

Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale

Johannes Kohlmann*, Oliver Kieler**

1. Einleitung

In der elektrischen Metrologie spielen Quantennormale bei der Reproduzierung und Bewahrung elektrischer Einheiten eine wichtige Rolle. So wird die Einheit der elektrischen Spannung, das Volt, mithilfe eines Quantennormals reproduziert. Dieses Quanten-Spannungsnormale basiert auf dem Josephson-Effekt [1], der an Kontakten aus zwei schwach gekoppelten Supraleitern auftritt. Herzstück dieser Quanten-Spannungsnormale ist eine integrierte Reihenschaltung aus tausenden oder sogar zehntausenden Josephson-Kontakten. Die Verfügbarkeit dieser komplexen Schaltungen ist eng mit einer leistungsfähigen Technologie verknüpft, die ihre zuverlässige und reproduzierbare Herstellung ermöglicht.

Obwohl das Konzept eines Josephson-Spannungsnormals relativ einfach ist, hat die Entwicklung von der Idee bis zu den aktuellen Varianten mehrere Jahrzehnte gedauert. Dieser lange Zeitraum wurde dadurch verursacht, dass neben entscheidenden neuen Ideen für Josephson-Spannungsnormale auch fundamentale Fortschritte der Fertigungstechnologie als wesentliche Voraussetzung zur Herstellung der integrierten Schaltungen erforderlich waren. Diese Weiterentwicklungen haben dabei auch von den erheblichen Fortschritten der Herstellungstechnologie in der Halbleiterindustrie profitiert.

In diesem Beitrag stellen wir die Fertigungstechnologie zur Herstellung integrierter supraleitender Josephson-Reihenschaltungen für Spannungsnormale vor. Die Entwicklung dieser Technologie über viele Jahre ist eng mit den Details der Josephson-Spannungsnormale verbunden. Deshalb fassen wir zunächst einige Grundlagen zu Josephson-Spannungsnormalen zusammen und skizzieren das Konzept und den Aufbau der Schaltungen, bevor wir die Fertigungstechnologie für moderne praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale beschreiben.

Bei unserer Darstellung konzentrieren wir uns auf Entwicklungen an der PTB, die auch in verschiedenen Veröffentlichungen dargestellt sind (für einen Überblick z. B. [2, 3]). Vergleichbare

Aktivitäten zur Weiterentwicklung von Josephson-Spannungsnormalen gab und gibt es in einigen wenigen anderen Nationalen Metrologieinstituten, insbesondere in den USA und Japan sowie bei den Firmen Supracon AG in Deutschland und Hypres Inc. in den USA, die Schaltungen und komplette Messsysteme kommerziell anbieten [4]. Ein Teil dieser Entwicklungen hin zu einem kommerziellen Gerät wird im nächsten Beitrag von R. Behr und B. Smandek vorgestellt.

2. Grundlagen zu Josephson-Spannungsnormalen

Ausgangspunkt für Josephson-Spannungsnormale ist eine Veröffentlichung von Brian D. Josephson aus dem Jahr 1962, in der er theoretische Grundlagen der Supraleitung zur Beschreibung des Verhaltens zweier schwach gekoppelter Supraleiter einsetzt [1]. Als Ergebnis sagte er die heute sogenannten Josephson-Effekte für diese Art von Kontakten vorher, wofür er 1973 mit dem Nobelpreis für Physik ausgezeichnet wurde. Unter anderem kommt er zu dem Schluss, dass in der Strom-Spannungs-Kennlinie bei Einstrahlung elektromagnetischer Wellen im Mikrowellenbereich Stufen konstanter Spannung auftreten. Die Spannung dieser Stufen hängt dabei direkt von der Frequenz f der eingestrahlten Mikrowelle ab:

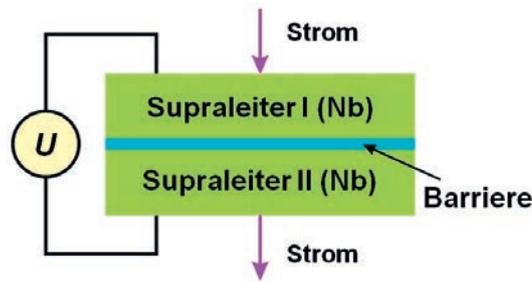
$$(1) \quad U_n = n \cdot f / K_J$$

Dabei ist n eine ganze Zahl, die die Ordnung der Stufe angibt ($n = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$) und $K_J = 2e/h$ die Josephson-Konstante mit den beiden Naturkonstanten Elementarladung e und Planck'sches Wirkungsquantum h . Die erzeugten Spannungswerte für einen einzelnen Kontakt sind allerdings relativ gering; so ergibt sich ein Wert von etwa 20 μV für die erste Stufe konstanter Spannung bei einer Mikrowellenfrequenz von 10 GHz bzw. von etwa 145 μV bei 70 GHz ($K_{J-90} = 0,4835979 \text{ GHz}/\mu\text{V}$). Für ein Spannungsnormale, das mit Ausgangsspannungen von 1 V oder 10 V für Anwendungen in der Praxis geeignet ist, müssen also viele tausend Josephson-

* Dr. Johannes Kohlmann, Arbeitsgruppe 2.43 „Josephson-Schaltungen“, E-Mail: johannes.kohlmann@ptb.de

** Dr. Oliver Kieler, Arbeitsgruppe 2.43 „Josephson-Schaltungen“, E-Mail: oliver.kieler@ptb.de

Bild 1:
Schema eines Josephson-Kontakts. Zwei supraleitende Schichten sind durch eine dünne isolierende oder normalleitende Schicht getrennt. Die elektrischen Eigenschaften werden aus dem Spannungsabfall U über den Kontakt bestimmt, wenn ein Strom hindurchfließt.



Kontakte so zusammengeschaltet werden, dass sich der Spannungsabfall über alle Kontakte aufsummieren lässt.

