die Wahrscheinlichkeit, dass über die Länge zufällig mehrere Defekte in einem Abschnitt auftreten. Dies wird umso kritischer, da einzelne Defekte bei schmalen Strukturen den kritischen Strom stärker herabsetzen als bei breiten Strukturen, da sich der supraleitende Strom an diesen Defekten in seiner Ausdehnung verjüngt und dort die kritische Stromdichte früher erreicht wird. Andererseits erhöht sich beim Unterätzen durch die vielen feinen Strukturen die unterätzte Fläche und damit potentiell eine größere oxidierte Fläche und damit ein noch größeres oxidiertes Volumen. Diese Prozessbetrachtung könnte die Messwerte widerspiegeln, kann aber wie bei der Frage der Wasserstoffeinlagerung/Oxidation nur qualitativ aus den Messwerten abgeleitet werden und nicht durch direkte Messungen wie mittels Transmissionselektronenmikroskopie nachgewiesen werden. Daher sollte zum quantitativen Nachweis möglicher Wasserstoffeinlagerungen, Nioboxidationen oder Verunreinigungen durch Atzoder auch Depositionsprozesse gerade eine Transmissionselektronenmikroskopie zur sicheren Klärung durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit war dies leider nicht möglich, jedoch wurde eine Rasterelektronenmikroskopie der Mäanderstruktur durchgeführt, wie im Folgenden noch einmal gezeigt wird. In Abb. 4.11 ist eine Nahaufnahme der Mäanderstruktur im REM zu sehen. Man sieht, dass die gemessene Breiten mit den geplanten Breiten übereinstimmen. Man



Abb. 4.11.: Nahaufnahme der Mäanderstruktur von Wafer 6 in einem REM, dabei fallen Materialreste an den Kanten der Struktur auf.

sieht aber auch, dass sich um die Strukturen herum weitere Ablagerungen gebildet haben. Auch hier wäre eine chemische Bestimmung des Materials hilfreich. Die Frage ist, ob es sich um Niob, Gold-Palladium oder andere Ablagerungen handelt. Dadurch könnte der Ätzprozess angepasst werden, um Kurzschlüsse innerhalb der Struktur zu vermeiden. Sollte es sich hauptsächlich um Niob handeln, wäre eine längere *Overetch*-Dauer möglich. Dadurch sollten diese Bereiche zusätzlich abgetragen werden. Es könnte aber auch mit dem Abtransport des geätzten Materials zusammenhängen, wofür ein hoher Gold-Palladium-Anteil sprechen könnte, da dieser zuerst abgetragen wird. Eine Re-Deposition dieses Materials würde für ein schlechtes Abtransportverhalten sprechen. Möglicherweise könnte eine Reduzierung der Ätzrate durch eine geringere HF-Bias-Leistung den Abtransport begünstigen und die Re-Deposition verringern. Des Weiteren besteht die Möglichkeit, dass sich Gold mit Schwefelhexafluorid nur schlecht abtransportieren lässt. Daher könnten andere Substanzen für den RIE-Prozess verwendet werden, was jedoch sehr aufwendig sein könnte. Naheliegender ist es, eine andere mögliche Schutzschicht wie Tantal o.ä. zu verwenden, die sich bereits als Schutzschicht für Niob bewährt hat [Bal+23] und möglicherweise besser zu ätzen ist.

## 4.2. Wafer 7\* und Wafer 8\*

Wie Bereits in der Übersicht in Abschnitt 3.2 beschrieben, wurden noch zwei weitere Wafer im Endstadium dieser Arbeit prozessiert. Dadurch konnte keine Messung mehr im Kryostat stattfinden, jedoch sahen die prozessbegleitenden Messungen vielversprechend aus und werden hier im Folgenden präsentiert. Beim Wafer 7\* wurde der ICP-RIE-Ätzprozess verbessert, indem vor dem



eigentlichen Ätzen ein trockenes Ätzen bzw. ein physikalischer Abtrag mittels beschleunigeter Argon-Ionen stattfand. Dadurch könnte ein kleiner Teil der der Gold-Palladium-Schicht und des Niobs vor dem ICP-RIE-Ätzen abgetragen worden sein. Jedoch ist dies in AFM-Aufnahmen, die direkt vor und nach dem Ätzprozess mit Argon-Ionen entstand, nicht ersichtlich. Dies liegt wahrscheinlich daran, das die Aluminium-Hartmaske ebenfalls um einen ähnlichen Anteil abgetragen wurde und damit die Höhendifferenz zwischen Maske und Untergrund gleich bleibt. Jedoch ist nach dem ICP-RIE-Ätzen in REM-Aufnahmen klar ersichtlich, dass es eine deutliche Verbesserung bei den Strukturen gegeben hat. In Abb. 4.12 kann man sehr gut die Verbesse-



Abb. 4.12.: Nahaufnahme der Mäanderstruktur von Wafer 7\* in einem REM. Gegenüber Abb.4.11 fallen keine Materialreste an den Strukturen auf.

rung gegenüber Wafer 6 in der Abb. 4.11 erkennen. Offenbar hat das zusätzliche "Vorätzen" das Ergebnis des eigentlichen ICP-RIE Ätzens deutlich verbessert. Es kann jedoch nicht mit Sicherheit gesagt werden, ob das eventuell vorher abgetragene Gold-Palladium oder insgesamt die geringe zu ätzende Masse den Prozess beeinflusst hat. Somit bleibt nur festzustellen, dass durch ein trockenes "Vor"-Ätzen der Struktur die Ätzergebnisse verbessert werden können. Wie bereits erwähnt, könnte eine chemische Analyse, z.B. mittels Transmissionselektronenmikroskopie abklären, ob es sich um eine Re-Deposition des Goldes handelt.

Beim Wafer 8<sup>\*</sup> wurde Chrom anstelle von Aluminium als Hartmaskenmaterial verwendet. Dadurch könnte eine Verbesserung des Höhenverhältnisses erreicht werden, da das Ätzmittel zum Entfernen der Chrommaske die Aluminiumoxid-Grundschicht nicht angreifen sollte. Dies kann durch Betrachtung der AFM-Aufnahme überprüft werden.





