

Année 1995

**THESE de DOCTORAT de l'UNIVERSITE PIERRE et MARIE CURIE**

**Paris 6**

**Spécialité : Physique**

présentée par

***Jocelyn TAN***

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR de l'UNIVERSITE PARIS 6**

(arrêté du 30 mars 1992)

**ETUDE DE L'EMISSION ELECTRONIQUE PAR  
EFFET DE CHAMP EN HAUTES FREQUENCES**

soutenue le 20 septembre 1995, devant le jury composé de :

Mme et M.M.	C. ALQUIE	<b>Présidente</b>
	G. PETITE	<b>Rapporteur</b>
	M. FITAIRE	<b>Rapporteur</b>
	H. SAFA	
	D. DIEUMEGARD	
	R. BAPTIST	
	G. MOURIER	





*A Argeline,  
Marie-Noëlle,  
et Rosine.*



## Remerciements

*Les trois années passées au sein du Groupe d'Etudes des Cavités Supraconductrices (Centre d'Etudes de Saclay) furent, pour moi, des plus enrichissantes tant sur le plan des connaissances scientifiques que sur le plan humain. J'ai bénéficié, il est vrai, d'un encadrement exceptionnel. Si la rédaction du mémoire de thèse représente une tâche solitaire, son aboutissement est le fruit du travail de toute une équipe et de nombreuses collaborations. Aussi vais-je m'empresse de remercier les personnes qui y ont participé.*

*Je ne pourrai sans doute exprimer toute ma reconnaissance envers H. Safa, qui a si efficacement dirigé cette thèse. Sa grande disponibilité et son amitié m'ont accompagné aussi bien dans les bons moments qu'aux instants difficiles. Ce travail n'aurait pu aboutir sans son aide.*

*Que le professeur M. Fitaire et G. Petite, qui ont accepté la lourde tâche de rapporteur, trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude. Ce document s'est enrichi de leurs critiques éclairées.*

*La présence de R. Baptist et de G. Mourier au sein du jury est pour moi un honneur. Je leur sais gré pour la lecture attentive du manuscrit.*

*Je remercie respectueusement le Professeur C. Alquié pour avoir assuré le suivi universitaire de la thèse et pour sa participation au jury. Ses remarques et conseils rédactionnels furent bien précieux.*

*J'adresse mes plus sincères remerciements à D. Dieumegard pour l'attention constante à la progression de ce travail et pour la confiance qu'il m'a accordées. Je suis honoré de sa présence dans mon jury. Je tiens également à remercier A.M. Shroff, Epstein, A.J. Durand et J.C. Tonnerre qui m'ont apporté un soutien régulier. Un grand merci à G. Faillon qui m'a proposé l'étude d'un sujet aussi passionnant.*

*L'occasion m'est accordée d'exprimer ma gratitude à la Société Thomson Tubes Electroniques et à l'Association Nationale de la Recherche Technique pour leurs contributions à la réussite du projet, ainsi que pour son co-financement.*

*Je suis reconnaissant à B. Aune de m'avoir accueilli dans le Service d'Etudes des Accélérateurs.*

*Je suis sensible à la bienveillance dont B. Bonin a toujours fait preuve à mon égard. Ses remarques constructives, sa disponibilité et son enthousiasme furent des plus stimulants. Je lui exprime vivement ma reconnaissance.*

*Collaborer avec T. Junquera fut un réel plaisir. Qu'il soit assuré de toute ma gratitude pour le temps consacré à la lecture approfondie du manuscrit. Je ne saurai oublier la participation active de A. Le Goff et de M. Fouaidy, auxquels j'adresse tous mes remerciements.*

*J. Jodet, de l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires, fut très sollicité pour ses compétences et sa pédagogie en microscopie électronique à balayage. Je tiens, notamment, à lui exprimer ma gratitude pour la mise à disposition de cet instrument bien précieux.*

*Bénéficiaire de l'expérience de R. Noer, D. Moffat, G. Jouve, A. Zeitoun-Fakiris, M. Boussoukaya, C. Henriot et de F. Koechlin constitue, pour moi, une grande chance. Les nombreuses discussions et leurs conseils bienveillants furent des plus enrichissants. Je leur dis tout simplement : merci.*

*Un grand merci à M. Jimenez qui a réalisé bon nombre des superbes micrographies illustrant cette thèse, mais également pour nos expériences conjointes dont les résultats furent déterminants dans la progression de ce travail. Je ne manquerai pas de remercier mes autres collègues doctorants pour leurs collaborations fructueuses : A. Curtoni, S. Maïssa et M. Luong.*

*De nombreuses pannes et problèmes techniques furent surmontés grâce aux compétences multiples et à l'assistance (toujours de toute urgence) des techniciens et ingénieurs de Saclay. Je tiens donc à exprimer mes sincères remerciements à :*

*M. Desmons, J. Gratadour, J.P. Charrier, M. Kalmykov, N.B. Phung, M. Lalot et M. Lefevre pour leurs contributions indispensables au bon fonctionnement du banc HF,*

*J.P. Rodriguez, B. Coadou, J. Martignac et B. Delomez pour leurs aides et conseils sur les techniques du vide,*

*M. Boloré pour les conseils techniques,*

*B. Mahut et J.P. Poupeau pour les traitements chimiques et la mise à disposition du laboratoire de chimie,*

*B. Daillant, J. Novo pour d'innombrables réalisations techniques,*

*B. Groux et G. Szegedi pour le prêt (à long terme) des fragiles passages étanches,*

*L. Buch, G. Lazard, J.C. Fausset et J.C. Launay pour l'usinage de nombreuses pièces mécaniques et des échantillons,*

*E. Jacques et D. Roudier pour l'assistance technique.*

*La rédaction du manuscrit a pu se faire dans de très bonnes conditions grâce à la gentillesse et à la patience de P. Bosland qui m'a accordé le monopole de son ordinateur de bureau durant ces derniers mois. Qu'il soit assuré de ma profonde reconnaissance.*

*Fort nombreuses sont les personnes non citées qui, par leurs encouragements et leur soutien amical, ont égayé tous les instants passés ensemble. C'est en leur adressant naturellement toute ma gratitude que je terminerai ces propos.*

*Encore merci à toutes et à tous.*

# Table des matières

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>11</b>
<b>CHAPITRE I : RAPPELS SUR LES FONDEMENTS THEORIQUES ET LES FAITS EXPERIMENTAUX</b>	
<b>RELATIFS A L'EMISSION DE CHAMP .....</b>	<b>15</b>
I.1 DEVELOPPEMENT HISTORIQUE.....	17
I.2 L'EMISSION DE CHAMP SUR DES SURFACES METALLIQUES PARFAITES.....	18
I.2.1 <i>La théorie de Fowler et Nordheim.....</i>	<i>18</i>
I.2.1.1 Cas de la barrière triangulaire .....	19
I.2.1.2 Abaissement de la barrière par effet Schottky .....	19
I.2.1.3 Influence de la température.....	20
I.2.2 <i>Limitation par effet de charge d'espace.....</i>	<i>21</i>
I.3 L'EMISSION DE CHAMP SUR DES ELECTRODES LARGES.....	21
I.3.1 <i>Emission de champ localisée.....</i>	<i>22</i>
I.3.2 <i>Renforcement local du champ.....</i>	<i>22</i>
I.3.2.1 Loi de Fowler et Nordheim « modifiée ».....	22
I.3.2.2 Détermination expérimentale de $\beta$ et S.....	23
I.3.3 <i>Influence de la température.....</i>	<i>23</i>
I.3.4 <i>Emission électronique au travers d'impuretés diélectriques.....</i>	<i>24</i>
I.3.5 <i>Emission lumineuse cathodique.....</i>	<i>24</i>
I.3.6 <i>Effet des gaz adsorbés.....</i>	<i>24</i>
I.3.7 <i>Emission de champ provenant des sites émetteurs artificiels sur des électrodes larges.....</i>	<i>25</i>
I.4 L'EMISSION DE CHAMP RENFORCEE EN HAUTES FREQUENCES .....	26
I.4.1 <i>Problématique dans les structures accélératrices.....</i>	<i>26</i>
I.4.2 <i>Diagnostics de l'émission de champ en HF.....</i>	<i>28</i>
I.4.2.1 Spécificités.....	28
I.4.2.2 Méthodes d'investigation dans les cavités accélératrices.....	28
I.4.2.3 Les résonateurs.....	29
I.5 MODELES THEORIQUES PROPOSES POUR L'EMISSION DE CHAMP RENFORCEE .....	29
I.5.1 <i>Modèle géométrique.....</i>	<i>30</i>
I.5.2 <i>Effet tunnel résonnant.....</i>	<i>30</i>
I.5.3 <i>Modèles associant des impuretés non métalliques ou une couche superficielle de nature diélectrique.....</i>	<i>32</i>
I.5.3.1 Les filaments électroformés.....	32
I.5.3.2 Le modèle d'émission d'électrons chauds .....	33
I.5.3.3 Le modèle d'antenne.....	35
<b>CHAPITRE II : CONSIDERATIONS THEORIQUES.....</b>	<b>37</b>
II.1 EXPRESSION DU FLUX D'ELECTRONS SORTANT DU METAL DANS LA DIRECTION DU CHAMP ELECTRIQUE APPLIQUE .....	39
II.2 PROBABILITE DE PASSAGE PAR EFFET TUNNEL .....	41
II.2.1 <i>Méthode W.K.B. (Wentzel-Kramers-Brillouin).....</i>	<i>42</i>
II.2.2 <i>Méthode numérique.....</i>	<i>44</i>
II.2.2.1 Présentation de la méthode .....	44
II.2.2.2 Discussion.....	46
II.3 RESULTATS.....	46
II.3.1 <i>Validation de la méthode numérique.....</i>	<i>46</i>
II.3.1.1 Densité de courant en fonction du champ électrique.....	46
II.3.1.2 Effet de la température - spectre énergétique des électrons émis .....	48
II.3.2 <i>Perturbation liée à la présence d'un puits de potentiel.....</i>	<i>50</i>

II.3.2.1 Effet de la distance du puits.....	51
II.3.2.2 Effet de l'épaisseur du puits .....	52
II.3.2.3 Effet de la profondeur du puits .....	52
II.3.3 Conclusion.....	55
II.4 EXPRESSION DE LA DENSITE DE COURANT EN PRESENCE D'UN CHAMP ELECTROMAGNETIQUE DE HAUTE FREQUENCE .....	56
<b>CHAPITRE III : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>61</b>
III.1 LA CAVITE REENTRANTE 1.5 GHZ.....	63
III.1.1 Conception de la cavité.....	63
III.1.2 Mesure du courant émis par l'échantillon.....	65
III.1.2.1 Caractéristiques techniques de la sonde .....	65
III.1.2.2 Puissance HF dissipée dans la ligne et la sonde .....	66
III.1.3 Lignes de couplage de la cavité.....	67
III.1.3.1 Définitions.....	67
III.1.3.2 Positionnement des couplages par rapport à la cavité .....	67
III.1.4 Mesures à faible puissance .....	69
III.1.4.1 Mesure des couplages.....	69
III.1.4.2 Vérification du champ électrique .....	71
III.1.5 Répartition du champ et des trajectoires électroniques .....	72
III.1.6 Dispositif expérimental de la cavité.....	74
III.1.6.1 Choix techniques et accord de la cavité .....	74
III.1.6.2 Appareillages HF.....	75
III.1.6.3 Mesure du courant.....	75
III.1.6.4 Banc de pompage .....	75
III.2 PREMIERES MESURES ET ANALYSE DES PHENOMENES OBSERVES.....	77
III.2.1 Multipactor à l'intérieur du transformateur quart d'onde.....	78
III.2.2 Ions positifs .....	78
III.2.3 Electrons secondaires au niveau de l'antenne collectrice.....	79
III.2.4 Mesures de rayonnement X.....	79
III.3 PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....	81
III.3.1 Préparation chimique et montage des échantillons dans la cavité .....	81
III.3.1.1 Nettoyage de la cavité .....	81
III.3.1.2 Procédure de nettoyage chimique à Saclay .....	81
III.3.1.3 Transport et étapes de montage d'un échantillon dans la cavité .....	82
III.3.2 Formation HF et analyse Fowler-Nordheim .....	83
III.4 LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE EQUIPE D'UN DISPOSITIF PORTE-POINTE POUR L'ETUDE DE L'EMISSION ELECTRONIQUE EN CHAMP CONTINU.....	85
III.4.1 Description du microscope .....	85
III.4.2 Description du dispositif continu.....	86
III.4.3 Protocole expérimental.....	87
<b>CHAPITRE IV : LES SITES EMETTEURS.....</b>	<b>89</b>
IV.1 LES SITES EMETTEURS NATURELS .....	91
IV.1.1 Identification .....	91
IV.1.2 Analyse des particules de contamination naturelle .....	92
IV.1.2.1 Echantillons plans .....	92
IV.1.2.2 Echantillons de type cavité.....	93
IV.1.2.2 Discussion .....	93
IV.2 LA CONTAMINATION PAR DES POUSSIERES .....	94
IV.2.1 Protocole expérimental .....	94
IV.2.2 Particules de contamination.....	95
IV.2.2.1 La contamination par des particules de fer.....	95
IV.2.2.2 La contamination par des particules d'alumine.....	95

IV.2.3 Résultats expérimentaux.....	96
IV.2.3.1 La contamination par des particules de fer.....	96
IV.2.3.2 La contamination par des particules d'alumine.....	101
IV.2.4 Discussion .....	102
IV.2.4.1 Emissivité des particules de contamination.....	102
IV.2.4.2 Phénomènes physiques associés aux particules .....	104
IV.3 LES DEFAUTS GEOMETRIQUES .....	107
IV.3.1 Protocole de fabrication des défauts géométriques .....	108
IV.3.2 Résultats expérimentaux.....	109
IV.3.2.1 Stabilité des mesures en fonction du cycle utile des signaux HF.....	109
IV.3.2.2 Modification des sites émetteurs .....	111
IV.3.3 Discussion .....	111
IV.4 EFFETS THERMIQUES .....	112
IV.4.1 Effet Joule.....	113
IV.4.2 Effet Nottingham .....	114
IV.4.3 Chauffage par bombardement ionique.....	115
IV.4.4 Effet de l'induction HF.....	117
IV.4.5 Emission électronique résonante .....	118
IV.4.6 Discussion .....	119
IV.5 EVALUATION EXPERIMENTALE DE LA RESISTANCE THERMIQUE DE CONTACT D'UNE PARTICULE POSEE SUR UN SUBSTRAT .....	120
IV.5.1 Protocole expérimental.....	121
IV.5.1.1 Le faisceau électronique.....	121
IV.5.1.2 Bombardement électronique .....	121
IV.5.2 Résultats expérimentaux.....	123
IV.5.2.1 Particules de Fer et de Niobium .....	123
IV.5.2.2 Particules d'alumine.....	123
IV.5.2.3 Temps caractéristiques .....	125
IV.5.3 Discussion .....	126
<b>CHAPITRE V : ETUDE COMPARATIVE DE L'EMISSION ELECTRONIQUE EN REGIME DE CHAMP CONTINU ET EN HAUTES FREQUENCES.....</b>	<b>127</b>
V.1 RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	129
V.1.1 Echantillons pollués avec des particules d'alumine .....	129
V.1.1.1 Observations expérimentales.....	129
V.1.1.2 Emissivité après le test HF .....	130
V.1.2 Echantillons pollués avec des particules de fer .....	130
V.1.2.1 Observations expérimentales.....	130
V.1.3 Echantillons rayés avec une pointe diamant.....	133
V.1.3.1 Emissivité en continu avant le test HF .....	133
V.1.3.2 Emissivité en haute fréquence, puis en champ continu .....	133
V.2 DISCUSSION.....	135
V.2.1 Particules d'alumine.....	135
V.2.2 Particules de fer.....	135
V.2.3 Défauts géométriques .....	136
V.2.4 Comparaison de l'émission électronique en champ continu et de haute fréquence .....	136
<b>CHAPITRE VI : ESSAIS D'AMELIORATION DE LA PROPETE DES SURFACES.....</b>	<b>139</b>
VI.1 ELECTRODES INDUSTRIELLES.....	141
VI.1.1 Polissage mécanique de TDH .....	142
VI.1.2 Traitement chimique de TDH.....	142
VI.1.3 Discussion .....	143
VI.2 QUELQUES TRAITEMENTS APPLIQUES AUX CAVITES.....	144
VI.2.1 Traitement chimique de Saclay .....	144



VI.2.2	Traitement par polissage électrolytique.....	145
VI.2.3	Recuit par bombardement électronique.....	145
VI.3	FORMATION PAR DES IMPULSIONS HF BREVES .....	146
VI.3.1	Position du problème .....	146
VI.3.2	Protocole expérimental .....	146
VI.3.3	Effet du niveau du champ électrique.....	147
VI.3.3.1	Procédure .....	147
VI.3.3.2	Résultats expérimentaux .....	147
VI.3.4	Effet du temps de formation HF .....	148
VI.3.4.1	Procédure .....	148
VI.3.4.2	Résultats expérimentaux .....	149
VI.3.5	Applications.....	151
VI.3.5.1	Echantillons traités chimiquement.....	151
VI.3.5.2	Cavité neuf cellules en niobium, à 1,3 GHz.....	152
VI.3.6	Discussion .....	152
VI.4	CONCLUSION.....	155
 <b>CHAPITRE VII : DISCUSSION GENERALE.....</b>		<b>157</b>
VII.1	SYNTHESE .....	159
VII.1.1	Les particules de fer.....	159
VII.1.2	Les particules d'alumine.....	160
VII.1.3	Les défauts géométriques.....	160
VII.1.4	Les traitements de surface .....	161
VII.2	DISCUSSION SUR LES MODELES THEORIQUES.....	161
VII.2.1	Modèles associant les phénomènes de surface.....	161
VII.2.1.1	Présence d'un diélectrique .....	161
VII.2.1.2	Présence de gaz adsorbés.....	162
VII.2.2	Modèle géométrique.....	163
 <b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....</b>		<b>167</b>
 <b>ANNEXES.....</b>		<b>171</b>
ANNEXE A	.....	173
ELEMENTS DE THEORIE DES LIGNES DE TRANSMISSION .....		173
ANNEXE B	.....	177
LIGNES DE COUPLAGE ET MESURE DU CHAMP CRETE DANS LA CAVITE .....		177
B.1	BASES THEORIQUES.....	177
B.2	MESURE DES COEFFICIENTS DE SURTENSION.....	180
B.3	DETERMINATION DU CHAMP MAXIMAL DANS LA CAVITE A PARTIR DE LA MESURE DE LA PUISSANCE TRANSMISE.....	181
 LISTE DES FIGURES.....		183
LISTE DES TABLEAUX .....		187
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		189



# Introduction

Du point de vue de la mécanique classique, l'application d'un champ électrique sur une surface métallique plane, dans le vide, conduit à une polarisation du métal qui annule globalement son champ électrique interne. Cet effet d'écrantage piège les électrons à l'intérieur du métal empêchant leur passage dans le vide, si la contrainte exercée n'excède pas les forces de cohésion interatomique. Dans la pratique, les électrons peuvent sortir du métal pour des valeurs de champ bien moindres.

En 1928, s'appuyant sur le nouveau formalisme de la mécanique quantique, Fowler et Nordheim<sup>[1]</sup> ont proposé une théorie qui rendait compte de l'émission des électrons dans le vide par effet de champ. Cette théorie, dont la clé de voûte est l'effet tunnel, prédit une certaine densité de courant traversant l'interface métal-vide pour un métal et une valeur de champ électrique donnés. Elle est vérifiée expérimentalement dans une configuration où la cathode est une pointe monocristalline en regard d'une anode plane<sup>[2]</sup>.

Toutefois dans le cas des électrodes larges, l'application d'un champ électrique de quelques mégavolts par mètre ( $10^6$  V/m) peut suffire à produire une émission électronique détectable, voire une décharge dans un milieu gazeux dans l'espace interélectrode. Le mécanisme par lequel les électrons sortent pour des champs appliqués 100 à 1000 fois plus faibles (émission renforcée) que ceux prévus par la théorie de Fowler et Nordheim demeure encore peu clair. L'étude de l'émission électronique par effet de champ (usuellement appelée «émission de champ») revêt d'autres intérêts que ceux de la physique théorique pure. Le phénomène d'émission renforcée constitue bien souvent un facteur limitatif pour des applications multiples utilisant le vide comme milieu diélectrique. Nous allons en décrire quelques manifestations.

En raison de leur fort coefficient de surtension propre ( $Q_0 \sim 10^{10}$ ), les cavités hautes fréquences (HF) supraconductrices des accélérateurs de particules sont très sensibles aux phénomènes dissipatifs. L'émission de champ, dont la présence est décelée aux iris des cavités, peut engendrer des pertes de puissance bien que le champ électrique de surface soit encore relativement faible (quelques  $10^6$  V/m).

Dans un cadre tout autre que celui de la physique fondamentale, de nombreuses applications industrielles connaissent également de sérieuses limitations dues à ce phénomène, dont voici quelques exemples : 1/ la tension appliquée sur les wehnelts des canons à électrons n'excède pas quelques 10 kV pour une distance interélectrode millimétrique. Au delà de ces limites, le risque de formation de microdécharges détériorant le canon s'accroît et justifie ces précautions. 2/ Les klystrons sont des tubes électroniques

amplificateurs d'ondes HF. Leurs problèmes sont de même nature que précédemment et résident au niveau des bords de la cavité de sortie où le champ électrique est le plus important.

Plus généralement, dans la plupart des modèles décrivant les mécanismes de création d'un milieu gazeux (plasma) nécessaire à l'initiation d'un claquage sous vide, l'émission de champ est désignée comme le *phénomène précurseur*<sup>[3]</sup>. En contrepartie, l'émission renforcée pourrait être utilisée en tant que source froide d'électrons, remplaçant avantageusement les cathodes à émission thermoionique. Citons des applications dans les tubes à rayons X, les canons des microscopes électroniques, les écrans plats.

La thèse ici présentée se déroule dans le cadre d'une collaboration entre la Société Thomson Tubes Electroniques (TDH, Vélizy), et le Centre d'Etudes de Saclay (Service d'Etudes des Accélérateurs). Les problèmes de tenue en champ des surfaces métalliques, déjà cités, rencontrés de part et d'autre ont motivé l'étude de l'émission de champ en hautes fréquences. Cette thèse revêt, de ce fait, un caractère expérimental important. Les arguments retenus pour le choix du domaine HF dans ce travail sont les suivants :

- les précédentes études se sont, pour la plupart, déroulées en régime de champ continu,
- une étude préliminaire a montré la faisabilité d'une cavité permettant d'obtenir des champs électriques élevés ( $\sim 50$  MV/m) à *température ambiante*, avec une source de puissance relativement modeste (5 kW),
- la mesure du courant d'émission de champ provenant d'un échantillon amovible s'effectue directement au moyen d'une antenne collectrice placée en regard de celui-ci, par opposition aux études passées dont les moyens d'investigation étaient indirects<sup>[4]</sup>,
- le même échantillon peut être monté dans un dispositif d'étude en champ continu déjà présent à Saclay, offrant l'opportunité d'une comparaison avec les mesures en HF.

Faisant suite à cette introduction, le premier chapitre décrit qualitativement le formalisme de la théorie de l'émission de champ ainsi que l'état de l'art en la matière au moment où nous entreprenons ces travaux.

Certains points théoriques sont abordés au second chapitre. L'on y discute de la validité de l'approximation W.K.B. effectuée dans l'expression de la densité de courant en comparant cette dernière avec des simulations numériques. Le calcul de la densité de courant moyen en régime HF est également explicité.

La description du dispositif expérimental fait l'objet du chapitre III. Nous détaillons notamment la conception et la validation de la cavité. Le protocole expérimental défini par la suite permet une décorrélation entre le signal recherché et certains phénomènes pouvant gêner son interprétation. Nous présentons aussi un autre dispositif d'étude en champ continu déjà présent à Saclay. Celui-ci est monté dans un microscope électronique à balayage équipé d'un outil d'analyse de la composition chimique élémentaire. L'association des deux dispositifs s'est révélée capitale pour la progression de notre travail.

Nous nous attachons dans le chapitre IV à définir la notion de « site émetteur » et les différents termes employés auxquels ils se rattachent : naturels, artificiels, intrinsèques, extrinsèques, géométriques... Les importants phénomènes thermiques observés associés aux sites émetteurs sont analysés.

Le mécanisme d'émission électronique est-il le même selon que le champ électrique appliqué est continu ou HF ? Nous tentons, au cours du chapitre V, d'apporter les éléments de réponse à la question posée. Notons qu'il s'agit de la première étude comparative directe et non destructive réalisée entre les deux régimes de champ.

Le chapitre VI aborde les différents traitements de surface envisageables en vue d'éliminer sinon réduire l'émission de champ des électrodes qui en sont le siège.

Enfin une synthèse générale réalisée au chapitre VII permet de confronter nos résultats expérimentaux aux modèles théoriques décrits dans le premier chapitre, à l'issue de laquelle nous proposons un modèle théorique qui rend compte de nos observations. La conclusion entame une discussion sur les implications de ces travaux tant au niveau de la recherche que de l'industrie.



# Chapitre I

## **Rappels sur les fondements théoriques et les faits expérimentaux relatifs à l'émission de champ**

### **I.1 Développement historique**

### **I.2 L'émission de champ sur des surfaces métalliques parfaites**

### **I.3 L'émission de champ sur des électrodes larges**

### **I.4 L'émission de champ renforcée en hautes fréquences**

### **I.5 Modèles théoriques proposés pour l'émission de champ renforcée**



# Rappels sur les fondements théoriques et les faits expérimentaux relatifs à l'émission de champ

## I.1 Développement historique

Nous devons à Wood<sup>[5]</sup>, en 1897, la première description détaillée de l'émission « froide » d'électrons par des électrodes placées sous vide, dont la motivation était la réalisation d'une source ponctuelle de rayons X. Schottky<sup>[6]</sup> interpréta ce phénomène en termes d'abaissement de la barrière de potentiel. Cependant, les recherches menées par plusieurs équipes ne purent lui trouver une confirmation expérimentale. Les mesures de courant en fonction du champ étaient peu sensibles à une variation de température allant de celle de l'air liquide<sup>[7]</sup> à 1500 K<sup>[8]</sup>, contredisant la théorie de Schottky qui en prédisait une forte dépendance. En outre la représentation des mesures courant-champ en  $\log(i) = f(\sqrt{E})$  censée générer une droite, n'a jamais été obtenue<sup>[8]</sup>.

La mécanique quantique, alors jeune discipline scientifique, a apporté un élément nouveau pour décrire le passage des électrons dans le vide : l'effet tunnel. La théorie de l'émission de champ pour des surfaces métalliques parfaites proposée par Fowler et Nordheim<sup>[1]</sup> en 1928 reposait sur ce processus propre à la mécanique quantique. Les auteurs en ont déduit une loi reliant la densité de courant émise par le métal au champ électrique appliqué.

La mise en œuvre de dispositifs en vue de confronter théorie et pratique s'est heurtée à des difficultés techniques de deux ordres : tout d'abord l'obtention de champs électriques élevés ( $> 10^9 \text{ V.m}^{-1}$ ), ensuite la préparation d'une surface émissive représentative du métal. En 1937, Müller<sup>[2]</sup> a résolu le problème en développant une configuration avec une cathode en pointe (de rayon de courbure  $< 1 \mu\text{m}$ ) placée en regard d'une anode plane, sous des conditions d'ultravide. Utilisant cette géométrie pointe-plan, plusieurs auteurs ont confirmé expérimentalement cette théorie. Les mesures ont été obtenues de façon reproductible sur une variation d'au moins 6 ordres de grandeur du courant<sup>[9]</sup>.

Sur des électrodes de grandes dimensions, la possibilité d'apparition d'émission d'électrons pour des champs seuils 100 fois plus faibles pouvait s'expliquer par un renforcement local du champ dû à un effet de pointe. Hormis cette dernière hypothèse, le modèle de Fowler et Nordheim était généralement admis jusqu'au milieu des années 70. En

effet les débats furent relancés par certains faits expérimentaux nouveaux : 1/ l'observation de spots cathodiques attribués à l'électroluminescence<sup>[10]</sup>, et corrélés à l'émission de champ, 2/ le décalage en-dessous du niveau de Fermi du spectre en énergie des électrons émis<sup>[11]</sup>; ces électrons semblaient provenir de défauts de surface de nature diélectrique, 3/ la prise en compte de phénomènes d'adsorption ou de désorption de gaz susceptibles de modifier les caractéristiques d'émission<sup>[12,32]</sup>. Ces phénomènes sont décrits dans la partie I.3 et les interprétations proposées sont détaillées dans la partie I.5 de ce chapitre.

## 1.2 L'émission de champ sur des surfaces métalliques parfaites

### 1.2.1 La théorie de Fowler et Nordheim

Nous n'en proposons ici qu'une description qualitative, ainsi que l'expression finale de la densité de courant. Le formalisme détaillé de la théorie est proposé au début du chapitre II.

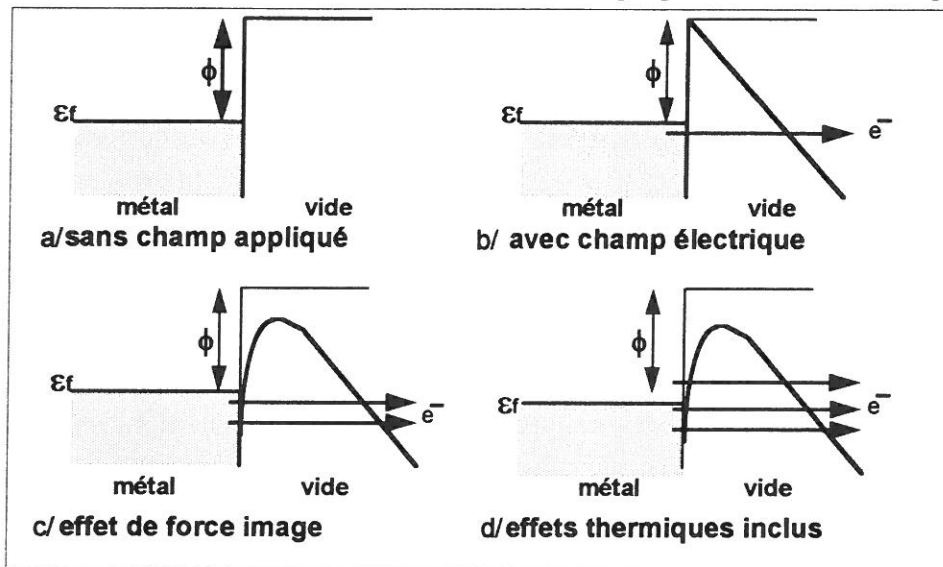


Figure I-1 Schéma énergétique de l'interface métal-vide,  $\phi$  représente le travail de sortie des électrons et  $\varepsilon_f$  le niveau de Fermi du métal. Les trois premières figures sont valables à  $T = 0 K$  : a/ en l'absence de champ appliqué, b/ barrière triangulaire sous l'action d'un champ extérieur appliqué, c/ diminution de la hauteur de la barrière par effet de force image, d/ prise en compte de l'effet de la température

En l'absence d'un champ électrique extérieur, les électrons libres du métal sont confinés dans un puits de potentiel, d'où la neutralité électrique des métaux (voir figure I.a). La hauteur de ce dernier est égale au travail de sortie  $\phi$  du métal. La présence d'un champ électrique continu modifie la barrière en lui donnant une forme triangulaire. L'émission électronique provenant des surfaces métalliques parfaites est liée au passage par effet tunnel des électrons de valence du réseau cristallin au travers cette barrière d'épaisseur réduite (voir figure I.b).



### I.2.1.1 Cas de la barrière triangulaire

(x, y, z) symbolisent les trois coordonnées et directions de l'espace. L'orientation choisie pour l'axe x est celle du champ électrique appliqué E et perpendiculaire au plan du métal. L'origine de l'axe est fixée à l'interface métal-vide.

Fowler et Nordheim<sup>[1]</sup> ont supposé qu'au départ les électrons de conduction du métal formaient un gaz libre obéissant à la statistique de Fermi-Dirac, d'après la description faite par Sommerfeld (1928). Dans cette hypothèse, le flux d'électrons  $N(W).dW$  d'énergie comprise entre W et  $W+dW$ , et la probabilité de passage par effet tunnel  $P(W,E)$  ne dépendent pas des projections  $p_y$  et  $p_z$  de la quantité de mouvement. Nous sommes alors ramenés à un problème monodimensionnel et l'on prend naturellement la direction correspondant au champ appliqué dans les calculs.

Le champ électrique E entraîne une modification des états électroniques proches du niveau de Fermi  $\epsilon_f$ , dont l'énergie selon la direction x vaut :

$$W_x = \frac{p_x^2}{2m} + V(x) \quad (\text{I.1})$$

où  $p_x$  est la composante selon l'axe x de l'impulsion, m la masse de l'électron,  $V(x)$  l'énergie potentielle des électrons dans le vide. Dans le cas de la barrière triangulaire, son expression est  $V(x) = -e.E.x$  (-e est la charge de l'électron).

A la température du zéro absolu, le flux  $N(W_x).dW_x$  est nul si  $W_x > \epsilon_f$  et varie proportionnellement à  $(\epsilon_f - W_x)$  si  $W_x < \epsilon_f$ . Suite à la résolution de l'équation de Schrödinger, on en déduit la probabilité tunnel, dont l'approximation W.K.B. permet d'avoir une expression simplifiée. La relation déterminant la densité de courant, pour une barrière triangulaire (figure I.b) s'écrit finalement en intégrant sur toutes les valeurs d'énergies possibles :

$$J_0 = e \int_0^{\infty} N(W_x) \cdot P(W_x, E) \cdot dW_x \quad (\text{I.2})$$

soit

$$J_0 = \frac{1,54 \times 10^{-6} \cdot E^2}{\phi} \exp\left(-\frac{6,83 \times 10^9 \cdot \phi^{\frac{3}{2}}}{E}\right) \quad (\text{I.3})$$

$J_0$  en  $\text{A.m}^{-2}$ , E en  $\text{V.m}^{-1}$ ,  $\phi$  est le travail de sortie du métal en eV.

### I.2.1.2 Abaissement de la barrière par effet Schottky

La prise en compte de l'effet de force image (figure I.c) intervient dans l'expression de  $V(x)$  en lui superposant le potentiel d'interaction électrostatique de deux charges élémentaires de signes opposés. Cela nous donne :

$$V(x) = -\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 \cdot 4x} - e.E.x \quad (\text{I.4})$$

La substitution a été faite par Nordheim<sup>[13]</sup>. Il en résulte l'expression finale ci-dessous de la densité de courant « modifiée » :

$$J_0 = \frac{1,54 \times 10^{-6} \cdot E^2}{\phi \cdot t^2(y)} \exp\left(-\frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{E} v(y)\right) \quad (\text{L5})$$

où  $y = 3,79 \times 10^{-5} \frac{\sqrt{E}}{\phi}$ , E en V/m,  $\phi$  en eV.

Les fonctions  $t(y)$  et  $v(y)$  faisant intervenir des intégrales elliptiques de première et seconde espèce, ont été tabulées<sup>[14]</sup>. Lentement variables, leurs contributions sur  $J_0$  restent faibles. Ainsi pour un travail de sortie de 4 eV les fonctions  $t^{-2}(y)$  et  $v(y)$ <sup>[15]</sup> ont été approchées pour une gamme de champs :

$$2 \times 10^9 \text{ V/m} \leq E \leq 10^{10} \text{ V/m} \begin{cases} 0,92 \leq t^{-2}(y) \leq 0,956 \\ v(y) = 0,956 - 1,062 \cdot y^2 \end{cases}$$

Cependant, les corrections apportées modifient très peu l'allure de la fonction  $J_0$ . La valeur de  $t(y)$  est souvent assimilable à 1 puisqu'une variation de  $t^{-2}(y)$  entre 0,81 et 1 contribue entre -0,09 et 0 au  $\log(J)$ . En posant  $t(y) = 1$  et  $v(y) = 1$ , on retrouve l'équation I.3 de la densité de courant pour la barrière triangulaire. Dans ce cas, une représentation de  $J_0$ , dite en « coordonnées de Fowler-Nordheim » permet d'avoir une variation linéaire. Il suffit pour cela de transformer I.3 en  $\text{Log}(J_0 / E^2)$  :

$$\text{Log}\left(\frac{J_0}{E^2}\right) = a\left(\frac{1}{E}\right) + b \quad (\text{L6})$$

pour obtenir une droite affine variant en  $1/E$ , de pente  $a = -6,83 \times 10^9 \cdot \phi^{3/2}$  et d'ordonnée à l'origine  $b = \text{Log}(1,54 \times 10^{-6} / \phi)$ .

### I.2.1.3 Influence de la température

Non prise en compte dans la formulation de Fowler et Nordheim, la température a pour effet de modifier la fonction de distribution de Fermi-Dirac des électrons (voir figure I.d). Les charges électriques d'énergie supérieure au niveau de Fermi ont alors une probabilité non nulle de traverser la barrière de potentiel de hauteur et d'épaisseur moindres. Au delà de 1500 K et pour de faibles champs, ceux-ci contribuent en grande partie au flux d'électrons incidents : l'émission est de type thermoionique.

Good et Müller<sup>[16]</sup> ont toutefois défini une limite inférieure de champ, pour une température donnée, au-dessus de laquelle l'on est essentiellement en régime d'émission de champ. L'effet de la température se traduit par une pondération<sup>[17]</sup> de la densité de courant à 0 K, soit :

$$J(T) = J_0 \times \frac{\pi kT / \alpha}{\sin(\pi kT / \alpha)} \quad (I.7)$$

où  $J_0$  est la densité de courant à 0 K,  $\alpha = \frac{9,76 \times 10^{-11} E}{\phi^{\frac{1}{2}} \cdot t(y)}$ , avec  $kT$ ,  $\alpha$  et  $\phi$  en eV.

### I.2.2 Limitation par effet de charge d'espace

Plusieurs équipes<sup>[18,9]</sup> se sont intéressées au domaine de validité de la théorie de l'émission de champ. Dans une géométrie pointe-plan (distance interélectrode de 5 mm), Dyke et Trolan<sup>[9]</sup> ont montré que les points expérimentaux s'écartaient de la représentation linéaire (voir figure I.2) de Fowler-Nordheim au-delà d'un certain champ limite  $E_{lim} \approx 6.10^9 \text{ V.m}^{-1}$ , correspondant à une densité de courant  $J$  proche de  $6.10^{11} \text{ A.m}^{-2}$ .

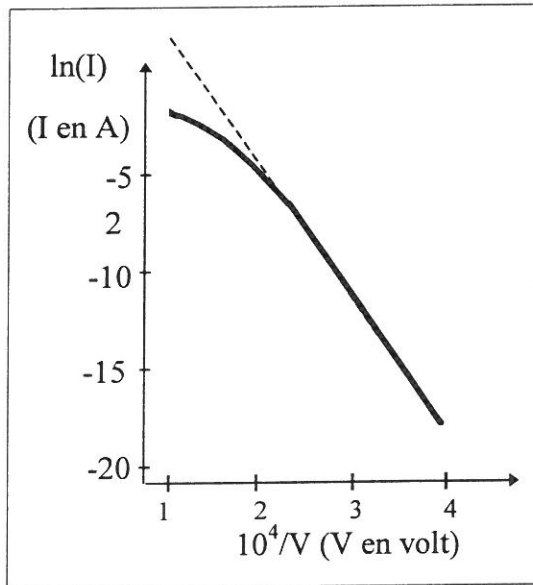


Figure I-2 Caractéristique pour une pointe monocristalline en W. Quand  $\ln(I)$  est voisin de -6, la courbe s'écarte de la courbe théorique (pointillés) en raison de la charge d'espace électronique<sup>[9]</sup>.

Les auteurs ont interprété cette déviation par un effet de limitation du courant en raison d'une charge d'espace importante au voisinage de l'apex de la cathode, i.e. là où  $J$  est maximal.

### I.3 L'émission de champ sur des électrodes larges

Le bon accord constaté entre théorie et pratique n'était cependant vérifié que dans le cas idéal d'une cathode dont l'extrémité monocristalline est placée en vis à vis d'une anode plane, avec des champs électriques appliqués de quelques  $10^9 \text{ V.m}^{-1}$ . En effet, d'autres phénomènes se produisent pour des électrodes dites « larges ». Nous désignons en ces termes des électrodes dont les distances latérales sont du même ordre que la distance interélectrode. Elles sont en général planes, aux angles arrondis pour éviter des effets de bord.

Dans une configuration de type condensateur plan-plan, l'émission électronique pouvait avoir lieu pour des champs de quelques  $10^6 \text{ V.m}^{-1}$  ! A des champs plus intenses, l'isolation est rompue par la formation d'un arc électrique dans l'espace interélectrode.

Cette partie est consacrée à la description des faits expérimentaux se rattachant à l'émission de champ sur des électrodes larges.

### ***1.3.1 Emission de champ localisée***

Plusieurs techniques, rassemblées dans l'article de revue de Noer<sup>[17]</sup>, ont été employées pour visualiser l'impact des électrons au niveau de l'anode — parmi lesquelles l'observation du rayonnement de transition et X, ou encore en remplaçant une anode métallique par un écran transparent phosphorescent. Toutes les observations ont montré la nature locale du phénomène : les électrons émis par la cathode provenaient de sites ponctuels dont les tailles pouvaient être estimées à quelques microns. La répartition de ces sites est aléatoire, avec une densité variant entre 10 et 50 sites par  $\text{cm}^2$  selon les protocoles de préparation des surfaces métalliques.