Eine zusätzliche Anforderung an die Gestaltung entsprechender Schaltungen ist, dass jeder einzelne Josephson-Kontakt für optimale Ausbildung der Stufen konstanter Spannung in etwa die gleiche Mikrowellenleistung benötigt. Hierzu werden die Kontakte in geeignete verlustarme Hochfrequenzleitungen integriert. Die Zahl der Kontakte in einer einzelnen Leitung ist durch die Forderung begrenzt, dass sowohl der erste als auch der letzte Kontakt in der Leitung mit ausreichender Mikrowellenleistung für optimale Stufenausbildung versorgt werden. Für manche Schaltungstypen mit einer großen Zahl von Josephson-Kontakten muss die Mikrowellenleitung deshalb in mehrere Leitungen aufgeteilt werden, u. U. in einem mehrstufigen Verteilungsnetzwerk. Neben einer optimierten Fertigungstechnologie zur Herstellung dieser hochintegrierten Schaltungen ist also auch ein ausgefeiltes Mikrowellendesign erforderlich. Der lange Entwicklungszeitraum für moderne Josephson-Spannungsnormale wird so verständlich.

2.1 Unterdämpfte und überdämpfte Josephson-Kontakte

Das Prinzip aller Josephson-Spannungsnormale basiert auf Gleichung (1), nur die Details des Betriebs der Schaltungen bzw. ihrer Anwendungsmöglichkeiten unterscheiden sich. Die schwache Kopplung zweier Supraleiter für einen Josephson-Kontakt lässt sich dabei auf unterschiedliche Weise realisieren. Moderne Josephson-Spannungsnormale basieren auf planaren Kontakten, die in Dünnschichttechnologie hergestellt werden. Bild 1 zeigt schematisch einen solchen planaren Josephson-Kontakt: Zwei supraleitende Schichten sind durch eine dünne nicht-supraleitende Schicht getrennt, die sich durch eine isolierende oder normalleitende Schicht realisieren lässt.

Aufgrund ihrer elektrischen Eigenschaften lassen sich Josephson-Kontakte in zwei Klassen einteilen, und zwar in sogenannte unterdämpfte bzw. überdämpfte Kontakte. Diese beiden Klassen unterscheiden sich in ihren Strom-Spannungskennlinien, wie in Bild 2 gezeigt ist.

Während für unterdämpfte Kontakte eine hysteretische Kennlinie gemessen wird, ist die Kennlinie überdämpfter Kontakte nicht-hysteretisch. Die Stufen konstanter Spannung bilden sich für unterdämpfte Kontakte bei sehr kleinen Steuerströmen mit Stromstärken um 0 herum im rücklaufenden Ast der Kennlinie aus und überlappen stark. Die Kennlinie überdämpfter Kontakte bleibt auch unter Mikrowelleneinstrahlung eindeutig, und die Stufen konstanter Spannung treten bei unterschiedlichen Steuerströmen auf. Unterdämpfte Kontakte lassen sich typischerweise mit einer extrem dünnen, isolierenden Barriere zwischen den beiden Supraleitern realisieren, überdämpfte Kontakte mit einer normalleitenden Schicht; die entsprechenden Kontakte werden häufig auch als SIS- bzw. SNS-Kontakte bezeichnet, wobei S für Supraleiter steht, I für Isolator und N für Normalleiter.

Beide Klassen von Josephson-Kontakten sind im Laufe der Zeit für Spannungsnormale eingesetzt worden. Zu Beginn des Einsatzes von Josephson-Kontakten für Spannungsnormale bis Anfang der 1980er-Jahre wurden einzelne SNS-Kontakte aus verschiedenen Materialien eingesetzt. Bei vergleichsweise hohen Leistungen der eingestrahlten Mikrowelle mit einer Frequenz im Bereich von 10 GHz konnten maximale Ausgangsspannungen von etwa 10 mV erreicht werden. Eine erste Variante eines integrierten Josephson-Spannungsnormals für Ausgangsspannungen bis 1 V und später bis 10 V wurde neben einer erheblich verbesserten Fertigungstechnologie durch zwei wesentliche neue Ideen ermöglicht.

Zum einen wurden stark unterdämpfte Kontakte eingesetzt. Dies erlaubt den Betrieb einer Reihen-

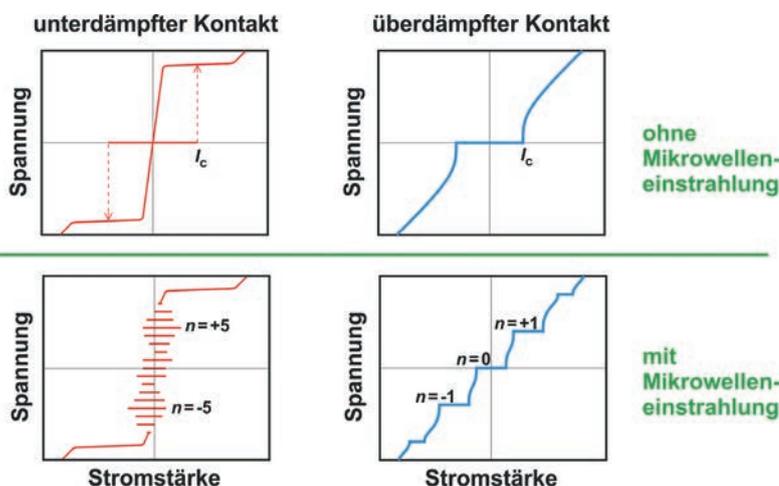


Bild 2:
Strom-Spannungskennlinien für unterdämpfte (links) und überdämpfte (rechts) Josephson-Kontakte ohne (oben) und mit (unten) Mikrowelleneinstrahlung. I_c ist die kritische Stromstärke der Josephson-Kontakte, n gibt die Ordnung der Stufe an.

schaltung mit einer einzelnen Stromquelle, da bei geringer Mikrowellenleistung die Stufen konstanter Spannung bei kleinen Stromstärken stark überlappen und so unvermeidliche Parameterstreuungen der einzelnen Kontakte keine wesentliche Rolle mehr spielen. Zum zweiten wurde an der PTB vorgeschlagen, die Kontakte der Reihenschaltungen in eine angepasste Mikrowellenleitung geringer Impedanz zu integrieren. Wegen der geringen Mikrowellendämpfung lässt sich in dieser Mikrostreifenleitung eine große Zahl von Josephson-Kontakten bei optimaler Mikrowellenleistung betreiben. Die ersten 1-V-Schaltungen konnten im Jahr 1984 gemeinsam von der PTB und dem NBS (*National Bureau of Standards*, heute *National Institute of Standards and Technology*, NIST) in den USA verwirklicht werden und bestanden aus gut eintausend SIS-Kontakten, die bei einer Mikrowellenfrequenz um 70 GHz betrieben wurden [5]. Wenige Jahre später ließen sich 10-V-Schaltungen herstellen, die zwischen 14 000 und 20 000 SIS-Kontakte enthielten [6, 7]. Diese konventionellen Josephson-Spannungsnormale ermöglichen hochpräzise Gleichspannungsmessungen und sind in allen wichtigen nationalen Metrologieinstituten weltweit im Einsatz. Entsprechende Schaltungen und vollständige Messsysteme werden seit vielen Jahren von Supracon und Hypres kommerziell angeboten.