Abb. 4.13.: AFM-Aufnahme der Niob-Aluminiumoxid-Kante von Wafer 8<sup>\*</sup>. Die Höhendifferenz wird entlang der weißen Linie gemessen.



Abb. 4.14.: Gemessener Höhenunterschied bei Wafer 8\* zwischen Niob und Aluminiumoxid. Dabei beträgt der Höhenunterschied zwischen den beiden roten Höhenbalken 20 nm und ist damit an den geplanten 17 nm deutlich näher dran als bei der Aluminium-Hartmaske.

In Abb. 4.13 ist die AFM-Messung von Wafer 8\* und in Abb. 4.14 das entsprechende Profil aus dem Schnitt in Abb. 4.13 zu sehen. Man kann in Abb. 4.14 eine Verbesserung des Höhenverhältnisses gegenüber den Wafern mit Aluminium-Hartmaske (Abb. 4.8) zu erkennen, da die im AFM aufgenommene Höhe näher an der erwarteten Höhendifferenz liegt. Daraus kann geschlossen werden, dass der Aluminiumoxid-Untergrund weniger durch das Ätzmittel zur Entfernung der Chrommaske angegriffen wird. Die REM-Aufnahmen zeigten jedoch wieder



fehlerhafte Materialfortsätze. An diesen Stellen waren jedoch bereits vor dem Ätzprozess Partikel erkennbar. Es ist davon auszugehen, dass sich ein Teil der Chrommaske bei der Lackentfernung als Partikel auf dem Wafer abgelagert hat und es dadurch zu einer fehlerhaften Ätzung gekommen ist. Außerdem weist die Chrommaske teilweise Risse auf. Daraus ist zu erkennen, dass die Vorteile des geringeren Angriffs des Aluminiumoxid-Substrates mit den Nachteilen des fehlerhaft geätzten Materials erkauft werden. Die Abwägung, was das größere Problem ist oder ob die Lackentfernung verbessert werden kann, muss in Zukunft getroffen werden und kann hier nicht beantwortet werden.



Abb. 4.15.: Nahaufnahme der Mäanderstruktur von Wafer 8\* in einem REM. Dabei Fallen wieder Verunreinigungen bzw. Materialfortsätze auf. Bereits beim REM vor dem Ätzen war der Wafer mit Partikeln verunreinigt, es ist gut möglich das ein Teil der Chrommaske die sich mit dem Lack ablösen sollte, re-deponiert wurde. Dafür spricht unter anderem auch die breitere Verteilung der Partikel/Ätzfehler, die sich auch weiter weg von den Strukturen befinden und auch anders aussehen als bei Wafer 6 (Abb. 4.11).

# 5. Fazit und Ausblick

In dieser Arbeit wurden durch die Herstellung von strukturierten Niob-Dünnschichten und deren elektrische Charakterisierung wichtige Grundlagen für die Herstellung von supraleitenden Niob-Nanodraht-Einzelphotodetektoren erarbeitet. Dies wurde mittels einer Variation möglicher Prozessabläufe und anschließenden Vergleich der elektrischen Messwerte ermittelt.

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Schutzschicht über der Niobschicht erforderlich ist, um hohe Werte für die kritische Temperatur, den kritischen Strom und das Restwiderstandsverhältnis zu erreichen. Eine 2 nm dicke Gold-Palladium-Schicht hat sich als wirksam zur Verbesserung dieser Werte erwiesen. Es besteht jedoch die Einschränkung, dass das Gold-Palladium während des Ätzprozesses Rückstände bilden könnte, die zu Kurzschlüssen führen können. Durch eine Anpassung des Ätzverfahrens mit einem zusätzlichen Ätzschritt konnten jedoch auch diese Rückstände entfernt werden.

Weiterhin konnte nachgewiesen werden, dass eine Hartmaske die Herstellung kleine Strukturen ermöglicht. Jedoch ist Aluminium als Material hierfür nur bedingt geeignet ist, da die hier entsprechend eingesetzten Ätzlösungen zur Entfernung der Maske sowohl das Aluminiumoxidgrundmaterial abtragen als auch Niob oxidieren bzw. Wasserstoffeinlagerungen hervorrufen können. Bei der Verwendung von Chrom als Hartmaskenmaterial zeigt sich ein geringerer Abtrag des Aluminiumoxid-Grundmaterials. Inwieweit sich diese Veränderung auf die elektrischen Eigenschaften auswirkt, muss in weitergehenden Studien untersucht werden. Schließlich konnte eine Mäanderstruktur hergestellt werden, die im Vergleich zu den Stegstrukturen schlechtere Werte aufwies.

Zukünftig wird empfohlen, die qualitativen Befunde, die auf eine mögliche Kontamination der Niobstruktur durch Oxide, Wasserstoff o.ä. hindeuten, durch eine chemische Analyse, z.B. mittels Transmissionselektronenmikroskopie, quantitativ zu bestätigen. Es sollte geklärt werden, ob der Einsatz von Chrom als Hartmaske noch verbessert werden kann und ob ein Prozess ohne Chromdeposition möglich ist. Anschließend sollten elektrische Messungen durchgeführt werden, um mögliche Nachteile in der Schichtgüte des Niobs durch das Chrom-Ätzmittel zu überprüfen. Darüber hinaus könnte durch eine Verringerung der Ätzrate im ICP-RIE Ätzschritt eine geringere Re-Deposition erreicht werden. In Verbindung mit einem längeren *Overetch* und einer weniger edlen Schutzschicht wie Tantal könnten diese Verbesserungen noch verstärkt werden. Einschränkend muss hierbei erwähnt werden, dass die chemische Zusammensetzung der Re-Deposition unbekannt ist. Es ist jedoch zu prüfen, ob diese Änderungen auch Verbesserungen



bringen, die dem Aufwand angemessen sind, da durch das Hinzufügen eines vorhergehenden Trockenätzens die Materialfortsätze bereits verhindert werden konnten.

Beim Fertigstellen der schriftlichen Arbeit wurde eine Mäander-Struktur von 120 nm Breite von Wafer 7\* mit einem  $T_c$  von 6,5 K gemessen. Als nächstes sollen unterschiedlich Lange Mäander hergestellt und gemessen werden und die ersten optischen Messungen starten.