Les études quantitatives<sup>[19,20,21]</sup> de ces spots anodiques phosphorescents, réalisées avec un intensificateur d'images et ou un photomultiplicateur ont mis en évidence une étroite corrélation entre les caractéristiques intensité lumineuse-champ avec un comportement de type Fowler-Nordheim. Les zones ponctuelles émissives d'électrons présentes sur les cathodes larges sont désignées en termes de sites émetteurs. Nous consacrons le chapitre IV à leur description détaillée.

### ***1.3.2 Renforcement local du champ***

#### **I.3.2.1 Loi de Fowler et Nordheim « modifiée »**

Bien qu'apparaissant pour des champs seuils plusieurs centaines de fois plus faibles que ceux prévus par la théorie, la caractéristique courant-champ en coordonnées de Fowler-Nordheim était parfaitement linéaire. Tout se passe comme si, au niveau des sites émetteurs, le champ macroscopique appliqué E se trouvait affecté par un coefficient de renforcement  $\beta$  (avec  $\beta > 1$ ), soit  $E_{local} = \beta \cdot E$ . On parle alors d'émission de champ renforcée.

La relation liant le courant I mesuré (en ampères) à J s'exprime simplement par :

$$I = J \times S \quad (\text{I.8})$$

où S est l'aire du site émetteur en  $\text{m}^2$ . En substituant le champ E dans l'équation I.5 par  $E_{local}$ , et en la reportant dans l'équation I.8, on obtient l'expression analytique ci-dessous :

$$I = \frac{1,54 \times 10^{-6} \times (\beta \cdot E)^2}{\phi \cdot t^2(y)} \exp\left(-\frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{\beta \cdot E} v(y)\right) \times S \quad (\text{I.9})$$

où  $y = 3,79 \times 10^{-5} \frac{\sqrt{\beta \cdot E}}{\phi}$ , E en V/m,  $\phi$  en eV.

### I.3.2.2 Détermination expérimentale de $\beta$ et S

Si l'on suppose un travail de sortie connu et invariant avec le champ, les caractéristiques ( $\beta$ , S) sont déduites des points expérimentaux tracés en coordonnées de Fowler-Nordheim. Une interpolation linéaire fournit la pente  $a' = a / \beta$ , et l'ordonnée à l'origine  $b' = b + \text{Log}(\beta^2 \cdot S)$ . Les coefficients a et b proviennent de l'équation I.6. On note que  $\beta$  est inversement proportionnel à la pente de la droite de Fowler-Nordheim.

Les valeurs de  $\beta$  les plus fréquemment rencontrées dans la littérature sont de quelques centaines, sur une gamme de variation pouvant aller de 10 à quelques milliers (2200!). Une excroissance métallique susceptible de rendre compte d'un facteur  $\beta$  aussi élevé n'a encore jamais été observée au microscope électronique à balayage (MEB).

L'on peut trouver typiquement pour S des valeurs comprises entre  $10^{-18}$  et  $10^{-14}$  m<sup>2</sup>. Cependant, la réalité physique de l'aire émissive doit être considérée avec prudence, puisque pouvant conduire à des interprétations erronées. Hurley<sup>[30]</sup> a déduit de certaines mesures, des superficies de sites émetteurs supérieures à la cathode elle-même (10 m<sup>2</sup>)! L'on peut ajouter que le paramètre S est plus sensible aux erreurs de mesures que  $\beta$  lui-même.

Ceci suggère que le mécanisme d'émission électronique renforcée ne peut pas toujours se ramener à un simple effet de pointe, ou alors qu'il peut être perturbé par l'environnement (les gaz adsorbés par exemple). En dépit des réserves exprimées, les paramètres ( $\beta$ , S) sont d'un emploi commode et permettent de caractériser les sites émetteurs. Ils seront d'un usage fréquent tout au long de ce travail.

### I.3.3 Influence de la température

Les résultats des études menées sur l'effet de la température sur l'émission des électrodes larges ont été rassemblées dans l'article de revue Noer<sup>[17]</sup>. Les auteurs ayant travaillé sous des conditions d'ultravide ( $P < 10^{-8}$  Torr) après avoir étuvé leurs échantillons n'ont vu aucune influence sur une plage de variation de la température comprise entre 4,2 et 913 K, conformément à la théorie de Fowler et Nordheim. La plupart des dispositifs ayant décelé un accroissement du courant avec la température avaient un vide résiduel  $\geq 10^{-7}$  Torr. Cette modification du courant pourrait être attribuée à un dépôt d'impuretés sur les électrodes à basses températures, dépôt qui disparaît dès que l'on chauffe. Dès lors, il semble que l'émission de champ renforcée ne contredise pas la théorie.

Cependant cette interprétation ne fait pas l'unanimité. En effet, en travaillant sous ultravide ( $P < 10^{-10}$  mbar) et à champ constant, le groupe de Birmingham a décelé un accroissement du courant d'émission lorsque la température de la cathode est passée de 20 à 400 °C<sup>[22]</sup>. Les auteurs l'ont attribué à un effet de renforcement de la probabilité tunnel entre les interfaces métal-isolant et isolant-vide.

### ***1.3.4 Emission électronique au travers d'impuretés diélectriques***

A l'aide de la technique d'anode percée insérée dans un MEB, Cox<sup>[23]</sup> n'a trouvé aucune excroissance métallique (avec une résolution  $\pm 10 \mu\text{m}$ ) qui puisse expliquer l'émission électronique observée. L'origine de l'émission provenait plutôt d'impuretés incluses ou d'oxydes situés aux joints de grains cristallins.

L'hypothèse selon laquelle le passage des électrons s'effectuerait au travers d'impuretés non métalliques est appuyée par les mesures de spectre en énergie de ces électrons. En réécrivant l'équation I.2 sous une forme différentielle, il est possible d'avoir l'expression théorique de la distribution d'énergie  $W$ , soit :

$$\frac{dJ}{dW} = e \cdot N(W) \cdot P(W, E) \quad (\text{I.10})$$

Les mesures réalisées à l'aide d'un analyseur d'énergie à déflexion électrostatique ont montré que les spectres ne correspondaient pas à la théorie<sup>[16]</sup> pour un métal. Ceux de Latham et son équipe<sup>[11,24]</sup> étaient décalés d'environ 0,2 à 0,5 eV en-dessous du niveau de Fermi, et de largeur à mi-hauteur plus importante ( $\sim 0,1$  eV). Non seulement les décalages s'accroissaient avec un champ électrique croissant<sup>[25]</sup>, mais aussi des spectres multiples ont été observés. Les auteurs ont alors suggéré que la sortie des électrons dans le vide s'effectuait par la voie de filaments conducteurs<sup>[26]</sup> créés dans une interface métal-oxyde-vide, l'oxyde pouvant être de nature semi-conductrice ou isolante.

### ***1.3.5 Emission lumineuse cathodique***

Hurley et Dooley<sup>[10,27]</sup> et Hurley<sup>[28,29,30]</sup> ont réalisé une série de mesures avec des électrodes en cuivre, duralumin, or, acier inoxydable et molybdène dans les configurations plan-plan et pointe plan. Les auteurs ont observé sur les cathodes des points lumineux dont les spectres typiques en longueur d'onde étaient compris entre 500 nm et 900 nm. Certains matériaux se caractérisaient par quelques spectres multiples aux coupures très raides, bien qu'il n'y ait pas une grande reproductibilité d'un site à l'autre sur une même cathode. Sur un même site, il semblerait que les fluctuations d'intensité lumineuse soient bien corrélées avec les fluctuations du courant électronique<sup>[28]</sup>.

L'origine de l'émission lumineuse serait due à un phénomène d'électro-luminescence<sup>[31]</sup> alors que la sortie des électrons dans le vide obéirait à la loi de Fowler et Nordheim. Les auteurs ont suggéré que les sites émetteurs de lumière étaient des impuretés incluses de nature semi-conductrice, lesquelles émettaient également des électrons<sup>[30]</sup> via d'hypothétiques filaments conducteurs électroformés au sein du semi-conducteur.

### ***1.3.6 Effet des gaz adsorbés***

La composition du gaz résiduel à l'intérieur d'une enceinte à vide est différente du gaz d'origine, généralement de l'air. Elle varie selon le mode de pompage, la pression limite



atteinte, ou encore dépend d'un éventuel étuvage. En l'absence d'étuvage elle est essentiellement constituée de vapeur d'eau, de monoxyde de carbone (CO), d'hydrogène (H<sub>2</sub>). La présence de ces gaz sur les sites émetteurs modifie la forme de la barrière de potentiel vue par les électrons de conduction du métal. L'émission électronique est perturbée en conséquence.

Les gaz rares et l'hydrogène sont ionisés par bombardement électronique au voisinage des sites émetteurs. Les effets de l'impact des ions sur les sites dépendent des pressions partielles locales et du courant d'ions<sup>[12]</sup>. Expérimentalement, à partir d'un courant seuil, on constate qu'il y a augmentation de l'émission électronique alors que la valeur de  $\beta$  reste constante<sup>[32]</sup>. L'évolution croissante de  $S$  au cours du temps jusqu'à un certain palier nous indique alors qu'il s'est produit un « nettoyage » complet de la surface émissive. Les résultats sont reproductibles, après une nouvelle adsorption de gaz sur les sites émetteurs. Enfin aux fortes intensités, le bombardement ionique modifie de façon irréversible les caractéristiques du site émetteur. En général, on observe une diminution de  $\beta$  qui peut être interprétée comme un effet de lissage de la surface ou de l'émetteur.

D'autres gaz comme l'azote (N<sub>2</sub>), le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) et en particulier le monoxyde de carbone (CO), forment une monocouche sur les électrodes. On n'a plus alors affaire à une simple interface métal-vide (cas idéal) mais à une structure plus complexe de type métal-gaz-vide ou encore métal-oxyde-gaz-vide. L'effet tunnel résonnant<sup>[33]</sup> expliquerait le passage des électrons dans le vide au travers de la molécule de gaz adsorbé.

### *1.3.7 Emission de champ provenant des sites émetteurs artificiels sur des électrodes larges*

Plusieurs auteurs<sup>[34,35]</sup> ont déjà clairement montré le rôle déterminant des particules de poussières contaminantes sur la réduction de la tenue en tension des électrodes larges.

Les faits expérimentaux<sup>[36,37,38]</sup> à l'origine de l'étude sur les poussières de carbone, menée par l'équipe de Latham, sont : tout d'abord une forte émission électronique des micropointes en fibre de carbone, dont les caractéristiques spectrales en énergie sont semblables à celles provenant des zones émissives des électrodes larges (voir § I.3.5) ; ensuite un spectre lumineux dans le visible, émis par ces mêmes pointes, en suivant la relation de l'électroluminescence des semi-conducteurs ; enfin la détection de cet élément chimique, par analyse Auger, à proximité des sites émetteurs des électrodes larges<sup>[39]</sup>.

La similitude des résultats expérimentaux<sup>[40]</sup> avec ceux obtenus sur des surfaces vierges (voir § I.3.5) désigne le carbone comme site émetteur potentiel. Les faits semblent plaider en faveur d'une émission au travers d'une structure métal-isolant-métal (MIM). Un effet d'« allumage » des sites émetteurs serait lié à la formation de filaments conducteurs entre 5 et 20 MV/m. L'isolant peut être d'origine naturelle (oxyde) ou artificielle (solvant, liant). Ce

modèle expliquerait, par exemple, l'émission électronique des sites contenant des particules d'origine anodique.

Ces résultats encourageants ont conduit le groupe de Genève vers une d'étude originale sur des électrodes larges de Nb. Une analyse de la composition chimique des sites émetteurs sur les cathodes vierges a toujours montré la présence d'éléments extérieurs : Ag, Mo, S, C et Ti. L'apparition de nouveaux sites après un traitement thermique entre 800 et 900 °C semble montrer une diffusion des impuretés du corps de la cathode vers la surface<sup>[41]</sup>. L'émissivité des particules de soufre, MoS<sub>2</sub> et de carbone déposées sur des électrodes initialement exemptes d'émission a confirmé leur nocivité vis à vis de l'isolation électrique sous vide, même en présence d'une couche épaisse d'oxyde (1300 Å). Enfin, un chauffage à 1400 °C fut nécessaire pour repousser le champ seuil d'émission détectable à 170 MV/m<sup>[42]</sup>.

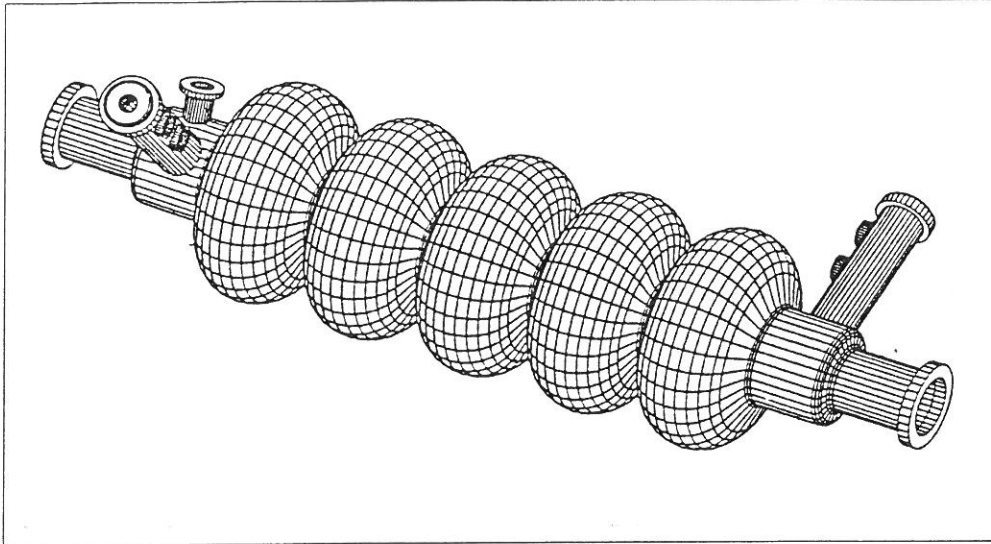
Un travail remarquable a été réalisé par Jimenez<sup>[43,44,45]</sup> et al. sur des électrodes larges de Nb et Au. Ils ont confirmé l'hypothèse selon laquelle la composition chimique des poussières émettrices ne jouait pas un rôle déterminant du point de vue de l'émission de champ, mais plutôt les paramètres tels que leur nature conductrice, isolante, ou encore leur forme géométrique : les poussières conductrices de formes quelconques sont de très bons émetteurs, tandis que ni celles de forme sphérique ni les isolants n'émettent d'électrons jusqu'à un champ de 100 MV/m. Enfin le comportement similaire entre les sites émetteurs provenant de rayures sur des échantillons en Nb et en Au, fut interprété au travers d'un modèle de renforcement du champ du type « effet de pointe ».

## **I.4 L'émission de champ renforcée en hautes fréquences**

### ***I.4.1 Problématique dans les structures accélératrices***

La nécessité d'une analyse de plus en plus fine des événements en physique des particules requiert des machines susceptibles d'accélérer un faisceau à des énergies entrant dans la gamme du téra électron-volts (10<sup>12</sup> eV) ! Le projet d'accélérateur linéaire à cavités supraconductrices T.E.S.L.A.<sup>[46]</sup> (pour TeV Superconducting Linear Accelerator) illustre une telle attente des physiciens. Le défi technologique d'un projet comme celui-ci réside en la réalisation de centaines de cavités HF multicellules (voir figure I.3) capables chacune de fournir un gradient accélérateur  $E_{acc}$  de 20 voire 30 MV/m, sachant que localement le champ électrique à la surface de ces structures HF peut encore être deux fois plus intense.





*Figure I-3 Représentation en 3D d'une cavité pentacellule (CAO)*

Les études menées aussi bien au Centre d'Etudes de Saclay, que dans les autres laboratoires (CERN, KEK, DESY, CEBAF, etc...) ont montré la difficulté d'obtenir ces valeurs de  $E_{acc}$ . En effet, la manifestation de phénomènes parasites dans les zones où le champ électrique est maximal augmente la dissipation de puissance dans les cavités et limite par là même leur utilisation à des champs plus faibles.

Les étapes marquantes du développement des cavités accélératrices supraconductrices HF ayant permis d'accroître leurs gradients accélérateurs sont résumées ci-dessous.

- 1/ L'abandon de cavités aux formes rectangulaires au profit de celles aux formes sphériques ou elliptiques a résolu le problème d'émission électronique résonnante (appelée aussi « multipactor »), source de dissipation de puissance.
- 2/ Les défauts de surface ponctuels dissipent assez de puissance pour faire transiter le supraconducteur à l'état normal. On parle alors de « quench » thermique. La solution consiste en l'utilisation de métaux de très grande pureté obtenus par traitement thermique.
- 3/ Le niobium (Nb) est le matériau le plus répandu pour ce type d'application. Pendant le refroidissement, un hydride de niobium aux mauvaises propriétés supraconductrices se forme vers 130 K. La présence d'hydrogène pourrait être due aux acides utilisés pour la préparation des surfaces. Cet effet se caractérise par un coefficient de surtension anormalement faible à bas champ, et décroissant très vite à fort champ. Un recuit préalable à 750 - 900 °C pendant une ou deux heures dans un four à vide diffuse l'hydrogène dans le corps de la cavité.

Un des facteurs limitatifs actuels des performances des cavités supraconductrices est l'émission électronique de champ.

## I.4.2 Diagnostics de l'émission de champ en HF

### I.4.2.1 Spécificités

La particularité de l'émission de champ dans les cavités HF tient à l'absence d'une polarité définie pour leurs surfaces puisque le champ électromagnétique y régnant est alternatif. A cela s'ajoutent deux difficultés techniques : tout d'abord la nécessité d'obtenir des champs électriques HF élevés, raison pour laquelle l'essentiel des études quantitatives d'émission de champ en HF s'est effectué avec des cavités supraconductrices ; ensuite l'accès aux informations liées à l'émission de champ est indirecte puisque les cavités HF sont des structures fermées. Une analyse locale des zones émissives impose alors la destruction de la cavité. L'obtention en laboratoires de gradients accélérateurs dépassant 30 MV/m pour des cavités supraconductrices HF illustre cependant les progrès réalisés sur les traitements de surface<sup>[47]</sup>.

**Remarque :** La théorie de Fowler-Nordheim décrit la sortie des électrons du métal dans le vide lorsqu'un champ électrique *continu* est appliqué. Les divers calculs et simulations faites en vue de relier les mesures HF à un comportement de type Fowler-Nordheim, formulent l'hypothèse fondamentale que le mécanisme d'émission des électrons est le même en continu qu'en HF. Hormis le paramètre de Keldysh,  $\gamma$ , que nous explicitons au chapitre suivant, nous disposons de peu d'éléments pour infirmer ou confirmer cette hypothèse. Nous entamons une discussion à ce sujet au chapitre V.

### I.4.2.2 Méthodes d'investigation dans les cavités accélératrices

Ces méthodes sont au nombre de trois et sont décrites ci-dessous :

la sonde de courant. L'antenne mesurant la puissance HF transmise est polarisée positivement afin de recueillir une partie des électrons émis. L'expression analytique I.9 n'est plus applicable directement. Certains auteurs<sup>[48]</sup> ont montré que la moyenne de l'expression I.9 sur une demi période du champ HF modifiait le facteur pré-exponentiel : celui-ci devenait proportionnel à  $E^{2,5}$  et non plus en  $E^2$ .

variation du coefficient de surtension  $Q_0$ . Les cavités HF à fort  $Q_0$  sont très sensibles aux pertes HF. La présence d'émission de champ augmente la dissipation de puissance dans les parois tout en absorbant l'énergie emmagasinée dans la cavité. De la variation  $\Delta Q$  résultante peut être déduite une loi de type Fowler-Nordheim.

cartographie X et en température. Les thermomètres et diodes de détection X sont placés sur un bras à l'extérieur de la cavité, le long d'un méridien. La répartition des sites sur les parois internes de la cavité est obtenue après une rotation de 360° du bras autour de son axe. L'élévation de température ou la détection des X sur un faible écart angulaire le long d'un méridien a confirmé la nature ponctuelle des sources d'électrons<sup>[4, 49]</sup>. L'avantage de cette méthode tient à la possibilité de repérer les sites émetteurs (à  $\pm 3$  mm), moyennant la connaissance des trajectoires électroniques dans la cavité et de leur énergie d'impact sur la

cavité. Ces sites émetteurs sont localisés aux iris des cavités, zones où le champ électrique de surface est le plus intense.

#### **I.4.2.3 Les résonateurs**

Ce sont des cavités aux dimensions réduites et dont la géométrie particulière permet d'appliquer un champ électrique HF intense localisé sur une petite surface. Cette technique peu employée, offre l'avantage de collecter directement les électrons émis par l'intermédiaire d'une sonde placée en regard de la région où le champ de surface est le plus intense. Quelques dispositifs et leurs résultats expérimentaux sont ici décrits.

La cavité réentrant 500 MHz : Outre son mode fondamental, Klein<sup>[48]</sup> et al. ont fait fonctionner cette cavité supraconductrice en niobium sur trois autres modes jusqu'à 3,5 Ghz. Des courants d'émission de champ allant de  $10^{-15}$  à  $10^{-6}$  A ont été détectés pour des champs macroscopiques de 10 à 50 MV/m au niveau du site émetteur. Ils ont montré que les variations du facteur de renforcement  $\beta$  en fonction de la fréquence  $f$  n'étaient pas significatives. En conséquence la relation empirique<sup>[50]</sup>  $\beta \propto 1/f$  était mise en défaut.

La cavité chaude 3 GHz : Cette cavité en cuivre fonctionne à température ambiante et en impulsions courtes ( $4,5 \mu s$ )<sup>[51]</sup>. Le magnétron délivrant une puissance de 2 MW crête permet d'atteindre des champs supérieurs à 220 MV/m à la surface d'échantillons amovibles en Cu ou en Mo. La diminution de  $\beta$ , consécutive à la « formation HF » (notion définie ultérieurement) des échantillons, semble atteindre un palier (environ 50) quel que soit le traitement de surface subi par ces derniers.

La cavité « champignon » TM 020, 6 GHz : Cette cavité en niobium a une forme particulière qui lui a valu ce surnom<sup>[52]</sup>. Les auteurs ont obtenu de façon reproductible des champs de surface dépassant 100 voire 140 MV/m. Ils ont ainsi démontré que le champ électrique n'était pas une limitation fondamentale des cavités en Nb, mais ces performances sont intimement liées au degré de propreté des surfaces<sup>[53]</sup> (présence de contaminants dans les cratères).

Tous ces travaux ont permis de comprendre l'origine de l'émission de champ et de cibler les efforts en vue d'une amélioration des traitements de surface.

## **I.5 Modèles théoriques proposés pour l'émission de champ renforcée**

Nous venons de voir que la théorie de Fowler-Nordheim ne pouvait expliquer la disparité des résultats expérimentaux sur des électrodes larges. Les modèles théoriques actuels ont été établis sur la base d'observations expérimentales, en vue d'éclaircir les mécanismes physiques responsables d'un renforcement du champ allant de 10 à 1000. Ces modèles étant largement détaillés dans la littérature, nous nous limitons volontairement à leurs descriptions qualitatives dans cette partie.

### I.5.1 Modèle géométrique

L'hypothèse simple d'une pointe métallique dressée sur une électrode large est sans nul doute la première idée émise pour expliquer une émission électronique à partir de quelques mégavolts par mètre. La résolution analytique ou numérique de l'équation de Laplace, pour des géométries à symétrie de révolution<sup>[54,55]</sup>, a montré que cet effet de pointe ne pouvait justifier des valeurs de  $\beta$  de plusieurs centaines lorsque les dimensions caractéristiques des excroissances théoriques étaient réalistes. Tout au plus, on obtenait un  $\beta$  de l'ordre d'une dizaine. En effet, dans une première approximation, la valeur d'un  $\beta$  géométrique peut être assimilée au rapport  $h/r$ , où  $h$  est la hauteur de la protubérance et  $r$  son rayon de courbure à l'apex. Le tableau I.1 donne les résultats numériques de  $\beta$  pour deux formes d'excroissances sur un plan. Dans le cas d'un cylindre vertical surmonté d'une hémisphère, on a une relation simple  $\beta \approx 2+h/r$ .

Aucune protubérance métallique, dont les caractéristiques seraient  $h \approx 100 \times r$ , n'a été reportée dans le cas d'électrodes vierges, i.e. celles n'ayant pas subi de microdécharges<sup>[23,41]</sup>, bien qu'une forte émission électronique ait été détectée. Les mesures de spectres lumineux corrélés avec l'émission de champ d'une part (voir § I.3.5), et de spectres en énergie des électrons d'autre part (voir § I.3.4), ont contribué à affaiblir davantage l'hypothèse géométrique.

	A	B
$\beta$	$h/r$	$h/r$
10	8	9
100	98	256
1000	998	3600

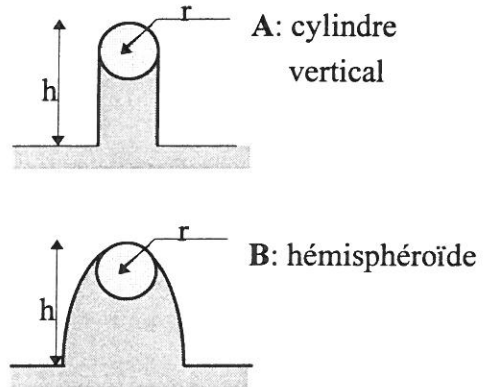


Tableau I-1 Valeurs de  $\beta$  pour une géométrie cylindrique<sup>[55]</sup> et hémisphéroïdale<sup>[54]</sup>.

### I.5.2 Effet tunnel résonnant

Jusqu'en 1967, les interprétations proposées pour les déviations expérimentales des pointes monocristallines dues aux adsorbats, étaient basées sur une modification du travail de sortie<sup>[16]</sup>  $\phi$  de l'équation de Fowler-Nordheim. Les premiers éclaircissements à ce sujet ont été apportés par Duke et Alferieff<sup>[33]</sup>, et par Gadzuk<sup>[56]</sup> quelques années plus tard. L'originalité de leur démarche théorique fut de considérer les adsorbats non pas comme une couche superficielle épaisse, mais plutôt en l'abordant sous un aspect monoatomique (ou une monocouche par extension). Cet adsorbât est modélisé par un puits de potentiel carré, placé à une distance  $d$  de la surface du métal (figure I.4).

La présence de l'adsorbât, dont le niveau d'énergie est plus ou moins proche du niveau de Fermi du métal, induit une résonance qui modifie la probabilité de transmission tunnel. Les principales conclusions de ce modèle sont :

- Les adsorbâts métalliques génèrent un effet de résonance important dont les conséquences sont un renforcement du courant émis compris entre  $10^2$  et  $10^4$ , mais également une modification de la distribution totale d'énergie par la présence de spectres multiples à fort champ. Parfois attribuée à un effet de charge d'espace à fort champ, la diminution de la pente de la droite de Fowler-Nordheim peut être expliquée par cette théorie.
- Les adsorbâts neutres accroissent l'asymétrie et la largeur de la distribution énergétique tout en diminuant le courant d'émission. Ce résultat peut expliquer un paradoxe expérimental<sup>[57]</sup> dans lequel l'adsorption de  $N_2$  sur une pointe en tungstène diminue le courant d'émission mais aussi la pente de la droite de Fowler-Nordheim.

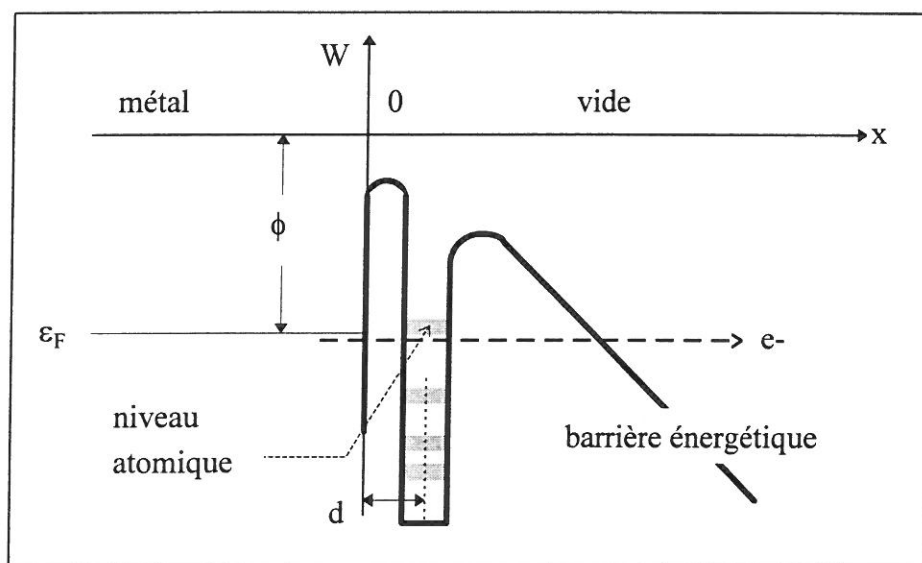


Figure I-4 Atome adsorbé à la surface du métal<sup>[33]</sup>

Il convient de noter que des observations expérimentales d'émission de champ réalisées avec des micropointes métalliques révèlent des similitudes phénoménologiques généralement attribuables à des sites non métalliques : distribution énergétique large et multiples<sup>[58]</sup>, droites de Fowler-Nordheim non linéaires, valeurs de  $\beta$  non réalistes et des instabilités du courant<sup>[12]</sup>. Ces phénomènes ne peuvent, en tout cas, être uniquement le fait d'une diminution du travail de sortie du métal. Une étude détaillée du modèle est proposée au second chapitre.

A notre connaissance, nous n'avons pas relevé dans la littérature un renforcement du courant d'émission de champ aussi élevé que  $10^4$ . Il est donc peu probable que cet effet puisse expliquer les facteurs  $\beta$  mesurés. En revanche, Schwettman et al.<sup>[59]</sup> ont suggéré qu'une diminution de  $\beta$  consécutive à un bombardement ionique dans leur cavité peut être attribuée à un « nettoyage » de la surface ainsi débarrassée de sa monocouche d'adsorbâts.

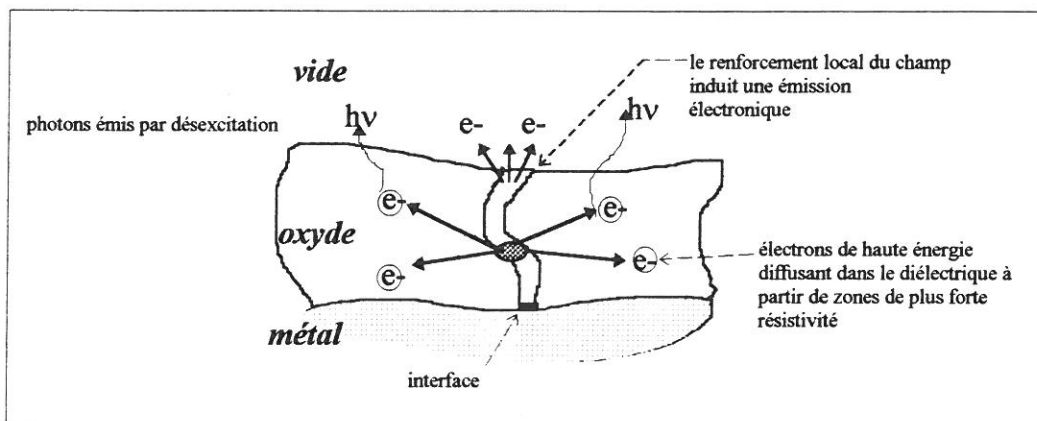
### *1.5.3 Modèles associant des impuretés non métalliques ou une couche superficielle de nature diélectrique*

La base de ces modèles repose sur des observations expérimentales (décrites dans la partie I.3) ne pouvant pas être interprétées avec une interface métal-vide simple. Certains modèles ayant parfois évolué sensiblement, nous n'en présentons que les plus récentes versions.

#### **1.5.3.1 Les filaments électroformés**

Dearnaley<sup>[60]</sup> proposa l'existence de filaments électroformés dans un diélectrique pour expliquer une augmentation (jusqu'à 8 ordres de grandeurs) de la conductivité électrique de l'isolant présent dans une structure MIM. L'effet d'allumage des sites émetteurs (appelé « switching effect ») se produit lors du passage de l'état isolant « OFF » à l'état conducteur « ON ».

Le processus microscopique de formation de ces filaments est peu explicite, mais il prendrait naissance à l'interface métal-oxyde où des concentrations de lacunes d'oxygène se propageraient à travers l'oxyde, sous l'effet du champ. Ce mécanisme expliquerait l'émission électronique et l'électroluminescence reportés par Hurley et Dooley (voir § I.3.5). Ainsi le mouvement des électrons de haute énergie dans le filament peut être ralenti par des zones locales de plus forte résistivité. A ce niveau, les électrons vont diffuser dans le diélectrique, et provoquer une émission lumineuse au cours d'une transition d'un état excité vers un état stable. Le passage des électrons vers le vide, quant à lui, est censé suivre un processus de type Fowler-Nordheim à l'interface oxyde-vide, au niveau de l'embouchure du filament où le champ est localement renforcé<sup>[28]</sup> (voir figure I.5). Les instabilités des mesures seraient liées à un « empoisonnement » des filaments par le gaz résiduel.



*Figure I-5 Modèle des filaments électroformés*

Notons que ce modèle ne fait pas intervenir explicitement l'oxyde naturel du métal et ne requiert pas non plus la présence d'une protubérance métallique quelconque. En effet, les électrodes d'or, bien qu'exemptes d'oxyde naturel, avaient le même comportement que les autres matériaux testés. Les impuretés présentes dans l'or réagiraient chimiquement avec un gaz électronégatif en formant des agrégats diélectriques préférentiellement aux joints de



grains. Toutefois le modèle présente des faiblesses à l'égard de certains faits expérimentaux. Il a été observé que ce processus de formation des filaments était dépendant de la température, ne pouvant se produire en-dessous de 77 K. Dans ce cas il est difficile d'expliquer leur électroformation, et par voie de conséquence l'émission électronique, à l'intérieur des cavités supraconductrices en Nb, dont la température de fonctionnement est comprise entre 1,8 et 4,2 K.

Une autre explication relative au processus de formation des filaments a été suggérée. Elle est analogue à la description d'un claquage dans les isolants : par injection des électrons du métal dans le diélectrique, ceux-ci vont être accélérés et interagir avec le réseau. L'ionisation des électrons de valence par impacts électroniques conduit à un phénomène d'avalanche qui modifierait les propriétés isolantes du milieu.

Un autre point discutable concerne le mécanisme d'émission des électrons à l'interface isolant-vide qui, selon Hurley<sup>[29]</sup>, obéirait à la loi de Fowler-Nordheim. Or ce formalisme s'applique dans le cas d'une interface métal-vide et non pas isolant-vide. Enfin, leur théorie n'aborde pas la question de la taille des filaments. Celle-ci est théoriquement estimée à quelques dizaines de nm<sup>2</sup>, alors que les surfaces émissives de certains sites extraites des interpolations des mesures, vont de 10<sup>-13</sup> à 10 m<sup>2</sup>.

### I.5.3.2 Le modèle d'émission d'électrons chauds

Initialement proposé par Allen, Cox et Latham<sup>[24]</sup>, ce modèle a connu des modifications successives afin d'englober toutes leurs observations expérimentales. Ce modèle<sup>[26]</sup> suppose que l'on soit en présence d'une structure métal-isolant (figure I.6).

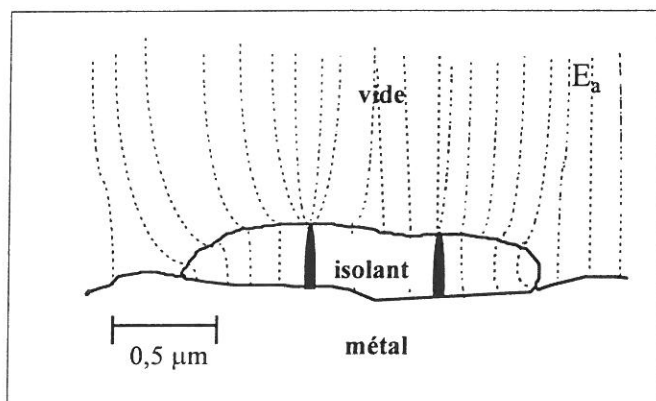


Figure I-6 Représentation schématique du régime d'émission associant les filaments conducteurs et le renforcement microscopique du champ. Les traits en pointillés symbolisent les lignes de champ.

Le processus de formation des canaux (ou filaments) conducteurs diffère de ceux décrits précédemment. Il semblerait que l'énergie acquise par les électrons pour des champs de 10 à 20 MV/m — i. e. dans la gamme de champs où se formeraient les filaments — ne soit pas suffisante pour amorcer l'avalanche. Le présent modèle suppose néanmoins l'existence de quelques impuretés semi-conductrices à l'interface métal-isolant afin d'avoir un effet de courbure des bandes (figure I.7).

Le champ électrique E<sub>a</sub> appliqué sur l'électrode se répartit dans l'isolant, et réduit l'épaisseur de la barrière de potentiel métal-isolant. Les électrons vont pouvoir la traverser par

effet tunnel, du métal vers le bas de la bande de conduction de l'isolant, en remplissant soit tous les états de surface non occupés de l'interface isolant-vide, soit les niveaux proches des pièges de la bande interdite. Il en résulte un abaissement de la barrière Schottky.

L'application d'un champ plus important génère un flux de porteurs de charges, du métal vers l'interface isolant-vide, pour former un gaz d'électrons dégénérés (les états de surface non occupés étant déjà remplis). L'écrantage du champ dans l'isolant induit par cet excès de charges peut être compensé par une augmentation de  $E_a$ . Les charges électriques qui transitent à nouveau dans l'isolant sont accélérées ou « chauffées ».

Du fait de leur énergie acquise (quelques eV), une partie des électrons est émise dans le vide, soit au-dessus de la barrière de potentiel (composante thermoionique), soit par effet tunnel (composante émission de champ). Les électrons proches de l'interface isolant-vide étant émis préférentiellement, le champ pénètre davantage dans l'isolant, d'où un effet de renforcement qui mène l'isolant vers un état conducteur « ON » (voir figure I.7).

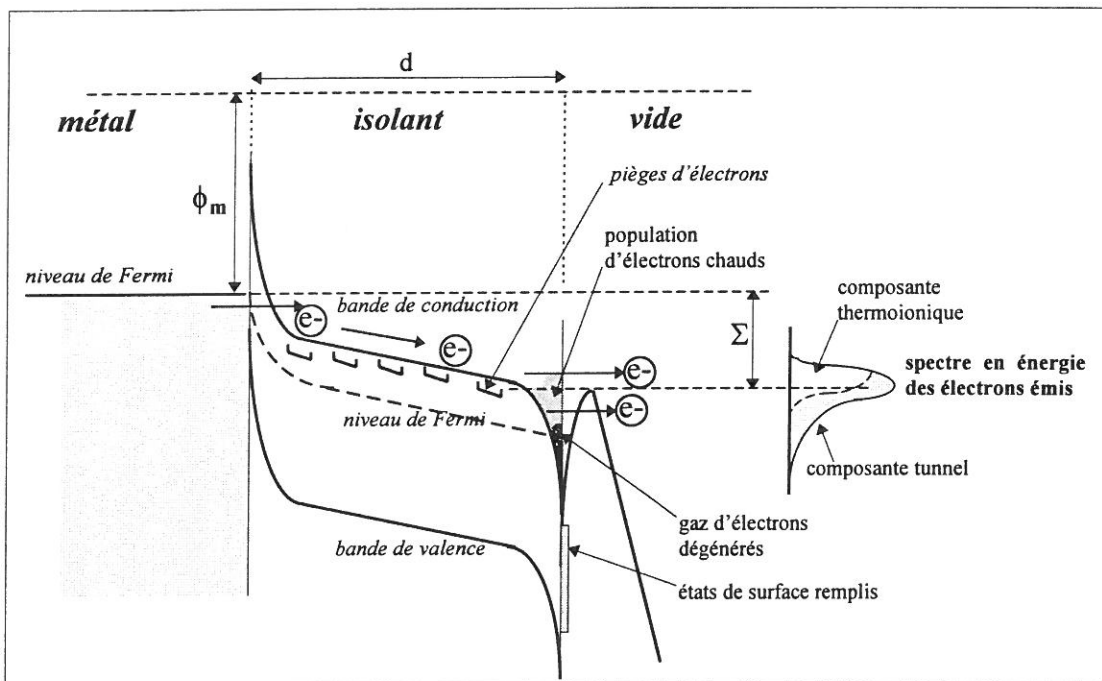


Figure I-7 Diagramme énergétique représentant l'interface métal-isolant-vide en présence d'un champ électrique. Les électrons sont émis dans le vide après la formation des canaux conducteurs dans l'isolant. Le modèle tient compte des caractéristiques spectrales constatées dans les mesures.

Une analyse quantitative de ce régime d'émission, a décrit le profil spectral, sa dépendance en fonction du champ, et la largeur à 3 dB. La représentation des mesures expérimentales par de nouvelles fonctions incluant les paramètres courant, tension et décalage spectral  $\Sigma$  est linéaire sur une large gamme de champ.

Cette interprétation soulève quelques remarques. Tout d'abord, en ce qui concerne le diagramme énergétique, une telle courbure de bande requiert une concentration de donneurs et d'accepteurs de charges considérable, proches de celles rencontrées pour les semi-conducteurs



intrinsèques. Cet effet facilite alors grandement la traversée de la barrière de potentiel par les électrons du métal. Il suppose aussi qu'à l'intérieur de l'isolant, la différence entre l'énergie de Fermi du métal et le bas de la bande de conduction de l'isolant soit de l'ordre de 1,5 eV, ce qui est très faible. Ainsi, l'hypothèse d'une interface métal-semiconducteur-isolant est une étape clé du processus, dont les preuves expérimentales font actuellement défaut.