2.2 Von Gleichspannungen zu Wechselspannungen

Trotz ihres großen Erfolgs sind die konventionellen Josephson-Spannungsnormale auf Basis von SIS-Kontakten in ihren Anwendungen eingeschränkt. Da die Stufen konstanter Spannung stark überlappen, lässt sich u. a. weder eine bestimmte Stufe sehr schnell einstellen noch schnell und gezielt zwischen verschiedenen Stufen umschalten. Gleichspannungsanwendungen sind mit diesen Einschränkungen kein Problem, die Möglichkeit für Wechselspannungsanwendungen durch schnelles gezieltes Schalten zwischen verschiedenen Stufen besteht jedoch nicht.

Das zunehmende Interesse an schnell schaltbaren Schaltungen und hochpräzisen Wechselspannungen stimulierte Mitte der 1990er-Jahre die Entwicklung neuartiger Schaltungen für diese Anwendungen. Wie Bild 2 deutlich macht, müssen die unterdämpften Kontakte mit überlappenden Stufen durch überdämpfte Kontakte mit einer eindeutigen Strom-Spannungskennlinie ersetzt werden, um schnelles und gezieltes Schalten durch einfaches Verändern des Steuerstroms zu erreichen. Dieses Prinzip wird in binär geteilten Schaltungen umgesetzt. Als weitere Variante wurden pulsgetriebene Schaltungen zur Synthese spektral reiner Wellenformen entwickelt.

Die erste Variante für Wechselspannungsanwendungen basiert auf einer Reihenschaltung aus überdämpften Josephson-Kontakten, die in unabhängig voneinander angesteuerte Segmente unterteilt ist [8]. Häufig folgt dabei die Anzahl von Kontakten einer binären Sequenz, d. h. die Anzahl von Josephson-Kontakten in den Segmenten beträgt 1, 2, 4, 8, 16, 32 usw. Für reale Schaltungen werden dabei üblicherweise zwei Segmente mit je einem Kontakt eingesetzt. Durch das gezielte Ein- und Ausschalten der verschiedenen Segmente (Stufenordnung $n = -1, 0, +1$) lassen sich unterschiedliche Spannungswerte erzeugen, so wie bei einem Digital-Analog-Wandler. Wenn die Steuer elektronik ausreichend schnell ist, lassen sich auf diese Weise stufenweise angenäherte Wechselspannungen erzeugen.

Mit geeigneten Messmethoden wie dem Abtastverfahren (englisch: *sampling*) lassen sich mit binär geteilten Schaltungen Wechselspannungen bis in den kHz-Bereich hochgenau messen. Die Entwicklung von binär geteilten Josephson-Schaltungen zu einem AC-Quantenvoltmeter für die Industrie wird im nächsten Beitrag von R. Behr und B. Smandek vorgestellt. Bei der Synthese von Wechselspannungen führt das Funktionsprinzip entsprechend einem Digital-Analog-Wandler jedoch dazu, dass neben der gewünschten Wellenform zahlreiche unerwünschte Oberwellen erzeugt werden. Für die Synthese spektral reiner Wechselspannungen sind binär geteilte Schaltungen deshalb nicht geeignet.

Zur Erzeugung spektral reiner Wechselspannungen mit beliebigen Wellenformen wurde vor etwa 20 Jahren am NIST in den USA eine weitere Variante vorgeschlagen, und zwar das pulsgetriebene Josephson-Spannungsnormale oder JAWS (englisch: *Josephson Arbitrary Waveform Synthesizer*, d. h. Josephson-Synthesizer für beliebige Wellenformen) [9]. Hierbei werden die überdämpften Josephson-Kontakte mit einer Folge kurzer Spannungspulse betrieben, wobei die momentane Ausgangsspannung von der Dichte der Pulse abhängt. Durch den Pulsbetrieb lassen sich Einschränkungen des Betriebs von Josephson-Kontakten auf einen schmalen Frequenzbereich überwinden. Dieses Wechselspannungsnormale wird im Beitrag von O. Kieler vorgestellt.

3. Fertigungstechnologie für Josephson-Spannungsnormale

3.1 Anforderungen und Grundlagen

Die Anforderungen an die Fertigungstechnologie für Josephson-Spannungsnormale sind extrem hoch, um Reihenschaltungen aus tausenden Kontakten zuverlässig herzustellen. Dies gelingt durch integrierte Schaltungen in Dünnschichttechnologie

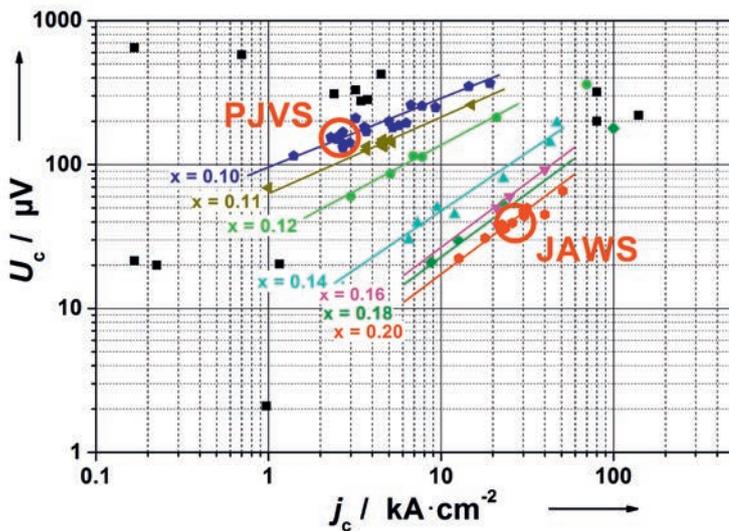


Bild 3: Abhängigkeit der charakteristischen Spannung U_c von der kritischen Stromdichte j_c für SNS-Kontakte mit normalleitender Niob-Silizium-Barriere ($\text{Nb}_x\text{Si}_{1-x}$). Die farbigen Linien markieren Bereiche mit konstantem Niob-Anteil x in der Barriere, in denen die Barrierendicke variiert wurde. Die typischen Parameterbereiche für binär geteilte (PJVS – englisch: *Programmable Josephson Voltage Standard*, d. h. programmierbares Josephson-Spannungsnormale) und pulsgetriebene Schaltungen (JAWS) sind gekennzeichnet.

mit Verfahren, die ähnlich auch in der Halbleiterindustrie für die Herstellung von Computer- oder Handychips eingesetzt werden. Deutliche Unterschiede bestehen jedoch zum Teil bei den eingesetzten Materialien, da für Josephson-Schaltungen supraleitende Schichten benötigt werden.