# A. Prozessablauf

Im folgenden werden zwei Prozessabläufe für die Wafer 2 und 6 dargestellt.

## A.1. Prozessablauf Wafer 2

### A.1.1. Lagenabscheidung - Schritt 1

#### Substrat

• Substrat: Silizium + Siliziumdioxid 300 nm (Reinraumzentrum Standardwafer)

### **UNIVEX 450C**

• Programm: "Niob auf SiO2"

Kammer	Schicht-Deposat in nm	Material	Kommentar/Parameter
K1	Х	Х	Vorreinigung $2 \min \min 50 W$
K6	40	Al2O3	-
K1	15	Nb	20 s; 0,7 Pa; 30 sccm Ar; 500 W

## A.1.2. Marker-Erstellung - Schritt 2

#### Belackung

• Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lac	x- Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AR-P642.04	2000	90	150	1	160	10
AR-P642.01	2000	90	40	3	160	10

#### Belichtung E-Beam

• Dauer ca. 30 min



### Entwicklung

- 30 s im Entwickler "Glasgower"
- Anschließend sofort 60 s in Isopropanol
- Trocknung durch Abschleudern und anschließendes Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

### Gold-Bedampfung (Pfeiffer-Aufdampfanlage)

- Aufdampfen von 10 nm Titan als Haftvermittler mit 2 $\frac{\rm \AA}{\rm s}$
- Aufdampfen von 40 nm Gold als Marker mit  $2\,\frac{\rm \AA}{\rm s}$
- Notierung Parameter
- Einlegen des Wafers in Aceton über Nacht zum ablösen der Lackmaske

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe
   6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

## A.1.3. Niob-Strukturierung Schritt 3

### Belackung

- Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer
- Auftragen des Haftvermittlers HMDS innerhalb einer Box für  $10\,\mathrm{min}$

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
ma-N 2410	3000	45	-	15	90	5

### Belichtung E-Beam

• Dauer ca. 4 h



### Entwicklung

- $\bullet~30\,\mathrm{s}$ im Entwickler ma-D332 und dann sofort $4\,\mathrm{s}$  unter einem Wasserstrahl
- $\bullet~30\,\mathrm{s}$ im Entwickler ma-D332 und dann sofort $4\,\mathrm{s}$  unter einem Wasserstrahl
- $\bullet~4\,{\rm min}$ im Entwickler ma-D332und dann sofort $3\,{\rm min}$ unter einem Wasserstrahl
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

### Ätzen mittels ICP-RIE

- Ätzung mittels "Nb-SF6" hinterlegtem Rezept ICP-RIE-Anlage
- Wafer ist mit der Stirnseite senkrecht zur Spule
- Prameter: 300 W ICP; 75 W HF; 40 sccm SF6;  $15 \,^{\circ}$ C; 0,5 Pa
- Ätz-Zeit: 10 s mit 3 s "Overetch"
- Einlegen des Wafers in Aceton über Nacht zum Ablösen der Lackmaske

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe
   6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

## A.1.4. Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4

### Belackung

• Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AR-P642.04	4000	45	106	3	160	10
AR-P642.01	2000	90	40	1	160	10



### Belichtung E-Beam

- Dauer ca. 120 min
- 30 s im Entwickler "Glasgower"
- Anschließend sofort 60 s in Isopropanol
- Trocknung durch Abschleudern und anschließendes Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

### Gold-Bedampfung (Pfeiffer-Aufdampfanlage)

- Aufdampfen von 10 nm Titan als Haftvermittler mit  $2\frac{\text{\AA}}{\text{s}}$
- Aufdampfen von 40 nm Gold als Marker mit  $2\frac{\dot{A}}{s}$
- Notierung Parameter
- Einlegen des Wafers in Aceton über Nacht zum Ablösen der Lackmaske

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe
   6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

## A.1.5. Sägen und Bonden - Schritt 5

### Elektrische Messung am Prober

• Widerstandsmessung am Suss PM 5 II-Prober

### AFM

• Höhenmessung mittels AFM

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AZ $5214E$	3000	45	-	15	90	3

### Belackung



### Schneiden

• Schneiden mit dem Programm "jaws7"

### Entfernung des Lacks

- Einzelne Chips aus dem Wafer brechen und separieren
- Alle Chips in Aceton einlegen und dieses Glas in ein Ultraschallbad für 5 min auf Power-Stufe 6
- Anschließend abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff

### Bonding

- Einzelne Chips mittels Silberleitpaste auf den PCB-Platziern
- $\bullet$ Nach dem trocknen der Silberleitpaste mittels des Westbonder bonden

## A.2. Prozessablauf Wafer 6

## A.2.1. Lagenabscheidung - Schritt 1

### Substrat

- Substrat: Silizium + Siliziumdioxid 300 nm (Reinraumzentrum Standardwafer)
- Wafer in ein Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe 6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff

### **UNIVEX 450C**

• Programm: "AuPd-Nb auf Al2O3"

Kammer	Schicht-Deposat in nm	Material	Kommentar/Parameter
K1	Х	Х	Vorreinigung $2 \min \min 50 W$
K6	40	Al2O3	$5\mathrm{min}$
K1	15	Nb	$23\mathrm{s};0.7\mathrm{Pa};30\mathrm{sccm}$ Ar; $500\mathrm{W}$
K1	2	AuPd	$3 \mathrm{s}; 1 \mathrm{Pa}; 100 \mathrm{W}$



## A.2.2. Marker-Erstellung - Schritt 2

### Belackung

• Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AR-P642.04	2000	90	150	1	160	10
AR-P642.01	2000	90	40	3	160	10

### Belichtung E-Beam

• Dauer ca. 30 min

### Entwicklung

- 30 s im Entwickler "Glasgower"
- Anschließend sofort 60 s in Isopropanol
- Trocknung durch Abschleudern und anschließendes Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

### Gold-Bedampfung (Pfeiffer-Aufdampfanlage)

- Aufdampfen von 10 nm Titan als Haftvermittler mit  $2\frac{\dot{A}}{s}$
- Aufdampfen von 40 nm Gold als Marker mit  $2\frac{\text{\AA}}{\text{s}}$
- Notierung Parameter
- Einlegen des Wafers in Aceton über Nacht zum Ablösen der Lackmaske