Ensuite, le champ électrique appliqué est pondéré par  $1/\epsilon_r$ , à l'intérieur du diélectrique ( $\epsilon_r$  est la constante diélectrique relative du milieu). On conçoit difficilement que les électrons puissent quitter plus aisément le métal via le semi-conducteur, alors que le champ à l'interface métal-vide est plus important.

### I.5.3.3 Le modèle d'antenne

La raison d'être de ce modèle provient de la forte émissivité électronique des poussières de carbone déposées intentionnellement sur des cathodes de Nb<sup>[40,42]</sup>. Il suppose notamment qu'un copeau métallique posé sur la surface, est électriquement isolé du substrat par un diélectrique. En présence d'un champ électrique, cette particule conductrice est portée à un potentiel différent de celui de la cathode. Il en résulte un resserrement des équipotentielles au niveau de la jonction triple isolant-vide-particule (voir figure I.8). Ce renforcement du champ dans cette région favorise la formation de filaments conducteurs tels qu'ils ont été décrits précédemment. Afin de limiter les interactions des électrons avec le réseau, nous devons formuler l'hypothèse d'un diélectrique d'épaisseur relativement faible ( $50 \text{ \AA} < d < 1000 \text{ \AA}$ ). On a donc un flux d'électrons « chauds » qui pénètre dans la particule conductrice et diffuse à l'intérieur de son volume.

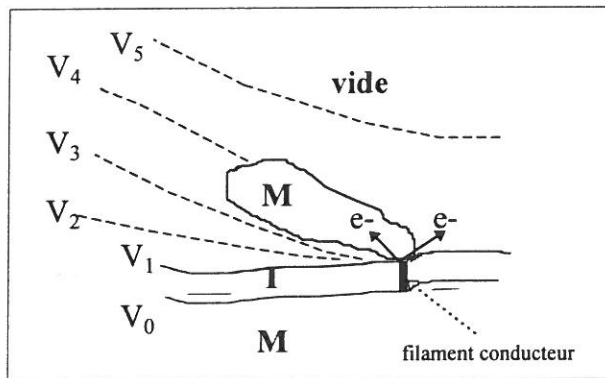


Figure I-8 Illustration schématique de l'effet d'antenne induit par une particule conductrice formant une structure MIM sur l'électrode. Les traits en pointillés représentent les équipotentielles.

Un faisceau d'électrons peut quitter la particule métallique vers le vide si les trois conditions suivantes sont remplies<sup>[61]</sup> :

- 1/ son trajet jusqu'à l'interface particule-vide doit être inférieur à son libre parcours moyen dans la particule (i. e.  $50 \text{ \AA}$ ) ; cette restriction peut être levée si le filament est très proche de la jonction triple ;
- 2/ l'énergie des électrons « chauds » doit être suffisante afin qu'ils puissent diffuser à l'intérieur de la particule. Cela donne pour le graphite  $E_{min} \sim h^2 / (4md^2) = 6,7 \text{ eV}$ , où  $d$  est la séparation des plans cristallins ;

3/ au niveau de la sortie, à l'interface particule-vide, il doit leur rester assez d'énergie pour qu'ils quittent la particule, soit en franchissant la barrière Schottky, soit par effet tunnel.

Le modèle en question rend également compte de l'effet de la température sur le courant d'émission<sup>[22]</sup> (voir § I.3.3). Une élévation de la température de la cathode (par chauffage) accroît la probabilité de transmission par effet tunnel aux interfaces substrat-isolant et particule-vide, augmentant de ce fait le courant émis par la particule. Une autre conséquence est une augmentation de la densité moyenne de charges dans la bande de conduction de l'isolant qui entraîne une réduction du décalage spectral  $\Sigma$  (voir figure Figure I.7). Cette interprétation s'appuie sur des faits expérimentaux<sup>[22]</sup>. L'avantage de ce modèle est qu'il peut expliquer l'émission électronique et la modification de la distribution spectrale en provenance de particules de carbone de forme spécifique. Il n'en demeure pas moins discutables en regard de certaines hypothèses formulées :

i/ L'énergie considérable requise (6,7 eV) pour la traversée par les électrons chauds de l'interface isolant-métal, illustre bien le fait que l'isolant représente un frein pour la sortie des électrons.

ii/ A la température de 400 °C,  $kT$  vaut environ 1/17 eV. Il est, dans ce cas, peu probable que la distribution de Fermi subisse une telle modification, au point de constater un accroissement du courant d'émission. En outre, l'agitation thermique diminue le libre parcours moyen des électrons en augmentant les interactions électron-phonon. Ceci va à l'encontre de la première condition de sortie des électrons de la particule métallique.

iii/ Ce modèle suppose implicitement que l'on soit dans un régime d'équilibre des charges dans la particule. On peut envisager des phénomènes d'émission secondaire d'électrons ou encore de piégeage des électrons dans la particule conductrice qui se charge alors. Ce déséquilibre de charges écranterait le champ vu par l'isolant.

Nous pouvons citer quelques exemples d'études dans lesquels le modèle d'antenne ne peut s'appliquer. La forte émissivité des cathodes en tungstène et en molybdène conditionnées par arcs *in situ*<sup>[12]</sup>, ne peut être expliquée par le modèle d'antenne. En effet, ce type de conditionnement, où la température locale est montée à plus de 3000 K, a pour but de créer une interface métal-vide pure, exempte de couche d'hydrocarbure ou d'oxyde. Une autre étude réalisée en champ continu<sup>[62]</sup> a montré que l'émissivité des électrodes larges n'était nullement altérée par l'épaisseur de la couche d'oxyde ( $60 \text{ \AA} < \text{épaisseur} < 3420 \text{ \AA}$ ). Ajoutons à cela que certaines cavités accélératrices en niobium mises sous vide statique et recuites à 1400°C continuent d'émettre des électrons après ce traitement. A cette température, on peut considérer que les parois internes des cavités sont exemptes d'oxyde naturel.

# Chapitre II

## Considérations théoriques

**II.1 Expression du flux d'électrons sortant du métal dans la direction du champ électrique appliqué**

**II.2 Probabilité de passage par effet tunnel**

**II.3 Résultats**

**II.4 Expression de la densité de courant en présence d'un champ électromagnétique de haute fréquence**



# Considérations théoriques

En partant de la température ambiante jusqu'au zéro absolu, l'expression analytique I.3 est considérée comme décrivant correctement le mouvement des électrons traversant une interface métal-vide parfaite, sous l'effet d'un champ électrique appliqué. L'expression de la probabilité de passage par effet tunnel fut obtenue à l'aide de l'approximation W.K.B. Malheureusement, la loi de Fowler-Nordheim est déduite en supposant une barrière triangulaire. Or l'on sait que c'est un cas idéal. En réalité, la barrière est probablement très perturbée à la surface (oxyde, adsorbats, impuretés...). L'objectif ici est de se doter d'un moyen de calculer la probabilité quantique de passage pour une barrière de potentiel de forme quelconque. D'autre part, l'interprétation des données expérimentales nécessite d'exprimer la densité de courant en présence d'un champ électrique alternatif.

Composé de quatre parties, ce chapitre présente d'abord le cadre de la théorie de Fowler-Nordheim par le calcul de la densité d'un gaz de Fermi. Nous montrerons ensuite les deux méthodes de calcul de la fonction de transmission à travers une barrière de potentiel, l'une par l'approximation WKB, l'autre par un calcul matriciel. Nous exposerons les résultats des calculs dans la troisième partie. Outre l'étude comparative des probabilités, nous montrons les effets d'une perturbation du potentiel sur la densité du courant et le spectre énergétique des électrons émis. En dernier lieu, nous explicitons les modifications nécessaires apportées à la densité de courant en champ hyperfréquences, pour l'exploitation de nos mesures courant-champ.

## II.1 Expression du flux d'électrons sortant du métal dans la direction du champ électrique appliqué

Dans leur théorie, Fowler et Nordheim ont supposé qu'au départ les électrons de conduction du métal formaient un gaz de particules libres, obéissant à la statistique de Fermi-Dirac (modèle de Sommerfeld). Le métal semi-infini occupe le demi-espace de  $x = -\infty$  jusqu'à  $x \sim 0$ , de telle sorte que la direction normale à la surface est celle des  $x$ . Le nombre moyen d'électrons contenus dans un petit élément de l'espace des phases de volume  $d\tau$  et d'impulsion  $dp_x \cdot dp_y \cdot dp_z$  est :

$$dn = 2 \frac{d\tau \cdot dp_x \cdot dp_y \cdot dp_z}{h^3} f(\varepsilon) \quad (\text{II.1})$$

où  $h$  est la constante de Planck, et  $f(\varepsilon)$  est la fonction de distribution de Fermi dont l'expression est donnée par :

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{1 + e^{\frac{\varepsilon - \varepsilon_f}{kT}}} \quad (\text{II.2})$$

avec  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température du métal,  $\varepsilon_f$  l'énergie de Fermi. L'énergie totale  $\varepsilon$  des électrons quant à elle peut s'écrire :

$$\varepsilon = \frac{p_x^2 + p_y^2 + p_z^2}{2m} + V \quad (\text{II.3})$$

où  $p_x$ ,  $p_y$ ,  $p_z$  sont les quantités de mouvement dans les trois directions de l'espace,  $m$  la masse de l'électron et  $V$  l'énergie potentielle constante (zéro ici) dans le volume  $d\tau$ , d'après la théorie des électrons libres dans un métal. Cependant, la théorie quantique des niveaux montre d'une part qu'il est nécessaire de fournir une quantité minimale d'énergie  $\phi$  appelée « travail de sortie du métal » pour qu'un électron puisse s'en échapper (confirmée expérimentalement). D'autre part, l'électron émis par le métal, et placé à une distance finie, subit une force électrostatique attractive, dite « force image ». L'énergie potentielle d'un électron à l'interface métal-vide peut être représentée asymptotiquement par :

$$V_0(x) = \varepsilon_f + \phi - \frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 4x} \quad (\text{II.4})$$

On remarque d'ailleurs que cette expression n'a de signification physique qu'en  $x > 0$ . En présence d'un champ électrique appliqué  $E$  positif, le terme  $-eEx$  se superpose à  $V_0(x)$ , d'où :

$$V(x) = \varepsilon_f + \phi - eEx - \frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 4x} \quad (\text{II.5})$$

Le terme  $\varepsilon_f + \phi$  représente en fait le potentiel chimique du métal. La forme de cette barrière de potentiel est illustrée sur la figure II.1.

Si l'on suppose que la densité d'électrons dans le métal est en équilibre, malgré le flux de particules sortantes, il est alors possible d'évaluer cette dernière quantité. D'après l'équation II.3, l'on peut extraire la composante selon  $x$  de l'énergie en écrivant :

$$W = \frac{p_x^2}{2m} + V(x) = \varepsilon - \frac{p_y^2}{2m} - \frac{p_z^2}{2m} \quad (\text{II.6})$$

On peut alors évaluer le nombre de particules d'énergie comprise entre  $W$  et  $W+dW$  par unité de temps et par unité de surface, en fonction de la composante  $x$  de la vitesse et de  $dn$  (c.f. équation II.1). Il est obtenu en intégrant sur toutes les énergies possibles le produit de la densité volumique de particules avec cette vitesse :

$$\begin{aligned}
N(W, T) \cdot dW &= \int_{p_y=-\infty}^{\infty} \int_{p_z=-\infty}^{\infty} v_x \times \frac{dn}{d\tau} \\
&= \frac{2}{h^3} \int_{p_y=-\infty}^{\infty} \int_{p_z=-\infty}^{\infty} \frac{p_x}{m} \times \frac{dp_x \cdot dp_y \cdot dp_z}{e^{\frac{\epsilon - \epsilon_f}{kT}} + 1} \\
&= \frac{2}{h^3} dW \int_{p_y=-\infty}^{\infty} \int_{p_z=-\infty}^{\infty} \frac{dp_y \cdot dp_z}{e^{\frac{W - \epsilon_f}{kT}} e^{\frac{p_y^2 + p_z^2}{2mkT}} + 1}
\end{aligned}$$

Après un changement de variable en coordonnées polaires, on obtient l'expression ci-dessous :

$$N(W, T) \cdot dW = \frac{4\pi mkT}{h^3} \ln \left( 1 + e^{-\frac{W - \epsilon_f}{kT}} \right) \cdot dW \quad (\text{II.7})$$

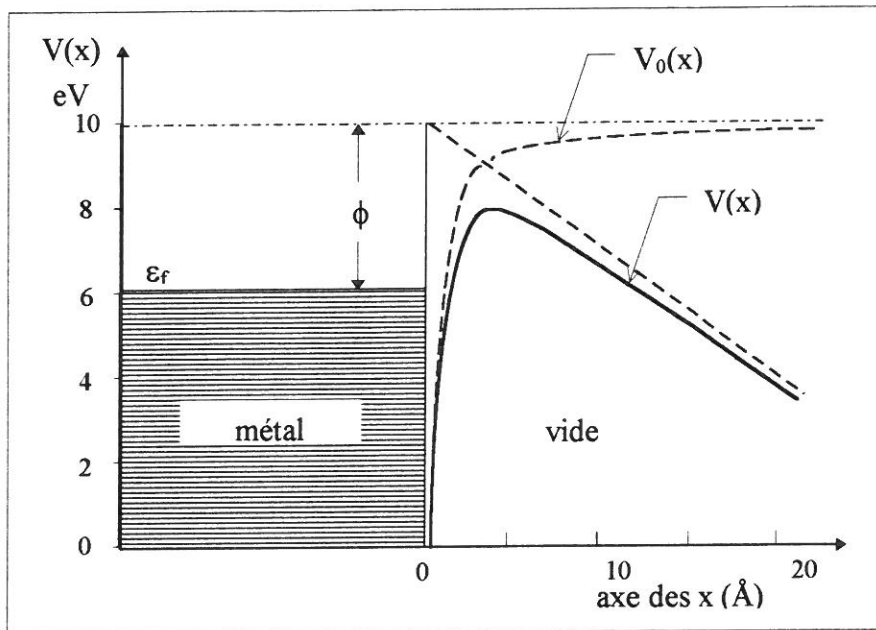


Figure II-1 Représentation de la barrière de potentiel  $V(x)$ , en trait plein, vue par un électron placé en  $x > 0$ , à  $T = 0 \text{ K}$  et un champ électrique appliqué de  $3 \text{ GV/m}$ .

## II.2 Probabilité de passage par effet tunnel

Contrairement à la mécanique classique, les électrons dont l'énergie  $W$  est inférieure à la barrière de potentiel  $V(x)$ , ont une probabilité  $P(W)$  de la traverser par effet tunnel. Cette probabilité est obtenue en résolvant l'équation de Schrödinger pour la fonction d'onde  $\Psi(x, t)$  associée à l'électron. En ne s'intéressant qu'aux états stationnaires, l'équation devient indépendante du temps. Puisque nous nous sommes ramenés à un problème monodimensionnel, la fonction d'onde d'un électron dans la direction des  $x$  et d'énergie  $W$  est solution de :

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2\Psi}{dx^2} + V(x) \cdot \Psi = W \cdot \Psi \quad (\text{II.8})$$



où  $\Psi = \Psi(x)$  et  $\hbar = h / 2\pi$ . La transmission de part et d'autre de la barrière s'obtient en effectuant le rapport des amplitudes transmise et incidente. Le carré du module de cette quantité représente la probabilité  $P(W, E)$  de passage à travers la barrière. Finalement, l'intégration sur toutes les énergies possibles du produit  $N(W, T) \cdot P(W, E)$  avec la charge électronique  $-e$  donne la densité surfacique de courant  $J$ , soit :

$$J(E, T) = e \int_0^{\infty} N(W, T) \cdot P(W, E) \cdot dW \quad (\text{II.9})$$

### II.2.1 Méthode W.K.B. (Wentzel-Kramers-Brillouin)

L'approximation W.K.B.<sup>[63]</sup> consiste à étudier les états stationnaires d'un potentiel vis à vis de niveaux énergétiques élevés. Cette configuration est telle que la longueur d'onde associée à cet état devient alors faible en regard de la distance caractéristique sur laquelle le potentiel varie de façon significative. Il s'agit d'une limite « quasi classique » dans laquelle la connaissance du nombre d'onde permet de caractériser l'onde elle-même. Autrement dit, les situations où elle s'applique sont celles de barrières de potentiel lentement variable. En développant l'équation de Schrödinger, on néglige les termes contenant les dérivées secondes relatives à la fonction d'onde  $\Psi(x)$  par rapport aux dérivées premières. Dans la pratique, elle permet de simplifier certains problèmes de calculs de probabilité de passage. Si les conditions sont réunies, il est possible de décomposer une barrière continue  $V(x)$  en une succession de  $N$  barrières rectangulaires (figure II.2) d'épaisseur  $dx_i$ .

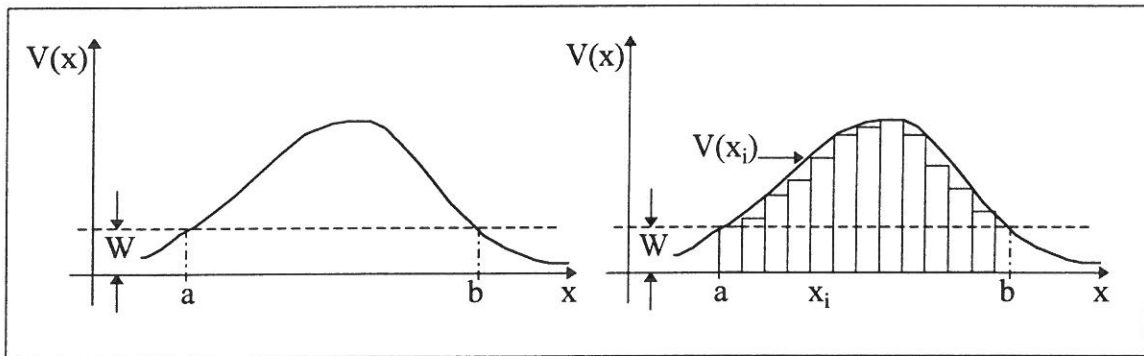


Figure II-2 a/ Barrière de potentiel continue et b/ sa décomposition en  $N$  barrières rectangulaires.

Dans le cas d'une barrière rectangulaire de hauteur  $V_0$  et d'épaisseur  $a$ , l'expression de la probabilité est exactement :

$$P(W) = \frac{1}{1 + \frac{V_0^2 sh^2 \epsilon}{4W(V_0^2 - W)}} \quad (\text{II.10})$$

avec

$$\epsilon = a \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} (V_0 - W)}$$

Si la barrière est haute et épaisse, alors  $\epsilon \gg 1$ , et la probabilité vaut sensiblement :

$$P(W) \cong e^{-2a\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}(V_0-W)}} \quad (\text{II.11})$$

La discrétisation de  $V(x)$ , illustrée par la figure II.2, réduit le calcul de la probabilité de passage en une succession de produits des probabilités de passage élémentaires  $p_i(W)$  à travers une barrière rectangulaire de hauteur  $V(x_i)$  et d'épaisseur  $dx_i$ . Elle s'écrit :

$$\begin{aligned} P(W, E) &= \prod_{i=1}^N p_i(W) \\ &= \prod_{i=1}^N \exp\left(-2\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}(V(x_i)-W)} \times dx_i\right) \\ &= \exp\left(\sum_{i=1}^N -2\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}(V(x_i)-W)} \times dx_i\right) \end{aligned} \quad (\text{II.12})$$

Dans la limite où  $N$  tend vers l'infini, on trouve l'expression incluse dans le calcul de la densité courant  $J$  :

$$P(W, E) = \exp \int_{x_1}^{x_2} -2\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}(V(x, E)-W)} \times dx \quad (\text{II.13})$$

en prenant pour  $V(x, E)$  la barrière de potentiel définie par l'équation II.5. Les bornes d'intégration  $x_1$  et  $x_2$  sont les zéros du radicande ( $x_1 < x_2$ ). Le calcul de l'intégrale s'effectue en deux changements de variables<sup>[16]</sup> : on pose, dans une première étape  $\xi = \frac{2eE}{W}x$ , puis on transforme l'intégrale en substituant  $\sqrt{\xi}$  par une variable  $\eta$ , et  $P(W, E)$  peut se mettre sous la forme :

$$P(W, E) = e^{-\frac{4\sqrt{2mW^3}}{3\hbar eE}v(y)} \quad (\text{II.14})$$

$$\text{avec} \quad \left\{ \begin{aligned} v(y) &= \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{1+\sqrt{1-y^2}} \left[ E(k) - (1-\sqrt{1-y^2})K(k) \right] \\ y &= \sqrt{\frac{e^3 E}{4\pi\epsilon_0 W^2}} \\ k &= \left( \frac{2\sqrt{1-y^2}}{1+\sqrt{1-y^2}} \right)^{\frac{1}{2}} \end{aligned} \right.$$

$K(k)$  et  $E(k)$  sont respectivement les intégrales elliptiques complètes de première et de seconde espèce. Le report des expressions de  $P(W, E)$  et  $N(W, T).dW$  dans celle de  $J(E, T)$  donne

$$J(E, T) = e \cdot \int_0^{\infty} \frac{4\pi mkT}{h^3} \ln\left(1 + e^{-\frac{W-\epsilon_f}{kT}}\right) e^{-\frac{4\sqrt{2mW^3}}{3\hbar eE}v(y)} dW \quad (\text{II.15})$$

dans laquelle le terme à intégrer représente le nombre d'électrons sortant du métal par seconde, par unité de surface et dont l'énergie est comprise entre  $W$  et  $W + dW$ .

Toutefois, les électrons candidats à la sortie ayant un niveau énergétique proche de  $\epsilon_f$  (émission de champ froide), une seconde approximation est effectuée sur  $P(W, E)$  : elle consiste à ne retenir que les deux premiers termes du développement en série de  $P(W, E)$  au voisinage du niveau de Fermi. De ce fait, elle introduit une nouvelle fonction  $t(y_0)$  ainsi définie :

$$t(y_0) = v(y_0) - \frac{2}{3} y_0 \left( \frac{dv(y)}{dy} \right)_{y=y_0} \quad (\text{II.16})$$

où la variable  $y_0$  est prise en  $W = \phi$ , c'est-à-dire  $y_0 = \sqrt{\frac{e^3 E}{4\pi\epsilon_0 \phi^2}}$ . En d'autres termes, la probabilité de passage ne dépend plus de la distribution énergétique des électrons dans le métal, elle ne varie qu'avec le champ électrique appliqué. Si l'on est dans la zone des basses températures, le terme à intégrer se simplifie encore avec :

$$\begin{aligned} kT \cdot \ln \left( 1 + e^{-\frac{W - \epsilon_f}{kT}} \right) &= 0 & \text{si } W > \epsilon_f \\ &= \epsilon_f - W & \text{si } W < \epsilon_f \end{aligned} \quad (\text{II.17})$$

Finalement, après la prise en compte de tous ces aspects, l'expression analytique de  $J$  (en unités SI) aux basses températures devient :

$$J(E) = \frac{e^3}{8\pi h \phi} \frac{E^2}{t^2(y_0)} e^{-\frac{4\sqrt{2m\phi^3}}{3\hbar e E} v(y_0)} \quad (\text{A/m}^2) \quad (\text{II.18})$$

Il s'agit de la forme littérale de l'équation I.5.

## II.2.2 Méthode numérique

### II.2.2.1 Présentation de la méthode

Le point de départ consiste à décomposer la barrière de potentiel continue en une succession de marches rectangulaires (figure II.3).

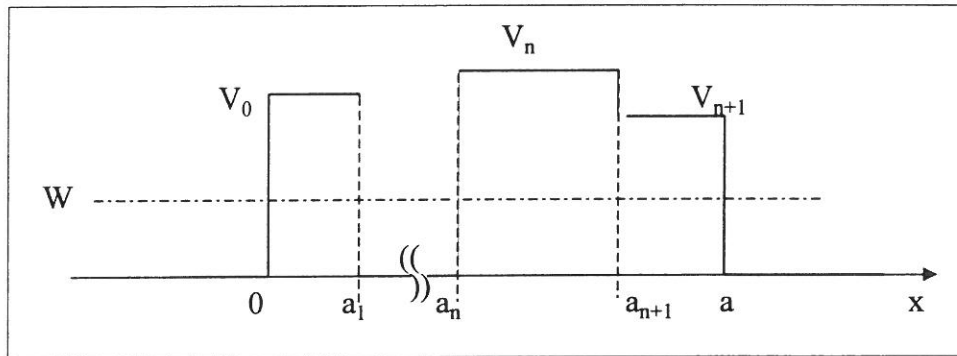


Figure II-3 Discrétisation de la barrière de potentiel.

Un électron d'énergie  $W$  situé dans la région de gauche ( $x < 0$ ) se déplace dans le sens des  $x$  croissants. La fonction d'onde  $\Psi_0(x)$  qui lui est associée contient deux termes (incident et réfléchi), caractérisés par le nombre d'onde  $k_0 = \sqrt{\frac{2mW}{\hbar^2}}$ , soit :

$$\Psi_0(x) = A_0 e^{ik_0 x} + B_0 e^{-ik_0 x} \quad (\text{II.19})$$

Dans la zone où l'électron voit un potentiel  $V_n$  supérieur à  $W$ , la fonction d'onde s'écrit

$$\Psi_n(x) = A_n e^{ik_n x} + B_n e^{-ik_n x}$$

$$\text{avec } k_n = i \sqrt{\frac{2m(V_n - W)}{\hbar^2}} \quad (\text{II.20})$$

Les fonctions  $\Psi_n(x)$  sont solution de l'équation de Schrödinger indépendante du temps et les coefficients  $A_n$  et  $B_n$  s'obtiennent en écrivant les conditions de continuité de la fonction et de sa dérivée première au point où le potentiel est discontinu. Cela donne :

$$\begin{cases} \Psi_n(a_n) = \Psi_{n+1}(a_n) \\ \Psi_n'(a_n) = \Psi_{n+1}'(a_n) \end{cases} \quad (\text{II.21})$$

En explicitant le système d'équations, nous pouvons exprimer  $A_n$  et  $B_n$  sous une forme matricielle en fonction de  $A_{n+1}$ ,  $B_{n+1}$ ,  $k_n$ ,  $k_{n+1}$  et  $a_n$  :

$$\begin{cases} 2k_n A_n e^{ik_n a_n} = (k_n + k_{n+1}) A_{n+1} e^{ik_{n+1} a_n} + (k_n - k_{n+1}) B_{n+1} e^{-ik_{n+1} a_n} \\ 2k_n B_n e^{-ik_n a_n} = (k_n - k_{n+1}) A_{n+1} e^{ik_{n+1} a_n} + (k_n + k_{n+1}) B_{n+1} e^{-ik_{n+1} a_n} \end{cases} \quad (\text{II.22})$$

soit en supposant  $k_n$  non nul :

$$\begin{pmatrix} A_n \\ B_n \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{k_n + k_{n+1}}{2k_n} e^{-i(k_n - k_{n+1})a_n} & \frac{k_n - k_{n+1}}{2k_n} e^{-i(k_n + k_{n+1})a_n} \\ \frac{k_n - k_{n+1}}{2k_n} e^{i(k_n + k_{n+1})a_n} & \frac{k_n + k_{n+1}}{2k_n} e^{i(k_n - k_{n+1})a_n} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} A_{n+1} \\ B_{n+1} \end{pmatrix} = [M_n] \begin{pmatrix} A_{n+1} \\ B_{n+1} \end{pmatrix} \quad (\text{II.23})$$

On peut simplifier l'écriture de  $[M_n]$  si l'on pose  $\frac{k_{n+1}}{k_n} = \varepsilon_n$  et  $k_n \cdot a_n = u_n$  :

$$[M_n] = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} (1 + \varepsilon_n) \cdot e^{-i(1 - \varepsilon_n)u_n} & (1 - \varepsilon_n) \cdot e^{-i(1 + \varepsilon_n)u_n} \\ (1 - \varepsilon_n) \cdot e^{i(1 + \varepsilon_n)u_n} & (1 + \varepsilon_n) \cdot e^{i(1 - \varepsilon_n)u_n} \end{bmatrix} \quad (\text{II.24})$$

Après une discrétisation de  $V(x)$  ( $0 < x < a$ ) en  $N$  marches de largeur  $a/N$ , on effectue ainsi le produit de  $N+1$  matrices. Le calcul s'achève lorsque l'on peut exprimer la condition de non retour de l'électron en  $x > a$ . Dans cette région la fonction d'onde ne contient que le terme de propagation de coefficient  $A'$ , le terme de réflexion étant nul ( $B' = 0$ ). En définitive, on trouve

$$\begin{pmatrix} A_0 \\ B_0 \end{pmatrix} = \prod_{n=0}^N [M_n] \times \begin{pmatrix} A' \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A' \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.25})$$

Le coefficient de transmission  $t = A'/A_0$  vaut  $1/m_{11}$  et la probabilité de passage à travers la barrière de potentiel s'écrit :

$$P(W, E) = |t^2| = \frac{I}{|m_{11}|^2} \quad (\text{II.26})$$

Les paramètres intervenant dans ce calcul sont : le niveau de Fermi, le travail de sortie, le niveau d'énergie des électrons, et le champ électrique extérieur. La densité de courant totale à un champ donné s'obtient à l'aide de l'équation II.9 par sommation sur toutes les énergies permises.

### II.2.2.2 Discussion

1/  $k_{n+1} = 0$  : Le potentiel de la particule est au même niveau que celui de la barrière. Il s'agit d'un cas limite où le système d'équations II.22 est dégénéré : les deux équations ne sont plus indépendantes. Il a pour effet d'introduire un terme de déphasage au point  $a_n$  donné par :

$$[M] = \frac{I}{2} \begin{bmatrix} e^{ik_{n+1}a_n} & e^{-ik_{n+1}a_n} \\ e^{ik_{n+1}a_n} & e^{-ik_{n+1}a_n} \end{bmatrix} \quad (\text{II.27})$$

2/  $k_{n+1} = 0$  : Le cas de figure ne pose pas de singularités, et revient à poser  $\varepsilon_n = 0$  dans l'expression de la matrice  $[M_n]$  (voir équation II.24).

3/ discontinuités de  $V(x)$  : La présence d'une discontinuité — un puits de potentiel, par exemple — en  $x = x_0$  entre  $a_n$  et  $a_{n+1}$  dans l'expression du potentiel génère une matrice supplémentaire, dite de discontinuité, au point  $x_0$  :

$$[M_d] = \frac{I}{2} \begin{bmatrix} (1+\varepsilon) \cdot e^{-i(1-\varepsilon)u} & (1-\varepsilon) \cdot e^{-i(1+\varepsilon)u} \\ (1-\varepsilon) \cdot e^{i(1+\varepsilon)u} & (1+\varepsilon) \cdot e^{i(1-\varepsilon)u} \end{bmatrix} \quad (\text{II.28})$$

avec  $\frac{k_+}{k_-} = \varepsilon$ ,  $u = k_- x_0$ .  $k_-$  est le vecteur d'onde avant la discontinuité, et  $k_+$  le vecteur d'onde

après la discontinuité. Ils sont définis par  $k_{\pm}^2 = \frac{2m}{\hbar^2} (W - V_{\pm})$ .

L'expression de  $[M]$  en  $x = 0$  s'exprime simplement en fonction de  $\varepsilon_0 = \pm i \sqrt{\frac{V_0 - W}{W}}$  par :

$$[M_0] = \frac{I}{2} \begin{bmatrix} (1+\varepsilon_0) & (1-\varepsilon_0) \\ (1-\varepsilon_0) & (1+\varepsilon_0) \end{bmatrix} \quad (\text{II.29})$$

## II.3 Résultats

### II.3.1 Validation de la méthode numérique

#### II.3.1.1 Densité de courant en fonction du champ électrique

La barrière de potentiel triangulaire et celle incluant l'effet de force image serviront de bases de comparaison. Les courbes de densités de courant en fonction du champ, représentées ci-dessous, ont été réalisées avec un travail de sortie de 4 eV et une température de 10 K :

- courbe 1 : Il s'agit de la relation classique de Fowler-Nordheim pour une barrière triangulaire, dans l'approximation WKB. Dans ce cas de figure les fonctions  $v(y)$  et  $t(y)$  n'interviennent pas dans l'équation II.18 et sont égales à 1. En toute rigueur, elle ne s'applique qu'à 0 K, mais son domaine de validité s'étend sans ambiguïté jusqu'à la température ambiante.

- courbe 2 : Elle est évaluée numériquement pour une forme de barrière identique. L'énergie de Fermi considérée est de 6 eV. Ce paramètre agissant peu, nous le gardons constant par la suite.

Les deux courbes suivantes prennent en compte l'effet électrostatique de la force image illustrée par la figure II.1.

- courbe 3 : Nous représentons ici l'équation II.18 qui intègre les deux approximations successives — WKB d'une part, et le fait que la fonction  $P(W, E)$  soit assimilée à  $P(W=\phi, E)$ .

- courbe 4 : La densité de courant est calculée numériquement.

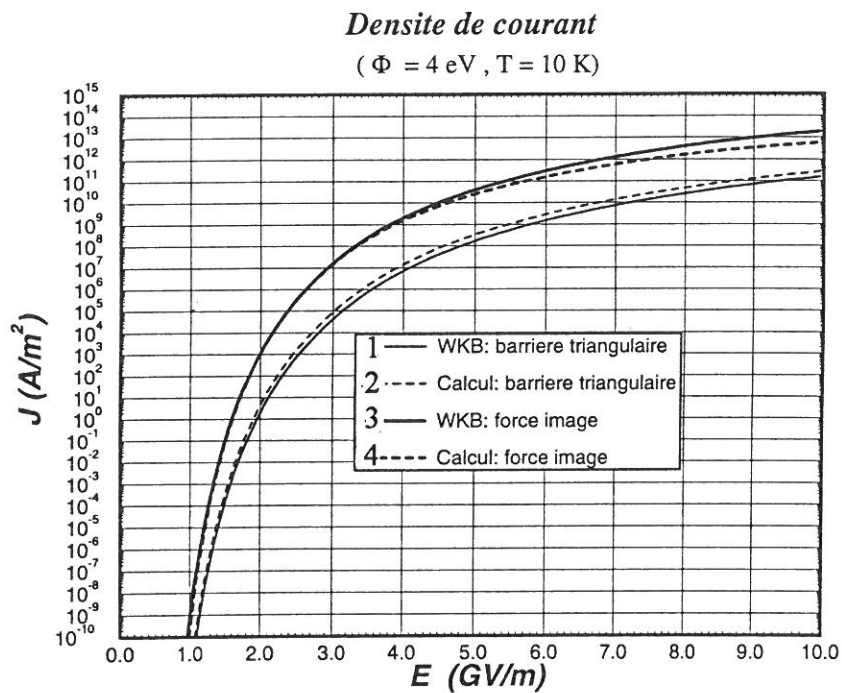


Figure II-4 Variation de  $J = f(E)$  à  $T = 10 \text{ K}$  et  $\phi = 4 \text{ eV}$ , selon les méthodes de calcul de la probabilité de transmission à travers a/ un potentiel de forme triangulaire, b/ une barrière arrondie par l'effet de force image.

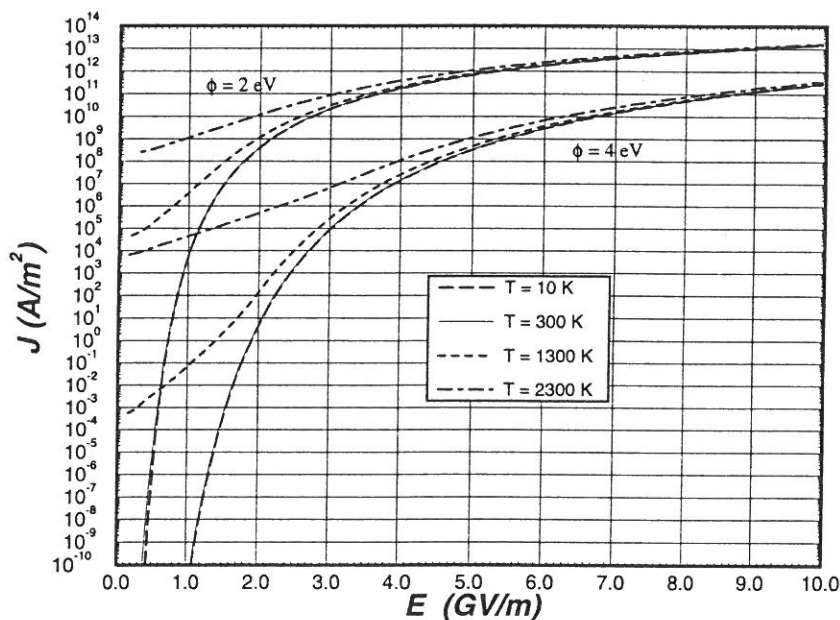
L'allure des courbes 1 et 2 montre que la méthode numérique est parfaitement en accord avec la relation de Fowler-Nordheim, compte tenu de l'échelle de variation de la densité de courant. Plusieurs explications sont possibles pour justifier la différence d'un facteur 2 ou 3. Elle proviendrait soit de la discrétisation de  $V(x)$ , soit d'une sous estimation de la probabilité par la méthode WKB.

Le fait que les courbes 3 et 4 se suivent remarquablement bien constitue une validation supplémentaire de la méthode numérique. Cependant, l'introduction de la force image soulève plusieurs remarques. En comparant les deux formes de barrière, on constate un écart important dû à la force image. La force image résulte de la réorganisation des charges de surface, lorsqu'une charge extérieure est placée en regard du métal (effet d'écrantage). Tout se passe comme si le métal demeure ionisé positivement tandis que l'électron s'éloigne du métal. On peut émettre l'hypothèse que l'équilibre des charges dans le métal ait lieu bien avant que cet effet ne devienne négligeable. Le renforcement résultant serait alors moins important que ne prévoit la théorie. Cette observation s'appuie sur le fait que les expériences menées par le passé en vue d'étudier son influence sur l'émission électronique ont toujours révélé un comportement « intermédiaire »<sup>[64]</sup>. D'autre part, des études microscopiques de l'interface métal-vide<sup>[65,66]</sup> ont montré que le potentiel  $V_0(x)$  (équation II.4) n'était plus applicable en-dessous d'une distance minimale de 3 Å, les états de surface intervenant alors. Partant de ces considérations, la barrière triangulaire classique nous servira de forme de base aux calculs suivants, même en présence d'un puits de potentiel.

### II.3.1.2 Effet de la température - spectre énergétique des électrons émis

La figure II.5 illustre les variations de la densité de courant lorsque les conditions de température et de travail de sortie changent.

*Densité de courant - effet de T et de  $\phi$*



*Figure II-5 Effets de la température du métal et du travail de sortie des électrons.*



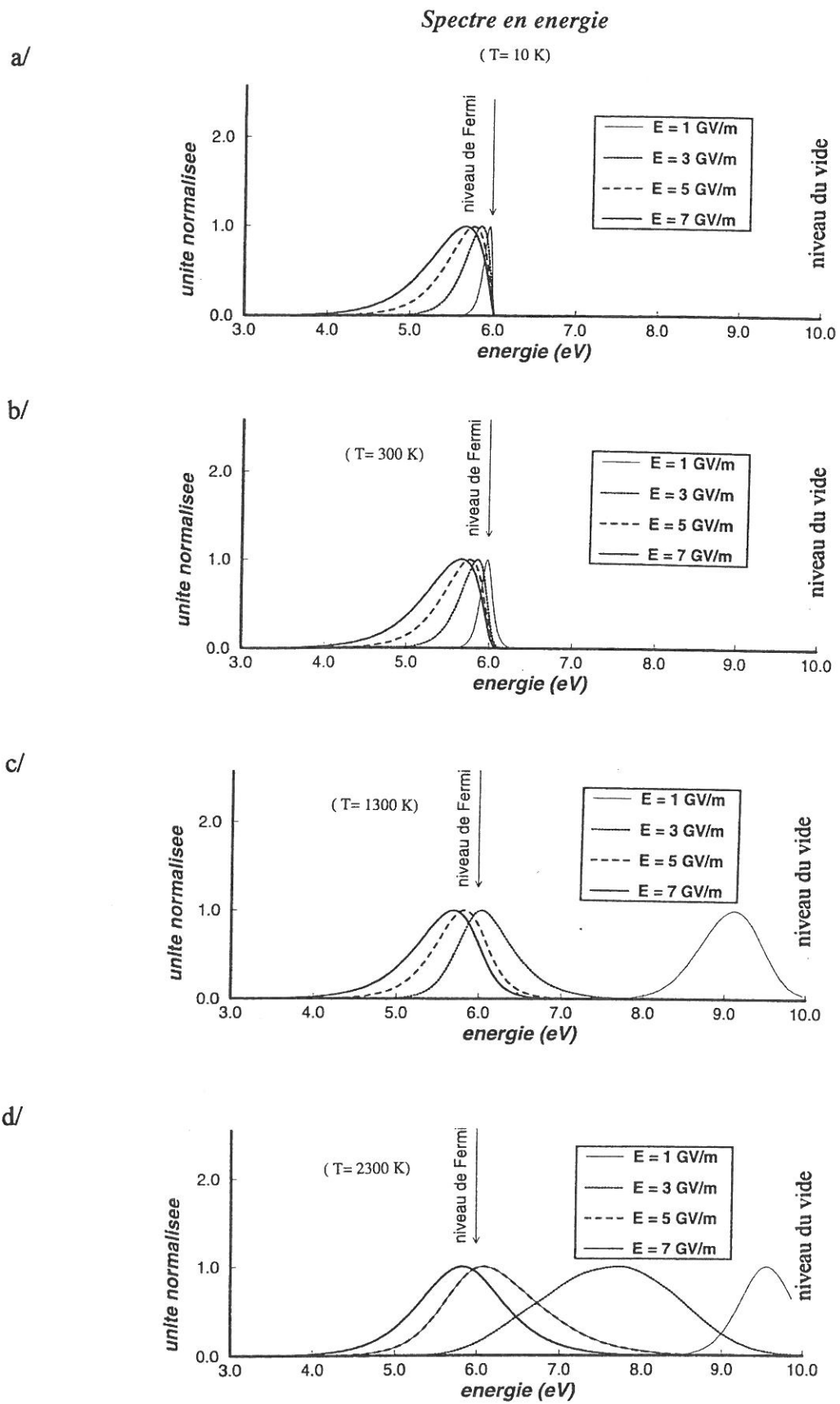


Figure II-6 Spectre en énergie des électrons émis pour une barrière triangulaire en fonction du champ électrique et de la température. Le travail de sortie est de 4 eV.