Die eingesetzten Materialien müssen einerseits haltbar und chemisch stabil sein, damit die fertigen Schaltungen lange einsatzfähig bleiben, andererseits einfach, homogen und reproduzierbar als dünne Schichten aufzubringen sein, um die Herstellung zuverlässig und nicht zu aufwendig zu gestalten. Zusätzlich müssen die verschiedenen Materialien miteinander sowohl bei der Herstellung als auch beim späteren Messbetrieb bei tiefen Temperaturen von 4,2 K (-269°C) kompatibel sein. Schließlich müssen sich die eingesetzten Materialien mit geeigneten Ätzprozessen strukturieren lassen, um aus den aufgetragenen Schichten integrierte Schaltungen herstellen zu können.

Im Laufe der Jahre sind verschiedene Materialien und Materialkombinationen intensiv untersucht worden. Der wesentliche Durchbruch bei der Entwicklung einer Fertigungstechnologie zur zuverlässigen Herstellung von stabilen Josephson-Schaltungen war die Einführung der Niob-Aluminium-Aluminiumoxid-Technologie im Jahr 1983 [10]. Diese Technologie verbindet den Einsatz des haltbaren und chemisch stabilen Metalls Niob als konventionellen Supraleiter mit einer kritischen Temperatur von 9,2 K (-264°C) mit der herausragenden Bedeckung dünner Aluminium-Schichten auf Niob und der extrem homogenen Bildung von sehr stabilem Aluminiumoxid durch

thermische Oxidation. Mit dem Aufbringen einer zweiten Niob-Schicht entstehen unterdämpfte Josephson-Kontakte mit einer Schichtenfolge Supraleiter-Isolator-Supraleiter (SIS). Auf Basis dieses Prozesses wurden und werden Schaltungen für konventionelle Josephson-Spannungsnormale für Gleichspannungsanwendungen hergestellt.

Dieser Herstellungsprozess ist im Laufe der Jahre immer wieder angepasst, erweitert und verbessert worden. Insbesondere der Austausch der Aluminiumoxid-Barriere durch verschiedene Materialien ermöglichte auch die Herstellung von Josephson-Kontakten mit anderen Eigenschaften. So wird der grundlegende Prozess bis heute zur Herstellung komplexer integrierter supraleitender Schaltungen für Josephson-Spannungsnormale und auch zahlreiche andere Anwendungen genutzt [11].

Um überdämpfte Josephson-Kontakte für Wechselspannungsnormale herzustellen, haben wir verschiedene Materialien für die Barriere untersucht und eingesetzt. Anforderungen an die Materialien waren dabei insbesondere, dass sie sich für die zuverlässige und reproduzierbare Herstellung von Josephson-Kontakten mit den erforderlichen elektrischen Parametern eignen und gleichzeitig mit der Niob-Fertigungstechnologie kompatibel sind. Die elektrischen Eigenschaften der Kontakte sollten den Betrieb bei 70 GHz ermöglichen, zumindest für binär geteilte Schaltungen.

Heute nutzen wir Josephson-Kontakte mit Barrieren aus Silizium, dem ein kleiner Anteil Niob von etwa 10 % bis 20 % zugesetzt ist [12, 13]. Der Zusatz von Niob bewirkt, dass sich die elektrischen Eigenschaften der Barriere aus Silizium von einem Halbleiter hin zu einem Normalleiter verändern, sodass wir SNS-Kontakte erhalten. Mit dieser Materialkombination lassen sich die charakteristischen Parameter der Josephson-Kontakte für verschiedene Anwendungen über die Schichtdicke und die Schichtzusammensetzung (d. h. Niob-Anteil) in einen weiten Bereich einstellen, wie Bild 3 mit der Abhängigkeit der charakteristischen Spannung U_c von der kritischen Stromdichte j_c zeigt. Die typischen Parameterbereiche für binär geteilte und pulsgetriebene Schaltungen sind gekennzeichnet. Die Frequenzbereiche liegen dabei um 70 GHz für binär geteilte [14] bzw. um 15 GHz für pulsgetriebene Josephson-Schaltungen [15].

3.2 Grundlagen der Fertigungstechnologie

Die für die Herstellung von Josephson-Reihenschaltungen erforderlichen Anlagen sind an der PTB in einem Reinraumbereich ähnlich wie in der Halbleiterindustrie untergebracht. Bild 4 zeigt einen Teil dieses Bereichs. Mit speziellen Filtern an der Decke werden Partikel weitgehend aus der Luft gefiltert, da jeder Partikel zum Ausfall

einer ganzen Josephson-Schaltung führen kann. Eine aufwendige Klimatisierung stabilisiert die Temperatur und die Luftfeuchtigkeit für optimale reproduzierbare Arbeitsbedingungen.

Die Fertigung der Schaltungen erfolgt in Dünnschichttechnologie. In geeigneten Beschichtungsanlagen werden unter stark reduziertem Druck (Vakuumanlagen) in Plasmaprozessen dünne Schichten mit Dicken von etwa 10 nm bis 500 nm aufgebracht (1 nm (Nanometer) entspricht 1 millionstel Millimeter). Metallschichten werden meist in einem Plasmaprozess (Sputtern) aufgebracht, bei dem das Edelgas Argon für das Plasma eingesetzt wird (typischer Druck: weniger als 1 Pa). Die Qualität der Schichten und ihre Eigenschaften hängen dabei von verschiedenen Parametern ab, wie z. B. Argon-Druck, Energie der Argon-Ionen, Temperatur etc. Um homogene Schichten hoher Qualität aufzubringen, müssen die einzelnen Beschichtungsprozesse entsprechend optimiert werden.