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe
  6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop



## A.2.3. Niob-Strukturierung Schritt 3

### Belackung

- Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer
- Auftragen des Haftvermittlers HMDS innerhalb einer Box für 10 min

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AR-P642.04	4000	45	106	3	160	10
AR-P642.01	2000	90	32	1	160	10

### Belichtung E-Beam

• Dauer ca. 4 h

### Entwicklung

- 30 s im Entwickler "Glasgower"
- Anschließend sofort 60 s in Isopropanol
- Trocknung durch Abschleudern und anschließendes Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

### Aluminium-Bedampfung (Pfeiffer-Aufdampfanlage)

- Aufdampfen von 25 nm Aluminium als Hartmaske mit 2 $\frac{\rm \AA}{\rm s}$
- Notierung Parameter
- Einlegen des Wafers in Aceton für zwei Tage, dabei ist dieser mittels eines Gestells kopfüber gelegt

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und dieses Glas in ein Ultraschallbad für 5 min auf Power-Stufe 6
- Anschließend abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Anschließend abspülen mit Destillierten Wasser und danach Abblasen mit Stickstoff



### Ätzen mittels ICP-RIE

- Leiter-Ätzung mittels als "Nb-SF6" hinterlegtem Rezept
- Wafer ist mit der Stirnseite Senkrecht zur Spule
- Prameter: 300 W ICP; 75 W HF; 40 sccm SF6; 15 °C; 0,5 Pa
- Ätz-Zeit: 33 s mit 10 s "Overetch"

### Entfernung der Aluminium-Hartmaske

- Wafer in eine Schale mit maD-332, wobei die Schale per Hand bewegt wird
- Nach 5 min wird der Wafer unter einen Wasserstrahl gehalten für 3 min
- Anschließend Trocknen durch Abschleudern und danach Abblasen mit Stickstoff

## A.2.4. Abscheidung der Gold-Kontakt-Pads - Schritt 4

### Belackung

- Ein Pre-Bake bei 90 °C mit 3 min-Dauer

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm	Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder	in °C	
AR-P642.04	4000	45	106	3	160	10
AR-P642.01	2000	90	40	1	160	10

### Belichtung E-Beam

- Dauer ca. 120 min
- 30 s im Entwickler "Glasgower"
- $\bullet$  Anschließend sofort  $60\,\mathrm{s}$  in Isopropanol
- Trocknung durch Abschleudern und anschließendes Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop



### Gold-Bedampfung (Pfeiffer-Aufdampfanlage)

- Aufdampfen von 10 nm Titan als Haftvermittler mit 2 $\frac{\text{\AA}}{\text{s}}$
- Aufdampfen von 40 nm Gold als Marker mit  $2\frac{\text{\AA}}{\text{s}}$
- Notierung Parameter
- Einlegen des Wafers in Aceton über Nacht zum ablösen der Lackmaske

### Entfernung des Lacks

- Wafer in ein neues Glas mit Aceton einlegen und 5 min in ein Ultraschallbad (Power-Stufe
   6)
- Anschließend sofort 60s abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff
- Überprüfung mittels Stereo-Mikroskop

## A.2.5. Sägen und Bonden - Schritt 5

### Elektrische Messung am Prober

• Widerstandsmessung am Suss PM 5 II-Prober

### AFM

• Höhenmessung mittels AFM

Lack-Name	Lackschleuder	Zeit in s	Dicke nm	Programm		Ausback-	Ausback-
	-drehzahl in			der	Lack-	Temperatur	Zeit in min
	rpm			schleuder		in °C	
AZ $5214E$	3000	45	-	15		90	3

### Belackung

### Schneiden

• Schneiden mit dem Programm "jaws7"



### Entfernung des Lacks

- Einzelne Chips aus dem Wafer brechen und separieren
- Alle Chips in Aceton einlegen und dieses Glas in ein Ultraschallbad für 5 min auf Power-Stufe 6
- Anschließend abspülen mit Isopropanol und danach Abblasen mit Stickstoff

### Bonding

- Einzelne Chips mittels Silberleitpaste auf den PCB-Platziern
- Nach dem Trocknen der Silberleitpaste mittels des *Westbonder* bonden
## **B.** Auswerte-Skripte in Python

In diesem Anhangs-Kapitel sollen nochmal teile des Python-Auswerte-Skripts präsentiert werden. Dabei ist zu wissen, das es sich um ein organisch gewachsenes Skript handelt und nicht alle Abschnitte gleich gut dokumentiert oder beschriftet sind. Jedoch kann man anhand dieses Skript gut die Auswertung nachvollziehen. Plot-Skripte werden aus dieser Aufzeichnung heraus genommen, da diese "nur" die Bilder liefern aber nicht die Werte, worauf diese Arbeit eigentlich abzielen sollte.

Als erstes wird auf drei Funktionen verwiesen, die immer mal wieder in anderen Funktionen/-Objekten auftauchen und daher als zusätzliche Funktionen eingepflegt wurden. Dabei handelt es sich um zwei Mathematische Funktionen, nämlich ein Polynom ersten Grades und einer Logistischen Funktion, daneben ist dann noch eine dritte Funktion, die Werte aus einem Array normiert.

```
def logifunc(x,A,x0,k,off):
```

```
return A / (1 + np.exp(-k*(x-x0)))+off

def GeradeFunc(x, a, b):
    return a * x + b

def Normierung(Widerstand_Liste):
    #Zur Normierung einer Liste auf 1
    Normierte_Widerstand_Liste = []
    xmin = min(Widerstand_Liste)
    xmax = max(Widerstand_Liste)
    for i, x in enumerate(Widerstand_Liste):
        Normierte_Widerstand_Liste.append((x-xmin) / (xmax-xmin))
```