Elles confirment une fois de plus que l'émission électronique est très peu affectée par une augmentation de température jusque vers 300 K. Les deux courbes calculées entre 10 et 300 K sont pratiquement confondues. Au-dessus de la température ambiante, la fonction de distribution de Fermi se modifie de telle sorte que des électrons peuvent occuper des états situés au-dessus du niveau de Fermi. En dépit de leur faible nombre, ces électrons sont émis préférentiellement à faible champ en raison de leur position plus proche du niveau du vide (diminution de la hauteur de la barrière de potentiel). Le phénomène d'émission est alors quasiment thermoionique. Les spectres en énergie donnés par l'équation I.10 (distributions normales) à hautes températures montrent clairement leur répartition (figures II.6 c/ et d/).

Lorsque le champ électrique augmente, l'épaisseur de la barrière diminue et les électrons dont l'état est proche du niveau de Fermi (les plus peuplés) sortent en plus grand nombre. La loi de l'émission électronique dite « froide » l'emporte sur la précédente. Quelle que soit la température, à fort champ toutes les courbes (densité de courant et spectre) rejoignent celles à 10 K. Leurs allures, tout à fait comparables à celles rencontrées dans la littérature<sup>[67]</sup> pour la loi de Fowler-Nordheim constituent pour nous un troisième point validant le code de calcul.

### II.3.2 Perturbation liée à la présence d'un puits de potentiel

Jusqu'en 1966, l'interprétation donnée à certaines déviations de la loi de Fowler-Nordheim reposait sur une modification du travail de sortie due à la présence d'adsorbats. Duke et Alferieff<sup>[33]</sup> proposèrent un modèle original privilégiant l'aspect atomistique d'un atome adsorbé (une monocouche par extension), plutôt qu'un modèle reflétant les propriétés macroscopiques d'une couche épaisse d'adsorbats. L'adsorbât est alors matérialisé par un puits de potentiel carré et monodimensionnel, placé à une distance du métal. Reprenant cette idée, nous avons recalculé les distributions spectrales en faisant varier les paramètres du puits : sa distance  $d$  par rapport au métal, son épaisseur  $e$  et sa profondeur  $V_p$  repérée par rapport au niveau du vide (voir figure II.7).

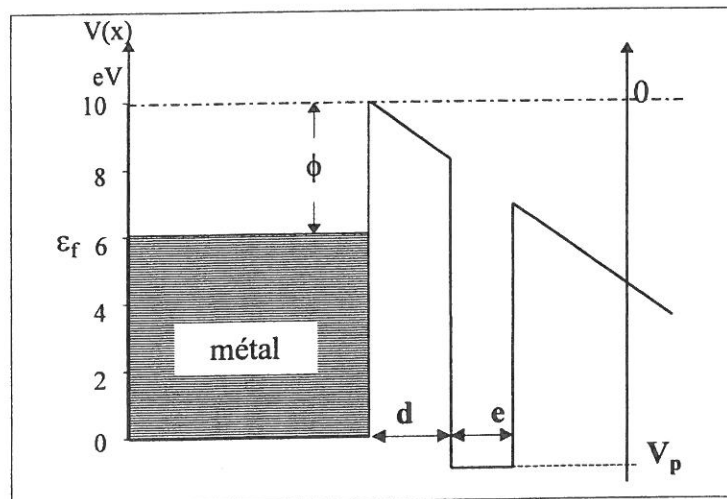


Figure II-7 Atome adsorbé à la surface du métal, schématisé par un puits de potentiel monodimensionnel carré.

Nous montrons que la présence d'un puits monodimensionnel carré peut générer des états de résonance. Dans la suite de l'exposé, les spectres sont réalisés à champ constant (3 GV/m) et à température constante (10 K).

### II.3.2.1 Effet de la distance du puits

En prenant une épaisseur  $e$  de 2 Å et une profondeur  $V_p$  égale à -9 eV, nous avons fait varier la distance  $d$ . Les figures II.8 a/ et b/ représentent toutes deux les mêmes courbes, l'une en coordonnées linéaires, l'autre en coordonnées semi logarithmique. Il apparaît clairement des effets de résonance à environ 2 eV au-dessous de  $\epsilon_f$ . Cette position évolue peu en fonction de  $d$ . Si la distance augmente, l'effet résonnant se renforce, alors que la distribution près du niveau de Fermi décroît. Si l'on compare au spectre pour une barrière triangulaire, on constate qu'il y a un élargissement de la distribution à mi-hauteur, mais également une augmentation de l'amplitude du spectre d'un facteur  $\sim 100$ .

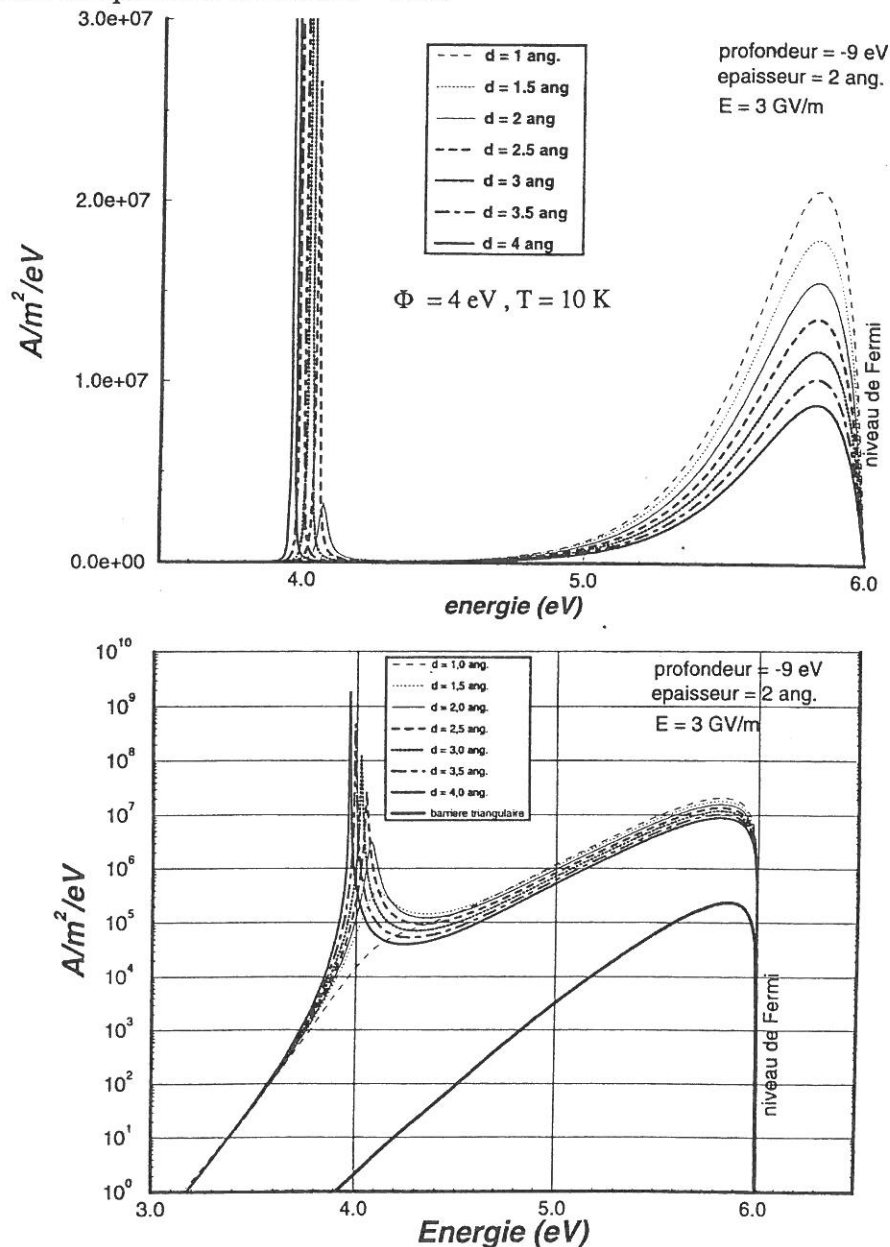


Figure II-8 Spectre en énergie : effet de la distance du puits de potentiel.

### II.3.2.2 Effet de l'épaisseur du puits

Nous avons conservé une distance  $d$  de 2,5 Å et une profondeur  $V_p$  de -9 eV. De ce fait, les résultats obtenus en faisant varier le paramètre  $e$  sont regroupés ci-dessous.

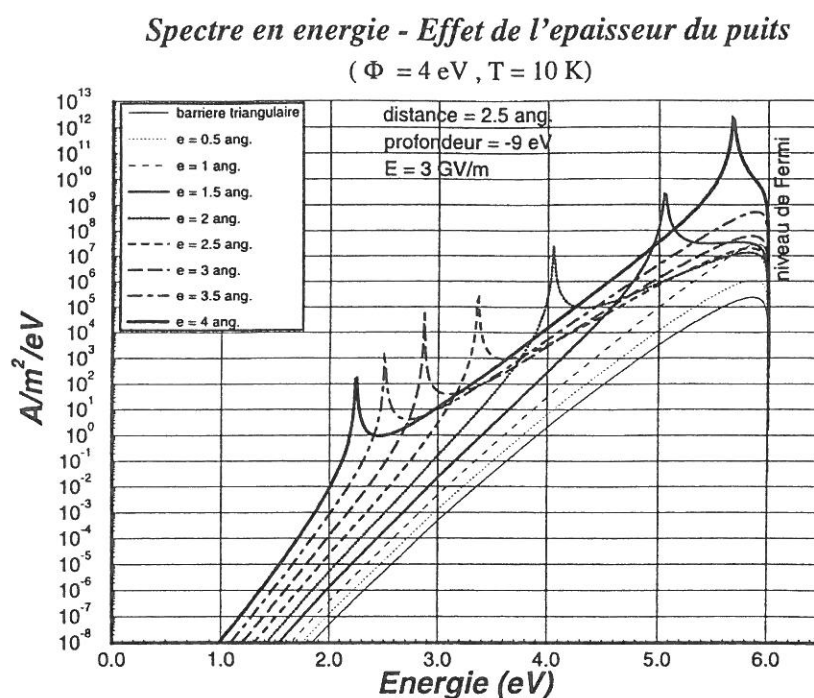


Figure II-9 Spectre en énergie : effet de l'épaisseur du puits de potentiel.

Il apparaît clairement que la distribution spectrale est très sensible aux variations de l'épaisseur du puits. D'une manière générale, la présence de puits renforce la probabilité de sortie des électrons, qui se traduit par un accroissement de l'amplitude et de la largeur des spectres. Lorsque  $e$  devient supérieur à 1 Å, des pics de résonance dont la position évolue en sens inverse de  $e$  apparaissent. En revanche, on observe une bonne régularité des amplitudes à la résonance pour une distance  $d$  donnée.

### II.3.2.3 Effet de la profondeur du puits

Nous rappelons que la profondeur  $V_p$  du puits est repérée par rapport au niveau du vide (+10 eV ici). Les autres dimensions du puits sont prises égales à 2,5 Å pour  $d$  et 2 Å pour  $e$ . Les remarques relatives à la figure précédente peuvent être réitérées pour le cas présent (voir figure II.10). Nous ajoutons incidemment que les états résonnants se produisent entre 2,7 et 3,6 eV au-dessus du niveau du puits.

### Spectre en energie - Effet de la profondeur du puits

( $\Phi = 4 \text{ eV}$ ,  $T = 10 \text{ K}$ )

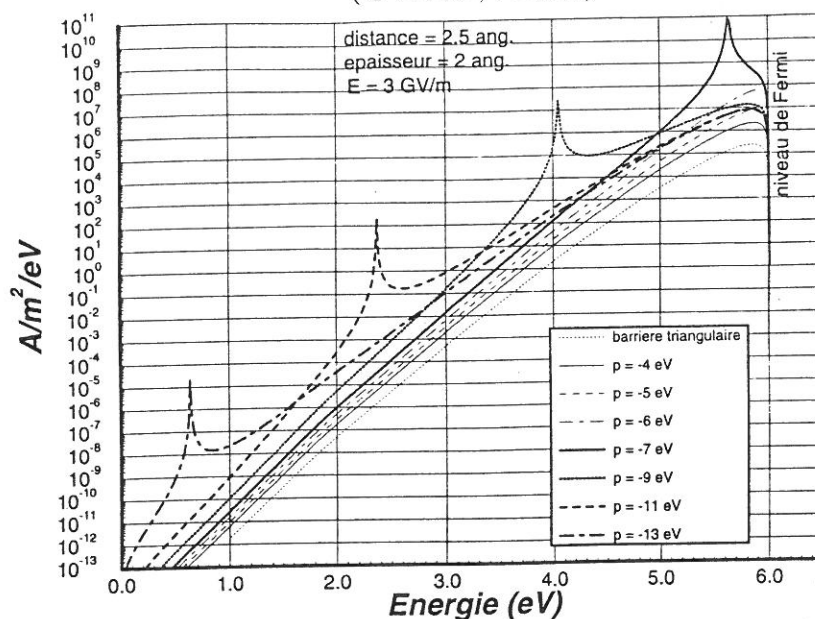


Figure II-10 Spectre en énergie : effet de la profondeur du puits.

En travaillant avec des paramètres compatibles avec celles d'un adsorbât atomique, la présence d'un puits pour lequel il y a continuité de la barrière triangulaire de part et d'autre, contribue à renforcer la probabilité de passage par effet tunnel. Il en résulte une densité électronique émise plus importante que dans le cas d'une barrière triangulaire et des conditions de résonance très marquées. Certains pics de résonance se produisent au voisinage du niveau de Fermi, de sorte qu'en représentation en échelle linéaire, ces derniers masquent les autres contributions. Autrement dit, des mesures spectrales révéleraient un décalage de quelques dixièmes d'électron volts *au-dessous* de  $\epsilon_f$ , et seraient semblables aux mesures du groupe de Birmingham.

Nous n'avons pas mentionné l'effet du champ électrique, mais il agit également sur les spectres. Une augmentation du champ donne :

- 1/ un spectre et une résonance de largeurs à mi-hauteur accrues,
- 2/ un déplacement des niveaux de résonance (éloignement ou rapprochement) par rapport à l'énergie de Fermi (voir figure II.11),
- 3/ un effet résonnant plus ou moins marqué, d'où les instabilités apparentes sur les courbes  $J = f(E)$  (voir figure II.13),

Qualitativement, la température agit en élargissant légèrement les spectres, mais son rôle serait limité à quelques centaines de Kelvin en raison des désorptions de la surface.

### Spectre en energie - Effet du champ

( $\Phi = 4 \text{ eV}$ ,  $T = 300 \text{ K}$ )

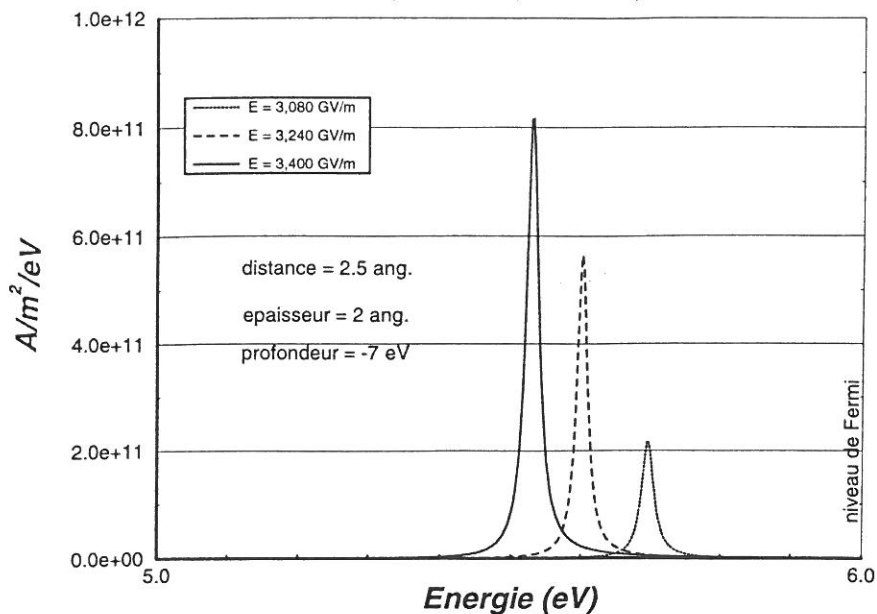


Figure II-11 Déplacement des spectres en fonction du champ électrique.

L'effet de renforcement était constaté dans la configuration de puits illustrée par la figure II.7. Des simulations réalisées avec la configuration de la figure ci-dessous ont au contraire présenté des effets inhibiteurs, associés aux spectres résonnants.

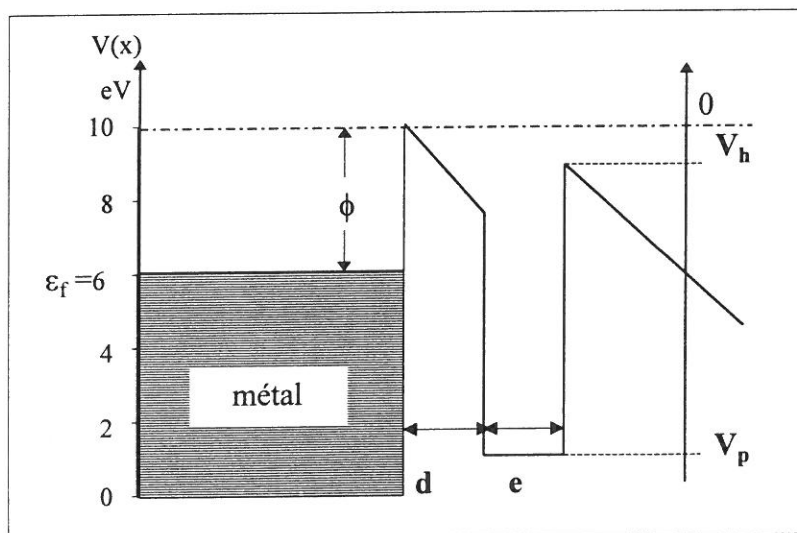


Figure II-12 Autre configuration de puits de potentiel.

La diminution du courant se produit dans certaines conditions et s'interprète aisément comme étant due à l'augmentation de l'épaisseur de la barrière. Cet effet a pu être observé sur des gaz tels que le CO ou l'azote<sup>[12]</sup>. Le graphe suivant représente les variations de  $J$  selon quatre types de barrières : 1/ barrière triangulaire, 2/ avec un puits illustré par la figure II.7, 3/ et 4/ avec un puits illustré par la figure II.12.

## Densité de courant - Effet d'un puits de potentiel

( $\Phi = 4 \text{ eV}$ ,  $T = 1 \text{ K}$ )

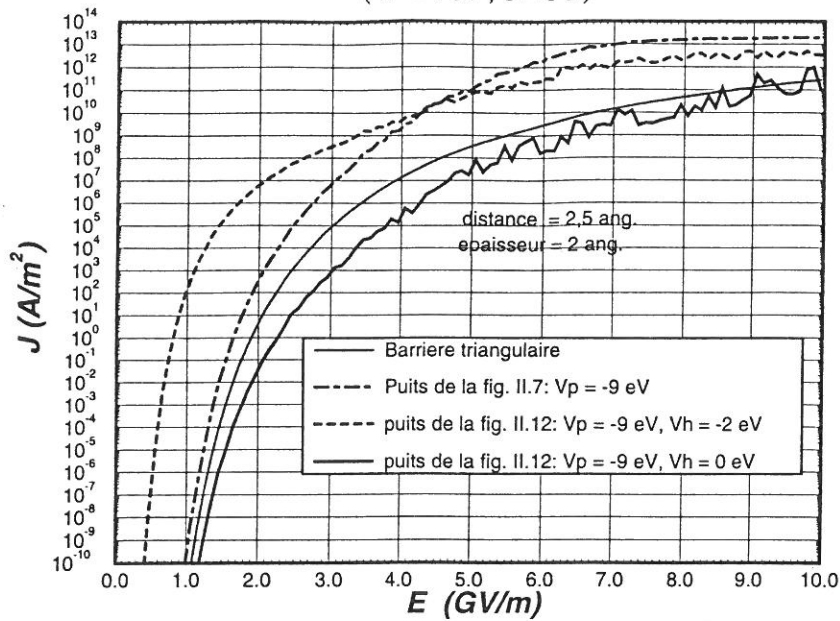


Figure II-13 Effet d'un puits de potentiel sur la densité électronique.

### II.3.3 Conclusion

L'ensemble des caractéristiques théoriques obtenues en superposant un puits de potentiel à la barrière triangulaire offre une alternative à l'interprétation du groupe de Birmingham quant à leurs résultats expérimentaux (voir § I.3.4). Celle-ci repose sur le fait que les zones émissives présentes sur les électrodes larges seraient de nature diélectrique (voir § I.5.3). Enfin nous citons les travaux de Kuznetsov et Sheshin<sup>[58]</sup> sur des pointes monocristallines de tungstène (4-8 nm de diamètre), dont les spectres mesurés présentaient des caractéristiques (décalés et multiples) attribuables à des sites émetteurs non métalliques.

Certes, la modélisation en un puits de potentiel monodimensionnel d'un atome adsorbé constitue une vision très schématisée de la réalité. Certains aspects tels que la perturbation des niveaux atomiques, la polarisation de l'adsorbât par le champ électrique, ou encore le potentiel image ont été négligés. Les simplifications réalisées peuvent être à l'origine des résonances marquées très étroites. Ce modèle simple nous a toutefois permis de retrouver qualitativement des comportements semblables à ceux déjà observés par le passé, qui avaient été décrits à l'aide de modèles plus élaborés<sup>[33,56]</sup>.

En conclusion, ce programme calculant la densité locale de courant  $J$  pour une barrière de forme quelconque est intéressant car il permet de voir quels sont les paramètres importants influant sur l'émission pour un type de barrière donnée. Nous l'avons fait dans le cas d'un puits censé représenter un atome adsorbé à la surface. Cela nous a permis de voir dans quelle mesure il pouvait y avoir renforcement de l'émission (effet résonnant), ou au contraire



inhibition. Ce calcul a également été riche d'enseignements en ce qui concerne les spectres des électrons émis associés. La prise en compte d'autres aspects physiques devrait permettre d'affiner les courbes théoriques et compléterait les expériences sur les gaz adsorbés (études en cours). Inversement, connaissant le spectre réel des électrons émis en fonction du champ, on devrait pouvoir à l'aide d'un calcul analogue remonter à une forme de barrière de potentiel. Il s'agit d'une voie non explorée à ce jour : la principale difficulté réside en l'absence d'une théorie intégrant, de manière globale, l'ensemble des interactions métal-adsorbât avec le champ électrique.

## II.4 Expression de la densité de courant en présence d'un champ électromagnétique de haute fréquence

Faisons l'hypothèse qu'en hyperfréquence, l'émission de champ est à chaque instant  $t$  celle que l'on obtiendrait en continu pour un champ électrique  $E(t)$ . Cette hypothèse pourrait être justifiée par le fait que le temps de sortie des électrons d'une surface métallique est très inférieur à la période HF du champ électrique oscillant. En appliquant la relation d'incertitude de Heisenberg  $\Delta E \cdot \Delta t \sim \hbar$ , on trouve typiquement  $\Delta t \sim 10^{-15}$  s (pour  $\Delta E \sim 1$  eV) à comparer à quelques  $10^{-10}$  s.

Une autre justification pourrait être apportée par l'analyse de Keldysh<sup>[68]</sup> sur l'interaction rayonnement optique-matière. Dans cette approche intervient le paramètre  $\gamma$  qui exprime le rapport entre la fréquence  $\omega_o$  du rayonnement optique et celle  $\omega_e$  caractéristique de l'effet tunnel. Cette dernière est définie par  $\omega_e = \frac{v}{2l}$ , où  $v = \sqrt{\frac{2W}{m}}$  est la vitesse moyenne d'un électron d'énergie  $W$ , et  $l = \frac{W}{eE}$  l'épaisseur de la barrière de potentiel triangulaire due au champ électrique  $E$ . Le paramètre  $\gamma$  devient alors :

$$\gamma = \frac{\omega_o}{\omega_e} = \omega_o \frac{\sqrt{2mW}}{eE} \quad (\text{II.30})$$

Lorsqu'on applique  $\gamma$  au cas d'un métal, modélisé par un gaz d'électrons libres, ce paramètre prend la forme :

$$\gamma = 5,12 \times 10^9 \frac{\hbar\omega_o}{E} \sqrt{\phi} \quad (\text{II.31})$$

$\phi$  étant le travail de sortie (eV),  $\hbar\omega_o$  l'énergie des photons incidents (eV) et  $E$  le champ électrique crête associé à l'éclairement (V/m). Transposée à notre domaine d'études, une application numérique ( $\omega_o \sim 10^{10}$ ,  $E \sim 10^7$  V/m et  $\phi = 4$  eV) fournit une valeur de  $\gamma$  de quelque  $6 \cdot 10^{-3}$ . Ce cas limite où  $\gamma \ll 1$  exprime le fait que la durée du passage par effet tunnel est très brève par rapport à l'intervalle de temps où la variation du champ devient significative.

Si l'on écrit le champ électrique à la surface du métal

$$E(t) = E_m \sin(\omega t) \quad (\text{II.32})$$

alors connaissant la variation du courant en fonction du champ  $I = f(E)$ , on peut en déduire celle du courant en fonction du temps.

Sachant que cette variation est exponentielle, la contribution prédominante est celle pour lequel le champ électrique est proche de son maximum  $E_m$ . L'erreur commise est minime si l'on approxime la courbe  $I = f(E)$  par sa tangente au point  $E_m$ . Pour simplifier, on prend donc

$$I = I_m + \left( \frac{dI}{dE} \right)_{E=E_m} \times (E - E_m) = I_m + I' \cdot (E - E_m) \quad (\text{II.33})$$

Ceci est représenté schématiquement sur la figure II.14.

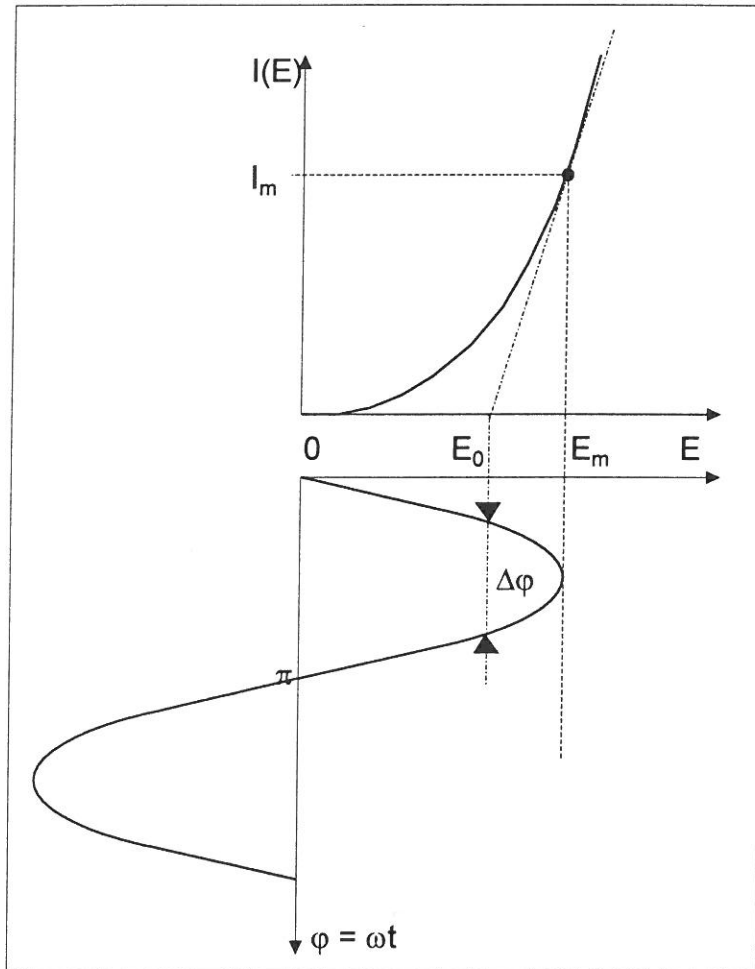


Figure II-14 Variation moyenne du courant d'émission de champ avec un champ électrique alternatif.

On peut ainsi calculer le temps  $\Delta t$  ou encore la plage de phase  $\Delta\phi = \omega \cdot \Delta t$  durant laquelle l'émission de champ a lieu (voir figure II.14) en écrivant :

$$I' = \frac{I_m}{E_m - E_0} = \frac{I_m}{E_m - E_m \cos\left(\frac{\Delta\phi}{2}\right)} \quad (\text{II.34})$$

d'où l'on déduit, après un développement de  $\cos(\Delta\phi/2)$  au second ordre :

$$\Delta\phi = \sqrt{\frac{8I_m}{E_m I'}} \quad (\text{II.35})$$

A présent calculons la composante moyenne du courant sur une période HF, en faisant le changement de variable  $\phi = \pi/2 - \omega t$  :

$$\langle I_{HF} \rangle = \frac{I}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} I(\phi) d\phi = \frac{I}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} [I_m + I' \cdot (E - E_m)] d\phi \quad (\text{II.36})$$

Or  $E - E_m = E_m \cos\phi - E_m = E_m(\cos\phi - 1)$ , et le courant est négligé lorsque  $\phi$  est hors de l'intervalle de phase  $[-\Delta\phi/2, \Delta\phi/2]$ , on obtient

$$\langle I_{HF} \rangle = \frac{I_m \Delta\phi}{2\pi} \left[ 1 - \frac{8}{\Delta\phi^2} \left( 1 - \frac{2}{\Delta\phi} \sin \frac{\Delta\phi}{2} \right) \right] \quad (\text{II.37})$$

Si l'on développe  $\sin\Delta\phi/2$  et que l'on substitue  $\Delta\phi$  par l'expression II.35, le courant moyen s'écrit :

$$\langle I_{HF} \rangle = \frac{I_m \Delta\phi}{3\pi} = \frac{2\sqrt{2}}{3\pi} \frac{I_m^{3/2}}{\sqrt{I' \cdot E_m}} \quad (\text{II.38})$$

On peut maintenant supposer une fonction du type Fowler-Nordheim pour la variation du courant instantané  $I_m$ . D'après l'équation I.9 dans laquelle  $v(y)$  et  $t(y)$  sont égales à l'unité, et avec le champ électrique renforcé  $E = \beta \cdot E_m$ , on peut écrire  $I_m$  (en ampères)

$$I_m = \alpha \cdot E_m^2 \cdot e^{-\frac{a}{E_m}} \quad (\text{II.39})$$

avec 
$$\begin{cases} \alpha = \frac{1,54 \times 10^{-6} \beta^2 S}{\phi} \\ a = \frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{\beta} \end{cases}$$

$\phi$  étant le travail de sortie (eV), S la surface équivalente de l'émetteur ( $m^2$ ), et  $E_m$  le champ électrique (V/m). L'application de cette équation dans la formule II.38 aboutit à la loi donnant le courant moyen d'émission électronique en hyperfréquence, en fonction du champ électrique crête :

$$\langle I_{HF} \rangle = \frac{2\sqrt{2}}{3\pi} \cdot \alpha \cdot \left( \frac{E_m^{5/2}}{\sqrt{a + 2E_m}} \right) \cdot e^{-\frac{a}{E_m}} \quad (\text{II.40})$$

On peut distinguer deux domaines :

- Cas où  $E_m \ll \frac{a}{2}$  :  $\langle I_{HF} \rangle \sim E_m^{2,5} \cdot e^{-\frac{a}{E_m}}$
- Cas où  $E_m \gg \frac{a}{2}$  :  $\langle I_{HF} \rangle \sim E_m^2 \cdot e^{-\frac{a}{E_m}}$

On se trouve presque toujours dans le premier cas. Par exemple, si  $\phi = 4$  eV et  $\beta = 200$ ,

$a$  vaut 273 MV/m. Comme nous le verrons au chapitre suivant, le champ de surface maximal crête avoisine 50 MV/m. La relation dont nous nous servons pour traiter les données expérimentales est :

$$\langle I_{HF} \rangle = \frac{2\sqrt{2}}{3\pi} \cdot \frac{\alpha}{\sqrt{a}} \cdot E_m^{5/2} \cdot e^{-\frac{a}{E_m}} \quad (\text{II.41})$$

L'usage veut que l'on trace alors  $y = \text{Log}\left(\frac{I}{E^{2.5}}\right)$  en fonction de  $x = 1/E$  pour obtenir une droite de pente négative  $y = -ax + b$  (droite de Fowler-Nordheim), les coefficients étant :

$$a = \frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{\beta} \quad (\text{II.42})$$

$$b = \text{Log}\left(\frac{2\sqrt{2}}{3\pi} \cdot \frac{\alpha}{\sqrt{a}}\right) = \text{Log}\left(\frac{4,62 \times 10^{-7} \beta^2 S}{\phi \sqrt{a}}\right)$$

où  $\phi$  est en eV. En tirant ces coefficients  $a$  et  $b$  par des mesures expérimentales, on peut, en inversant les formules ci-dessus, remonter au facteur  $\beta$  (donné exclusivement par la pente de la droite) et à la surface  $S$  de l'émetteur. Les formules inversées sont :

$$\beta = \frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{a} \quad (\text{II.43})$$

$$\text{Log}S = 14,5877 - 2\text{Log}(\beta) + \text{Log}(\phi) + \frac{1}{2}\text{Log}(a) + b$$



# Chapitre III

## Dispositifs expérimentaux

### III.1 La cavité réentrante 1.5 Ghz

### III.2 Premières mesures et analyse des phénomènes observés

### III.3 Protocole expérimental

### III.4 Le microscope électronique à balayage équipé d'un dispositif porte-pointe pour l'étude de l'émission électronique en champ continu





# Dispositifs expérimentaux

Nous avons souligné, au cours du premier chapitre, les difficultés inhérentes à l'étude de l'émission électronique par effet de champ en hautes fréquences. Pour atteindre des champs électriques HF élevés ( $>20$  MV/m), deux solutions sont envisageables. La première solution, dite « froide », consiste en l'utilisation de matériaux supraconducteurs (niobium, plomb...). Son avantage tient au fait que ces matériaux à l'état supraconducteur dissipent très peu de puissance HF dans les parois des cavités : une source de puissance de 100 W seulement suffit à l'établissement des champs requis. La contrepartie tient à la nécessité d'infrastructures lourdes liées à la cryogénie. La seconde solution, dite « chaude », permet de travailler à température ambiante avec des cavités ou des sections accélératrices en cuivre. Cependant, en comparaison avec la solution froide, la dissipation HF dans les structures en cuivre s'accroît dans un rapport de 3 à 6 ordres de grandeur. La nécessité de sources de puissance considérables ( $\sim 1$  MW en impulsions de quelques  $\mu$ s) s'impose et alourdit également les manipulations. Nous verrons, pour ces dernières, que la difficulté peut être contournée par le choix de la géométrie de la cavité.

Dans la première partie de ce chapitre, nous décrivons les étapes ayant mené à la conception et à la validation de notre résonateur. Faisant suite à cela, les premiers essais en puissance montrent que les mesures peuvent être perturbées par certains phénomènes physiques que nous analysons. L'objet de la troisième partie est la définition du protocole expérimental, dont la préparation des échantillons constitue une étape importante. En dernier lieu, nous présentons un appareillage servant à l'étude de l'émission électronique en *champ continu* déjà mis au point à Saclay.

Par souci de clarté, nous ne proposons parfois que les expressions analytiques finales. Certains calculs sont explicités en annexes dans lesquelles nous introduisons, en premier lieu, quelques définitions et éléments de théorie des lignes de transmission. Pour de plus amples détails, on peut consulter, par exemple, les références [69] et [70].

## III.1 La cavité réentrante 1.5 GHz

### III.1.1 Conception de la cavité

L'idée était d'obtenir à température ambiante des champs électriques HF intenses en utilisant une source de puissance relativement modeste (en l'occurrence un klystron 5 kW Thomson TH 2466), quitte à réduire la surface sur laquelle ce champ serait appliqué. Cela nous amena tout naturellement à rechercher une géométrie où le rapport  $E_p / \sqrt{P_d}$  soit

maximal ( $E_p$  est le champ crête maximal dit champ « pic » et  $P_d$  la puissance totale dissipée dans la cavité). Un résonateur  $\lambda/4$  paraissait tout à fait adapté d'autant que le niveau minimal souhaité du champ électrique crête était de l'ordre de 50 MV/m. En outre, les études théoriques<sup>[71]</sup> et expérimentales<sup>[72,73]</sup> ont montré que la variation de courant induite par la transition de l'état supraconducteur à l'état normal était inférieure au bruit de mesure. Ces faits ont motivé notre choix de travailler à température ambiante au lieu d'une technologie supraconductrice. Nous avons privilégié une géométrie de cavité de type réentrant quart d'onde, où un champ électrique intense est localisé sur la zone réentrant de la cavité (voir figure III.1).

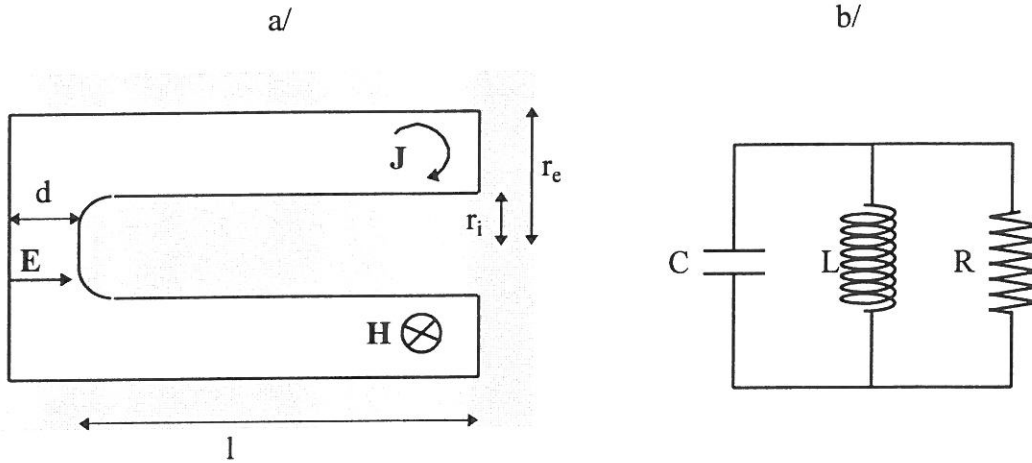


Figure III-1 Cavité rééminente  $\lambda/4$  et son schéma électrique équivalent

Elle peut être représentée, dans une bonne approximation, par une ligne de transmission coaxiale d'impédance caractéristique  $Z_c = \frac{\eta}{2\pi} \text{Log}\left(\frac{r_e}{r_i}\right)$  (où  $\eta = 377 \Omega$  est l'impédance du vide), fermée à gauche par une capacité C, et à droite par un court-circuit. Celui-ci ramené dans le plan du condensateur (c.f. Annexe A) donne son schéma électrique équivalent où les expressions analytiques de l'inductance L et de la capacité C sont données par :

$$L = \frac{Z_c}{\omega} \tan\left(\frac{\omega l}{c}\right) \quad \text{(III.1)}$$

$$C = \epsilon_0 \frac{\pi r_i^2}{d}$$

$\omega$  étant la fréquence angulaire,  $\epsilon_0$  la permittivité du vide, et c la vitesse de la lumière. La résistance R représente les pertes dissipatives dans les parois de la cavité. Les différents modes de résonance sont obtenus en écrivant la condition :

$$LC\omega^2 = 1 \quad \text{(III.2)}$$

soit par combinaison des équations III.1 et III.2, on trouve l'inégalité suivante :

$$l \leq (2n+1) \frac{\lambda}{4} \quad \text{(III.3)}$$

n étant un nombre entier. Le premier mode de résonance a lieu lorsque la longueur l de la ligne est proche de  $\lambda/4$ . Partant de là, le code URMEL<sup>[74]</sup> de simulation des champs électromagnétiques par éléments finis à deux dimensions a permis d'affiner les cotes de la

cavité<sup>[75]</sup>. Ce code fournit les cartes des champs électromagnétiques ainsi que les grandeurs caractérisant la géométrie et les matériaux qui la composent, par exemple le coefficient de surtension propre  $Q_0$  de la cavité défini par le rapport :

$$Q_0 = \omega \frac{\text{Energie moyenne stockée à la résonance}}{\text{Puissance moyenne dissipée dans la cavité}} = \omega \frac{W}{P_d} \quad (\text{III.4})$$

Le rapport  $E_p / \sqrt{P_d}$  est d'autant plus important que  $Q_0$  est grand (c.f. Annexe B). Puisque ce dernier est proportionnel à  $L$ , on constate alors qu'il est nécessaire d'augmenter le rapport  $r_e / r_i$  si l'on veut augmenter le champ pic à l'intérieur de la cavité. D'un autre côté, nous devons tenir compte des tolérances mécaniques afin de rester dans la bande de fréquence passante du klystron. Un dernier point important est la surface d'étude des échantillons qui doit être suffisamment grande. Un diamètre intérieur de 3 mm nous a paru être un compromis acceptable.