Zur Strukturierung der Schichten mit der eigentlichen Bildung der Josephson-Kontakte und weiterer Elemente wie Widerständen oder Filterstrukturen mit Induktivitäten und Kapazitäten ist zunächst die Lithografie mit UV- oder Elektronenstrahl-empfindlichen Fotolacken erforderlich. Hierbei werden dünne Fotolackschichten mit einer Dicke von etwa 0,5 μm bis 1,5 μm oder aufwendigere Fotolacksysteme mit UV-Licht oder einem Elektronenstrahl „belichtet“, d. h. so verändert, dass nach einem Entwicklungsprozess zu entfernende Teile der Schichten freiliegen, während der Rest durch Fotolack geschützt ist (1 μm (Mikrometer) entspricht 1 tausendstel Millimeter). Für die Lithografie setzen wir an der PTB inzwischen hauptsächlich einen Elektronenstrahlsschreiber ein, der eine kontaktlose Belichtung ermöglicht; die Schaltungsausbeute wird dadurch im Vergleich zur optischen Kontakt-Lithografie mit Fotomasken deutlich verbessert. Durch den Einsatz des Elektronenstrahlsschreibers lassen sich außerdem die erzeugten Strukturen in den Sub-Mikrometer-Bereich verkleinern und gleichzeitig eine extrem hohe Justiergenauigkeit der bis zu zehn Lithografie-Schritte sicherstellen, die für einen vollständigen Herstellungsprozess von Josephson-Schaltungen benötigt werden.

Anschließend erfolgt ein geeigneter Trockenätzprozess als Plasmaprozess mit reaktiven Gasen in entsprechenden Ätzanlagen bei stark reduziertem Druck (Vakuumanlagen), bei dem die freiliegenden Teile der Schichten entfernt werden. Als reaktive Komponente in den Ätzgasen nutzen wir dabei überwiegend Fluor, so in CF_4 oder SF_6 zum Niob-Ätzen und CHF_3 zum Ätzen von Siliziumdioxid (SiO_2); der Druck der Ätzgase beträgt üblicherweise weniger als 1 Pa. Auch die Ätzprozesse müssen zunächst optimiert werden, wobei u. a. der Druck des Ätzgases, die Zugabe weiterer Gase, die



Bild 4: Blick in den Weißbereich des PTB-Reinraumzentrums, in dem u. a. Josephson-Schaltungen hergestellt werden. Spezielle Reinraumkleidung ist zur Minimierung von Verunreinigungen durch Partikel erforderlich. Verschiedene Beschichtungs- und Ätzanlagen sind Teil der Dünnschichttechnologie.

Energie sowie die Dichte des Plasmas eine wesentliche Rolle spielen. Schließlich wird die Fotolackstruktur für den nächsten Bearbeitungsschritt mit geeigneten Lösemitteln wie Aceton sorgfältig entfernt. Zwischendurch wird immer wieder mithilfe eines Mikroskops überprüft, dass die einzelnen Prozessschritte erfolgreich verlaufen sind. In mehreren aufeinanderfolgenden Beschichtungs- und Ätzprozessen lassen sich so nach und nach die gewünschten Strukturen erzeugen.

Ausgangspunkt für die Herstellung von Josephson-Schaltungen ist ein Silizium-Wafer, der als Unterlage für die Beschichtungsprozesse dient. Diese Wafer sind in verschiedenen Größen kommerziell erhältlich, da sie auch in der Halbleiterindustrie eingesetzt werden. Die Wafer werden aus runden, nahezu perfekten Einkristallen geschnitten und verfügen über eine spiegelblank polierte Oberfläche mit extrem geringer Rauheit, um eine hohe Qualität der aufgetragenen Schichten sicherzustellen. Wir nutzen Wafer mit einem Durchmesser von 3 Zoll (ca. 7,6 cm) und einer Dicke von etwa 385 μm , die üblicherweise thermisch oxidiert sind.

3.3 Herstellung von Josephson-Reihenschaltungen

Im Folgenden skizzieren wir den Herstellungsprozess für Josephson-Schaltungen, dessen wesentliche Schritte schematisch auch in Bild 5 gezeigt sind. Die Herstellung beginnt mit den Schichten, aus denen später die Josephson-Kontakte gebildet werden. Dazu wird zunächst eine etwa 180 nm dicke Niob-Schicht in einem Plasmaprozess (Sputtern) aufgebracht; diese Schicht bildet später die Basiselektrode der Josephson-Kontakte. In einem Co-Sputter-Prozess werden anschließend gleichzeitig Silizium und ein kleiner Anteil Niob für die spätere Barriere mit einer Dicke von etwa 20 nm abgeschieden, wobei der Niob-Anteil je

nach Anwendung etwa 10 % bis 20 % beträgt. Als Gegenelektrode der Josephson-Kontakte wird schließlich noch eine typischerweise 100 nm dicke Niob-Schicht aufgebracht.

Durch diesen In-situ-Prozess, d. h. ohne den Wafer aus der Beschichtungsanlage zu entfernen, erreichen wir, dass Verunreinigungen an den Grenzflächen zwischen den einzelnen Schichten minimiert werden und so der Prozess möglichst reproduzierbar abläuft. Die Schichten für die Josephson-Kontakte werden dabei in einem

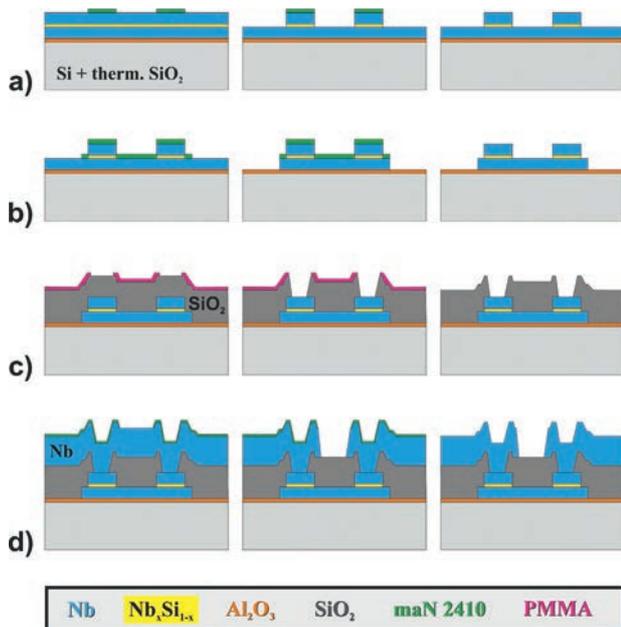


Bild 5: Schematische Darstellung des Herstellungsprozesses anhand von zwei Josephson-Kontakten: a) Definition der Josephson-Kontakte, b) Definition der Basiselektrode, c) SiO₂-Isolation und Ätzen der Fenster, d) Verdrahtungsschicht. maN 2410 und PMMA sind Elektronenstrahl-empfindliche Lacke