return Normierte\_Widerstand\_Liste

Im folgenden werden nun die Skripte für den Messplatzaufbau 1 (Abschnitt 3.3.2) gezeigt, dabei handelt es sich um den Import der Messdateien und anschließend zweier Funktionen zur Auswertung und daran anschließend eine Klasse, die wiederum ein Messungs-Objekt definiert. Dadurch lassen sich die einzelnen Messungen der unterschiedlichen Chips/Wafer besser organisieren.

```
def ImportOK(Ordnerpfad_Tc: str):
    #Importfunktion f r die Tc-Datein von dem Cryocooler von Oliver Kieler
    DateiListe = glob.glob(Ordnerpfad_Tc+'*.dat')
    Rohdaten: float = []
    for Zaehler in range(1,int(len(DateiListe))):
        Rohdaten.append(np.genfromtxt(DateiListe[Zaehler],dtype='float',delimiter='\t',skip_header=4))
    return Rohdaten
```

def AuswertungOK\_TC(Rohdaten):
 #Es wird ein Gerade-Fit ber die U-I-Kennlinie gemacht, damit man den Widerstand in dieser Funktion erh lt
 Widerstand\_Tc: float = []
 Wiederstand\_Tc\_Std: float = []
 Wiederstand\_Tc\_Std\_Error: float = []
 Offset\_Spannung: float = []



```
Temperatur_Tc: float = []
    Temperatur_Tc_Std: float = []
    Temperatur_Tc_Std_Error: float = []
    r_squared: float = []
    for i in range(0,int(len(Rohdaten))):
        #Zuerst wird die Strom-Spannungs-Kennlinie f r den Widerstand gefittet (Mit Standardabweichung)
        ParamFIT, StdFIT = curve_fit(GeradeFunc, xdata = Rohdaten[i][:,0],
                                     ydata = Rohdaten[i][:,1], sigma = Rohdaten[i][:,2])
        #Die Steigung der Gerade (Widerstand) wird in der Widerstands-Liste gespeichert
       Widerstand_Tc.append(abs(ParamFIT[0]))
        #Offset der Spannung
        Offset_Spannung.append(ParamFIT[1])
        #Die Standardabweichung des Fit's wird als Standardabweichung des Widerstandes gespeichert
       Wiederstand_Tc_Std.append((np.sqrt(np.diag(StdFIT)))[0])
        #F r potentielle Error–Bars wird der Standerdfehler ausgerechnet
       Wiederstand_Tc_Std_Error.append((Wiederstand_Tc_Std[i])/(np.sqrt(len(Rohdaten[i][:,1]))))
        #Der Temperaturwert wird aus dem Mittelwert der Cool-Head-Temperatur gebildet, da Sample unsicher
        Temperatur_Tc.append(float(np.mean(Rohdaten[i][:,4])))
        #Standardabweichung des Temperaturwertes wird ber die einzelnen Temperaturen erstellt
        Temperatur_Tc_Std.append(float(np.std(Rohdaten[i][:,4])))
        #F r potentielle Error–Bars wird der Standerdfehler ausgerechnet
        Temperatur_Tc_Std_Error.append((Temperatur_Tc_Std[i])/(np.sqrt(len(Rohdaten[i][:,4]))))
        #Die G te des Fit's ber R^2
        r_squared.append( 1 - (np.sum(((Rohdaten[i][:,1])- GeradeFunc(Rohdaten[i][:,0],
                ParamFIT[0], ParamFIT[1]))**2) / np.sum((Rohdaten[i][:,1]-np.mean(Rohdaten[i][:,1]))**2)))
    Tc: float = Temperatur_Tc[(np.where(np.gradient(Widerstand_Tc,Temperatur_Tc)==
                        max(np.gradient(Widerstand_Tc,Temperatur_Tc)))[0]).item(0)]
    return [Tc, Temperatur_Tc, Widerstand_Tc, Temperatur_Tc_Std, Temperatur_Tc_Std_Error,
            Wiederstand_Tc_Std, Wiederstand_Tc_Std_Error, Offset_Spannung, r_squared]
def AuswertungOK_Ic(Rohdaten):
    Temperatur: float = []
    Temperatur_Std: float = []
    Temperatur_Std_Err: float = []
    Strom: float = []
    Spannung: float = []
    Spannung_Std: float = []
    Spannung_Std_Err: float = []
    for i in range(0,int(len(Rohdaten))):
        Temperatur.append(float(np.mean(Rohdaten[i][:,4])))
        Temperatur_Std.append(float(np.std(Rohdaten[i][:,4])))
        Temperatur_Std_Err.append((Temperatur_Std[i])/(np.sqrt(len(Rohdaten[i][:,4]))))
        Strom = list(Rohdaten[i][:,0])
        Spannung = list(Rohdaten[i][:,1])
        Spannung_Std = list(Rohdaten[i][:,2])
        Spannung_Std_Err = list((Spannung_Std[:])/(np.sqrt(len(Rohdaten[i][:,1]))))
    return [Temperatur, Temperatur_Std, Temperatur_Std_Err, Strom, Spannung, Spannung_Std, Spannung_Std_Err]
```

Nach der Auswertefunktion für die kritische Temperatur und des kritischen Stroms kommt die Klassen-Definition für die späteren Objekte.

```
class Auswertung_OK_Tc:
    def __init__(self, Ordnerpfad_Tc_klasse: str):
        self.Rohdaten = ImportOK(Ordnerpfad_Tc_klasse)
        self.__Auswerte_Ergebnisse = AuswertungOK_TC(self.Rohdaten)
        self.Tc = self.__Auswerte_Ergebnisse[0]
        self.Temp = self.__Auswerte_Ergebnisse[1]
        self.Res = self.__Auswerte_Ergebnisse[2]
        self.Temp_Std = self.__Auswerte_Ergebnisse[3]
        self.Temp_Err = self.__Auswerte_Ergebnisse[4]
        self.Res_Std = self.__Auswerte_Ergebnisse[5]
```



```
self.Res_Err = self.__Auswerte_Ergebnisse[6]
    self.U_Off = self.__Auswerte_Ergebnisse[7]
    self.Res_FR2 = self.__Auswerte_Ergebnisse[8]
    self.Res_N = Normierung(self.Res)
    pass
def LogiFit(self):
    self.Loc_SP = [(max(self.Res)-min(self.Res)), np.mean(self.Temp), 0.1, (np.mean(self.Res))]
    self.__Loc_Ergebnisse = LogiFit(self.Temp, self.Res, self.Res_Std, self.Loc_SP)
    self.Loc_FP = self.__Loc_Ergebnisse[0]
    self.Loc_StdP = self.__Loc_Ergebnisse[2]
    self.Loc_Tc = self.Loc_FP[1]
    self.Loc_FR2 = self.__Loc_Ergebnisse[3]
    pass
def __del__(self):
    print("Destruktor gestartet OK_Tc")
    pass
pass
```