On obtient un coefficient de surtension théorique  $Q_0$  égal à 10600, si l'on suppose une cavité en cuivre dit OFHC (Oxygen Free High Conductivity) désoxydé et de haute conductivité électrique. La valeur théorique de  $E_p / \sqrt{P_d}$  est alors de  $1,09 \text{ MV.m}^{-1}.\text{W}^{1/2}$ , ce qui nous donne un champ électrique crête de  $68,9 \text{ MV.m}^{-1}$  lorsqu'une puissance de 4 kW est dissipée dans la cavité. La partie rééminente de la cavité est donc la zone susceptible d'émettre des électrons par effet de champ. Elle est rendue amovible et correspond à ce que nous appelons par la suite *l'échantillon*.

### III.1.2 Mesure du courant émis par l'échantillon

#### III.1.2.1 Caractéristiques techniques de la sonde

Les électrons émis par effet de champ sont collectés par une sonde plongeant dans la cavité. Dans la suite de l'exposé, nous désignons cet élément en termes de *sonde de courant* ou *d'antenne collectrice*. Celle-ci est placée en regard de l'échantillon, espacée d'une distance  $d$ . Elle doit répondre à plusieurs impératifs :

1/ Il faut assurer une très bonne isolation électrique entre la sonde et le corps de la cavité qui est relié à la masse. Les courants mesurés variant entre  $10^{-11}$  et  $10^{-5}$  A, cette condition est impérative. Elle est remplie en employant des passages étanches standard N, d'impédance caractéristique  $Z_c = 50 \Omega$

2/ Elle doit aussi présenter une impédance équivalente, vue par la cavité, aussi faible que possible. De ce fait la perturbation liée à la présence de l'antenne est très faible : elle ne prélève que très peu de puissance HF. A l'aide d'une ligne quart d'onde (voir figure III.2), on effectue une transformation du plan  $P_0$  vers le plan  $P_2$  d'une ligne coaxiale standard de  $50 \Omega$  adaptée. Son impédance vue par la cavité dans le plan  $P_2$  vaut finalement  $0,3 \Omega$ .

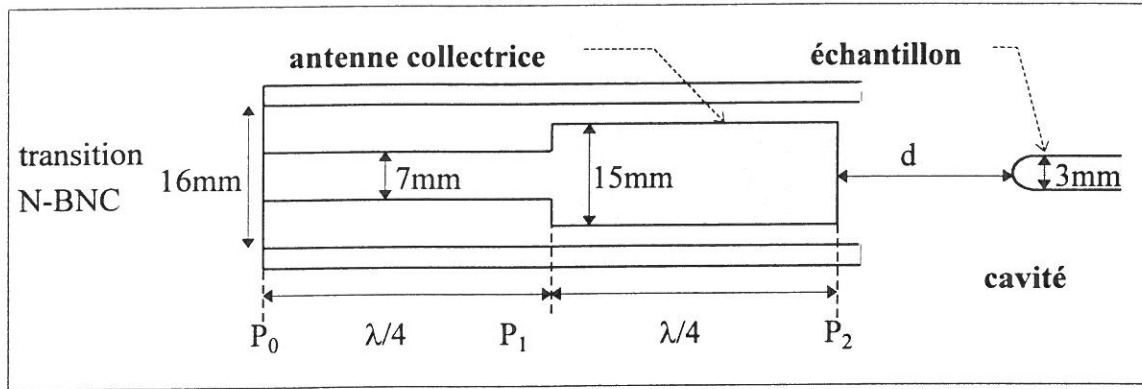


Figure III-2 Schéma de la sonde de courant et de la ligne quart d'onde.

### III.1.2.2 Puissance HF dissipée dans la ligne et la sonde

Le diamètre de la sonde et sa distance  $d$  déterminent le rapport du champ vu par l'échantillon et par l'antenne, mais aussi l'angle solide à l'intérieur duquel un électron émis par l'échantillon peut être recueilli. Une sonde proche de l'échantillon peut collecter les électrons provenant de sites émetteurs éloignés de l'axe de symétrie. En revanche, dans ce cas, le champ électrique au niveau de la sonde n'est pas négligeable et risque d'induire à son tour une émission électronique inverse. Lorsque l'on augmente  $d$  en reculant l'antenne, son champ de surface au centre chute de 2,38 dB/mm. En choisissant une distance  $d$  de 8 mm, le champ de surface au centre vaut alors 7 % du champ crête. Si la distance  $d$  est portée à 12 mm, le champ au centre de la sonde est atténué  $(2,38 \times 4)$ dB, soit  $1/3$  de la valeur précédente. Il en résulte alors une réduction de la puissance extraite par la sonde de  $(1/3)^2$ , cette quantité étant proportionnelle au carré du champ.

Les pertes HF autour de l'antenne collectrice elle-même sont données (c.f. annexe A), quant à elles, par l'expression :

$$P_{\text{antenne}} = P_{\text{HF}} \times \frac{\lambda R_s}{2\pi\phi_i Z_c} \quad (\text{III.5})$$

où  $R_s$  est la résistance de surface de la sonde pour notre fréquence de travail,  $\phi_i$  le diamètre de la sonde de longueur  $\lambda/4$ ,  $Z_c$  l'impédance caractéristique de la portion de guide comprise entre les plans  $P_1$  et  $P_2$ . La puissance HF extraite par l'antenne placée à 12 mm de l'échantillon vaut  $P_{\text{HF}} = 44 \text{ W}$  (pour 5 kW incident). Numériquement, on trouve alors que la puissance dissipée dans l'antenne de 0,24 W.

En résumé, il semble adéquat de placer l'antenne collectrice à 12 mm de l'échantillon. Le champ électrique au centre de l'antenne n'atteint que 2,4 % du champ crête et ne devrait pas émettre d'électrons par effet de champ. En outre la puissance qu'elle dissipe est négligeable par rapport aux 5 kW incidents.

### III.1.3 Lignes de couplage de la cavité

#### III.1.3.1 Définitions

La puissance HF injectée dans la cavité ainsi que les mesures de champ y régnant s'effectuent au moyen de couplages. Ils peuvent être réalisés de deux manières, en insérant plus ou moins profondément dans la cavité une boucle ou une tige métalliques. On parle respectivement de couplage inductif ou capacitif. Nous avons opté pour une simple antenne plongeant dans la cavité, c'est à dire pour un couplage capacitif. Les passages étanches N standards sont, là aussi, bien adaptés à nos besoins : ils sont en mesure de véhiculer correctement une puissance de 5 kW crête.

Chaque ligne de couplage  $i$  peut être caractérisée par un paramètre généralement noté  $\beta_i$  - à ne pas confondre avec le coefficient de renforcement du champ des sites émetteurs des électrodes larges (cf. § I.3.2). Le paramètre  $\beta_i$  est défini comme étant le rapport entre l'impédance de la cavité vue par la ligne de couplage  $i$  et l'impédance caractéristique de cette dernière. Nous souhaitons que le couplage - numéroté 1 - amenant la puissance dans la cavité soit tel que toute la puissance incidente soit injectée dans la cavité. Cette condition se traduit par l'égalité  $\beta_1 = 1$ . On dit alors que l'on est au couplage critique, soit :

$$P_1 = P_d \quad \text{(III.6)}$$

Cependant, la mesure du champ régnant dans la cavité s'effectue par une autre ligne, numérotée 2. Afin de limiter la perturbation du mode de résonance dans la cavité, on ne prélève qu'une très faible partie de la puissance, soit en réalisant  $\beta_2 < 1$ . On dit que l'on est sous couplé. Dans notre cas,  $\beta_2$  est de l'ordre de 0,01. Nous présentons en annexe B les éléments nécessaires pour une détermination expérimentale des couplages dans les cavités.

#### III.1.3.2 Positionnement des couplages par rapport à la cavité

Pour connaître l'emplacement du couplage incident, il est nécessaire de calculer la puissance  $P_1$  dissipée par la ligne 1, placée dans la configuration de la figure III.3.

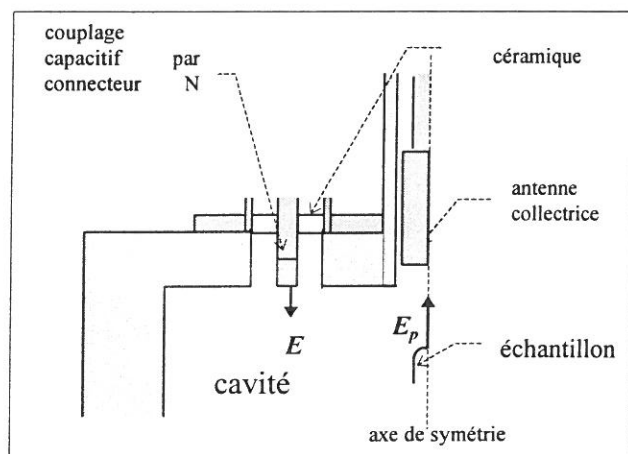


Figure III-3 Demi coupe transversale de la cavité montrant un couplage de la cavité par une antenne cylindrique plongeant dans la cavité.

Elle s'exprime simplement par  $P_1 = Z_{ci} I^2 / 2$ . Lorsque l'on se place dans une région où l'excitation magnétique est faible, l'équation de Maxwell ci-dessous

$$\operatorname{div}(\vec{J} + \varepsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}) = 0 \quad (\text{III.7})$$

dont le flux devient, en régime harmonique de pulsation  $\omega$  :

$$\begin{aligned} \oiint_S (\vec{J} + j\omega\varepsilon\vec{E}) \cdot d\vec{S} &= 0 \\ \Rightarrow I + j\omega\varepsilon \oiint_S \vec{E} \cdot d\vec{S} &= 0 \end{aligned} \quad (\text{III.8})$$

permet alors de déduire le courant  $I = J.S$ , où  $S = \pi\phi^2/4$  est la surface de base de l'antenne de diamètre  $\phi_i = 7\text{mm}$ . Cette valeur de  $\phi_i$  est celle de la cote standard N. En reportant I dans l'expression dans  $P_1$ , on peut alors réécrire l'équation III.6, condition pour laquelle l'on a un couplage critique :

$$\frac{P_1}{P_d} = \frac{\frac{1}{2} Z_{c1} \omega^2 \varepsilon^2 S^2 \left( \frac{E^2}{E_p^2} \right)}{\left( \frac{P_d}{E_p^2} \right)} = 1 \quad (\text{III.9})$$

On peut en déduire la valeur du rapport  $E/E_p$ , soit  $0,06$ , les autres paramètres étant connus. La carte du champ axial fournie par le code de calcul URMEL nous donne l'emplacement recherché. Cependant il n'a pas été possible de placer l'antenne incidente à l'endroit voulu pour des raisons liées à l'encombrement du passage étanche. Nous avons été obligés d'éloigner cette antenne de 30 mm de l'axe de symétrie de la cavité. Finalement la valeur de  $E/E_p$  vaut  $0,02$ . Nous pouvons toutefois réaliser un couplage critique en modifiant la longueur de l'antenne plongeant dans la cavité (voir figure III.5). L'effet de cette modification est étudiée au paragraphe suivant.

L'autre couplage servant aux mesures du champ électrique crête dans la cavité doit être placé aussi loin que possible de l'axe de symétrie. La mesure nécessite de ne prélever qu'une très faible puissance. Elle a finalement été placée à 38 mm de l'axe de symétrie. Le dessin final de la cavité réentrant 1,5 GHz est montré sur la figure III.4.

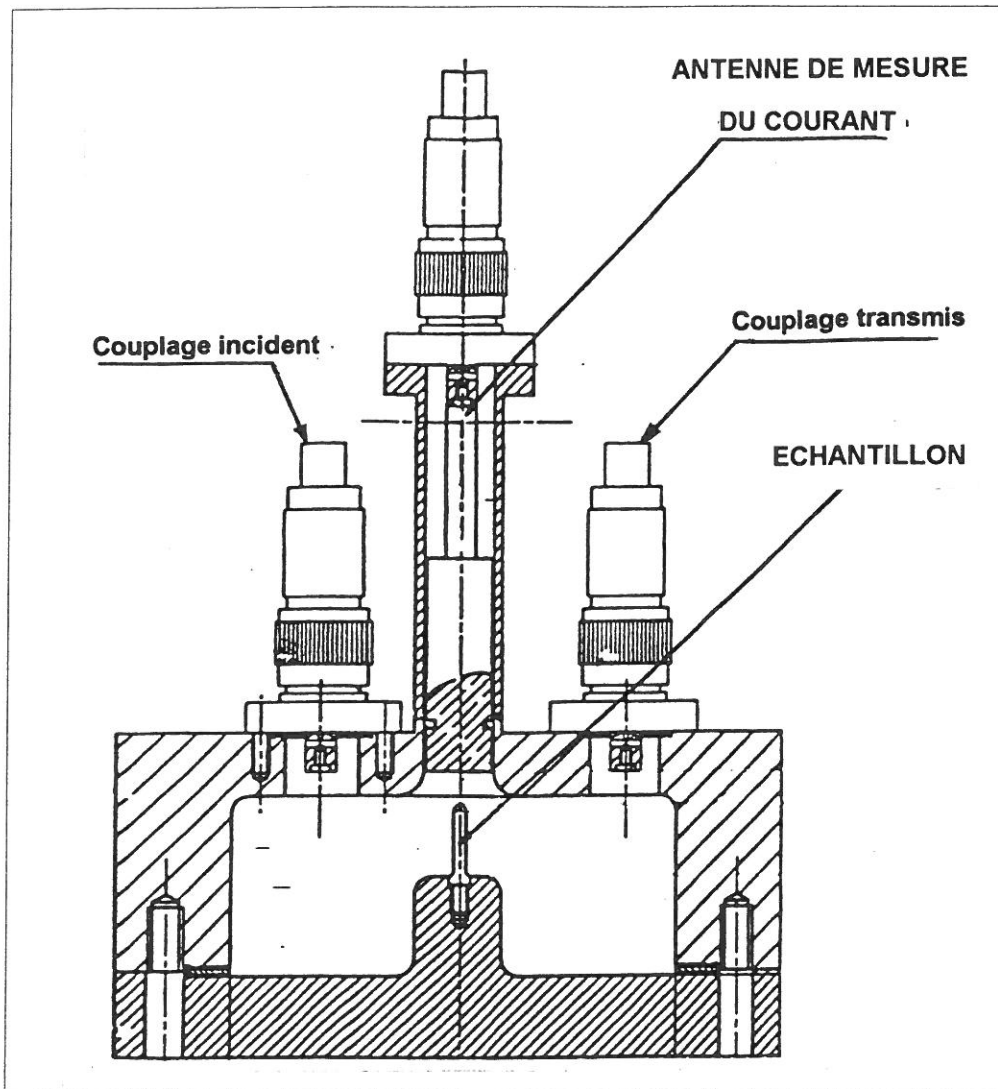


Figure III-4 Coupe transversale de la cavité réentrante.

### III.1.4 Mesures à faible puissance

Les mesures à faible puissance sont réalisées à l'aide d'un analyseur de réseau HP 8410. La première étape consiste à vérifier la fréquence de résonance  $f$  de la cavité. Ces mesures ont confirmé la sensibilité de la fréquence par rapport à la variation des paramètres géométriques, parmi lesquelles la distance  $d$  séparant l'échantillon de la sonde, et le diamètre  $\phi$  de l'échantillon. On trouve  $\frac{\partial f}{\partial d} = -\frac{\partial f}{\partial \phi} = 40 \text{ MHz} / \text{mm}$ .

#### III.1.4.1 Mesure des couplages

On peut définir de façon analogue à la cavité, un coefficient de surtension  $Q_i$  (appelé aussi  $Q$  « extérieur ») pour les lignes de couplages  $i$  tel que :

$$Q_i = \omega \frac{\text{Energie moyenne stockée à la résonance}}{\text{Puissance extraite par la ligne } i} = \omega \frac{W}{P_i} \quad (\text{III.10})$$



Si l'on fait un bilan de puissance pour l'ensemble de la cavité munie de tous ses couplages, on a  $P_{injectée} = P_d + \sum P_i$ . En définissant un coefficient de surtension de l'ensemble {cavité + couplages}, c'est à dire *en charge*, comme étant :

$$Q_{ch} = \omega \frac{W}{P_{injectée}} = \frac{f}{\Delta f} \quad (III.11)$$

où  $\Delta f$  est la largeur en fréquence à 3 dB d'atténuation du signal, on en déduit une relation entre les différents coefficients de surtension :

$$\frac{1}{Q_{ch}} = \frac{1}{Q_0} + \sum_i \frac{1}{Q_i} \quad (III.12)$$

Les valeurs de  $Q_0$  et  $Q_i$  sont déterminées d'après les mesures des puissances incidente, réfléchie, transmise, et de  $Q_{ch}$  (cf annexe B). La procédure consiste à faire varier la longueur d'une antenne de couplage en gardant l'autre antenne de longueur constante. L'origine de l'axe z est repérée par rapport au plan de la cavité en regard de l'échantillon. La figure III.5 résume l'ensemble des points expérimentaux pour les deux couplages.

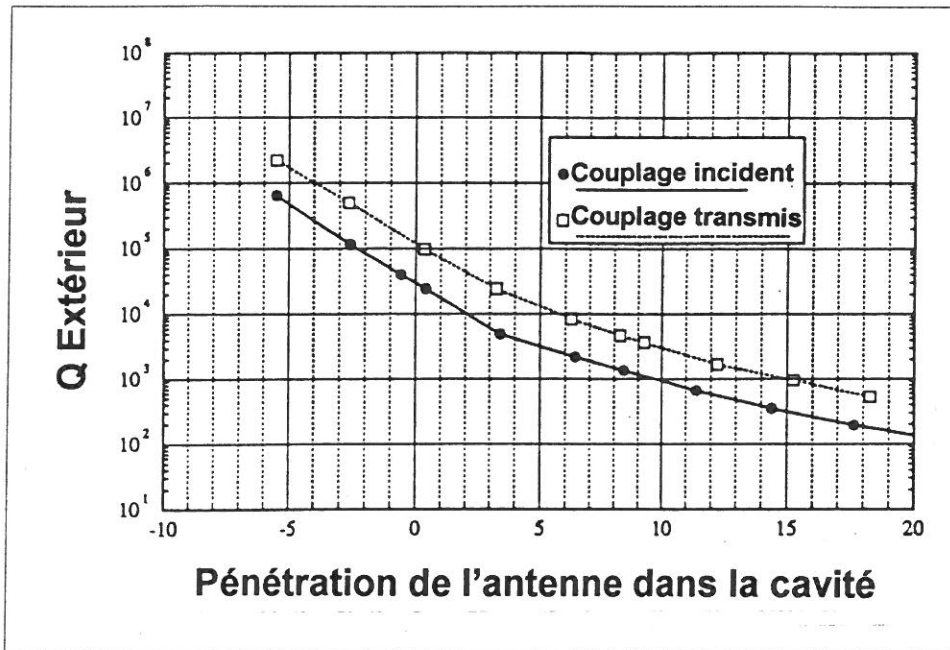


Figure III-5 Coefficients de surtension des deux couplages de la cavité en fonction de la longueur de l'antenne.

On note que la condition de couplage critique peut encore s'exprimer par  $Q_0 = Q_1$  : connaissant  $Q_0$ , on en déduit la longueur de l'antenne incidente d'après la figure III.5. On trouve typiquement les valeurs suivantes avec un échantillon de cuivre :

$$Q_{1, incident} = 7000$$

$$Q_{3, sonde de courant non court circuitée} = 80000$$

$$Q_{2, transmis} = 350000$$

$$Q_0 = 8600$$

La diminution de la valeur expérimentale de  $Q_0$  par rapport à la théorie peut être due, par exemple, à la rugosité des surfaces réelles qui augmente la résistance de surface apparente. Il en résulte une diminution du rapport  $E_p / \sqrt{P_d}$  qui passe de 1,09 à 0,98 MV.m<sup>-1</sup>.W<sup>-1/2</sup>. Si l'échantillon est en niobium, le  $Q_0$  chute aux environs de 6000, réduisant davantage le champ maximum dans la cavité. En effet la résistance de surface de ce métal est trois fois plus importante que celle du cuivre à la fréquence considérée.

échantillon	$Q_0$	$E_p / \sqrt{P_d}$ MV.m <sup>-1</sup> .W <sup>-1/2</sup>	$E_p$ MV.m <sup>-1</sup>
Cu théorique	10600	1,09	68,9
expérimental			
Cu (T = 300K)	8600	0,98	62,1
Nb (T = 300K)	6000	0,82	51,9
Nb (T = 77K)	10000	1,06	67
Cu (T = 77K)	16600	1,36	86,3

Tableau III-1 Valeurs maximales du champ électrique pour un échantillon en cuivre et en niobium, à 300 et à 77 K.

Les valeurs obtenues à température ambiante sont modifiées lorsque la cavité est plongée dans un récipient rempli d'azote liquide. A 77 K, on a constaté que le coefficient de surtension était amélioré d'un facteur 1,66, ce qui permet d'atteindre des champs crêtes supérieurs. Nous avons reporté dans le tableau III.1 les valeurs maximales du champ électrique pour une puissance dissipée dans la cavité de 4 kW.

Le champ électrique expérimental est obtenu par l'expression suivante :

$$E_{max,exp} = E_{max,th} \sqrt{\frac{Q_{0,exp} \times P_{d,exp}}{Q_{0,th} \times P_{d,th}}} \quad (\text{III.13})$$

où les indices « exp » et « th » représentent respectivement les valeurs expérimentales et théoriques (URMEL). On montre (voir annexe B) que cette équation peut être exprimée en fonction de la mesure de la puissance transmise par :

$$E_{max,exp} = K \sqrt{P_{trans}} \quad (\text{III.14})$$

K étant une constante qui dépend des  $Q_i$  mesurés et du rapport  $E_p / \sqrt{P_d Q_0}$  théorique.

#### III.1.4.2 Vérification du champ électrique

Afin de s'assurer que le champ électrique axial correspond aux évaluations numériques faites précédemment, nous avons utilisé la méthode par perturbation<sup>[76,77]</sup>. Son principe est de mesurer la variation de la fréquence de résonance  $f$  de la cavité causée par la présence d'un

objet perturbateur. Celui-ci étant mobile le long de l'axe de symétrie de la cavité, il induit un décalage relatif de fréquence  $\Delta f$  tel que :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{\int_V [\varepsilon_0(1-\varepsilon_r)E_0E_1 + \mu_0(1-\mu_r)H_0H_1] d\tau}{\int_V (\varepsilon_0E_0^2 + \mu_0H_0^2) d\tau} \quad (\text{III.15})$$

objet perturbateur

cavité

v : volume

V : volume

$\varepsilon_r, \mu_r$  : constantes relatives du milieu

$\varepsilon_0, \mu_0$  : constantes du vide

$E_1, H_1$  : champs perturbés

$E_0, H_0$  : champs non perturbés

En tenant compte de la forme de l'objet, il est possible d'évaluer le champ vu par l'objet. Dans la pratique, l'antenne collectrice a été remplacée par une pastille percée au centre. L'objet perturbateur est un bout d'aiguille percée (longueur 0,78 mm, diamètre 0,45 mm), fixé sur un fil. Les mesures de  $\Delta f$  ont lieu lorsque l'objet est translaté verticalement le long de l'axe de la cavité. Nous effectuons ensuite la comparaison des mesures avec le résultat des simulations URMEL, dans lesquelles la configuration de l'élément perturbateur a été introduite. Les résultats reportés sur la figure III.6 montrent de façon satisfaisante que le champ électrique a été correctement évalué.

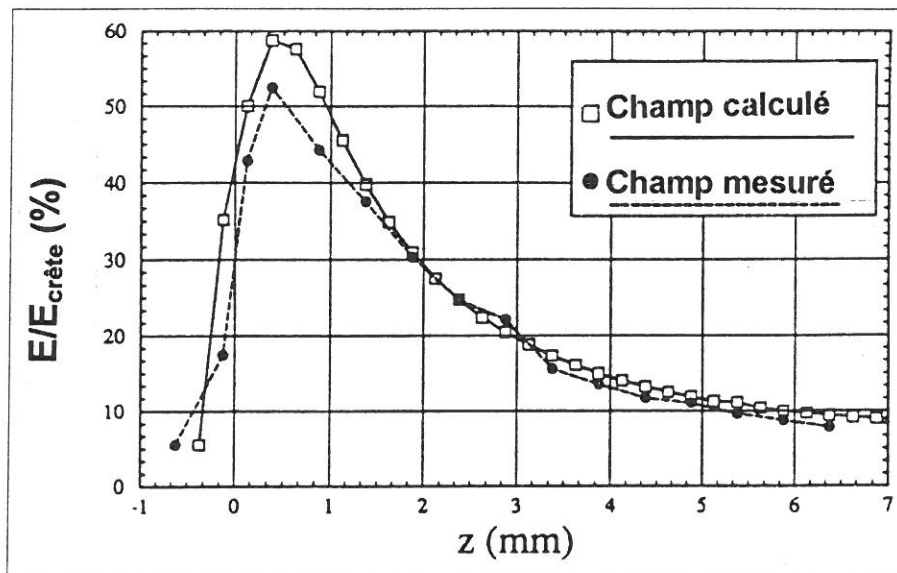


Figure III-6 Comparaison du champ électrique axial mesuré et calculé, en présence d'un élément perturbateur donné.

### III.1.5 Répartition du champ et des trajectoires électroniques

Au niveau de la partie hémisphérique de l'échantillon, le champ électrique de surface peut être considéré comme étant constant et décroît le long de la partie cylindrique. Il convient de noter que seuls les électrons provenant de sites à l'intérieur d'un rayon de 1,5 mm autour de l'axe, sont collectés. Cela signifie que le courant mesuré est intégré sur la surface de

L'échantillon. Ceci est dû à l'espace « interélectrode » de 12 mm et justifie notre choix en faveur d'une sonde de grand diamètre.

La figure III.7a montre en certains points de la cavité la valeur du champ électrique de surface en pourcentage par rapport au champ crête. Les flèches indiquent les trajectoires électroniques. Elles ont été calculées par un programme qui se sert du fichier des cartes des champs fournis par URMEL pour résoudre les équations du mouvement. Les résultats ont montré que ces trajectoires suivent quasiment les lignes de champ car celles-ci sont presque rectilignes. Nous constatons, d'après la figure III.7b, que le champ entre l'échantillon et l'antenne collectrice décroît très vite. Les électrons émis sont pratiquement accélérés sur les deux premiers millimètres de leurs parcours. Connaissant la distribution spatiale du champ dans la cavité, nous pouvons évaluer la durée du trajet des électrons pour atteindre la sonde.

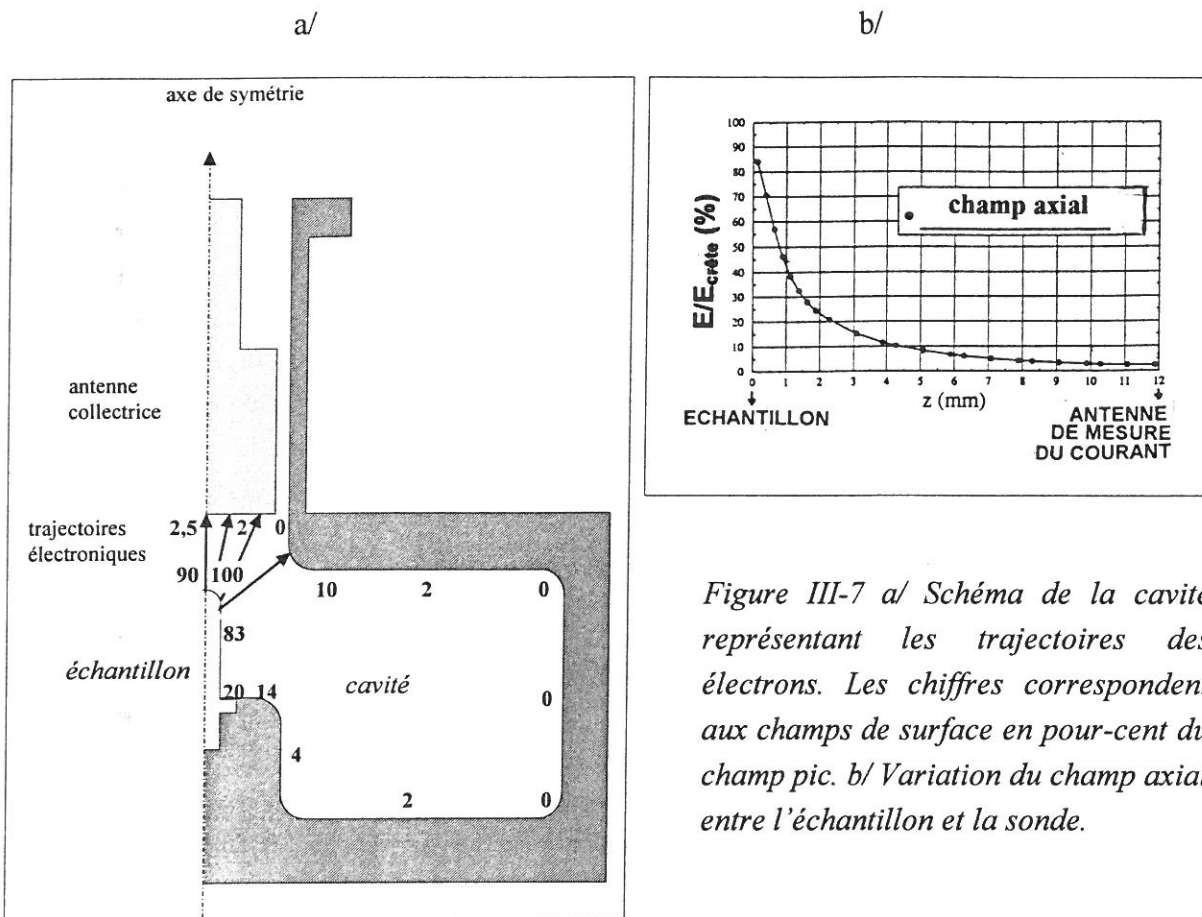


Figure III-7 a/ Schéma de la cavité représentant les trajectoires des électrons. Les chiffres correspondent aux champs de surface en pour-cent du champ pic. b/ Variation du champ axial entre l'échantillon et la sonde.

La figure III.8a indique que cette durée est très courte vis à vis de la période du signal HF lorsque le champ est supérieur à 3 MV/m. Les électrons en provenance de l'échantillon ne peuvent donc pas faire marche arrière. La figure III.8.b représente l'énergie d'impact des électrons sur la sonde en fonction du champ.

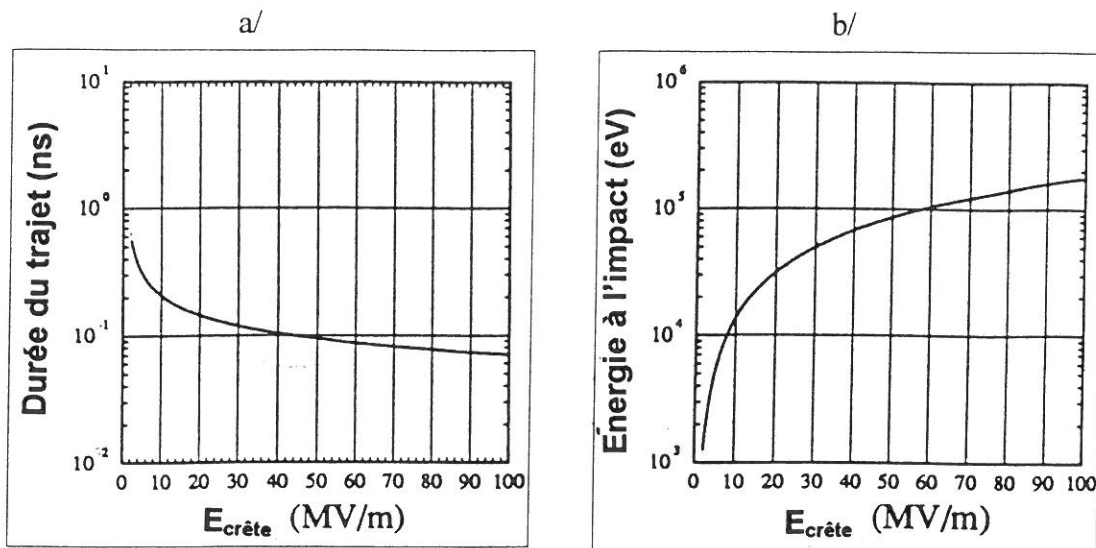


Figure III-8 a/ Temps de transit des électrons pour atteindre la sonde. b/ Energie d'impact des électrons au niveau de la sonde.

### III.1.6 Dispositif expérimental de la cavité

Le dispositif expérimental est constitué de trois parties s'articulant autour de la cavité : tout d'abord le bloc HF, ensuite l'ensemble de mesure de courant, et enfin les éléments de pompage de la cavité. Les données peuvent être recueillies soit manuellement, soit acquises par un banc d'acquisition automatique piloté par ordinateur. Le dispositif expérimental final est schématiquement représenté sur la figure III.9.

#### III.1.6.1 Choix techniques et accord de la cavité

Les contraintes mécaniques liées à l'emploi de joints en cuivre pour assurer l'étanchéité de la cavité, nous ont conduit à travailler avec une cavité en inox cuivré. Les parois internes sont recouvertes d'une couche de cuivre de 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, obtenue par dépôt électrolytique. En dépit des bonnes conductivités thermique et électrique du cuivre massif, une cavité faite de ce matériau massif obligerait à utiliser des joints d'indium, sources de poussières, et nécessiterait un nettoyage complet après chaque ouverture de la cavité à la pression atmosphérique.

La raison pour laquelle la cavité fonctionne en mode impulsionnel est liée à son refroidissement, qui n'est assuré que par convection naturelle. En conséquence, nous nous limitons à un cycle utile maximal de 1 %. En travaillant dans les conditions maximales que nous nous sommes imposées, l'échauffement de la cavité ( $\Delta T = 30\text{ }^\circ\text{C}$ ) conduit à une diminution de la fréquence de résonance d'environ 6 Mhz.

La fréquence centrale du klystron est de 1497 MHz, avec une bande passante étroite d'environ 8 MHz. Si la fréquence de résonance  $f$  de la cavité se trouvait hors de la bande passante, il serait toutefois possible d'y remédier en jouant sur la distance  $d$  entre l'échantillon et la sonde ( $\frac{\partial f}{\partial d} = 40\text{ MHz/mm}$ ). On diminue  $d$  (et donc  $f$ ) en intercalant un anneau

d'épaisseur adéquate dans le fond de filet de l'échantillon. Par contre, on ne peut augmenter  $f$  qu'en refroidissant la cavité (avec de l'azote liquide par exemple).

### III.1.6.2 Appareillages HF

Le signal pulsé d'entrée du klystron 5 kW est délivré par un synthétiseur HF stable, Syntron Donner 1502 de puissance maximale 20 dBm. La constante de temps  $\tau$  de la cavité est donnée par (c.f. Annexe B):

$$Q_{ch} = \omega \cdot \tau \approx \frac{Q_0}{2} \approx 4000 \quad (\text{III.16})$$

La durée de l'impulsion HF ne doit pas être trop brève afin de tenir compte du temps de charge de la cavité, généralement assimilable à  $3\tau$  ( $\approx 1 \mu\text{s}$  dans notre cas). Dans la pratique, nous considérons que nous sommes en régime établi pour des impulsions de durée supérieure à  $10 \mu\text{s}$ . Nous souhaitons également préserver les caractéristiques des câbles N véhiculant la puissance HF. De ce fait, il est raisonnable de ne pas travailler avec des impulsions supérieures à  $10 \text{ ms}$ .

Les mesures de puissance incidente, réfléchie et transmise s'effectuent avec un wattmètre équipé d'un bolomètre, si la durée de l'impulsion HF est supérieure à  $200 \mu\text{s}$ . Pour des durées plus courtes il est préférable d'avoir recours à une diode de détection (de type HP 423B 002 Load), dont le temps de réponse est de quelques  $10 \text{ ns}$ .

### III.1.6.3 Mesure du courant

Le principal objectif que nous nous sommes fixé consiste en une réduction du bruit de mesure, dû à des interférences ou à des appareils eux-mêmes. A l'aide d'un câble BNC blindé, nous avons pu réduire le bruit à  $300 \text{ Hz}$  causé par l'armoire d'alimentation du klystron. Toutefois le niveau de bruit excessif à  $50 \text{ Hz}$  du secteur ne nous permet pas de mesurer des intensités inférieures à  $100 \text{ pA}$ . Le jeu de filtres dont est équipé l'amplificateur de courant Keithley 428 permettrait de ramener le niveau de bruit à  $0,1 \text{ pA}$  si la durée des impulsions HF était suffisamment longue ( $> 30 \text{ ms}$ ). La gamme de courant accessible avec cet appareil est comprise entre  $10^{-13}$  et  $10^{-2}$  ampères. Le signal de sortie est envoyé vers un échantillonneur-bloqueur qui donne la valeur du courant à un instant donné de l'impulsion. Le réponse temporelle du courant peut également être visualisée sur un oscilloscope Gould DSO 1602. La synchronisation des signaux est assurée par le générateur d'impulsions et de fonctions Sefram 4434.

### III.1.6.4 Banc de pompage

Le système de pompage comprend une pompe turbomoléculaire reliée à une pompe primaire. Lorsque la pression dans la cavité décroît à  $5 \cdot 10^{-5} \text{ mb}$ , une pompe ionique de  $25 \text{ l.s}^{-1}$  prend le relais et permet de travailler sous un vide résiduel inférieur à  $10^{-7} \text{ mb}$ , compte tenu des conductances des canalisations. Il est possible d'introduire intentionnellement dans la cavité un gaz donné ( $\text{CO}$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CO}_2$ ...). Le contrôle de la pression s'effectue par l'intermédiaire

d'une vanne microfuite. Ce montage offre la possibilité d'étudier l'influence des gaz adsorbés à la surface des sites émetteurs.

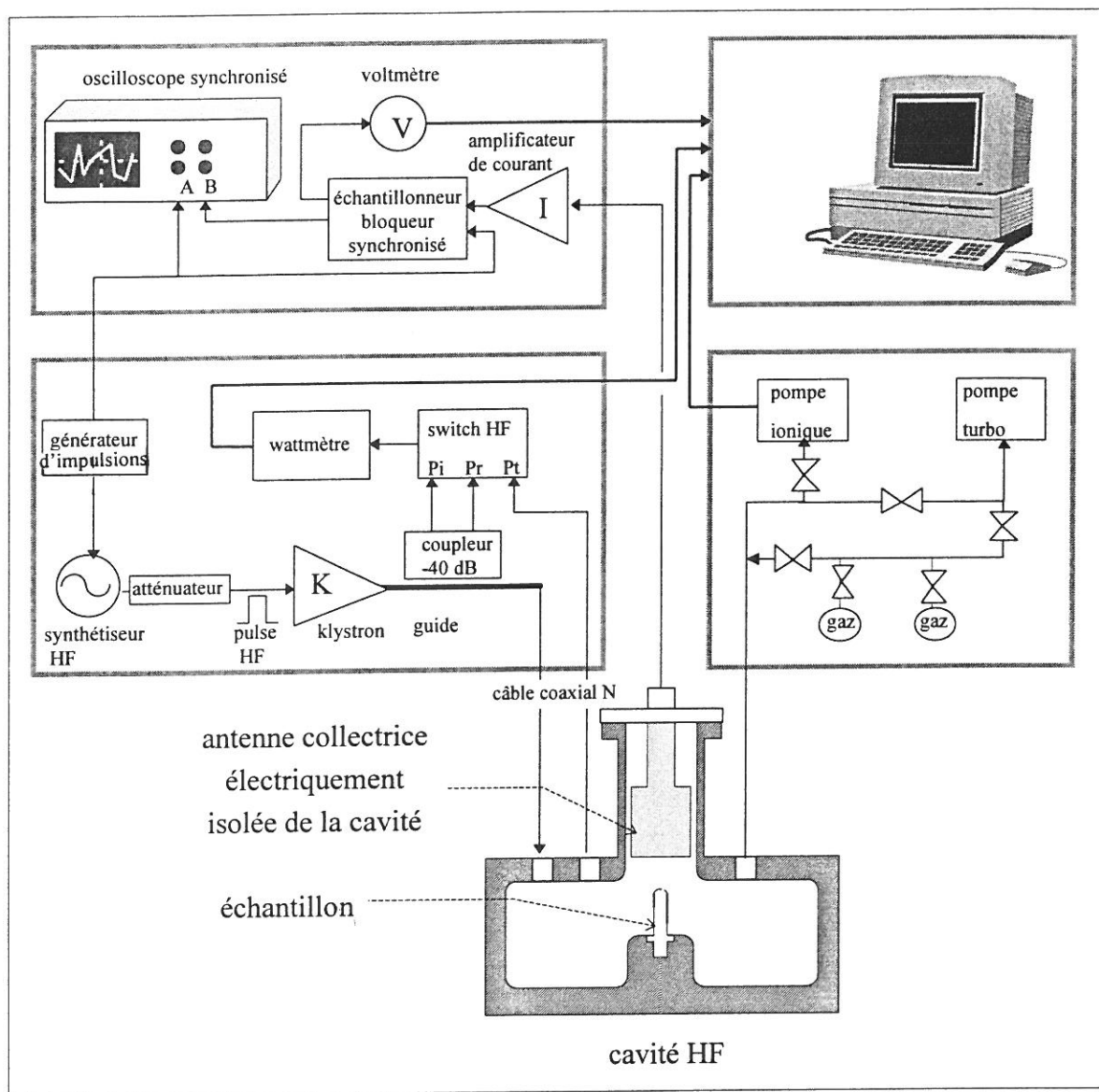


Figure III-9 Schéma du dispositif expérimental.