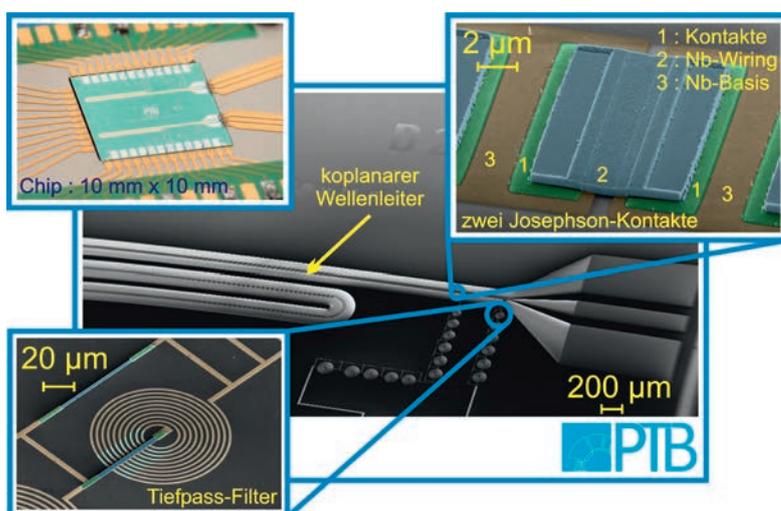


Bild 6: Foto eines Chips mit zwei pulsgetriebenen Schaltungen (oben links). Die drei anderen Bilder zeigen Rasterelektronen-Mikroskop-Aufnahmen (teilweise nachträglich eingefärbt) von Teilen einer pulsgetriebenen Schaltung wie Hochfrequenz-Filter (unten links), koplanarer Wellenleiter (Mitte) sowie zwei Josephson-Kontakte (oben rechts).

modernen Cluster-Sputter-System aufgebracht, das einen vollautomatischen computergesteuerten Prozessablauf ermöglicht. Dadurch können sehr homogene Schichten mit geringer Parameterstreuung und hoher Reproduzierbarkeit hergestellt werden. Dies ist eine wichtige Voraussetzung, um die Herstellung großer Serienschaltungen aus vielen tausend Josephson-Kontakten mit hoher Ausbeute sicherzustellen.

In einem ersten Strukturierungsschritt werden die Kontaktflächen der Josephson-Kontakte definiert, indem zunächst die entsprechende Struktur in einer Fotolackschicht erzeugt und anschließend die Niob-Gegenelektrode mit SF₆ geätzt wird (Bild 5a). Mit einer zweiten Fotolackstruktur wird daraufhin die Basiselektrode mit einem zweiten SF₆-Ätzprozess strukturiert (Bild 5b). Hierbei setzen wir eine moderne Hochraten-Ätzanlage (ICP-RIE) ein, die es ermöglicht, die Energie und die Dichte des Ätzplasmas unabhängig voneinander einzustellen (ICP-RIE, englisch: *inductively coupled plasma reactive-ion etching* bedeutet reaktives Ionenätzen mit einem induktiv gekoppelten Plasma). Dieses Verfahren ermöglicht hohe Ätzraten bei gleichzeitig steilen Ätzflanken, die u. a. für gestapelte Josephson-Kontakte benötigt werden.

Anschließend wird eine typischerweise 400 nm dicke Siliziumdioxid-Schicht als Isolation zwischen der folgenden Verdrahtungsschicht und der unten liegenden Basiselektrode aufgebracht. Hierbei kommt eine leistungsfähige PECVD-Anlage zum Einsatz, die mittels plasmaunterstützter chemischer Gasphasenabscheidung das Aufbringen eines hochwertigen Dielektrikums mit guter Kantenbedeckung und ohne Löcher (sog. *pinholes*) ermöglicht (PECVD, englisch: *plasma-enhanced chemical vapour deposition*, d. h. plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung). Um die elektrische Kontaktierung der Verdrahtungsschicht an die Gegenelektrode der Josephson-Kontakte zu ermöglichen, wird eine Fotolackstruktur aufgebracht, mit der entsprechende „Fenster“ in diese Isolationschicht geätzt werden (Bild 5c; Ätzgas: CHF₃).

Bevor die Niob-Verdrahtungsschicht mit einer Dicke von 550 nm aufgebracht wird, findet ein intensiver Plasma-Reinigungsprozess der Oberfläche mit Argon statt, um eine perfekte supraleitende Verbindung zur Niob-Gegenelektrode sicherzustellen. Anschließend wird die Verdrahtungsschicht mit der entsprechenden Fotolackstruktur in einem SF₆-Ätzprozess strukturiert (Bild 5d). Nach diesem Prozessschritt ist die Josephson-Reihenschaltung elektrisch betriebsbereit und für einige Anwendungen ist die Herstellung so gut wie abgeschlossen. So wird z. B. für pulsgetriebene Josephson-Schaltungen nur noch ein definierter Abschlusswiderstand der Mikrowellenleitung (Koplanarleitung) benötigt, der aus einer 300 nm dicken Gold-Palladium-Schicht analog wie weiter unten beschrieben her-

gestellt wird; diese Schicht wird gleichzeitig auch für elektrische Widerstände in den Hochfrequenz-Filtern der Signalleitungen genutzt. Bild 6 zeigt ein Foto sowie Rasterelektronen-Mikroskop-Aufnahmen von einer pulsgetriebenen Schaltung.

Für andere Anwendungen wie z. B. binär geteilte Josephson-Schaltungen sind noch zusätzliche Schichten für eine Mikrowellen-Übertragungsleitung erforderlich. In diesen Fällen wird nun als Dielektrikum für diese Leitung eine relativ dicke Siliziumdioxidschicht mit einer Dicke von etwa 1,5 µm aufgebracht. Als zweite Elektrode für diese Mikrostreifenleitung wird neben der Elektrode aus Josephson-Kontakten und Verdrahtungsschicht eine 250 nm dicke Niob-Schicht (Nb-Grundplatte) aufgebracht und entsprechend mit SF₆ strukturiert. Als definierter Abschluss der Mikrostreifenleitung wird schließlich noch eine 300 nm dicke Schicht aus Gold-Palladium aufgebracht, die durch ihren geeigneten Hochfrequenzwiderstand die Mikrowelle vollständig absorbiert. So werden Reflektionen und als Folge eine inhomogene Mikrowellenverteilung in der Leitung verhindert.