So ähnlich ist es auch bei dem Messplatzaufbau 2 (Abschnitt 3.3.3) gestaltet worden. Da jedoch die von den Messgeräten ausgegebenen Dateien andere Strukturen hatten, brauchte es doch eine zweite Funktionen-Sammlung.

```
def Import_SR_Tc(DateipfadTc: str):
    #Import-Funktion fuer die Tc-Messung
    CSV_Tc_Messung = np.genfromtxt(DateipfadTc,delimiter='\t',usecols=(1,2))
    Temperatur_Tc_Messung=[]
    Widerstand_Tc_Messung=[]
    for i in range(0,int(CSV_Tc_Messung.size/2)):
        if ((CSV_Tc_Messung[i][0]<10) and (CSV_Tc_Messung[i][0]>2)):
            Temperatur_Tc_Messung.append(CSV_Tc_Messung[i][0])
    for i in range(0,int(CSV_Tc_Messung.size/2)):
        if ((CSV_Tc_Messung[i][0]<10) and (CSV_Tc_Messung[i][0]>2)):
            Widerstand_Tc_Messung.append(CSV_Tc_Messung[i][1])
    return [Temperatur_Tc_Messung,Widerstand_Tc_Messung]
def KritTemp_SR(Temperatur_Tc_Messung,Widerstand_Tc_Messung):
    Kritische_Temperatur: float = Temperatur_Tc_Messung[((np.where(
    np.gradient(Widerstand_Tc_Messung,Temperatur_Tc_Messung) ==
    max(np.gradient(Widerstand_Tc_Messung,Temperatur_Tc_Messung))))[0]).item(0)]
    return Kritische_Temperatur
def AuswertungSR_Tc(DateipfadTc: str):
    #Import+Normierung+Tc in einem Befehl abfruehstuecken
    Temperatur_Tc_Messung=[]
    Widerstand_Tc_Messung=[]
    Normierte_Widerstand_Tc_Messung=[]
    [Temperatur_Tc_Messung,Widerstand_Tc_Messung] = Import_SR_Tc(DateipfadTc)
    Normierte_Widerstand_Tc_Messung = Normierung(Widerstand_Tc_Messung)
    Kritische_Temperatur: float = KritTemp_SR(Temperatur_Tc_Messung,Widerstand_Tc_Messung)
    return [Temperatur_Tc_Messung,Widerstand_Tc_Messung,Normierte_Widerstand_Tc_Messung,Kritische_Temperatur]
class Auswertung_SR_Tc:
    def __init__(self, Dateipfad_SR_Tc_klasse: str):
        self.Rohdaten = Import_SR_Tc(Dateipfad_SR_Tc_klasse)
        self.__Auswertung = AuswertungSR_Tc(Dateipfad_SR_Tc_klasse)
        self.Temp = self.__Auswertung[0]
        self.Res = self.__Auswertung[1]
        self.ResN = self.__Auswertung[2]
        self.Tc = self.__Auswertung[3]
        pass
    def LogiFit(self):
```



```
self.Loc_SP = [(max(self.Res)-min(self.Res)),np.mean(self.Tc),0.1,(np.mean(self.Res))]
self.Loc_Ergebnisse = LogiFitSR(self.Temp, self.Res, self.Loc_SP)
self.Loc_FP = self.._Loc_Ergebnisse[0]
self.Loc_StdP = self.._Loc_Ergebnisse[2]
self.Loc_Tc = self.Loc_FP[1]
self.Loc_FR2 = self.._Loc_Ergebnisse[3]
pass
def __del__(self):
    print("Destruktor gestartet SR_Tc")
pass
pass
```

Für die Berechnung des Restwiderstandsverhältnisses wurde ein zusätzliches, weniger stark automatisiertes Skript verwendet.

#Import wichtiger Methoden import numpy as np import matplotlib.pyplot as plt import os import glob from scipy.optimize import curve\_fit #Der Pfad der zu dem Ordner mit den Messdaten f hrt pathW=r'...' pathK=r'...'

#Es werden alle Datein in einem gro en Array gespeichert, wobei die einzelnen Datein unterarrays bilden

```
RohdatenW = np.genfromtxt(pathW,dtype='float',delimiter='\t',skip_header=4)
RohdatenK = np.genfromtxt(pathK,dtype='float',delimiter='\t',skip_header=4)
```

```
#Definition der einzelnen Listen, um sp ter diese beschreiben zu k nnen
#F r den Fit der Strom-Spannungs-Kennlinie muss vorher eine Fit-Funktion hinterlegt werden (Gerade)
def func(x, a, b):
```

return a \* x + b

```
ParamFITW, StdFITW = curve_fit(func, RohdatenW[:,0], RohdatenW[:,1], sigma=RohdatenW[:,2])
ResW = abs(ParamFITW[0])
ResW_Std = (np.sqrt(np.diag(StdFITW)))[0]
ResW_Err = (ResW_Std)/(np.sqrt(len(RohdatenW[:,1])))
TempW = float(np.mean(RohdatenW[:,4]))
TempW_Std = float(np.std(RohdatenW[:,4]))
TempW_Err = (TempW_Std)/(np.sqrt(len(RohdatenW[:,4])))
ParamFITK, StdFITK = curve_fit(func, RohdatenK[:,0], RohdatenK[:,1], sigma=RohdatenK[:,2])
ResK = abs(ParamFITK[0])
ResK_Std = (np.sqrt(np.diag(StdFITK)))[0]
ResK_Err = (ResK_Std)/(np.sqrt(len(RohdatenK[:,1])))
TempK = float(np.mean(RohdatenK[:,4]))
TempK_Std = float(np.std(RohdatenK[:,4]))
TempK_Err = (TempK_Std)/(np.sqrt(len(RohdatenK[:,4])))
RRR = ResW/ResK
print(TempW)
```

print(TempW)
print(TempK)
print(RRR)