### III.2 Premières mesures et analyse des phénomènes observés

Lorsque nous parlerons d'un niveau de champ électrique dans la cavité, il s'agira implicitement et sauf mention contraire, du champ maximal crête à l'extrémité de l'échantillon. Les premières mesures se sont déroulées avec un échantillon de cuivre. Les phénomènes observés sur l'écran de l'oscilloscope et la lecture de la pression dans la cavité soulèvent quelques remarques. Nous constatons en effet l'apparition de fortes instabilités du courant recueilli par l'antenne collectrice à certains niveaux de champs. Nous les avons représentées sur la figure III.10 tels qu'elles apparaissent sur l'oscilloscope.

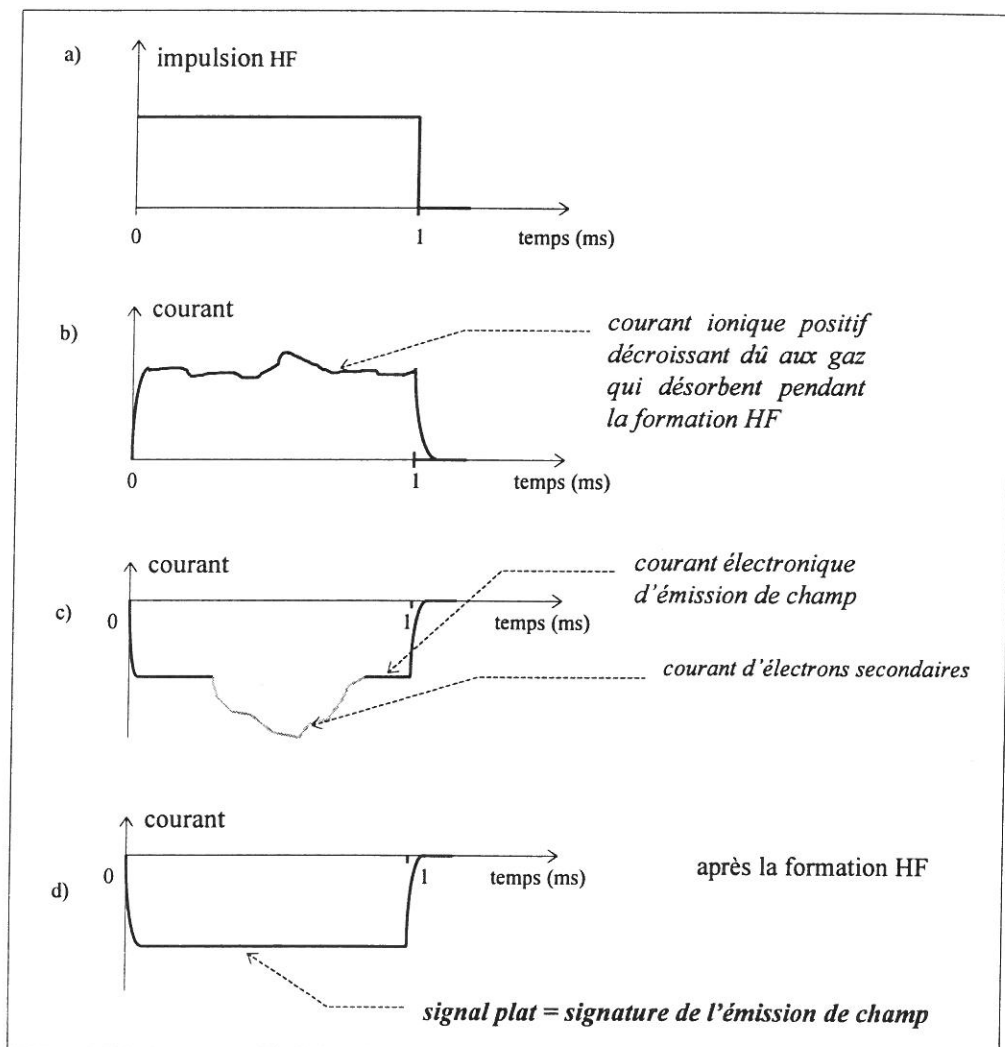


Figure III-10 Chronologie des réponses temporelles du courant montrant les instabilités observées et la réelle signature du courant d'émission de champ. Les temps de montée et de descente sont dus au filtrage du bruit.

De leur analyse, nous en avons déduit un protocole expérimental permettant d'extraire le courant d'émission de champ.



### *III.2.1 Multipactor à l'intérieur du transformateur quart d'onde*

Qualitativement, lorsqu'un électron vient frapper la surface d'un métal, celui-ci émet des électrons secondaires, dans un rapport maximum de un à trois pour un électron incident, selon l'état de surface. Ces électrons secondaires sont initialement peu énergétiques (quelques eV). Ils sont accélérés et vont à leur tour heurter les surfaces proches en produisant un effet de résonance électronique en champ HF. Communément appelé phénomène de « multipactor », il peut conduire à une avalanche électronique qui accroît d'autant la dissipation de puissance HF.

Pour un champ relativement faible (autour de 10 MV/m), nous observons un courant électronique important, de plusieurs milliampères parfois. Cette manifestation qui tend à disparaître très vite (jusqu'au niveau du bruit) quand  $E_{\text{crête}}$  augmente est interprétée comme étant due au « multipactor » prenant naissance à l'intérieur du transformateur quart d'onde. Il réapparaît dès lors que nous revenons dans la gamme de champ en question. Ces électrons frappant la sonde sont toutefois peu énergétiques dans la mesure où la valeur relative du champ n'est que de 0,1 % du champ crête. D'autre part, l'antenne n'est distante du corps de la cavité que de 0,5 mm. Notons cependant que le « multipactor » ne gêne aucunement les mesures d'émission de champ. En effet la plupart des sites émetteurs ne se manifestent que pour des niveaux de champs bien supérieurs.

### *III.2.2 Ions positifs*

Dès que le champ dépasse une quinzaine de mégavolts par mètre, ou en présence d'un vide résiduel moyen ( $10^{-6}$ - $10^{-5}$  mb), on détecte un courant positif important. Son amplitude aléatoire et chaotique peut dépasser 10 mA pour une puissance injectée plus importante. Ceci peut être lié, soit à des ions positifs frappant l'antenne collectrice, soit à des électrons la quittant. Aux pressions considérées, la section efficace d'ionisation est normalement très faible<sup>[78,79]</sup>. Cependant la première hypothèse paraît être la plus probable puisque leur apparition est toujours corrélée avec une remontée de l'indicateur de pression de la cavité. Les bouffées de gaz dans le vide sont synchronisées avec les impulsions HF. Après un certain laps de temps compris entre 15 et 30 mn, les amplitudes du courant et des remontées de pression diminuent simultanément. Lorsque la pression avoisine quelques  $10^{-7}$  mb, nous observons alors un courant négatif stable que nous interprétons comme étant la signature de l'émission de champ.

Le courant positif recueilli (corrélé avec les remontées de pression) suggère qu'une décharge<sup>[80]</sup> se produit entre l'échantillon et la sonde de courant. Les désorptions, par exemple provoquées par le chauffage inductif HF, peuvent générer une forte pression (par rapport au vide résiduel) localisée dans la zone où le champ est maximal et considérablement renforcer la fréquence d'ionisation. On peut montrer que les ions créés au voisinage de l'échantillon parviennent à l'antenne même en présence d'un champ alternatif et en dépit de leurs masses plus importantes. Plusieurs périodes d'oscillations leur sont nécessaires pour parcourir la

distance les séparant de l'antenne. Les calculs montrent que leurs énergies d'impact de quelques centaines d'électrons-volts est suffisante pour provoquer une désorption au niveau de l'antenne, renforçant alors la décharge. Il s'agit probablement de ce phénomène que nous observons, tels les « bouffées » de gaz, lorsqu'un échantillon, fraîchement soumis à l'air, est testé dans la cavité.

### *III.2.3 Electrons secondaires au niveau de l'antenne collectrice*

Les électrons émis à l'intérieur d'une cavité HF suivent en principe des trajectoires complexes. Lorsqu'ils heurtent les parois de la cavité, certains peuvent soit générer des électrons secondaires, soit être rétrodiffusés ailleurs dans la cavité. Les électrons secondaires et rétrodiffusés peuvent à leur tour frapper les parois de la cavité et créer la deuxième génération de secondaires et de rétrodiffusés, ainsi de suite...

Au niveau de l'antenne collectrice, la première génération d'électrons secondaires se trouve en présence d'un champ électrique qui tend à les repousser vers la sonde. La suppression d'électrons secondaires représente un avantage non négligeable de la cavité. Toutefois, dans la gamme de champ comprise entre 10 et 20 MV/m, nous pouvons observer des électrons que nous attribuons aux descendants des rétrodiffusés de première génération (voir figure III.10 c). Ils sont aisément identifiables car une petite polarisation continue de +5 volts suffit à repousser la majorité d'entre eux de l'antenne collectrice. L'amplitude du signal d'émission de champ n'est pas altérée par la polarisation de la sonde (nous avons déjà vu que l'énergie des électrons d'émission de champ était de plusieurs dizaines de keV). Ces brusques sauts de quelques milliampères gênent parfois les mesures, mais le phénomène tend à disparaître lorsque l'énergie des électrons incidents augmente. Nous constatons qu'il disparaît généralement en travaillant à des champs plus intenses.

### *III.2.4 Mesures de rayonnement X*

Lorsque des électrons de haute énergie viennent frapper un métal, ils cèdent leur énergie cinétique sous forme de photons X par rayonnement de freinage dans le champ du noyau ou *bremssstrahlung*, et par ionisation. Pour des énergies incidentes allant jusqu'à quelques MeV, l'ionisation est prépondérante. L'énergie rayonnée est proportionnelle au produit du numéro atomique de la cible par le carré de l'énergie des électrons. La largeur spectrale des photons X s'étend pratiquement de l'énergie nulle jusqu'à la valeur maximale possible, correspondant à celle des électrons incidents<sup>[81]</sup>. Les photons de faible énergie ont une plus grande probabilité d'apparition que ceux de haute énergie. Le nombre de photons varie inversement avec l'énergie croissante pour s'annuler exactement au niveau de l'énergie incidente des électrons. La mesure du rayonnement X émis par les cavités constitue l'un des moyens de diagnostiquer la présence de l'émission de champ. Il est ainsi possible, par la mesure du spectre énergétique des X, d'en déduire indirectement la valeur du champ électrique crête régnant dans la cavité.

Les mesures<sup>[82]</sup> ont été réalisées à l'aide d'un cristal cylindrique de NaI (75 mm × 75 mm), dont le blindage externe était constitué d'un cylindre de plomb de 5 mm d'épaisseur. Placé à 10 cm de la cavité, l'ensemble était muni d'un collimateur de 10 mm de diamètre en regard. Un photomultiplicateur transformait la lumière émise par le cristal de NaI en signal électrique. Celui-ci était ensuite envoyé vers un analyseur multicanal Silena. La calibration des canaux s'est effectuée en prenant des sources de rayons X connues :  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  et  $^{231}\text{Am}$ . La figure III.11 représente un spectre énergétique typique d'émission de champ dans lequel l'énergie incidente des électrons est déduite en considérant l'énergie maximale détectée.

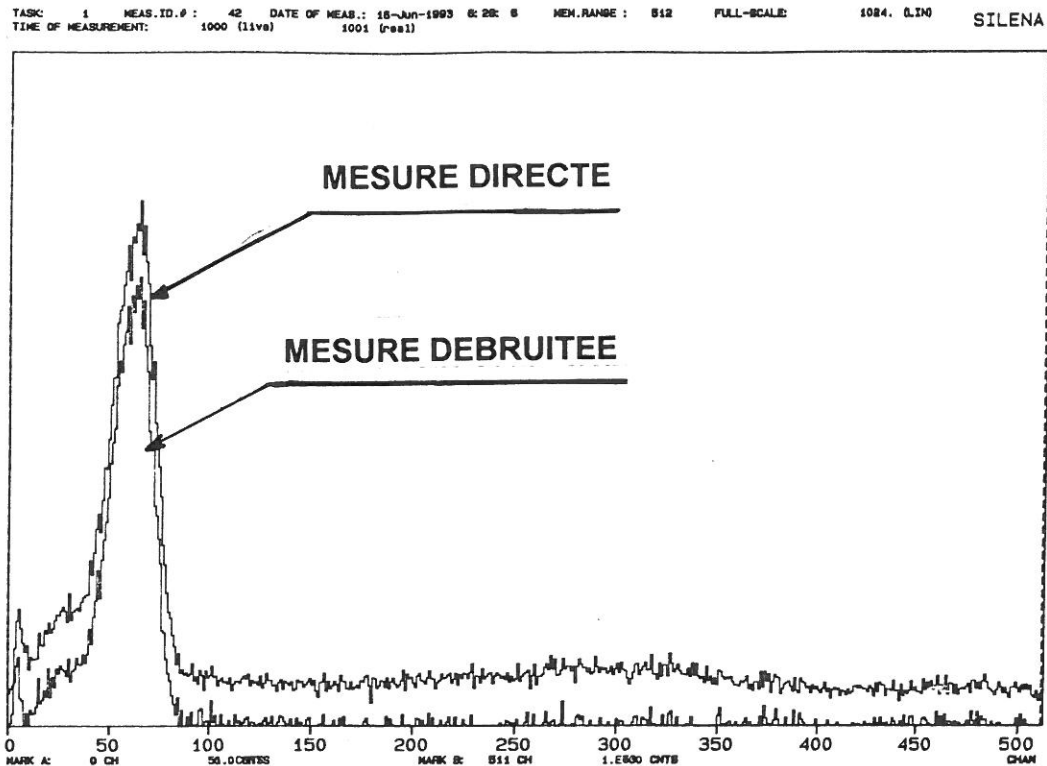


Figure III-11 Spectre de rayons X provenant d'électrons frappant l'antenne collectrice.  
Chaque canal en abscisse représente 1,06 keV.

Les spectres ont été mesurés pour quelques valeurs de champ crête. Les points expérimentaux donnant l'énergie des électrons en fonction du champ sont représentés sur la figure III.12 et comparés avec la courbe théorique de la figure III.8b. On constate un bon accord entre ces résultats, ce qui montre une fois de plus que le champ électrique maximal a été correctement évalué. Il convient de noter que les mesures conduisent à des valeurs relativement plus élevées (12%) que ce qui était attendu. Deux explications sont avancées pour en rendre compte. 1/ Tout d'abord ceci peut être dû à un effet d'empilement d'évènements : en effet il existe une certaine probabilité pour que deux photons de même énergie  $\varepsilon$  soient détectés simultanément. Ils sont alors assimilés comme étant un photon d'énergie  $2 \times \varepsilon$ . Il en résulte un élargissement de quelques pour-cent du spectre en question. 2/ Les champs électriques représentés en abscisse correspondent aux champs macroscopiques de surface. Or nous savons que l'émission de champ sur les électrodes larges est due à un effet de renforcement local par un facteur  $\beta$  voisin de 100. Les électrons émis pourraient être accélérés

par un champ  $\beta E_{\text{macro}}$  sur une distance suffisamment longue. Le cumul de ces deux effets expliquerait la légère augmentation de l'énergie d'impact des électrons.

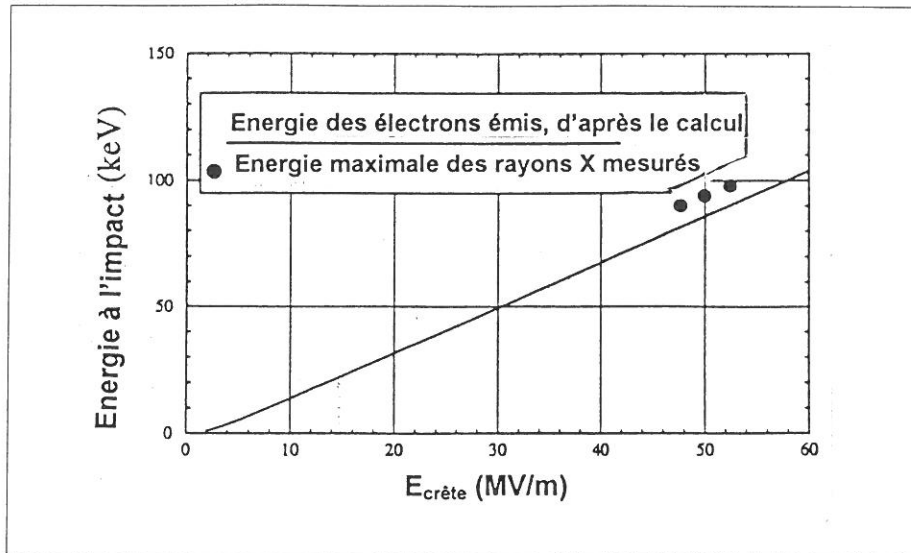


Figure III-12 Energie d'impact des électrons en fonction du champ électrique. Les trois points représentent les valeurs déduites des mesures de spectre des rayons X à trois niveaux de champs différents.

### III.3 Protocole expérimental

Les différentes pièces de la cavité et les échantillons subissent un traitement spécifique. Sauf mention contraire, les échantillons étudiés sont préparés par l'un des procédés décrits ci-dessous.

#### III.3.1 Préparation chimique et montage des échantillons dans la cavité

##### III.3.1.1 Nettoyage de la cavité

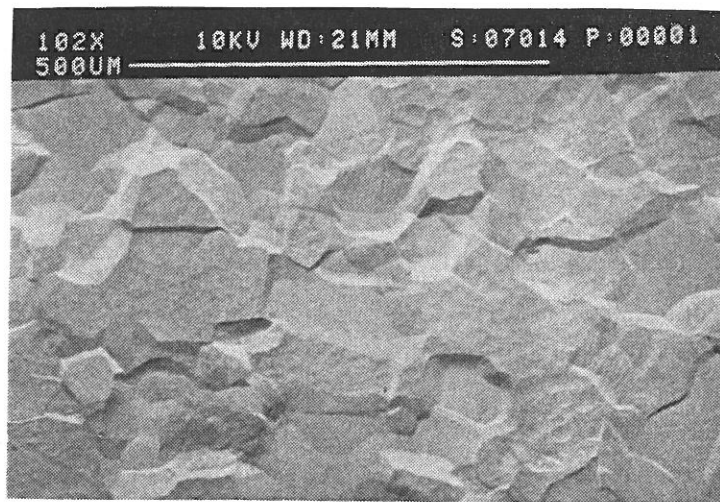
Toutes les pièces de la cavité subissent un dégraissage ultrasonique dans une solution chaude de détergent alcalin pendant 10 mn. Les passages étanches sont dégraissés à part : ils sont introduits dans un bécher rempli d'éthanol, puis placés dans un bac à ultrasons pendant la même durée. Toutes les pièces sont ensuite rincées à l'eau ultra pure, ultra filtrée, désionisée 15 M $\Omega$  (PFD). Après le rinçage, les parties cuivrées de la cavité sont désoxydées par immersion dans une solution acide « cuivrol » pendant 20 s puis abondamment rincées à l'eau PFD.

Toutes les pièces sont transportées immergées dans un bac d'eau PFD vers une pièce où elles sèchent sous flux laminaire de classe 100000 (endroit dit « zone grise »).

##### III.3.1.2 Procédure de nettoyage chimique à Saclay

Tous les échantillons en niobium fabriqués à Saclay subissent préalablement le même dégraissage ultrasonique et rinçage que les pièces de la cavité. Puis ils sont soumis à l'attaque chimique décrite ci-dessous.

On utilise le même bain d'acides que celui utilisé pour les cavités supraconductrices. Il s'agit d'un mélange d'acide fluorhydrique (HF), d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) et d'acide orthophosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) dans les proportions volumiques relatives 1.1.2 respectivement. La vitesse d'attaque du mélange est de 1 µm/mn/face. Lorsque les échantillons viennent des ateliers d'usinage, la durée de la première attaque est de 50 mn afin d'ôter les parties écrouies. Après le décapage chimique les échantillons sont rincés à l'eau PFD et séchés en zone grise sous flux laminaire. Certains échantillons sont amenés à être utilisés plusieurs fois. Nous considérons qu'un décapage de 10 µm suffit à renouveler l'état de surface initial. Après attaque chimique, les mesures<sup>[83]</sup> révèlent une rugosité de surface de  $r_a$  de l'ordre de 3 µm. Pour des échantillons n'ayant pas reçu un traitement thermique, la taille des grains de niobium est comprise entre 50 et 70 µm (voir figure III.13). Une fois exposé à l'air, une couche d'oxyde naturelle et isolante (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) de 60 Å d'épaisseur<sup>[84]</sup> se forme sur le métal. La figure III.13 permet de se représenter l'état de surface après traitement chimique.



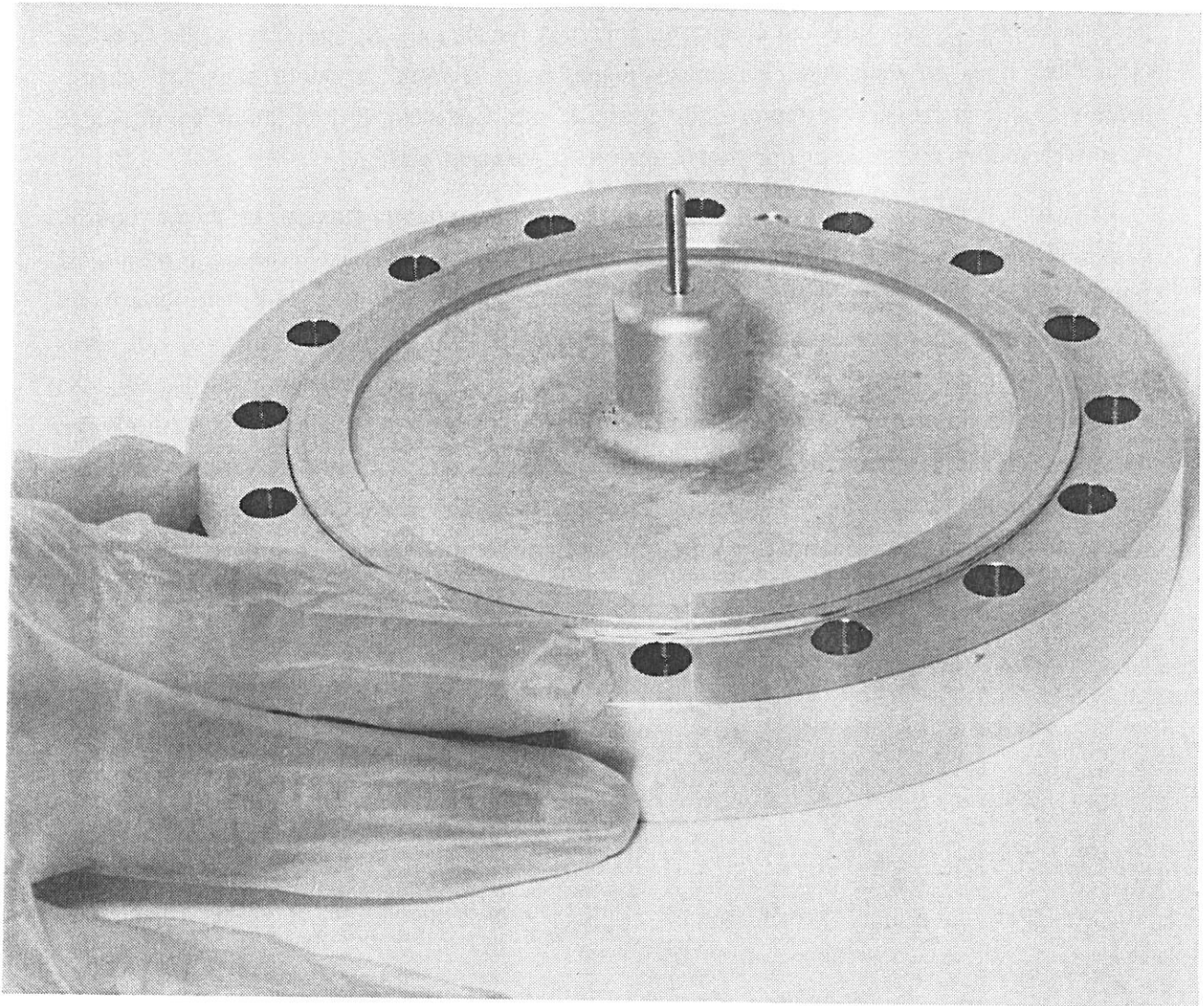
*Figure III-13 Etat de surface d'un échantillon de niobium ayant subi un décapage chimique 50 µm.*

### III.3.1.3 Transport et étapes de montage d'un échantillon dans la cavité

Après le séchage en zone grise, la cavité y est remontée avec un échantillon. L'ensemble est ensuite transporté sous sachet plastique fermé vers le dispositif expérimental pour être relié, sous flux laminaire, au banc de pompage. L'ouverture très lente des vannes des pompes permet de limiter l'apparition des régimes turbulents. La cavité est ensuite étuvée à 250 °C pendant 48 heures à l'aide de cordons chauffants.

Les autres échantillons propres sont soigneusement conservés enfermés dans une boîte en plastique propre. Ils sont maintenus en position verticale par vissage sur un socle de la partie basse filetée. Des précautions extrêmes sont prises afin d'éviter tout contact mécanique avec la partie hémisphérique de l'échantillon. Nous verrons que cette procédure est très efficace pour garantir leur propreté vis à vis des poussières et des rayures. Une fois les mesures HF terminées, le remplacement d'un échantillon s'effectue sous flux laminaire. La figure III.14 permet d'avoir une idée de l'échelle.





*Figure III-14 Couvercle de la cavité avec un échantillon monté sous flux laminaire.*

### ***III.3.2 Formation HF et analyse Fowler-Nordheim***

A la lumière des phénomènes exposés dans la partie III.2, nous définissons un protocole expérimental grâce auquel les mesures de courant émis par le même échantillon ont une bonne reproductibilité. La condition préalable à toute mesure en puissance consiste à s'assurer que la fréquence de résonance de la cavité soit proche du milieu de la bande passante du klystron. Cette précaution est nécessaire en raison de la dérive en fréquence entraînée par l'échauffement de la cavité à forte puissance, même en travaillant avec un cycle utile de 0,1 %.

Lorsque la pression dans la cavité est parvenue à  $10^{-7}$  mb, les impulsions HF sont délivrées par le klystron vers la cavité avec un cycle utile constant (typiquement 3 ms/800 ms). La progression jusqu'à la puissance maximale disponible s'effectue en 20 à 30 minutes, au cours desquelles nous observons successivement le multipactor, les électrons secondaires, les ions,

les fluctuations de la jauge à vide, et parfois l'émission de champ. Les mesures de courant pendant la *première* montée en champ ne sont pas fiables car fortement perturbées par les instabilités dues au dégazage. En conséquence, nous laissons la cavité sous fort champ jusqu'à ce que la pression revienne à quelques  $10^{-7}$  mb. Cette étape, dont la durée varie entre 45 et 90 minutes, constitue ce que nous appelons la *formation HF*.

Une fois cette étape franchie, les mesures courant-champ suivent la même courbe exponentielle aussi bien en champ décroissant qu'en champ croissant, comme le montre la figure III.15a. Les points expérimentaux, représentés en coordonnées de Fowler-Nordheim HF montrent un comportement linéaire (voir figure III.15b). Ils nous confirment que nous sommes bien en présence d'émission de champ en HF et justifient notre choix de représentation de  $\ln(I/E^{2.5})$  en fonction de  $1/E$ . Une interpolation linéaire par la méthode des moindres carrés permet d'extraire le coefficient  $\beta$  de renforcement du champ et l'aire émissive  $S$  caractérisant le site émetteur dominant (voir § V.1.2.1), moyennant l'hypothèse que le travail de sortie du métal (4 eV pour le niobium) soit constant.

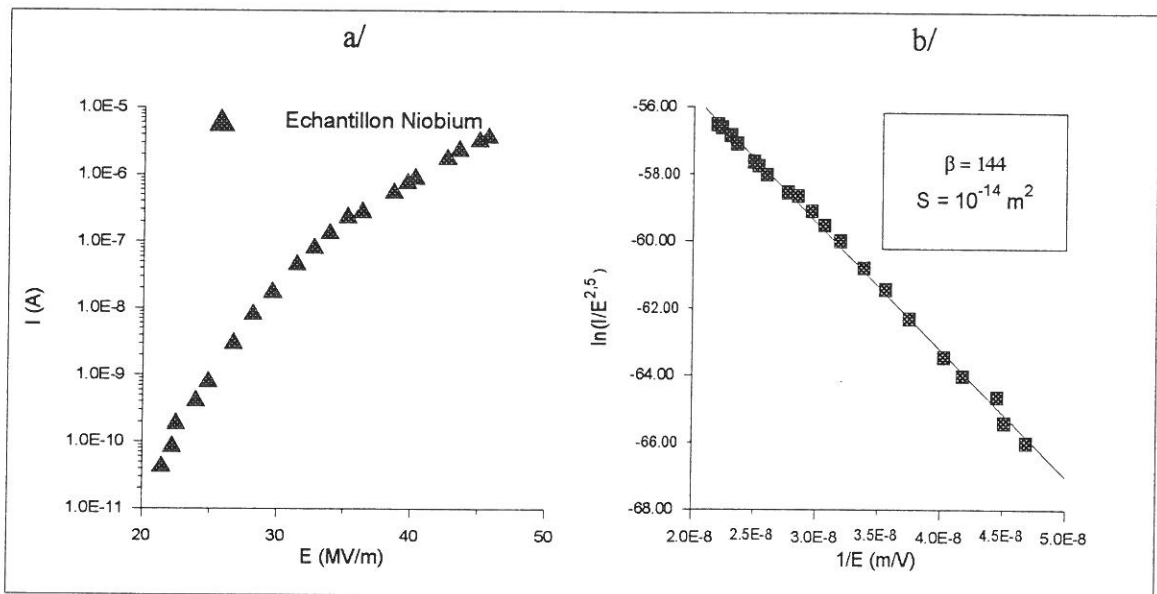


Figure III-15 Courbes typiques d'un site émetteur : a/ représentation du courant mesuré en fonction du champ électrique ; b/ représentation en coordonnées de Fowler-Nordheim : on en déduit les caractéristiques ( $\beta$ ,  $S$ ) par la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite. Le coefficient de corrélation est de 0,99757.

Entre deux tests HF, espacés de quelques jours, sur un même échantillon placé sous bon vide, nous constatons qu'il est nécessaire de procéder à une nouvelle formation HF. En effet, les mêmes phénomènes parasites apparaissent, bien que la durée de formation soit généralement plus courte. Ceci peut être expliqué par le fait que certains gaz aient pu se réadsorber sur les parois de la cavité, même sous une très faible pression partielle de  $10^{-9}$  mb<sup>[12]</sup>. Néanmoins, cette seconde mesure fournit les mêmes caractéristiques que celles relevées auparavant (voir figure III.16) et nous conforte quant à la reproductibilité des mesures.

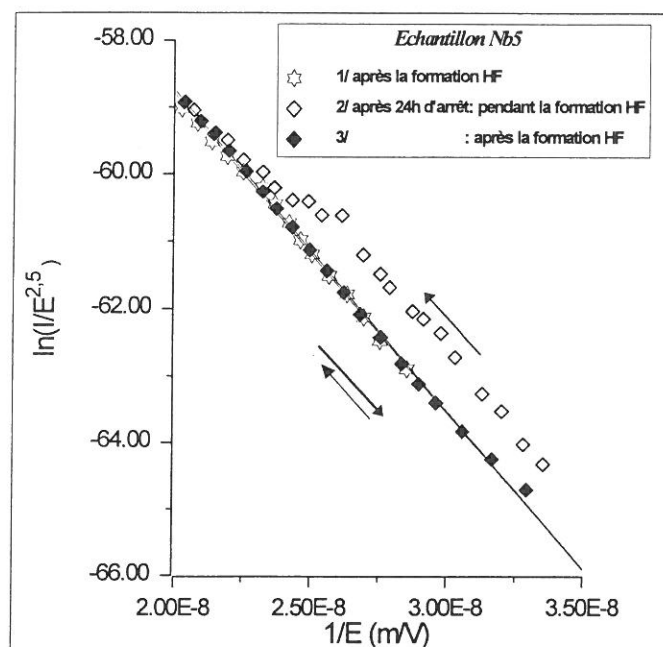


Figure III-16 Action des gaz adsorbés et reproductibilité des mesures. Les coefficients de corrélation des courbes (1) et (3) sont respectivement de 0,9969 et 0,9985. Les flèches indiquent le sens de progression de la mesure.

### III.4 Le microscope électronique à balayage équipé d'un dispositif porte-pointe pour l'étude de l'émission électronique en champ continu

Le dispositif expérimental que nous allons décrire ici a été développé par le Service d'Etudes des Accélérateurs à Saclay<sup>[85]</sup>. Son exploitation par M. Jimenez a fait l'objet d'une thèse<sup>[45]</sup> soutenue en 1994. Cet appareillage étant amplement décrit dans la littérature, nous n'en proposons qu'une description sommaire. Bien qu'il ne s'agisse pas de notre appareillage principal, il constitue néanmoins un outil d'étude complémentaire précieux.

#### III.4.1 Description du microscope

Les études locales de surface sont réalisées dans un microscope électronique à balayage (MEB) de la gamme commerciale Stereoscan 120, provenant de la société Cambridge. Le principe de l'imagerie du MEB est celui d'un balayage de la surface étudiée par un faisceau électronique de faible section (quelque 10 nm de diamètre). En recueillant les électrons secondaires ou rétrodiffusés par l'échantillon, on forme ainsi une image reflétant plusieurs aspects : la topographie, le contraste de numéro atomique ou de charge électrique, ou encore l'orientation cristalline de la surface. Outre une très grande profondeur de champ, l'appareil permet un grossissement de 150000 fois de telle sorte que dans les meilleures conditions opératoires, la résolution ultime du MEB est de 50 Å. Le présent microscope ne possède



qu'un détecteur d'électrons secondaires, raison pour laquelle les micrographies incluses dans le manuscrit ne sont réalisées qu'avec cette visualisation.

L'échantillon étudié est solidaire d'une platine porte-échantillon. Celle-ci possède cinq degrés de liberté : translations motorisées dans les trois directions de l'espace (x, y, z), un degré de rotation d'axe x et un degré de rotation d'axe z. Il est également possible d'effectuer un mouvement de translation dans le plan yOz.

L'étude de la composition chimique élémentaire d'un échantillon est possible grâce à la détection du rayonnement X émis par bremsstrahlung. Le cristal de détection en SiLi est refroidi à l'azote liquide afin de réduire les bruits. Lorsque le détecteur est utilisé sans fenêtre de protection, nous pouvons déceler la présence d'éléments légers (C, N, O). L'analyse des spectres énergétiques (Link) est effectuée par un ordinateur. Nous avons souvent recours à ce type d'analyse que nous appellerons par la suite E.D.X. (Energy Dispersive X ray analysis).

La principale limitation que l'on peut opposer au MEB est le vide résiduel moyen régnant dans la chambre. L'emploi de joints toriques pour en assurer l'étanchéité ne permet pas d'avoir un vide meilleur que  $10^{-6}$  mb.

### III.4.2 Description du dispositif continu

Le dispositif d'étude de l'émission de champ en continu est implanté dans la chambre du MEB. L'anode, reliée à une alimentation haute tension positive (0 +6kV), est constituée d'un bras porte-pointes, mobile dans les trois directions de l'espace (x, y, z). Nous utilisons deux types d'anode : la première, obtenue par polissage mécanique, est plane ( $300 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ ) ; la seconde est une aiguille fine, dont l'extrémité pointue a été obtenue par polissage électrolytique. Le rayon de courbure à l'apex de ce type de pointe peut être inférieur à  $10 \mu\text{m}$ . Le matériau utilisé pour cette électrode est le tungstène (voir figure III.17).

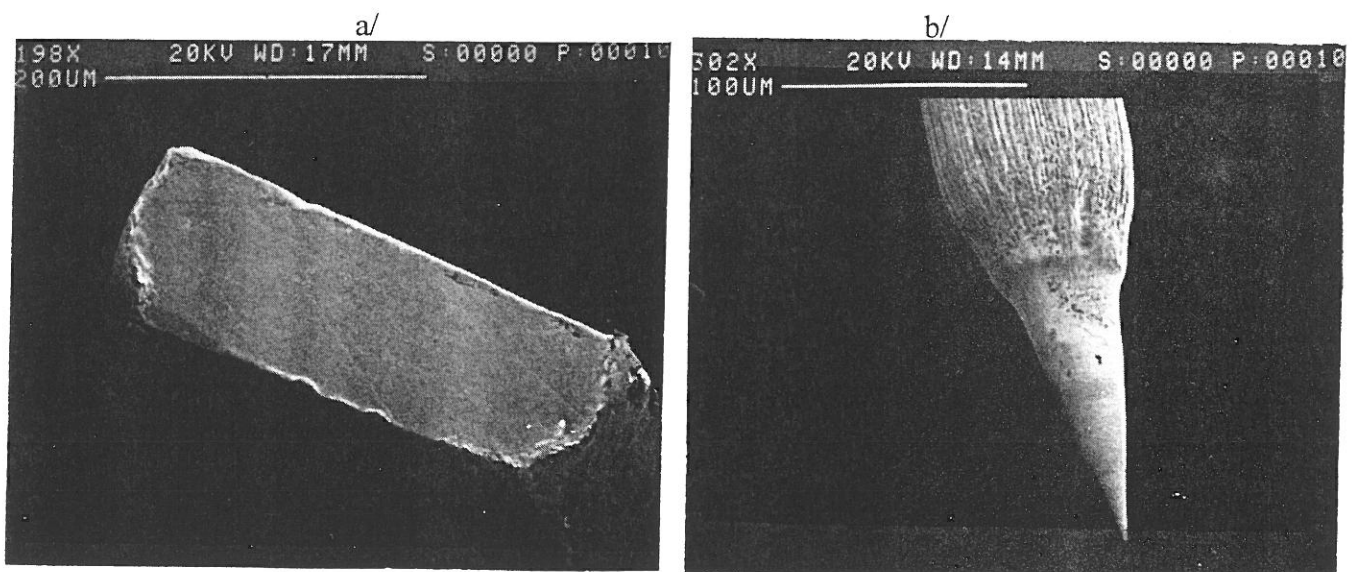


Figure III-17 a/ anode plane ( $100 \times 300 \mu\text{m}$ ) et b/ anode pointue.

Le bras porte-pointes peut être escamoté pour les besoins de l'imagerie. La cathode plane, solidaire de la platine porte échantillon, est à un potentiel nul. Des résistances de 100 MΩ assurent la protection de l'alimentation et du picoampèremètre (Keithley 486) vis à vis des décharges. La vérification de la fiabilité de cet équipement (alimentation haute tension, picoampèremètre, résistances de protection...) a été réalisée précédemment<sup>[45]</sup>. Le niveau du bruit de mesure du courant est inférieur à 0,3 pA. L'ensemble du dispositif est schématiquement représenté sur la figure III.18.

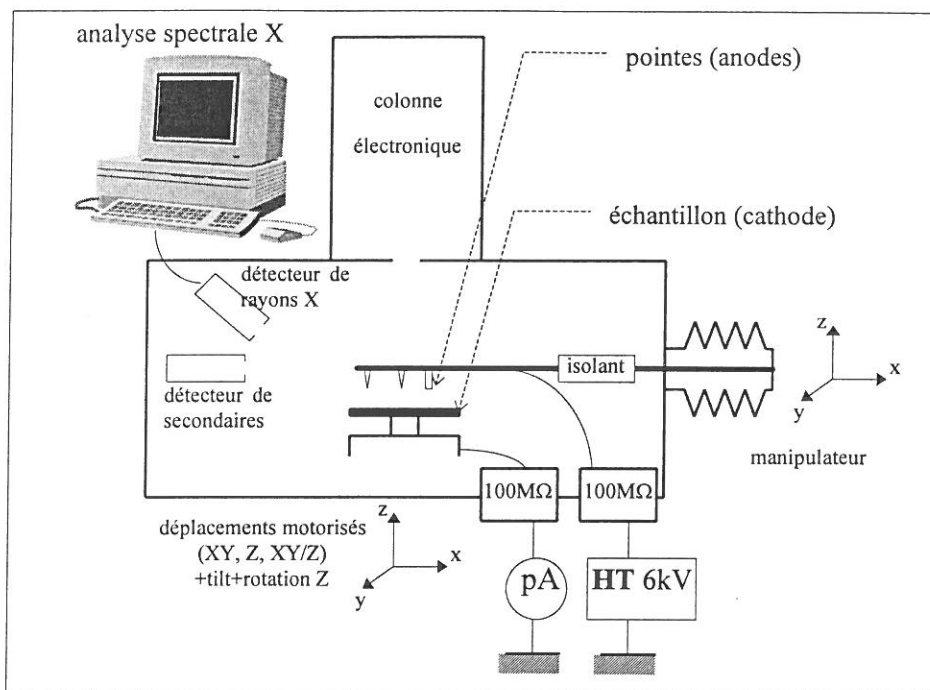


Figure III-18 Schéma du dispositif expérimental en continu implanté dans la chambre d'un microscope électronique à balayage.