Da sich Gold-Palladium nicht ohne Weiteres in einem Plasmaprozess strukturieren lässt, wird hier ein anderes Verfahren angewandt, das im Englischen Lift-off-Prozess genannt wird. Hierzu wird zunächst ein negatives Abbild der entsprechenden Struktur im Fotolack erzeugt. Anschließend wird die Gold-Palladium-Schicht aufgebracht, wobei sich die Schicht teilweise auf dem Fotolack befindet. Wird der Fotolack nun mit einem Lösemittel wie Aceton entfernt, werden die Teile der Schicht, die sich auf Fotolackbereichen befinden, ebenfalls vom Wafer entfernt. Auf diese Weise lässt sich also ebenfalls eine strukturierte Schicht erzeugen, zumindest bei einfachen und nicht zu komplexen Strukturen.

Um die Ebene mit den Josephson-Kontakten elektrisch anschließen zu können, wird schließlich noch die Siliziumdioxid-Schicht über den entsprechenden Anschlussflächen in einem geeigneten Ätzprozess entfernt. Eine schematische Darstellung eines kleinen Stücks der Mikrostreifenleitung eines fertig prozessierten Wafers mit vier Josephson-Kontakten zeigt Bild 7. Über die Jahre ist diese Fertigungstechnologie immer weiter entwickelt und verbessert worden. So lassen sich komplexe integrierte Josephson-Schaltungen an der PTB zuverlässig herstellen. Bild 8 zeigt ein Foto einer binär geteilten 10-V-Schaltung mit 69632 Josephson-Kontakten.

Gibt es trotz dieser Erfolge weiteren Entwicklungsbedarf? Für die meisten Schaltungen sind die Josephson-Kontakte nebeneinander angeordnet und füllen die Fläche der Chips weitgehend aus. Um die Zahl von Josephson-Kontakten und somit die Ausgangsspannung weiter zu erhöhen, lassen sich die Kontakte auch übereinander stapeln, wie

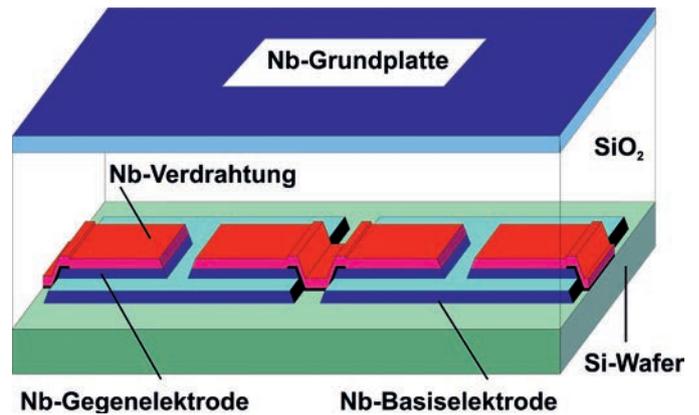


Bild 7: Schematische Darstellung von vier Josephson-Kontakten, die in eine Mikrostreifenleitung zur Mikrowellenübertragung integriert sind (nicht maßstäblich). In den realen 10-V-Schaltungen haben die Josephson-Kontakte eine Länge von 6 µm und eine Breite von 20 µm.

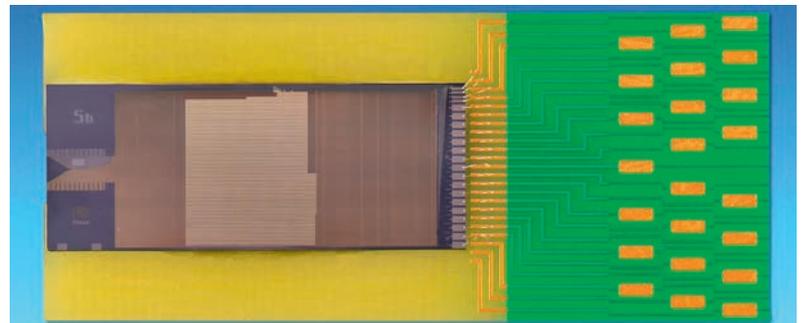


Bild 8: Foto einer binär geteilten 10-V-Schaltung mit 69632 Josephson-Kontakten auf einem Träger (Chipcarrier) für die elektrischen Anschlüsse. Die Mikrowelle wird von links über die Antenne in die Schaltung eingekoppelt und in 128 parallele Mikrostreifenleitungen mit jeweils bis zu 582 Josephson-Kontakten aufgeteilt. Rechts auf dem Silizium-Chip befinden sich die elektrischen Anschlussflächen für die einzelnen Segmente der Schaltung.

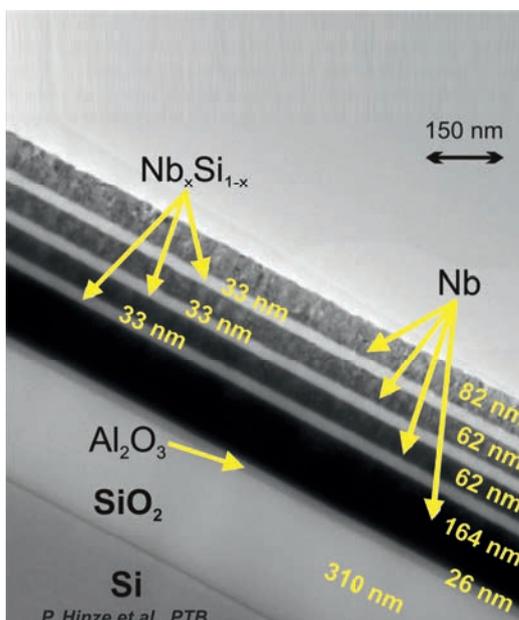


Bild 9: Hochauflösende Transmissions-Elektronenmikroskop-Aufnahme eines Schichtstapels für dreifach gestapelte Josephson-Kontakte mit der Schichtenfolge SNSNSNS. Deutlich sind die drei Barrieren aus Niob-Silizium (NbSi) mit einer Dicke von je 33 nm als helle Bereiche zwischen den dunkleren Niob-Schichten zu erkennen. Auf dem Silizium-Wafer (u. li.) befinden sich noch eine Siliziumdioxid-Schicht (SiO₂; thermisches Oxid) mit einer Dicke von 310 nm und eine Aluminiumoxid-Schicht (Al₂O₃; Ätzstopschicht) mit einer Dicke von 26 nm.