## C. Definition des Bestimmtheitsmaßes

Das Bestimmtheitsmaß gibt an, wie gut die Anpassung des Fits an die Messwerte ist. Dabei folgt aus [HS20], wobei die folgende Formel zum leichteren Verständnis mit anderen Indizes gezeigt wird. Dabei wird klar, das im Zähler die Quadratsumme der Differenz zwischen Messwert und Wert des Fits an der Stelle berechnet wird und im Nenner die Quadratsumme der Differenz des Messwertes zum Durchschnitt der Messwerte berechnet wird. Dabei bezeichnet das Dach-Zeichen  $\hat{y}$  einen Durchschnitt.

$$R^{2} = \frac{\sum_{i} \left( y_{Messwert}(i) - y_{Fitwert}(i) \right)^{2}}{\sum_{i} \left( y_{Messwert}(i) - \widehat{y}_{Messwerte} \right)^{2}}$$
(C.1)

# D. Interne Bezeichnungen

Aufgrund anderer interner Bezeichnungen wird hier nochmal eine Tabelle aufgezeigt, die die internen Bezeichnungen der Wafer wiedergibt.

Wafer	Interne Bezeichnung	Chip	Maske	Au-Schutz	Strukturhöhe
1	Rau22awDC-09	X2Y2	Al-20 nm	_	$15\mathrm{nm}$
2	Rau22awDC-10	X2Y2	Lackmaske	-	$15\mathrm{nm}$
3	Rau22awDC-11	X2Y2	Lackmaske	-	$30\mathrm{nm}$
4	Rau22awDC-13	X2Y2	Lackmaske	$2\mathrm{nm}$	$17\mathrm{nm}$
5	Rau22awDC-14	X2Y2	$\mathrm{Al}\text{-}25\mathrm{nm}$	-	$15\mathrm{nm}$
6	Rau22awDC-16	X2Y2	$\mathrm{Al}\text{-}25\mathrm{nm}$	$2\mathrm{nm}$	$17\mathrm{nm}$
$7^*$	Rau22awDC-17	X2Y2	$\mathrm{Al}\text{-}25\mathrm{nm}$	$2\mathrm{nm}$	$17\mathrm{nm}$
8*	Rau22awDC-18	X2Y2	Cr-25nm	$2\mathrm{nm}$	17 nm

Tab. D.1.: Übersicht der internen Bezeichnungen der Wafer.

### Literatur

- [Abr57] A. A. Abrikosov. "The magnetic properties of superconducting alloys". In: Journal of Physics and Chemistry of Solids 2.3 (1957). PII: 0022369757900835, S. 199–208.
   ISSN: 00223697. DOI: 10.1016/0022-3697(57)90083-5.
- [Ann+09] A. J. Annunziata u. a. "Niobium Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors". In: *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 19.3 (2009), S. 327–331.
   ISSN: 1051-8223. DOI: 10.1109/TASC.2009.2018740.
- [Ann+10] Anthony J. Annunziata u. a. "Tunable superconducting nanoinductors". eng. In: Nanotechnology 21.44 (2010). Journal Article Research Support, Non-U.S. Gov't Research Support, U.S. Gov't, Non-P.H.S., S. 445202. DOI: 10.1088/0957-4484/ 21/44/445202. eprint: 20921595.
- [Bal+23] Mustafa Bal u. a. Systematic Improvements in Transmon Qubit Coherence Enabled by Niobium Surface Encapsulation. 2023. DOI: 10.48550/arXiv.2304.13257.
- [Bia+17] Jacob Biamonte u. a. "Quantum machine learning". eng. In: Nature 549.7671 (2017).
   Journal Article Research Support, Non-U.S. Gov't, S. 195–202. DOI: 10.1038/ nature23474. eprint: 28905917.
- [Bin+16] Michael Binnewies u. a. Allgemeine und anorganische Chemie. ger. 3., vollständig überarbeitete Auflage. Lehrbuch. Binnewies, Michael (VerfasserIn) Finze, Maik (VerfasserIn) Jäckel, Manfred (VerfasserIn) Schmidt, Peer (VerfasserIn) Willner, Helge (VerfasserIn) Rayner-Canham, Geoffrey (VerfasserIn). Berlin: Springer Spektrum, 2016. 965 S. ISBN: 978-3-662-45067-3. DOI: 10.1007/978-3-662-45067-3.
- [BS51] David Bohm und Tor Staver. "Application of Collective Treatment of Electron and Ion Vibrations to Theories of Conductivity and Superconductivity". In: *Physical Review* 84.4 (1951), S. 836–837. ISSN: 0031-899X. DOI: 10.1103/PhysRev.84.836.2.
- [BK13] Werner Buckel und Reinhold Kleiner. Supraleitung. Grundlagen und Anwendungen. 7., Auflage. Lehrbuch Physik. Buckel, Werner (Verfasser) Kleiner, Reinhold (Verfasser). Weinheim: Wiley-VCH, 2013. Online-Ressource. ISBN: 9783527668700.
- [Cha+23] Hans Hon Sang Chan u. a. "Grid-based methods for chemistry simulations on a quantum computer". eng. In: Science advances 9.9 (2023). Journal Article, eabo7484.
   DOI: 10.1126/sciadv.abo7484. eprint: 36857445.