### III.4.3 Protocole expérimental

Le réglage de la distance interélectrode s'effectue par translation verticale de l'échantillon vers la pointe jusqu'à ce qu'un contact électrique s'établisse. La distance est ensuite réglée à l'aide de la vis micrométrique commandant le déplacement vertical du porte-pointes. Cette technique est entachée d'une erreur relative de 10 %. La motorisation pas à pas de la platine porte-échantillon est asservie au grossissement. A fort grossissement, le déplacement minimal sur un pas est de  $2,3 \mu\text{m} \pm 0,2$ . Le champ électrique appliqué sur l'échantillon est simplement obtenu par le rapport de tension lue  $V$  sur la distance interélectrode  $d$ . Il convient toutefois de tenir compte des résistances de protection de  $200 \text{ M}\Omega$ , lorsque le courant capté à l'anode excède  $100 \text{ nA}$ . La chute de potentiel dans les résistances ne peut plus être négligée et le champ s'exprime par :

$$E_{\text{appliqué}} = \frac{V - (R_{\text{protection}} \times I_{\text{cathode}})}{d} \quad (\text{III.17})$$

La localisation des sites émetteurs se fait en deux étapes. 1/ Nous positionnons tout d'abord l'anode plane au-dessus de l'échantillon. Le balayage sous champ constant s'effectue par un mouvement dans un plan perpendiculaire à l'anode. Une augmentation du courant en un point donné indique la position approximative d'un site émetteur. 2/ Après substitution de l'anode plane par l'anode pointue, on réalise un balayage fin. La position relative d'un site émetteur est obtenue en recherchant le maximum de courant pour un champ donné, avec une précision qui est celle du pas minimum de la motorisation.

**Remarque** : La polarisation de l'anode modifie les lignes de champ à l'intérieur de la chambre du MEB. Il en résulte une déviation des électrons secondaires pour la formation de l'image. Par conséquent l'imagerie du microscope et l'étude de l'émission de champ ne peuvent se faire simultanément.

Les mesures courant-champ d'un site émetteur sont ensuite analysées dans un diagramme de Fowler-Nordheim représenté par l'équation I.9. En traçant  $\ln(I/E^2)$  en fonction de  $1/E$ , nous en déduisons les caractéristiques ( $\beta$ ,  $S$ ) de l'émetteur, avec l'hypothèse sous-jacente que le travail de sortie de la cathode demeure constant. Les échantillons provenant de la cavité HF s'adaptent parfaitement dans l'appareillage que nous venons de décrire. Grâce au protocole adopté pour la conservation et le transport des échantillons, nous montrerons que les trajets nécessaires à leur transfert vers l'un ou l'autre dispositif à peu d'incidence sur les caractéristiques d'émission. Les atouts majeurs du microscope associé à ses équipements et à la cavité résonante peuvent se résumer ainsi :

- 1/ localisation précise des sites émetteurs,
- 2/ étude morphologique et analyse de la composition chimique élémentaire des sites émetteurs,
- 3/ comparaison de l'émission électronique en champ continu et en haute fréquence.

# Chapitre IV

## Les sites émetteurs

**IV.1 Les sites émetteurs naturels**

**IV.2 La contamination par des poussières**

**IV.3 Les défauts géométriques**

**IV.4 Effets thermiques**

**IV.5 Evaluation expérimentale de la résistance thermique de contact d'une particule posée sur un substrat**



# Les sites émetteurs

Nous rappelons que les sites émetteurs sont des zones ponctuelles microniques ou submicroniques présentes à la surface d'une cathode large, et sont susceptibles d'émettre des électrons dans le vide pour des niveaux de champs électriques appliqués anormalement faibles. Les électrons sortent typiquement pour des champs cent fois plus faibles que ne le laisse prévoir la théorie de Fowler-Nordheim. Nous avons fréquemment mentionné les termes de « sites émetteurs » tout au long du manuscrit sans les caractériser autrement que par les coefficients ( $\beta$ ,  $S$ ). Le présent chapitre aborde leurs descriptions et les différents classements auxquels ils se rattachent. Après l'analyse des mesures expérimentales obtenues avec la cavité HF, nous décrivons leurs manifestations physiques observées à l'aide du MEB et proposons des interprétations quant à leurs origines.

## IV.1 Les sites émetteurs naturels

Cette première partie repose sur une étude statistique réalisée par M. Jimenez<sup>[45]</sup>. Les raisons pour lesquelles nous pouvons raisonnablement extrapoler ses résultats à notre cas tiennent aux faits suivants : les infrastructures et les installations d'une part, les matériaux et le protocole de décapage chimique des échantillons en niobium d'autre part, sont communs. Par la suite, ces résultats ainsi que les nombreuses discussions communes nous ont servi de base aux expériences menées dans la cavité réentrante.

### *IV.1.1 Identification*

Nous définissons un site émetteur naturel comme étant un site n'ayant pas été introduit intentionnellement sur la surface. Ils ont été identifiés sur des électrodes planes de taille centimétriques préparées selon le protocole défini au paragraphe III.3.1.2. Celles-ci ont été imagées au préalable afin de repérer, par leurs coordonnées ( $x$ ,  $y$ ), toutes les singularités de surface. Par opposition, une surface non émettrice dite « vierge » se caractérise par une absence d'émission pour un champ électrique appliqué supérieur à 150 MV/m. Le mouvement de balayage de l'anode au-dessus de la cathode est ensuite effectué sous champ constant. Le résultat de cette étude conduit à une distinction entre deux familles de sites émetteurs :

*défauts géométriques* : Il s'agit de zones de la surface dont la géométrie est très perturbée (figure IV.1.a). L'analyse par EDX de la composition chimique ne révèle la présence d'aucun autre élément que celle du matériau étudié. Nous les avons alors désigné en termes de **sites émetteurs intrinsèques**. Leur origine peut être due soit à un

contact mécanique accidentel, soit à une attaque chimique préférentielle. Ils sont peu nombreux à la surface et leur densité est inférieure à un défaut par  $\text{cm}^2$ . Bien qu'ils soient statistiquement peu représentatifs, ce sont de très bons sites qui, sous un champ de 40 MV/m peuvent émettre un courant stable de plusieurs microampères.

particules de contamination : Elles sont présentes à la surface des échantillons et leur origine peut être multiple : 1/ l'air environnant, 2/ le traitement de surface (dégraissage, décapage chimique, rinçage), 3/ le montage (visserie, joints...), 4/ le pompage. Les résultats présentés ici ne rendent compte que des effets globaux. Leur composition chimique élémentaire ne comprenant pas celle de l'électrode, ces sites sont désignés en termes de **sites émetteurs extrinsèques** (figure IV.1.b). La densité de particules de contamination est de l'ordre de 100 particules/ $\text{cm}^2$ . En raison d'une forte disparité d'un échantillon à l'autre, on peut dire que le cas le plus défavorable est celui où 5 à 10 % du nombre total de particules sont des sites émetteurs à partir de 40 MV/m. Nous insistons sur le fait qu'il n'a pas été observé de sites émetteurs ne rentrant pas dans une des deux catégories ci-dessus.

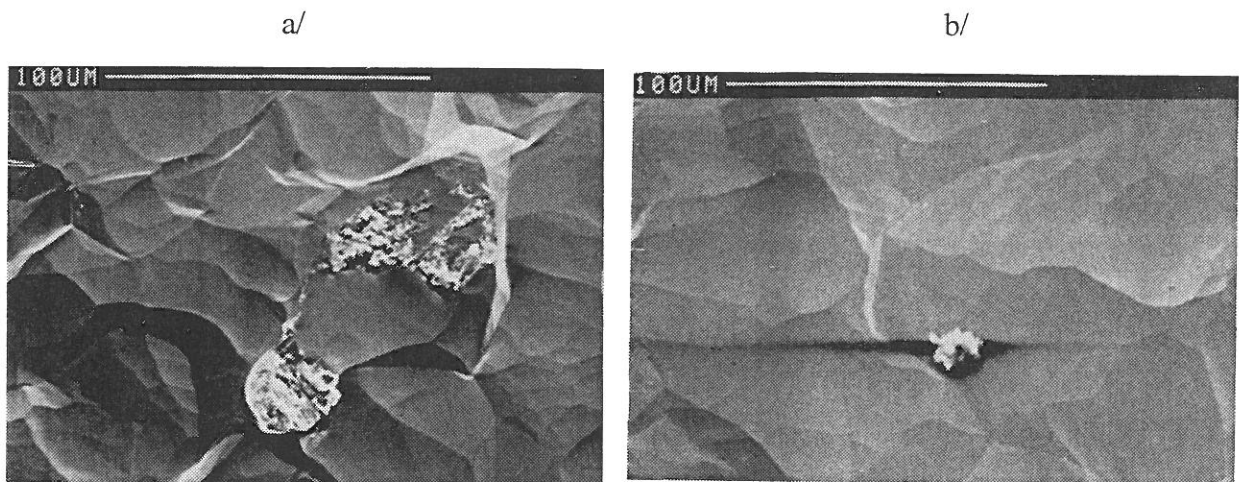


Figure IV-1 : Micrographies a/ d'un défaut géométrique naturel, b/ d'une particule de contamination naturelle sur un échantillon de niobium (d'après ref. 45).

## IV.1.2 Analyse des particules de contamination naturelle

### IV.1.2.1 Echantillons plans

Une analyse EDX portant sur près d'une centaine de particules émettrices ou non a révélé l'absence d'une corrélation entre la composition chimique préférentielle et leur aptitude à émettre (figure IV.2). Il est intéressant de noter que la taille des particules n'intervient pas non plus dans le critère en question.

**Remarque** : Le substrat est en niobium recouvert d'une couche d'oxyde de 6 nm. La taille de la zone d'interaction matière-électron (poire d'interaction) étant souvent supérieure à celle des particules, il n'est pas surprenant de voir une prédominance du niobium et de l'oxygène dans la fréquence d'apparition des éléments chimiques.



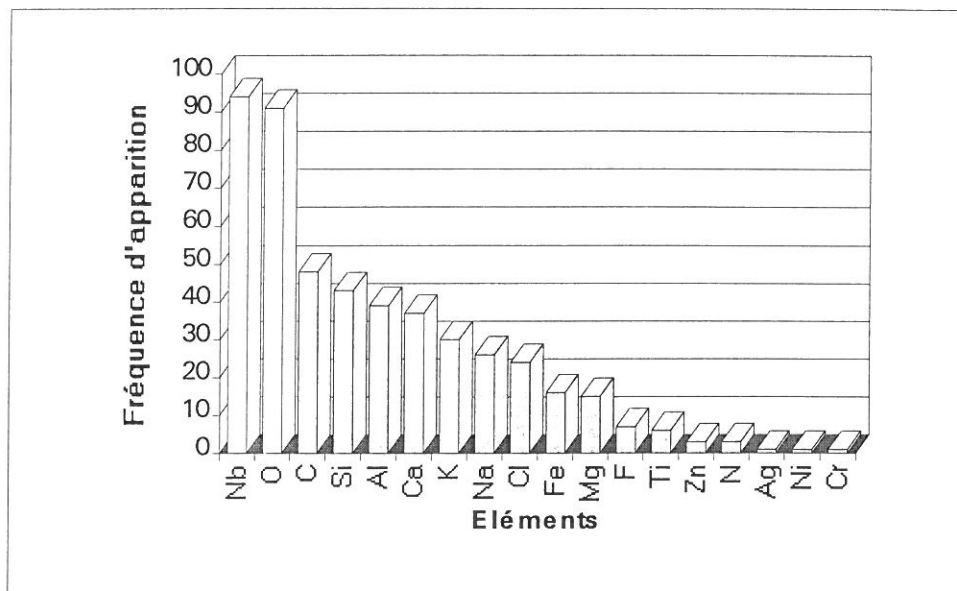


Figure IV-2 Fréquence d'apparition des éléments chimiques dans la composition des particules contaminantes (d'après ref. 45).

Toutefois, M. Jimenez a pu observer que la majorité des particules émettrices pouvaient écouler les charges du faisceau primaire du MEB. En d'autres termes, cela traduit leur caractère de bon conducteur électrique.

#### IV.1.2.2 Echantillons de type cavité

Certains échantillons testés dans la cavité HF ayant présenté une émission électronique « naturelle », ont été montés dans le dispositif en continu. Parmi deux d'entre eux, nous avons été en mesure de déterminer l'origine des sites émetteurs à faibles champs seuils. Chacun présentait à la surface respectivement, une particule d'indium et d'argent. L'étanchéité de la cavité était assurée par des joints d'indium. Afin d'éviter les problèmes de grippages lors du montage, nous avons eu recours à des vis argentées, le dépôt d'argent tenant lieu de lubrifiant. Ces observations nous ont conduit à remplacer les vis argentées par des vis en inox, puis à modifier légèrement la cavité pour n'utiliser que des joints « conflat » en cuivre.

#### IV.1.2.2 Discussion

Ces résultats montrent la nature ponctuelle des sites émetteurs naturels appartenant à l'une ou l'autre famille. Ils sont en accord avec les travaux déjà réalisés en régime de champ continu<sup>[86,23, 41]</sup> ou en HF<sup>[87,4]</sup>. Nous avons rappelé que les particules émettrices ont en commun une bonne conductivité électrique. Il s'agit d'un résultat important puisqu'il s'agit d'une corrélation entre une particule de contamination naturelle et son aptitude à émettre.

Cependant, cette étude souffre des disparités statistiques et du manque de reproductibilité des résultats de part et d'autre des deux familles de sites émetteurs. L'approche consistant à produire intentionnellement des émetteurs aux caractéristiques contrôlables sur les électrodes s'est imposée dès lors. Nous appliquons deux procédés aux échantillons amovibles de la cavité HF. Dans un premier temps nous les empoussiérons afin de nous rapprocher du cadre



des émetteurs naturels extrinsèques ; dans un deuxième temps, nous créons des défauts géométriques susceptibles de rendre compte du comportement des émetteurs naturels intrinsèques.

## IV.2 La contamination par des poussières

Les précédents résultats montrent que les particules de contamination naturelle sont le plus souvent à l'origine de l'émission électronique. Le succès rencontré par les travaux passés sur des empoussièrtements d'électrodes par des particules de carbone, d'aquadag ou de MoS<sub>2</sub> (voir § I.3.7), ou encore avec des particules métalliques<sup>[88,43]</sup> nous a encouragé dans cette voie en les transposant au domaine HF.

### IV.2.1 Protocole expérimental

Le protocole adopté comprend six étapes :

1/ Les échantillons en Nb utilisés pendant la campagne de mesures ont été préparés selon le processus chimique standard décrit dans le précédent chapitre.

2/ Afin d'ôter certaines ambiguïtés résultant à l'interprétation des résultats, nous nous sommes assurés que l'échantillon ne présentait aucune émission détectable dans la cavité jusqu'à 45 MV/m crête. Cette valeur de champ est la limite qu'il est possible d'atteindre avec un échantillon en Nb monté dans la cavité, à température ambiante. La superficie représentée par la partie exempte de sites émetteurs est d'environ 10 mm<sup>2</sup>.

3/ Les particules de contamination sont déposées sur l'échantillon par simple saupoudrage sur la surface préalablement nettoyée. Le nombre de particules déposées varie selon les besoins de 1 jusqu'à quelques centaines. En fonction du type d'expérience envisagé, nous employons un type de particules données. Nous effectuons ensuite une photo de la surface, en repérant certaines poussières en particulier. Généralement, le nombre de particules déposées est importante : il n'a pas été possible de mesurer l'émissivité de chacune d'elles. Nous pouvons nous baser sur les récents travaux de Jimenez, dont une partie fut consacrée à l'étude statistique des types de particules utilisées ici.

4/ L'échantillon ainsi pollué est remis dans la boîte étanche prévue à cet effet, puis transporté vers la cavité où il est monté. Le test HF consiste d'abord en une étape de formation durant laquelle nous décrivons plusieurs phénomènes. Lorsque le vide résiduel avoisine 10<sup>-7</sup> mb, les mesures courant-champ sont effectuées en champ décroissant, puis en champ croissant.

5/ L'échantillon est ensuite démonté puis rapidement transporté sous atmosphère d'azote pour une nouvelle observation au MEB sur les modifications éventuelles de la surface, ou des poussières contaminantes.

6/ Cette ultime étape consiste en l'utilisation du dispositif d'étude de l'émission de champ en continu implanté dans le MEB en vue d'une comparaison avec le domaine HF. Les résultats issus de cette étude en champ continu fait l'objet du chapitre suivant.

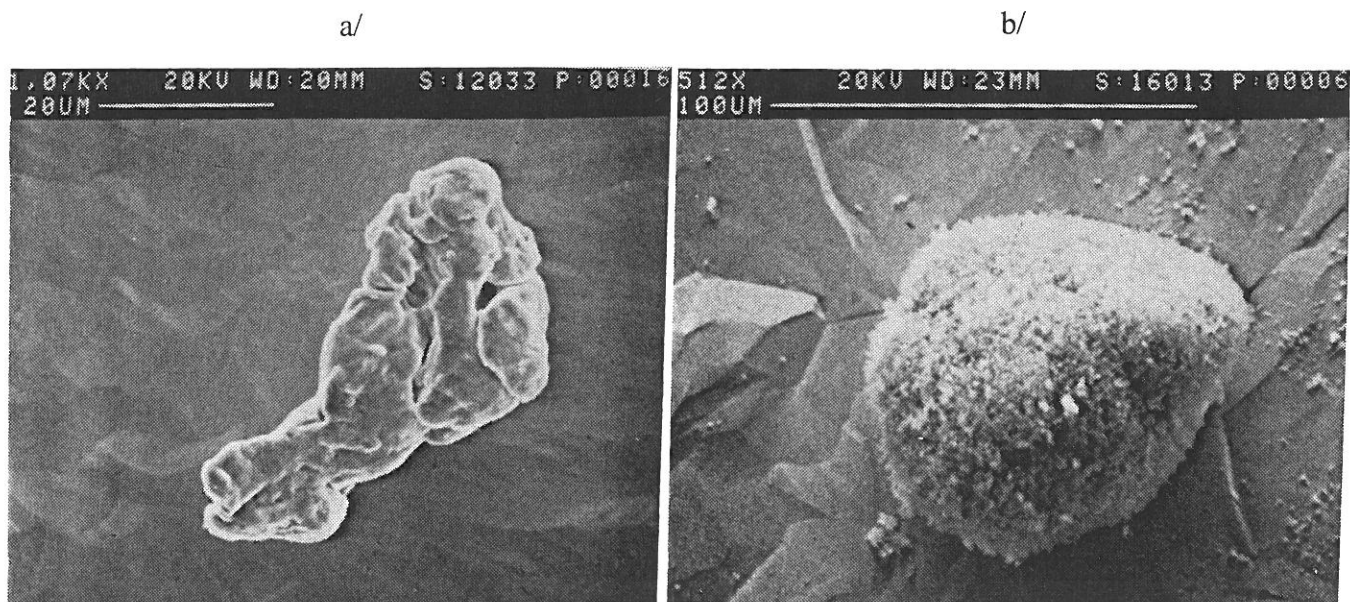
#### ***IV.2.2 Particules de contamination***

##### **IV.2.2.1 La contamination par des particules de fer**

En raison de la possible corrélation entre la nature conductrice et l'aptitude à émettre des électrons, nous avons choisi d'étudier les particules de fer, des études récentes et passées ayant montré leur forte émissivité<sup>[43, 34]</sup>. La pureté de la poudre de fer commerciale que nous avons à notre disposition est de 99,85 %. De forme quelconque, la taille des particules est inférieure à 60  $\mu\text{m}$ , mais la taille moyenne se situe vers 20  $\mu\text{m}$ . Dans son état naturel, le fer est recouvert d'une fine couche d'oxyde de fer  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  semiconductrice à faible gap ( $\sim 1$  eV). La figure IV.3.a montre une micrographie d'une particule de fer.

##### **IV.2.2.2 La contamination par des particules d'alumine**

Afin d'infirmer ou affirmer la même proposition sur la nature conductrice des sites émetteurs, nous avons eu recours à des particules isolantes. Nous disposons d'une alumine frittée de très grande pureté (99,99 %) élaborée en laboratoire. La fine poudre, dont la taille des grains est de 200 nm, s'agglomère pour former des particules de taille variable pouvant aller jusqu'à 200  $\mu\text{m}$ . A température ambiante, ce diélectrique possède un gap de 8 eV. La figure IV.3.b montre une micrographie d'une particule d'alumine.



*Figure IV-3 Micrographies d'une particule de fer (a) et d'une particule d'alumine (b)*

### *IV.2.3 Résultats expérimentaux*

La description des observations expérimentales ci-dessous s'applique pour des conditions opératoires données. Les paramètres pouvant influencer sur les résultats sont nombreux, d'autant que les sites émetteurs potentiels sont constitués de particules et peuvent subir des modifications. L'influence de certains paramètres expérimentaux est approfondie dans le chapitre consacré aux traitements de surface. Le mode opératoire est le standard décrit au paragraphe III.3.2. Ainsi les événements qui sont reportés correspondent au déroulement d'une expérience propre à chaque contaminant. Ils n'en demeurent pas moins représentatifs des expériences suivantes réalisées dans des conditions semblables.

#### **IV.2.3.1 La contamination par des particules de fer**

##### *a/ test HF :*

Le champ électrique dans la cavité est progressivement augmenté. Les premiers courants ont été détectés à partir de 5,3 MV/m. Nous attirons l'attention sur le fait qu'il s'agit du seuil d'émission mesurable le plus bas de toutes les expériences. A 6,3 MV/m, le niveau du courant atteignait 30  $\mu\text{A}$  et diminuait dans le temps pour disparaître brusquement au bout de 4 mn à champ constant. A 8,1 MV/m, l'intensité remontait à 53  $\mu\text{A}$ , décroissait lentement jusqu'à 13  $\mu\text{A}$ , puis disparut brusquement au bout de 13 mn. Au champ maximum, i. e. 43,6 MV/m, l'intensité semblait se stabiliser à 202  $\mu\text{A}$ . Rappelons qu'avant l'étape de contamination, l'émission électronique des échantillons était noyée dans le bruit de mesure ( $< 100 \text{ pA}$ ), à un niveau de champ supérieur à 40 MV/m.

A partir de cet instant, les mesures du courant en fonction du champ peuvent avoir lieu. Le caractère réversible de ces mesures n'est pas systématique. De brusques sauts de courants peuvent survenir, modifiant irréversiblement les caractéristiques précédentes. Nous interprétons ces variations brutales en termes de destruction ou de création d'un site émetteur. La figure IV.4 résume toutes les mesures réalisées sur plusieurs échantillons ainsi pollués.

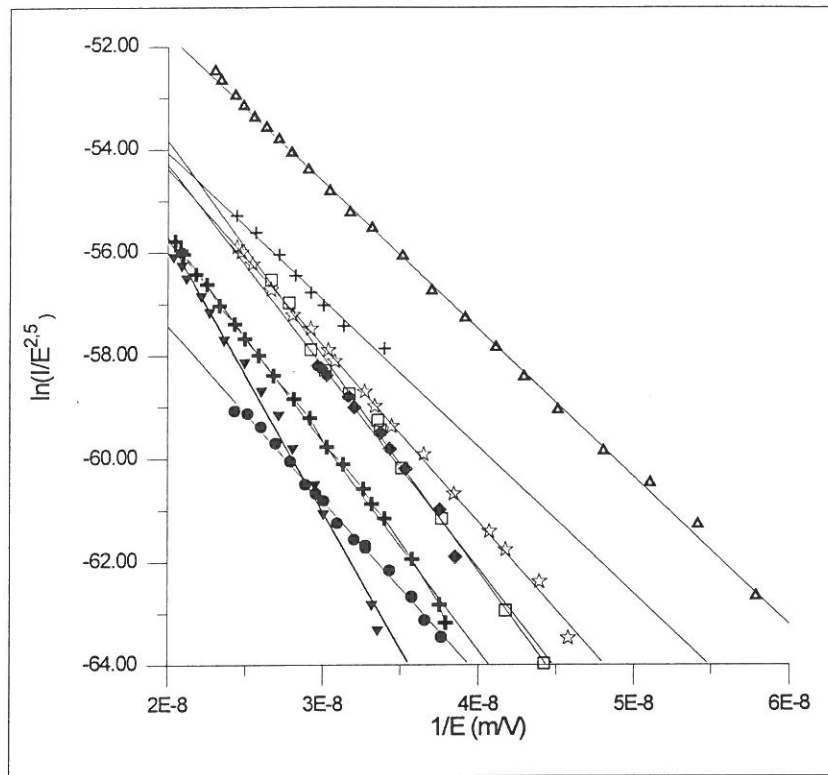


Figure IV-4 Diagramme de Fowler-Nordheim regroupant les mesures réalisées sur huit échantillons en Nb contaminés en particules de fer.

b/ observations de la surface, au MEB :

La figure IV.5 représente une vue d'ensemble de l'échantillon avant le test HF (a), et après test HF (b/ inclinaison de 45 ° et c/ vue de profil). On constate que les particules métalliques sont empilées et dressées perpendiculairement à la surface de l'échantillon, dans la direction des lignes de champ. Comme il est possible de le voir sur la figure IV.6.a, toutes les particules se dressent selon leur plus grande diagonale de telle sorte que la hauteur de certains empilements dépasse largement une centaine de microns. Un examen rapproché révèle la présence de plusieurs cratères de 5  $\mu\text{m}$  de taille (figure IV.6.b).

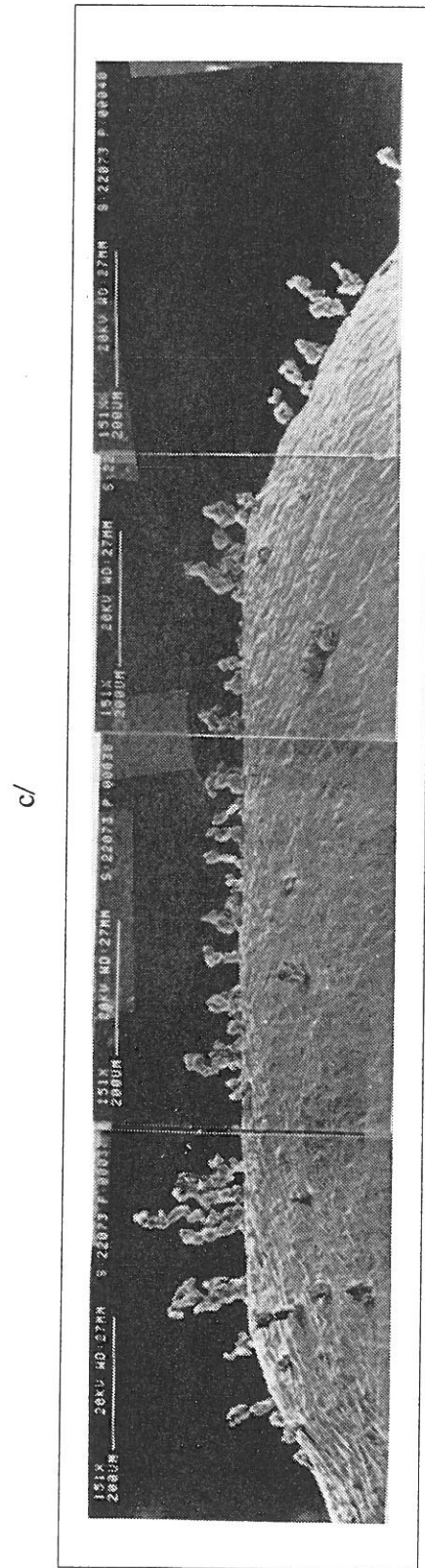
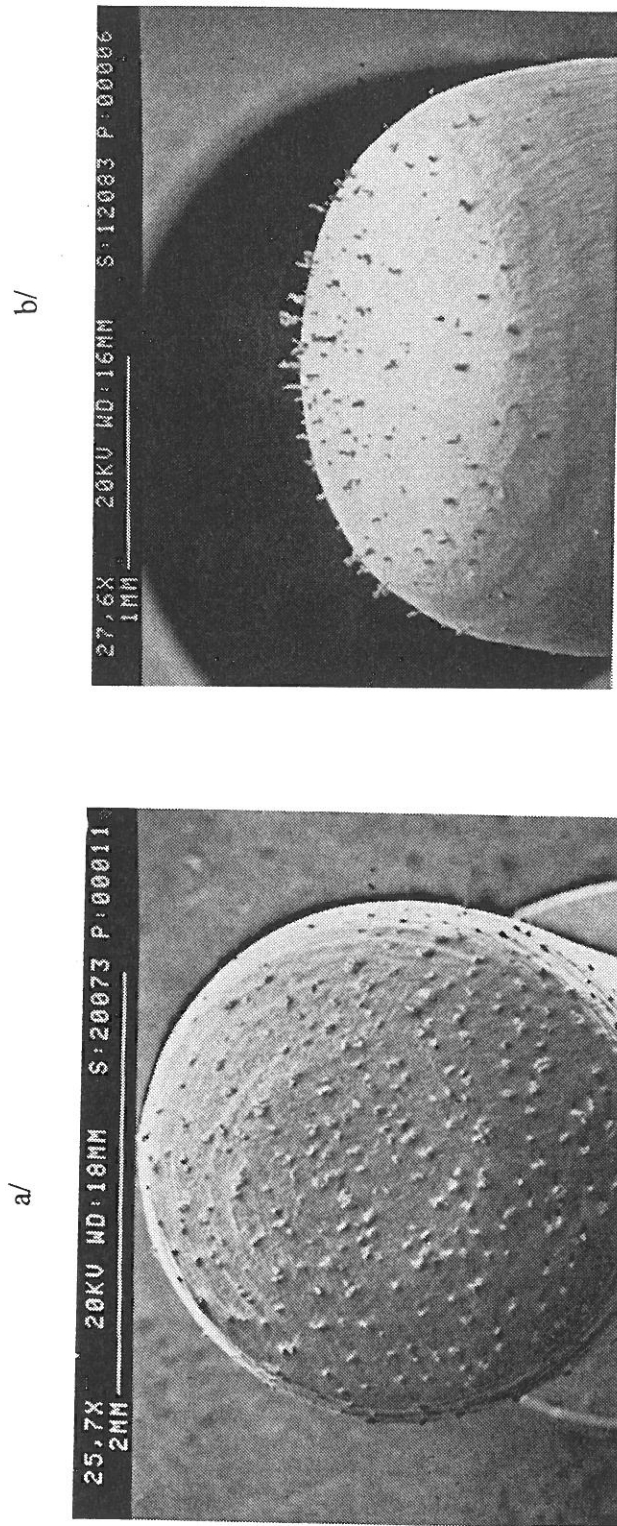


Figure IV-5 Echantillon niobium pollué en particules de fer: a/ avant un test HF, b/ après un test HF, c/ vue de profil.



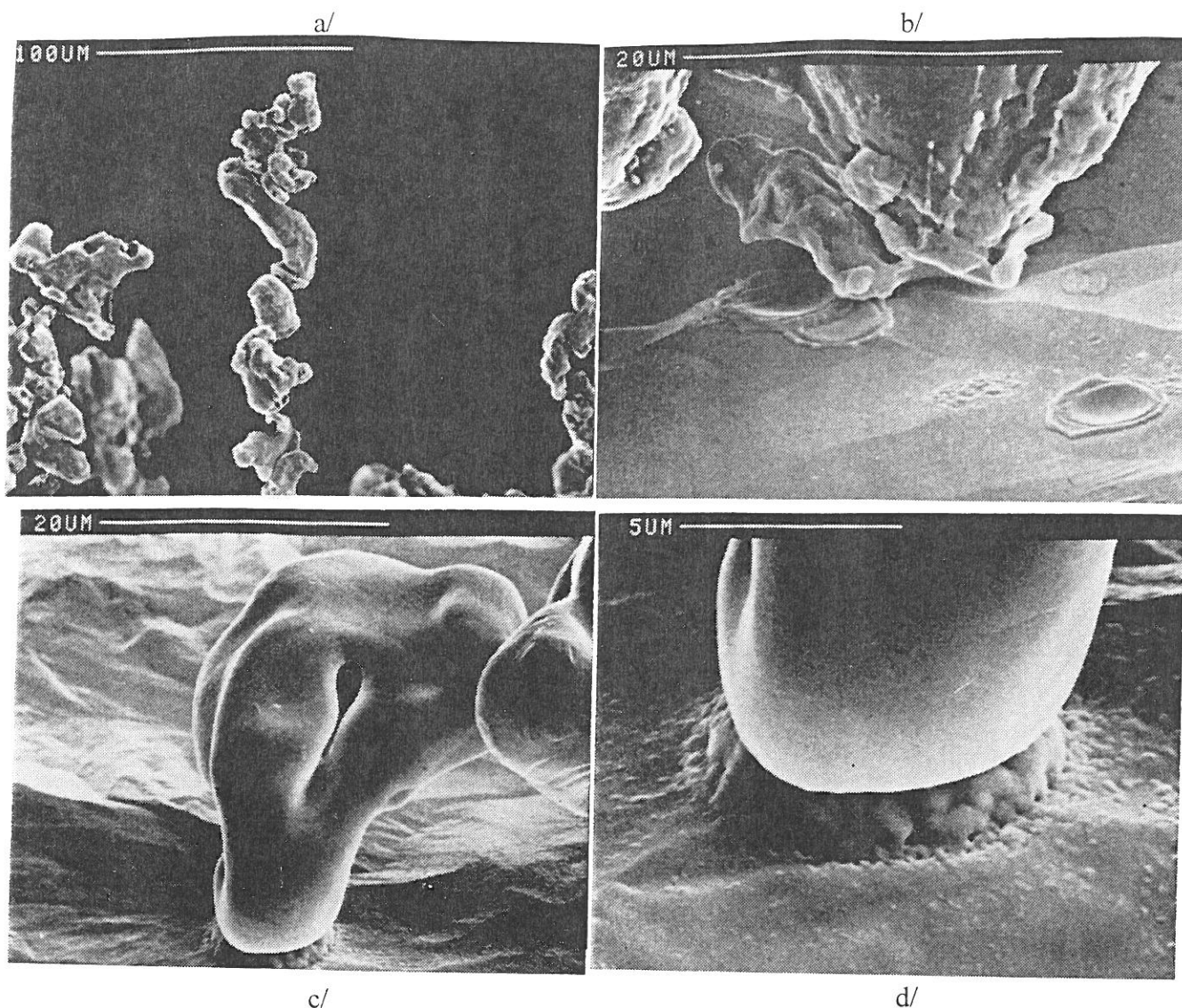


Figure IV-6 a/ Empilement de particules dans la direction des lignes de champ et selon leur plus grande diagonale. b/ Cratères présents à l'emplacement des particules manquantes et de certaines restantes. c/ Fusion de surface d'une particule. d/ Détail de l'image précédente montrant l'aspect lisse et le socle « mousseux » du contact.

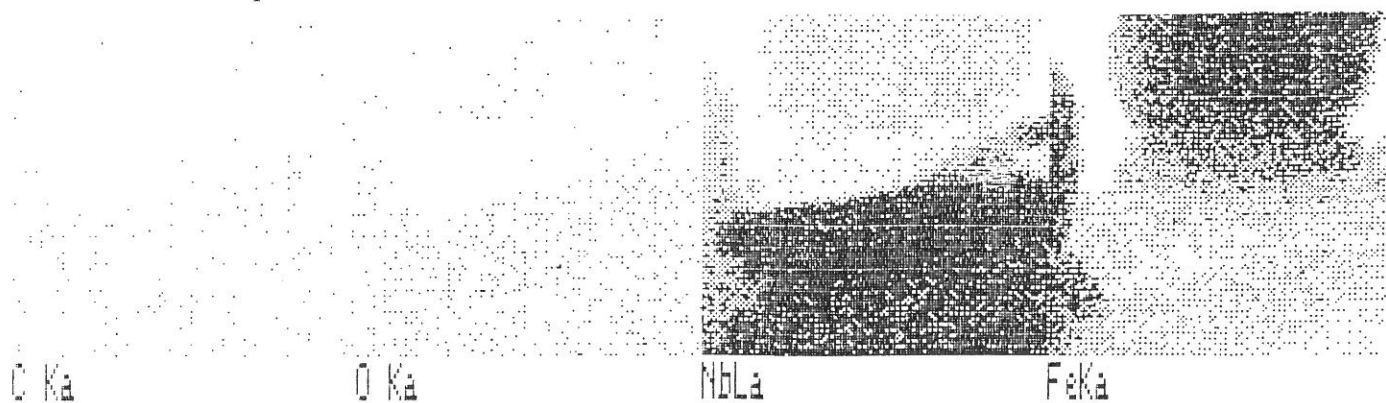
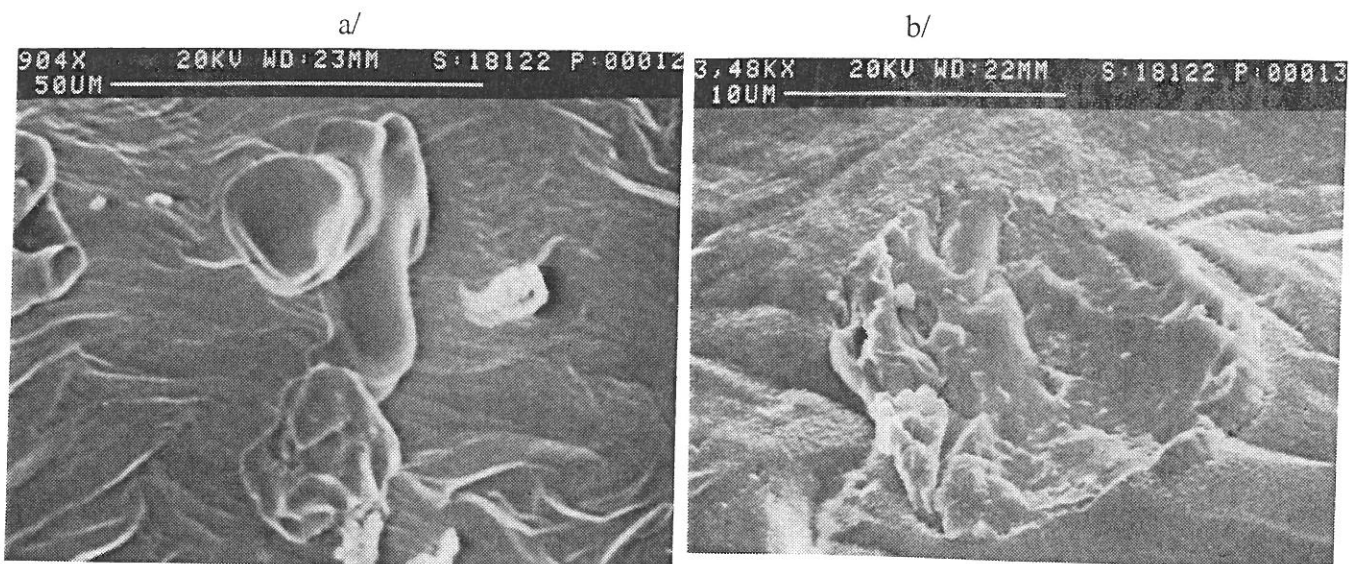


Figure IV-7 Spectroscopie X de l'image IV.6.d, pour la recherche des éléments Carbone, Oxygène, Niobium et Fer.

Les particules présentent un aspect de surface extrêmement lisse, laissant supposer qu'elles ont atteint la température de fusion. De plus elles semblaient soudées au substrat (figure IV.6 c/ et d/). La figure IV.7 est une cartographie X de l'image précédente pour la détection de quatre éléments : C, O, Nb et Fe. Elle montre que le socle d'apparence « mousseuse » sur lequel repose la particule fondue est constitué de fer. En touchant ces empilements avec l'anode polarisée de quelques volts, nous avons montré qu'il existait un bon contact électrique particule-substrat. En effet le faible courant positif affiché au picoampèremètre était proportionnel à la différence de potentiel appliquée entre les deux électrodes. Si on essaye avec le bras porte-pointe de déplacer ces particules, elles offrent une résistance très importante se pliant mais gardant le contact avec la surface — nous n'avons aucun mal à le faire avant le test HF. Comme le montre la figure IV.8, en forçant, nous arrivons à les arracher et nous constatons que quelques points de soudure paraissent (quelques  $\mu\text{m}^2$ ).



*Figure IV-8 Micrographies d'une particule de fer : a/ après un test HF, et b/ son emplacement après arrachage par la pointe anode*

Quant aux particules qui ont disparu durant le test HF, elles peuvent laisser à l'endroit où elles étaient un ou plusieurs cratères de  $5 \mu\text{m}$ , dont l'analyse EDX a souvent révélé la présence de l'élément fer à l'intérieur. Lorsque l'on compare les micrographies faites avant et après test HF, on constate que le taux de particules restantes après HF est d'environ 50 %. En dépit des précautions prises lors du transfert de l'échantillon de la cavité vers le MEB (transport sous atmosphère d'azote pendant moins de 15 mn), nous n'avons observé aucune tache sombre, tel les « starbursts ». Ils ont été ainsi nommés par Moffat et al.<sup>[53]</sup> en raison de leurs formes étoilées. Les premières observations ont eu lieu dans la cavité « champignon », mais également dans le présent dispositif DC<sup>[45]</sup>. Il convient de noter que les « starbursts » ont été observés à des niveaux de champ bien supérieurs à celui atteint par la cavité réentrante (1,5 à 2 fois le champ crête).