wir für pulsgetriebene Schaltungen bereits zeigen konnten [15]. Dabei sind gestapelte Kontakte technologisch erst dadurch ermöglicht worden, dass die Parameterstreuung zwischen den Kontakten im Stapel durch den Einsatz des vollautomatischen Cluster-Sputter-Systems äußerst gering ist und sich die SNS-Kontakte mit NbSi-Bariere reaktiv mit sehr steilen Flanken ätzen lassen, wodurch eine Veränderung der Größe (und damit der elektrischen Eigenschaften) der Kontakte im Stapel vermieden wird. Bild 9 zeigt in einer hochauflösenden Transmissions-Elektronenmikroskop-Aufnahme einen Schnitt durch einen Schichtstapel für dreifach gestapelte Kontakte, dessen drei Barrieren deutlich zu erkennen sind. Augenblicklich arbeiten wir daran, die Zahl der Kontakte in einem Stapel und somit die Integrationsdichte der Schaltungen weiter zu erhöhen. So gibt es auch nach vielen Jahren immer noch Weiterentwicklungen und Verbesserungen der Fertigungstechnologie für praxistaugliche Josephson-Spannungsnormale.

4. Zusammenfassung

Josephson-Spannungsnormale als Quantennormale für die Einheit der elektrischen Spannung, das Volt, sind seit vielen Jahren von großer Bedeutung für die elektrische Metrologie. Konventionelle Josephson-Spannungsnormale mit Ausgangsspannungen bis 10 V sind für Gleichspannungsanwendungen weltweit verbreitet. Josephson-Spannungsnormale auf Basis überdämpfter Kontakte eröffnen neue Möglichkeiten für Wechselspannungsanwendungen. Einige Anwendungen dieser Josephson-Spannungsnormale werden in weiteren Beiträgen in diesem Heft vorgestellt. Herzstück aller Josephson-Spannungsnormale ist eine integrierte Reihenschaltung aus tausenden oder sogar zehntausenden Josephson-Kontakten. Für die erfolgreiche Herstellung dieser Josephson-Spannungsnormale ist eine hochentwickelte Fertigungstechnologie eine ganz wesentliche Voraussetzung. Mit der fehlerfreien Herstellung dieser komplexen Josephson-Schaltungen konnten wir die weltweit führende Rolle der PTB in diesem Gebiet bestätigen. Schaltungen aus der PTB werden in zahlreichen Ländern der Welt erfolgreich eingesetzt.

Danksagung

Diese Arbeiten wurden zum Teil mit finanzieller Unterstützung durch die Europäische Union im Rahmen von EMRP JRP SIB59 Q-WAVE ausgeführt. Das EMRP wird gemeinsam von den EMRP-Teilnehmerstaaten innerhalb von EURAMET und der Europäischen Union finanziert.

Literatur

- [1] B.D. Josephson, *Possible new effects in superconductive tunnelling*, Phys. Lett. **1**, Heft 7, 251–253 (1962).
- [2] R. Behr, O. Kieler, J. Kohlmann, F. Müller und L. Palafox, *Development and metrological applications of Josephson arrays at PTB*, Meas. Sci. Technol. **23**, Heft 12, 124002 (2012).
- [3] J. Kohlmann, *Quantum standards for voltage*, in *Applied Superconductivity: Handbook on Devices and Applications*, P. Seidel (Ed.), Wiley-VCH, 807–827 (2015).
- [4] www.supracon.com bzw. www.hypres.com (Letzter Zugriff am 31.10.2016).
- [5] J. Niemeyer, J.H. Hinken und R.L. Kautz, *Microwave-induced constant-voltage steps at one volt from a series array of Josephson junctions*, Appl. Phys. Lett. **45**, Heft 4, 478–480 (1984).
- [6] F. Lloyd, C.A. Hamilton, J. Beall, D. Go, R.H. Ono und R.E. Harris, *A Josephson array voltage standard at 10 V*, IEEE Electron Device Lett. **8**, Heft 10, 449–450 (1987).
- [7] R. Pöpel, J. Niemeyer, R. Fromknecht, W. Meier und L. Grimm, *1- and 10-V series array Josephson voltage standards in Nb/Al₂O₃/Nb technology*, J. Appl. Phys. **68**, Heft 8, 4294–4303 (1990).
- [8] C.A. Hamilton, C.J. Burroughs und R.L. Kautz, *Josephson D/A converter with fundamental accuracy*, IEEE Trans. Instrum. Meas. **44**, Heft 2, 223–225 (1995).
- [9] S.P. Benz und C.A. Hamilton, *A pulse-driven programmable Josephson voltage standard*, Appl. Phys. Lett. **68**, Heft 22, 3171–3173 (1996).
- [10] M. Gurvitch, W.A. Washington und H.A. Huggins, *High quality refractory Josephson tunnel junctions utilizing thin aluminium layers*, Appl. Phys. Lett. **42**, Heft 5, 472–474 (1983).
- [11] S. Anders, M.G. Blamire, F.-Im. Buchholz, *et al*, *European roadmap on superconductive electronics – status and perspectives*, Physica C **470**, Heft 23–24, 2079–2126 (2010).
- [12] B. Baek, P.D. Dresselhaus und S.P. Benz, *Co-Sputtered amorphous Nb_xSi_{1-x} barriers for Josephson-junction circuits*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **16**, Heft 4, 1966–1970 (2006).
- [13] T. Scheller, F. Müller, R. Wendisch, O. Kieler, K. Störr, T. Weimann, B. Egeling, L. Palafox, R. Behr und J. Kohlmann, *SNS junctions for AC Josephson voltage standards*, Physics Procedia **36**, 48–52 (2012).
- [14] F. Müller, T. Scheller, J. Lee, R. Behr, L. Palafox, M. Schubert und J. Kohlmann, *Microwave design and performance of PTB 10 V circuits for the programmable Josephson voltage standard*, World J. Condens. Matter Phys. **4**, Heft 3, 107–122 (2014).
- [15] O.F. Kieler, R. Behr, R. Wendisch, S. Bauer, L. Palafox und J. Kohlmann, *Towards a 1 V Josephson Arbitrary Waveform Synthesizer*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **25**, Heft 3, 1400305 (2015).