- [Cha18] Ilya Charaev. Improving the Spectral Bandwidth of Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors (SNSPDs). en. 2018. DOI: 10.5445/KSP/1000077944.
- [Coo56] Leon N. Cooper. "Bound Electron Pairs in a Degenerate Fermi Gas". In: *Physical Review* 104.4 (1956), S. 1189–1190. ISSN: 0031-899X. DOI: 10.1103/PhysRev.104.
   1189.
- [Dem16] Wolfgang Demtröder. Experimentalphysik 3. Bd. 3. 4 Bde. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN: 978-3-662-49093-8. DOI: 10.1007/978-3-662-49094-5.
- [Eis+11] M. D. Eisaman u. a. "Invited review article: Single-photon sources and detectors".
   eng. In: *The Review of scientific instruments* 82.7 (2011). Journal Article, S. 071101.
   DOI: 10.1063/1.3610677. eprint: 21806165.
- [Eke91] A. K. Ekert. "Quantum cryptography based on Bell's theorem". eng. In: *Physical review letters* 67.6 (1991). Journal Article, S. 661–663. DOI: 10.1103/PhysRevLett.
   67.661. eprint: 10044956.
- [Eki06] Jack W. Ekin. Experimental techniques for low-temperature measurements. Cryostat design, material properties, and superconductor critical-current testing. eng. Oxford: Oxford Univ. Press, 2006. 673 S. ISBN: 978-0-19-857054-7. URL: http://www.loc.gov/catdir/enhancements/fy0640/2006010332-d.html.
- [EH00] Christian Enss und Siegfried Hunklinger. *Tieftemperaturphysik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2000. ISBN: 978-3-642-63202-0. DOI: 10.1007/978-3-642-57265-4.
- [Frö52] Herbert Fröhlich. "Interaction of electrons with lattice vibrations". In: Proceedings of the Royal Society of London. Series A Mathematical and Physical Sciences 215.1122 (1952), S. 291–298. ISSN: 0080-4630. DOI: 10.1098/rspa.1952.0212.
- [GM18] Rudolf Gross und Achim Marx. Festkörperphysik. ger. 3. Auflage. De Gruyter Studium. Gross, Rudolf (VerfasserIn) Marx, Achim (VerfasserIn). Berlin und Boston: De Gruyter, 2018. 1047 S. ISBN: 978-3-11-055918-7.
- [HS20] Jürgen Hedderich und Lothar Sachs. Angewandte Statistik. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2020. ISBN: 978-3-662-62293-3. DOI: 10.1007/978-3-662-62294-0.
- [Hil19] Ulrich Hilleringmann. *Silizium-Halbleitertechnologie*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2019. ISBN: 978-3-658-23443-0. DOI: 10.1007/978-3-658-23444-7.
- [HI19] Itamar Holzman und Yachin Ivry. "Superconducting Nanowires for Single–Photon Detection: Progress, Challenges, and Opportunities". In: Advanced Quantum Technologies 2.3-4 (2019), S. 1800058. ISSN: 2511-9044. DOI: 10.1002/qute.201800058.



- [Hu+09] Guofeng Hu u. a. "Study on Wet Etching of AAO Template". In: Applied Physics Research 1.2 (2009). ISSN: 1916-9639. DOI: 10.5539/apr.v1n2p78.
- [Int19] International Organization for Standardization, Hrsg. Vakuumtechnik; Verzeichnis von Fachausdrücken und Definitionen; Teil 1: Allgemeine Ausdrücke. ISO. Berlin: Beuth Verlag GmbH, 1. Juli 2019. URL: https://www.beuth.de/de/norm/iso-3529-1/311580232 (besucht am 07.02.2023).
- [Kaa20] Fabian Kaap. "Untersuchung des Einflusses von Kernspins und in Niob gespeichertem Wasserstoff auf das niederfrequente magnetische Flussrauschen in supraleitenden Quanteninterferenzdetektoren". Kirchhoff-Institut für Physik. Masterarbeit. Heidelberg: Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg, 2020.
- [Ker+06] Andrew J. Kerman u. a. "Kinetic-inductance-limited reset time of superconducting nanowire photon counters". In: Applied Physics Letters 88.11 (2006), S. 111116. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2183810.
- [Kra20] Matthäus Krantz. "Development of a metallic magnetic calorimeter with integrated SQUID readout". Kirchhoff-Institut für Physik. Dissertation. Heidelberg: Heidelberg University, 2020. URL: 10.11588/heidok.00028776 (besucht am 13.03.2023).
- [Küc20] Stefan Kück. "Einzelphotonenmetrologie". Enthalten in PTB-Mitteilungen. Band 130 (2020), Heft 3. ISSN 0030-834X. de. In: *PTB-Mitteilungen* (2020), S. 39–61. DOI: 10.7795/310.20200305. (Besucht am 12.05.2023).
- [LL35] F. London und H. London. "The electromagnetic equations of the supraconductor".
   In: Proceedings of the Royal Society of London. Series A Mathematical and Physical Sciences 149.866 (1935), S. 71–88. ISSN: 0080-4630. DOI: 10.1098/rspa.1935.0048.
- [MW05] Werner Martienssen und Hans Warlimont. Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data. Springer Berlin Heidelberg, 2005. ISBN: 978-3-540-44376-6. DOI: 10.1007/3-540-30437-1.
- [MO33] W. Meissner und R. Ochsenfeld. "Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfhigkeit".
   In: Die Naturwissenschaften 21.44 (1933). PII: BF01504252, S. 787–788. ISSN: 0028-1042. DOI: 10.1007/BF01504252.
- [SS21] Matthias Schirmer und Brigitte Schirmer. Produktinformation. E-Beam Resists. Hrsg. von Allresist GmbH. Allresist GmbH. 2021. URL: https://www.allresist.de/wpcontent/uploads/2021/05/Allresist-Produktinformation-E-Beamresist-Deutsch-web.pdf (besucht am 06.02.2023).
- [SGK01] Alex D. Semenov, Gregory N. Gol'tsman und Alexander A. Korneev. "Quantum detection by current carrying superconducting film". In: *Physica C: Superconductivity* 351.4 (2001). PII: S0921453400016373, S. 349–356. ISSN: 09214534. DOI: 10.1016/S0921-4534(00)01637-3.



- [TJS20] Rob Thew, Thomas Jennewein und Masahide Sasaki. "Focus on quantum science and technology initiatives around the world". In: *Quantum Science and Technology* 5.1 (2020), S. 010201. DOI: 10.1088/2058-9565%2Fab5992.
- [Vik+20] Pontus Vikstål u. a. "Applying the Quantum Approximate Optimization Algorithm to the Tail-Assignment Problem". In: *Physical Review Applied* 14.3 (2020). DOI: 10.1103/PhysRevApplied.14.034009.

#### Eigenständigkeitserklärung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegeben Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Wölping hawen, 03. 07. 2023

P.M.