#### IV.2.3.2 La contamination par des particules d'alumine

*a/ test HF* : Alors que la puissance HF était progressivement injectée dans la cavité, des signes d'une formation HF apparaissaient à 7 MV/m. A 8 MV/m, nous pouvions relever une émission électronique de 600 pA. L'augmentation du champ dans la cavité provoquait de fortes instabilités dans la mesure du courant. L'échantillon émettait finalement un courant stable de 218 nA pour un champ pic de 49,5 MV/m. Des caractéristiques courant-champ, réversibles et reproductibles, ont été obtenues par la suite, même après avoir été démonté pour une observation au MEB. En revanche un changement de cycle utile (30 ms/ 4 s) produisit un changement brutal et irréversible de la caractéristique. La figure suivante résume les différentes mesures effectuées avec un autre échantillon contaminé avec de l'alumine (Nb2).

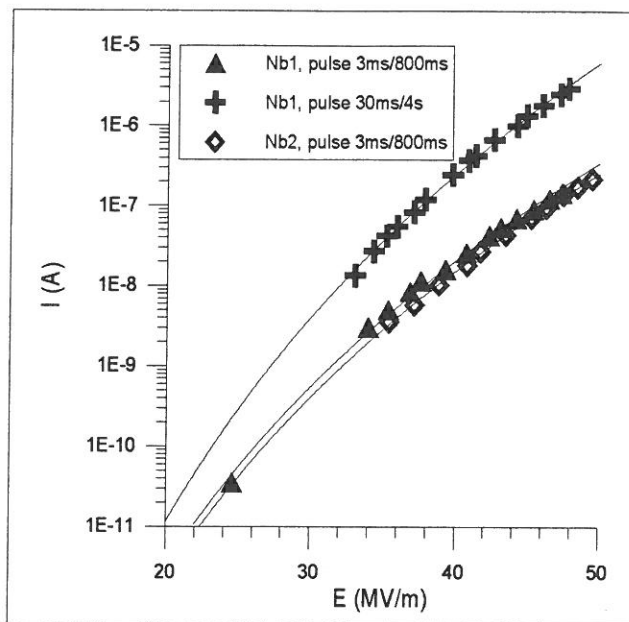


Figure IV-9 Caractéristiques courant-champ obtenues sur des échantillons en Nb contaminés avec des particules d'alumine.

#### *b/ observations de la surface, au MEB :*

La figure IV.10.a/ montre quelques détails des modifications des particules après le test HF. Les agglomérats de particules se sont, pour la plupart, désagrégés (voire ont explosé ?) en milliers de petites particules. Certains se sont dressés perpendiculairement à la surface (figure IV.10.b/), mais leur aspect diffère de ce qui a pu être observé auparavant. Les figures IV.10.c/ et d/ illustrent clairement la présence de phénomènes thermiques qui se sont déroulés à la surface de l'échantillon : la particule semble soudée à la surface du substrat et fondue. Nous pouvons souligner l'absence d'empilements tels qu'ils sont apparus dans le cas des particules de fer. Un autre détail important est à relever : les particules peuvent écouler les charges du faisceau du MEB (absence du halo noir caractéristique des diélectriques). L'analyse EDX de la surface ne laisse apparaître aucun autre élément extrinsèque, hormis Nb, Al et O.



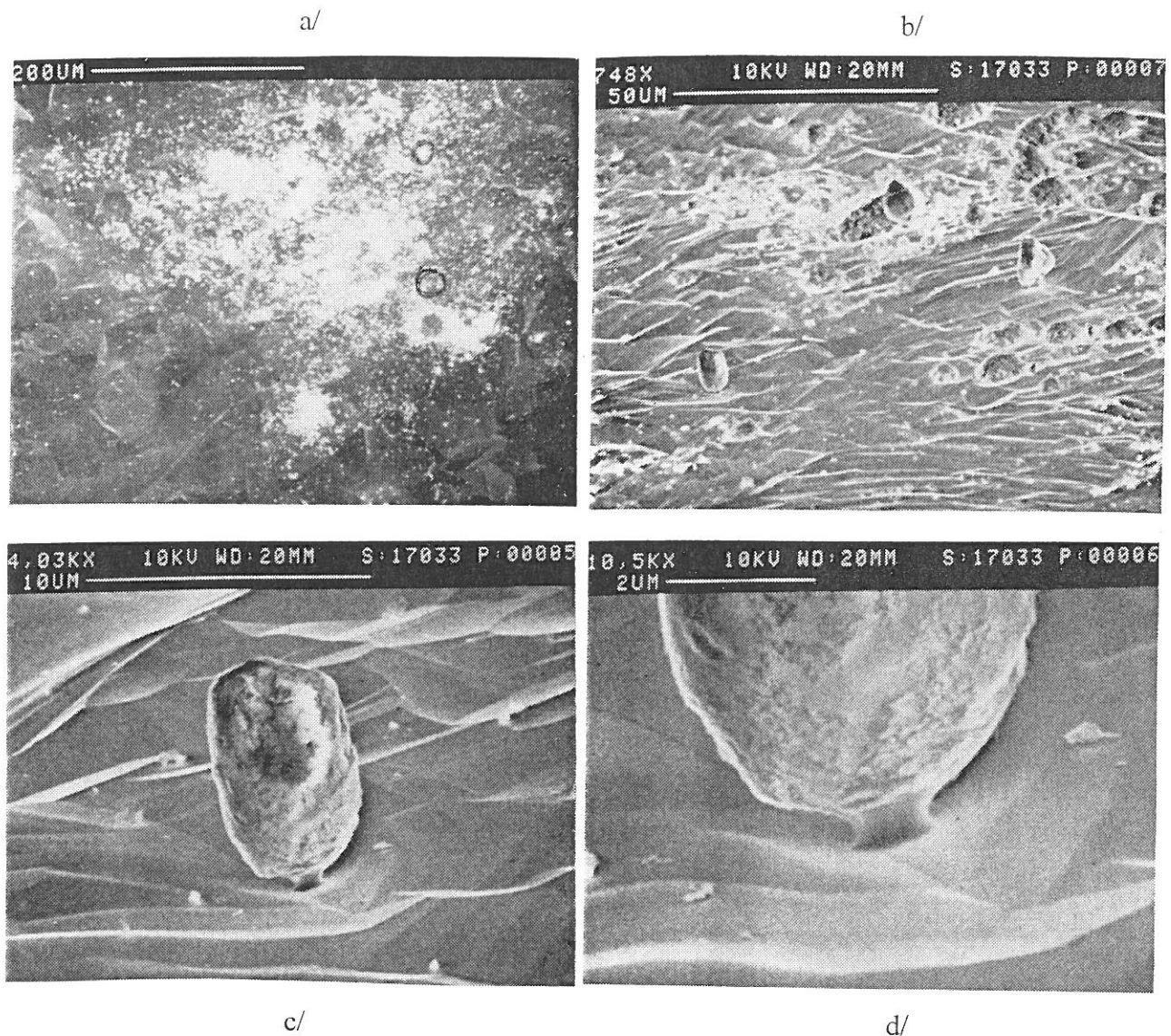


Figure IV-10 Modification des particules d'alumine après un test HF : a/ explosion des particules, b/ particule dressée, c/ et d/ phénomènes thermiques associés

#### IV.2.4 Discussion

##### IV.2.4.1 Emissivité des particules de contamination

Les résultats expérimentaux désignent les contaminants particulaires comme étant des sites émetteurs redoutables en HF, qu'ils soient *bons conducteurs* ou *isolants*.

**Emission des particules de fer** : La forte émissivité du fer confirme les précédents travaux sur ce type de particules. Nous avons interprété les brusques variations de courant — observées lors de la montée en champ pour la formation HF, ou parfois même pendant les mesures — en termes de création ou de destruction d'un site émetteur. De fortes instabilités ont presque toujours accompagné les mesures d'émission de champ en DC. Le groupe de Birmingham avait observé des sauts de courant et attribué ce phénomène à un effet d'activation des sites émetteurs<sup>[89]</sup> (nommé « switching effect »). L'interprétation donnée

alors par ce groupe fait appel à une structure métal-isolant-vide ou métal-isolant-métal et correspond à la création de filaments conducteurs à l'intérieur du diélectrique (voir § I.5.3). Les faits ont été observés sur des électrodes planes de cuivre soumises pour la première fois à un champ électrique. Entre 15 et 25 MV/m, le courant passait d'un niveau proche du bruit de mesure à plusieurs ordres de grandeur au-delà en quelques millisecondes. Les caractéristiques courant-champ suivaient ensuite une variation en émission de champ renforcée.

Dans notre cas, les instabilités ont eu lieu alors que nous nous trouvions déjà en régime d'émission de champ (courant de plusieurs microampères). Les nouvelles caractéristiques ( $\beta$ , S) qu'il était possible d'extraire après ce phénomène ne correspondaient plus aux précédentes. D'autre part, aucune autre manifestation pouvant se rattacher au « switching effect » n'a été relevée dans la cavité réentrante

**Emission des particules d'alumine** : La nouveauté de nos résultats concerne l'émission électronique qui semblerait provenir de l'alumine, pourtant connue pour ses bonnes propriétés isolantes en DC. En 1975, Maley<sup>[34]</sup> avait réalisé des études sur la tenue en tension des électrodes planes en acier inoxydable en présence de contaminants. Il a montré une première tendance selon laquelle la présence de particules isolantes (alumine, verre) ne réduisait le champ initiant le claquage que de 25 à 30 % par rapport aux valeurs moyennes concernant les électrodes propres, i. e. de 43,7 MV/m. En revanche, la présence de particules conductrices (Fe, Ni, Al, C) augmentait ces pourcentages, allant de 36 à 45 %. La poudre d'alumine utilisée dans nos expériences a déjà fait l'objet d'une étude en émission de champ par Jimenez<sup>[43]</sup> et al. avec le dispositif DC installé dans le MEB. Les résultats obtenus étaient sans ambiguïtés et conformes à ce que l'on pouvait attendre : aucune émission provenant du diélectrique n'était détectable pour des champs appliqués jusqu'à 140 MV/m, confirmant la nature isolante de ce matériau.

Plusieurs hypothèses sont envisagées dans l'interprétation de nos résultats :

1/ Une autre particule aurait pu contaminer involontairement l'échantillon lors de son maniement, ou encore l'alumine elle-même serait contaminée. Plusieurs sites émetteurs ont été repérés à l'aide de la pointe anode. Nous avons noté que les zones en question étaient recouvertes de fines particules d'alumine. Le rayon de courbure de l'anode étant de 10  $\mu\text{m}$ , celle-ci ne permettait pas une localisation suffisamment précise. La présence d'une microparticule n'était alors pas détectable parmi cet « éparpillement » de particules. Il convient d'ajouter que l'analyse EDX des zones émissives a montré que seuls les éléments Nb, Al et O étaient présents.

2/ Des microdécharges non détectées se seraient formées, créant à la surface du substrat des cratères ou des protubérances susceptibles d'être des sites émetteurs potentiels. Quelques cratères présents à côté ou en-dessous de certaines particules ont été repérés au MEB, mais les zones les plus émissives, localisées avec la pointe anode, ne correspondaient pas aux cratères présents. Cependant nous pouvons réitérer les remarques précédentes concernant le repérage des sites émetteurs.

3/ L'émission électronique proviendrait des particules d'alumine. Dans cette hypothèse, la possibilité de repérer les sites émetteurs en DC montre que les propriétés isolantes du matériau ont été altérées après le test HF. Nous pouvons imaginer que le(s) phénomène(s) thermique(s) ayant entraîné la fusion de quelques particules d'alumine auraient pu évaporer localement du métal et métalliser l'isolant. La présence de quelques monocouches suffirait à le rendre conducteur. Ce dernier processus serait analogue aux techniques de fabrication de réseaux métalliques submicroniques : elle consiste, dans un premier temps, en l'élaboration de réseaux de silicium sur une matrice d'aluminium (par la technique des circuits intégrés), suivie d'une métallisation de quelques centaines d'angströms par pulvérisation de palladium ou de tungstène<sup>[90, 91]</sup>. Dans ce cas de figure, l'analyse EDX ne nous fournirait aucune information supplémentaire.

Une explication plus simple serait une dénaturation de l'alumine en aluminium sous l'effet de la température, mais les faibles énergies thermiques ( $kT \sim 0,2$  eV) intervenant dans notre expérience ne favorisent pas une telle interprétation.

Une autre éventualité envisagée serait une émission électronique due à une diminution de la résistivité électrique de l'alumine sous l'effet de la température. Une variation de température comprise entre 200 et 500 K a pour effet de diminuer la résistivité de deux ordres de grandeur. Le dépiégeage des niveaux proches de la bande de conduction par agitation thermique permettrait aux électrons de passer dans la bande de conduction. Il s'agirait alors d'un mécanisme proche de l'émission thermoionique des métaux.

Les résultats des essais sur un second échantillon ne nous ont pas permis de lever les ambiguïtés contenues dans cette expérience : nous relevions les mêmes constatations qu'auparavant. D'autant que l'analyse Fowler-Nordheim des mesures courant-champ se heurte, dans ce cas, à la méconnaissance du travail de sortie des électrons. Cependant, l'enseignement majeur que nous pouvons retirer de cette expérience est la nocivité des particules isolantes vis à vis de l'émission de champ dans les cavités HF. Cette nocivité est accrue par l'« explosion » des particules agglomérées : la probabilité de création de sites émetteurs devient alors plus importante.

L'explication de ce phénomène pourrait être la suivante. En admettant le fait que chaque petit grain (ou monocristal) composant l'agglomérat d'alumine émette des électrons, celui-ci se charge alors positivement. Les répulsions électrostatiques entre les grains finissent par disloquer la particule agglomérée, dont l'effet est de réduire l'énergie potentielle du système. Des études portant sur ce matériau ont montré que la présence d'une densité de  $10^{-3}$  à  $10^{-2}$  charges élémentaires par molécule suffisait à faire exploser l'alumine<sup>[92]</sup>. Il n'est pas exclu que le phénomène de chauffage puisse produire un effet similaire.

#### **IV.2.4.2 Phénomènes physiques associés aux particules**

Les micrographies de la surface des échantillons après un test HF ont également mis en évidence deux autres points communs : l'alignement des particules dans la direction des lignes de champ et les effets thermiques. Ces derniers se rencontrant aussi bien dans le cadre

des particules contaminantes que dans celui des défauts géométriques (voir § IV.3.2.2), nous avons regroupé cette discussion à l'issue de la partie suivante sur les sites émetteurs géométriques. Toutefois, il est important de noter que le processus de dissipation thermique diffère fondamentalement entre les deux familles de sites. Seul le mécanisme par lequel se dressent les particules est évoqué dans la présente discussion. Cet effet a déjà été observé par le passé dans les dispositifs expérimentaux d'étude en DC [86, 88,93,94]. On distingue plusieurs cas :

1/ Considérons un conducteur chargé avec une densité surfacique de charge  $\sigma$  (figure IV.11 a/).

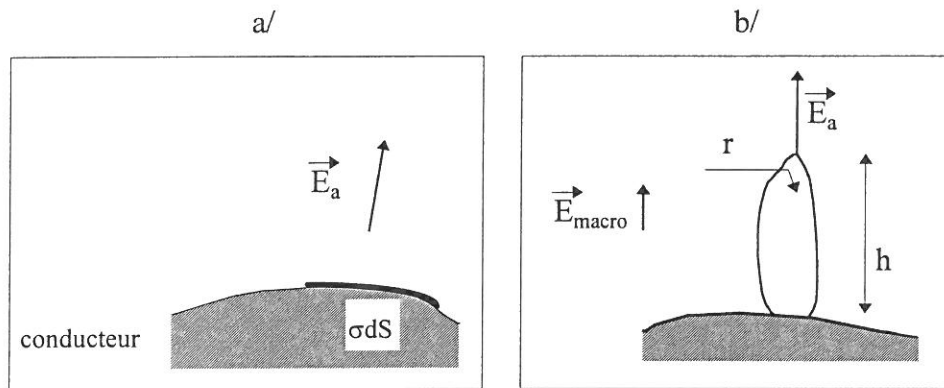


Figure IV-11 Schémas représentant a/ un conducteur chargé soumis à un champ électrique, b/ une particule métallique posée sur un conducteur

Si un élément de surface  $dS$  de ce conducteur est soumis à un champ électrique extérieur  $\vec{E}_a$ , la résultante des forces  $d\vec{F}$  est :

$$d\vec{F} = \sigma \cdot dS \cdot \vec{E}_a \quad (\text{IV.1})$$

Le champ électrique  $\vec{E}_s$  au voisinage du conducteur est normal à la surface et vaut d'après le théorème de Coulomb  $E_s = \frac{\sigma}{\epsilon_0}$  ( $\epsilon_0$  est la constante diélectrique du vide). Les conditions aux limites de l'interface métal-vide nous donnent  $\vec{E}_s = 2 \vec{E}_a$ . D'où en exprimant l'équation IV.1 en fonction de  $\vec{E}_a$ , on trouve que :

$$d\vec{F} = \frac{\sigma^2 dS}{2\epsilon_0} \vec{n} = 2\epsilon_0 E_a^2 dS \vec{n} \quad (\text{IV.2})$$

où  $\vec{n}$  est un vecteur unitaire normal à la surface du conducteur et dirigé vers l'extérieur de celui-ci. Cette force est dirigée vers l'extérieur de la surface et ne dépend pas du signe de  $E_a$ . Il s'agit de la pression électrostatique qui s'exerce sur un conducteur soumis à un champ électrique. En appliquant cette force à une poussière métallique en bon contact électrique avec le substrat (figure IV.11 b/), on obtient :

$$F = \iint_S 2\epsilon_0 E^2 dS = 2\epsilon_0 E_a^2 S \quad (\text{IV.3})$$

où  $\vec{E}_a$  est le champ localement appliqué à la particule métallique, que l'on peut remplacer par  $E_a = \beta \times E_{macro} \sim (h/r) \times E_{macro}$ .  $E_{macro}$  est le champ électrique macroscopique appliqué à la surface de la cathode. Dans ce cas l'expression de la force électrique devient, si l'on approxime S par  $\pi r^2$  :

$$F \approx 2\pi\epsilon_0 h^2 E_{macro}^2 \quad (IV.4)$$

Cette expression est valable en DC et en HF. Pour les échantillons de la cavité, la valeur de  $E_{macro}$  correspond à celle du champ crête HF. On comprend alors aisément que les particules les plus hautes subissent une plus grande force.

2/ Si l'on considère à présent une particule, conductrice ou diélectrique, placée dans le vide et électriquement isolée du conducteur, celle-ci acquiert un moment électrique sous l'action du champ  $\vec{E}_a$ . Dans le premier cas, ce moment résulte des phénomènes d'influence, dans le second il résulte des phénomènes de polarisation (figure IV.12).

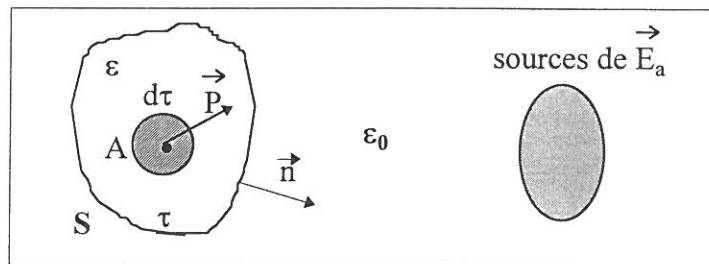


Figure IV-12 Diélectrique placé dans le vide et soumis à l'action du champ appliqué  $E_a$

Considérons un élément de volume  $d\tau$  du diélectrique soumis à un champ appliqué  $\vec{E}_a$ . En assimilant  $d\tau$  à un dipôle ponctuel (+q, -q), le moment résultant en +q s'écrit :

$$d\vec{\Gamma} = (\vec{P} \cdot d\tau) \times (q\vec{E}_a) \quad (IV.5)$$

où  $\vec{P} = (\epsilon - \epsilon_0)\vec{E}$  est la polarisation électrique de la particule, et  $\vec{E}$  la résultante de  $\vec{E}_a$  et du champ  $\vec{E}'$  dû à la polarisation du diélectrique. En introduisant l'angle  $\theta$  que fait  $\vec{E}'$  avec  $\vec{E}_a$ , l'expression du moment devient :

$$d\Gamma = q(\epsilon - \epsilon_0)E_a E' \sin\theta \cdot d\tau \quad (IV.6)$$

La position d'équilibre stable correspond à un minimum de  $d\Gamma$ , i. e. lorsque  $\theta$  s'annule et permet d'expliquer l'alignement des particules sous l'effet des forces électriques. La contribution F des forces élémentaires  $dF$  qui s'exercent sur un petit volume  $d\tau$  placé en A, et soumis à un champ appliqué  $\vec{E}_a$  non uniforme s'exprime par :

$$\vec{F} = \iiint_V d\vec{F} = \iiint_V (\vec{P} \cdot \overline{grad}) \vec{E}_a \cdot d\tau \quad (IV.7)$$

avec  $\vec{P} = (\epsilon - \epsilon_0)(\vec{E}_a + \vec{E}')$ . On peut montrer que  $\vec{E}'$  est équivalent à un champ qui serait produit par des distributions fictives surfacique  $\sigma'$  et volumique de charges  $\rho'$ , réparties respectivement sur la surface S et dans le volume  $\tau$  du diélectrique. Elles s'expriment en fonction de la polarisation par :



$$\begin{aligned}\sigma' &= P_n = \vec{P} \cdot \vec{n} \\ \rho' &= -\text{div}_A(\vec{P})\end{aligned}\quad (\text{IV.8})$$

$P_n$  étant la composante normale extérieure de  $\vec{P}$ . L'action des forces exercées par  $\vec{E}'$  sur ces distributions fictives est globalement nulle, puisqu'on n'a pas une variation réelle de charges. On peut alors écrire :

$$\iiint_{\tau} \rho' \vec{E}' \cdot d\tau + \iint_S \sigma' \vec{E}'_S \cdot dS = 0 \quad (\text{IV.9})$$

où  $E'_S$  est le champ de la surface S elle-même, due à la polarisation du diélectrique.

Il est possible d'exprimer la force F en fonction de E et de  $\epsilon$ . On substitue d'abord  $\sigma'$  et  $\rho'$  de l'équation IV.9 par leurs expressions de l'équation IV.8. Les conditions aux limites donnent

$\vec{E}'_S = \vec{E}'_{\text{dans le diélectrique}} + \frac{\sigma'}{2\epsilon_0} \vec{n}$  et l'équation IV.9 s'écrit :

$$\iiint_{\tau} (\vec{P} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}) \vec{E}' d\tau + \frac{1}{2\epsilon_0} \iint_S \sigma'^2 \vec{n} dS = 0 \quad (\text{IV.10})$$

Si l'on ajoute cette contribution nulle à l'équation IV.7, on trouve finalement<sup>[95]</sup> :

$$\vec{F} = \frac{1}{2} \iiint_{\tau} (\epsilon - \epsilon_0) \overrightarrow{\text{grad}}(E^2) d\tau + \frac{1}{2\epsilon_0} \iint_S (\epsilon - \epsilon_0)^2 (\vec{n} \cdot \vec{E}'_{\text{dans le diélectrique}})^2 \vec{n} dS \quad (\text{IV.11})$$

Comme dans le premier cas, cette force est dirigée vers l'extérieur du diélectrique et ne s'exerce qu'en présence d'un gradient du champ. Cette situation est celle de l'échantillon à l'intérieur de la cavité HF.

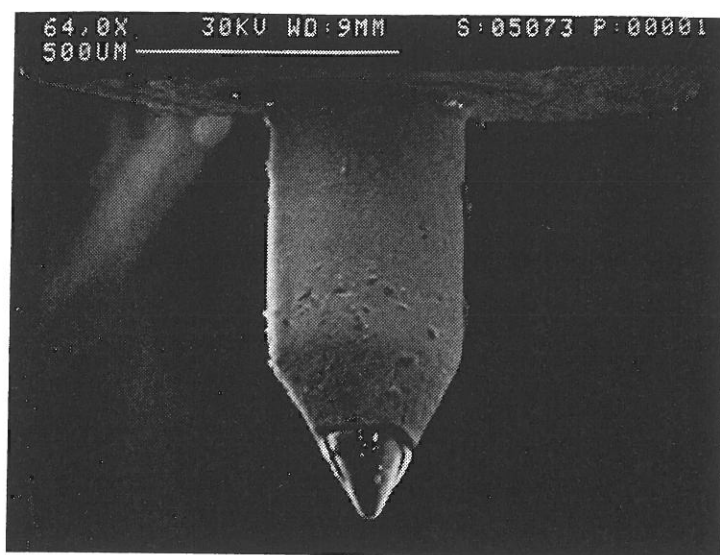
### IV.3 Les défauts géométriques

Les études sur la tenue en tension des électrodes après un contact mécanique sont relativement peu nombreuses. Nous pouvons citer Jimenez et al.<sup>[44]</sup>, Tsutsumi et al.<sup>[96]</sup>, Lloyd et Hackam<sup>[97]</sup>, Bahder et Jüttner<sup>[98]</sup>. Elles ont montré que les champs de claquage des électrodes diminuaient suite à un contact mécanique ; ou même qu'en régime prédisruptif, un contact mécanique constituait un excellent moyen de créer des bons sites émetteurs stables. Pour les applications qui utilisent le vide comme milieu diélectrique (tubes électroniques, accélérateurs...), on cherche à minimiser autant que possible la fréquence d'apparition de ces défauts. Par ailleurs, ils suscitent également des intérêts industriels antagonistes. En effet, la maîtrise des techniques de fabrication des pointes émettrices d'électrons (les cathodes « Spindt<sup>[15]</sup> », par exemple) offre un large éventail d'applications destinées à remplacer avantageusement les sources électroniques thermoioniques (écrans de visualisation plats, etc...).

Nous allons, au cours de cette troisième partie, définir le protocole de fabrication des sites émetteurs intrinsèques, et montrer leur stabilité relative en émission, par opposition aux poussières contaminantes. Les observations au MEB révèlent des effets thermiques de nature

fondamentalement différente, par rapport à la description que nous venons de faire pour les particules.

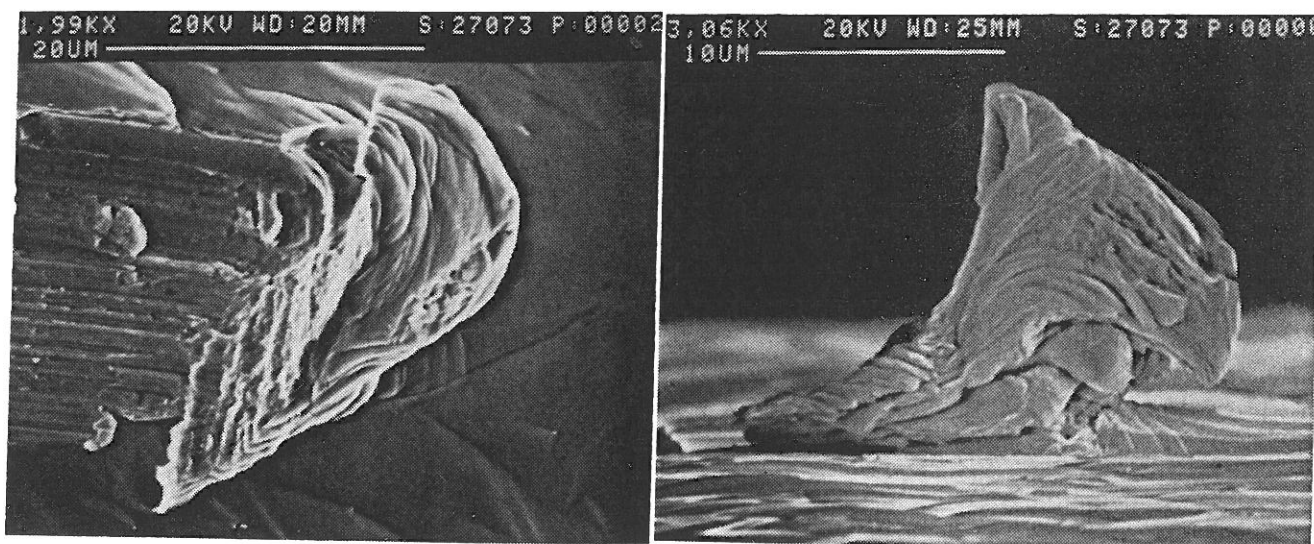
#### *IV.3.1 Protocole de fabrication des défauts géométriques*



*Figure IV-13 Micrographie montrant l'extrémité de la pointe diamant.*

a/

b/



*Figure IV-14 Micrographies montrant a/ un défaut géométrique réalisé par translation horizontale de la pointe sur du niobium ; b/ vue de profil.*

Ces défauts sont fabriqués dans le MEB en vue d'une caractérisation morphologique. Ils sont obtenus en réalisant un contact mécanique à l'aide d'une pointe préalablement montée sur le bras porte-pointes. Une fois le contact effectué, on donne un mouvement de translation horizontale créant ainsi une rayure. L'outil utilisé est une tête de lecture en diamant, commerciale, destinée à un bras de platine tourne-disque. La dureté de cette pointe garantit l'absence de contamination (confirmée par analyse EDX) dans le défaut que nous voulons étudier. La pointe diamant et la rayure résultant du contact avec l'échantillon de type cavité



sont respectivement illustrées par les figures IV.13 et IV.14. Cette procédure a montré toute son efficacité dans la fabrication de « bons » sites émetteurs stables<sup>[45]</sup>. Rappelons que les échantillons testés ont tous préalablement subi un test HF en puissance. De façon analogue aux expériences d'empoussièrement, nous n'avons conservé que les échantillons ne présentant pas une émission électronique détectable à un champ de 45 MV/m.

### *IV.3.2 Résultats expérimentaux*

Après l'étape de formation HF, les fluctuations de courant sont extrêmement faibles pour ce type de site. La forte émission de champ détectée confirme bien le fait qu'il s'agit de bons sites émetteurs. La variation relative du courant inférieure à un pour cent démontre leur très grande stabilité. Les brusques sauts de courants décrits précédemment pour les échantillons pollués en particules sont rares. Les résultats proposés ci-dessous caractérisent l'ensemble des phénomènes observés sur les défauts géométriques artificiels.

#### **IV.3.2.1 Stabilité des mesures en fonction du cycle utile des signaux HF**

Nous avons exploité cette stabilité en réalisant plusieurs mesures du courant en fonction du champ avec des cycles utiles variables. Nous rappelons que la cavité fonctionne en mode impulsionnel. Les paramètres sont la largeur de l'impulsion HF et la période de répétition. Nous nous sommes placés dans des conditions où la cavité a eu le temps de se charger. La figure IV.15 montre les points expérimentaux du courant en fonction du champ, mais aussi en coordonnées de Fowler-Nordheim. Le tableau IV.1 résume conditions expérimentales et les mesures, se rapportant à la figure IV.15.

<i>cycle utile</i>	<i>pression</i> ( $\times 10^{-7}$ mbar)	$E_{max}$ (MV/m)	$I_{max}$ ( $\mu A$ )	$\beta$	$S$ ( $\times 10^{-15}$ m <sup>2</sup> )	<i>coefficient de corrélation</i>
3ms/800ms	2	42,8	2,6	157	5	0,99444
6ms/4000ms	7	42,5	2,38	159	4,1	0,99555
0,4ms/800ms	7	41,2	1,75	158,6	4,6	0,99732

*Tableau IV-1 Conditions expérimentales et caractéristiques du site émetteur.*

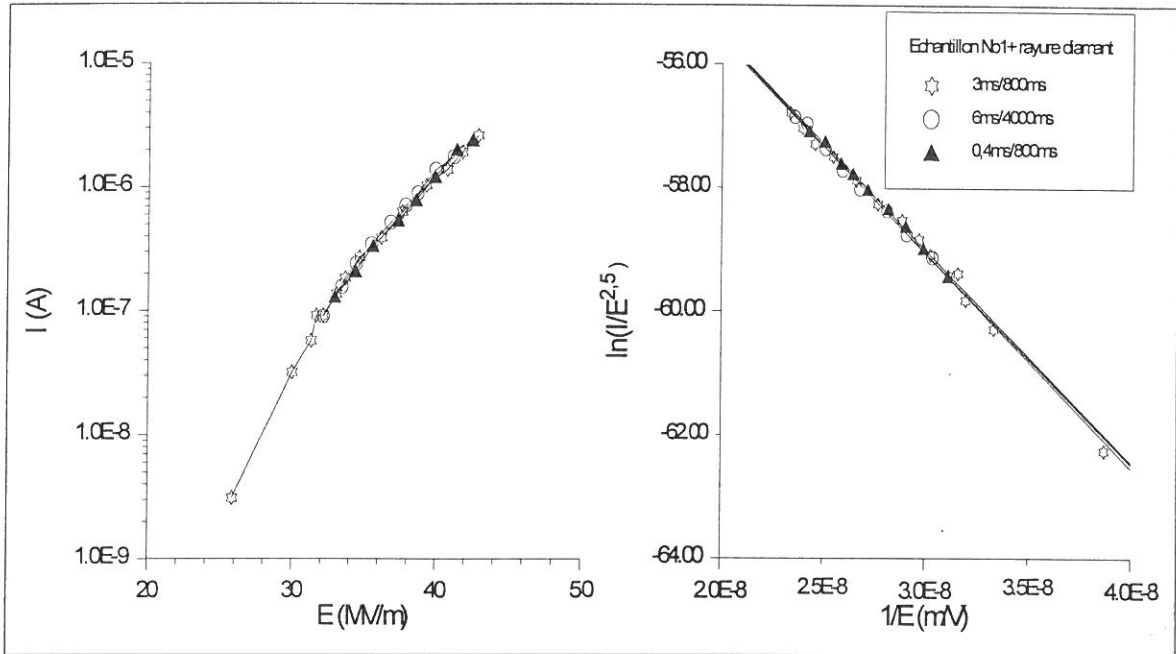


Figure IV-15 Caractéristiques courant-champ réalisées avec le même échantillon. Chaque courbe a été relevée avec un cycle utile donné pour les impulsions HF.

Les courbes suivantes (figure IV.16), réalisées avec un autre échantillon, sont une nouvelle illustration de la stabilité du courant électronique, à cycle utile constant et à période de répétition constante, pour un niveau de champ donné.

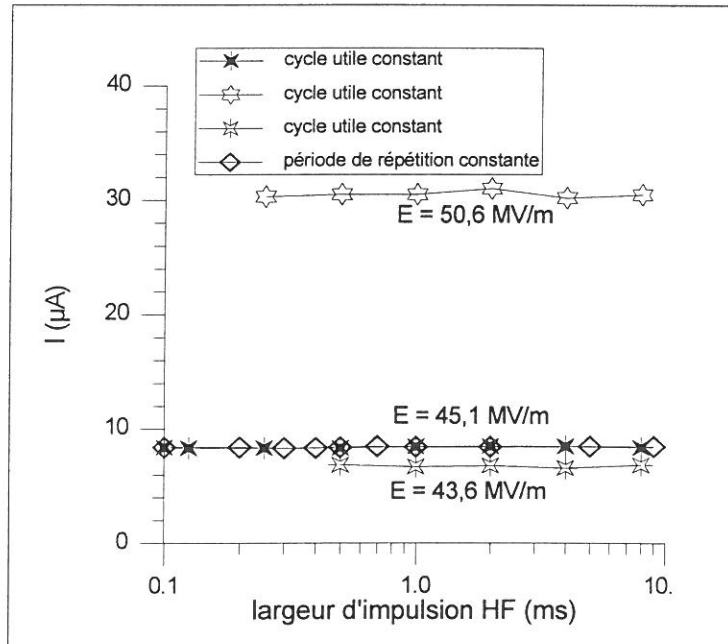


Figure IV-16 Stabilité du courant électronique, à cycle utile constant et à période de répétition constante, pour un niveau de champ donné

### IV.3.2.2 Modification des sites émetteurs

Bien qu'ils soient rares, nous avons constaté au cours de certaines mesures de brusques sursauts de courant, en forme de paliers. Le nombre de « sauts » n'excède pas la dizaine et cesse de se produire en quelques secondes. Les sauts ont lieu généralement au moment de la formation HF à fort champ. A l'issue de ces instabilités, on observe que le niveau du courant d'émission de champ a changé, alors que le champ électrique est demeuré constant. La variation relative du courant peut aller jusqu'à un facteur 5, dans le sens de l'augmentation ou de la diminution. Les mesures réalisées par la suite montrent un comportement typique Fowler-Nordheim. L'observation au MEB de la surface de l'échantillon a montré une modification très locale du défaut géométrique, par rapport au repérage préliminaire fait au moment de la fabrication du défaut. La figure IV.17 montre sur un exemple les modifications d'un défaut géométrique après un test HF.

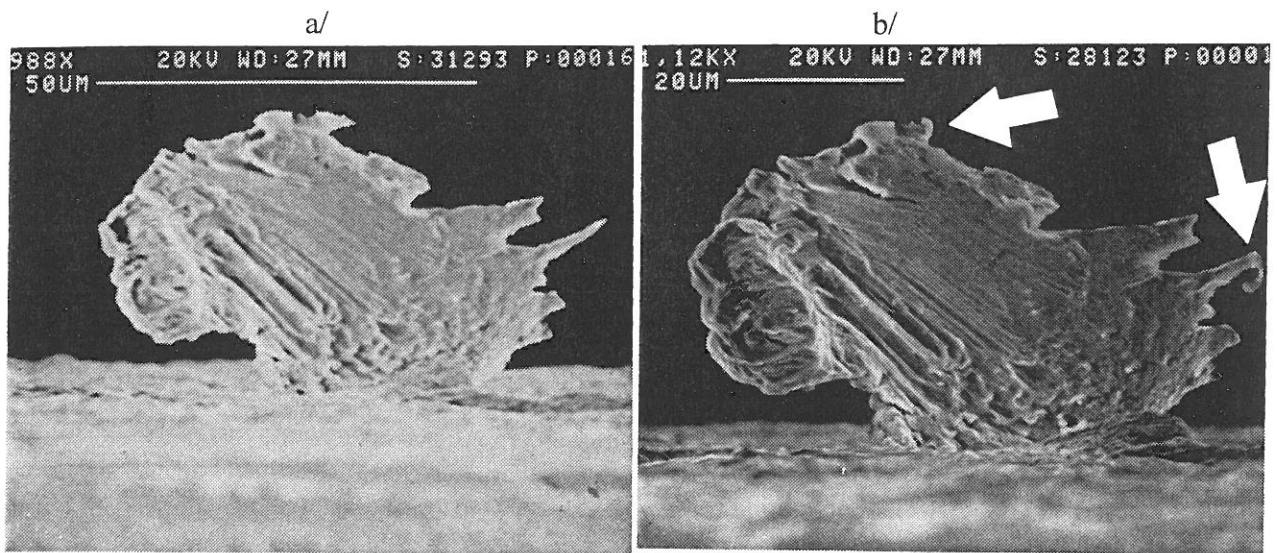


Figure IV-17 Micrographies d'un défaut géométrique a/ avant et b/ après un test HF. Les phénomènes thermiques se produisent localement, sur le défaut géométrique.

### IV.3.3 Discussion

D'après les figures IV.15 et IV.16, nous pouvons considérer qu'une variation du cycle utile n'affecte pas l'émission électronique, compte tenu des incertitudes de mesures, accentuées elles-mêmes par la variation exponentielle du courant émis en fonction du champ. Ce résultat instructif montre une absence d'un phénomène intrinsèque à l'émission de champ, et dépendant de la durée d'application du champ électrique. Enfin, un laps de temps de trois mois s'est écoulé entre la première mesure et les deux mesures suivantes. Entre temps, l'échantillon a été conservé dans la boîte plastique prévue à cet effet, sous flux laminaire. Nous en déduisons que :

- 1/ l'échantillon a été efficacement protégé des contaminants,
- 2/ le protocole de montage et démontage de l'échantillon minimise les risques de pollution particulaire,

3/ si nous supposons l'existence de « filaments électroformés » après le premier test HF, une couche naturelle d'oxyde isolante (d'épaisseur  $60\text{\AA}$ ) se serait depuis reformée sur le site par diffusion d'oxygène. Nous constatons qu'elle n'a pas eu d'incidence sur son émissivité, alors qu'on aurait pu s'attendre à un renforcement de l'émission électronique liée à la nouvelle présence du diélectrique, comme le prévoit le modèle des « électrons chauds » !

Les effets thermiques illustrés par la figure IV.17, nous montrent que cette stabilité du courant est toute relative. Les modifications issues de la fusion des protubérances métalliques peuvent soit renforcer les caractéristiques ( $\beta$ , S) soit les amoindrir. Nous insistons sur le fait que, une fois formé, le site émetteur reste stable et reproductible dans le temps (3 mois !). En dépit de l'incertitude qui plane sur les changements morphologiques du site émetteur, nous exploiterons cette stabilité du courant pour réaliser une étude comparative de l'émission de champ en DC et en HF. Les résultats portant sur l'étude des sites géométriques à l'aide du bras porte-pointe polarisé par une haute tension continue sont décrits au chapitre V.

#### IV.4 Effets thermiques

Nous avons souligné l'importance des effets thermiques qui peuvent avoir lieu sur la morphologie des particules de contamination ou des défauts géométriques. Il convient de faire le distinguo entre la thermique des sites émetteurs et celle des particules ou des défauts géométriques. Cette distinction provient de la différence d'échelle de taille, nanométrique pour les premiers, et micronique pour les seconds. Les estimations de puissance pour chaque phénomène physique se réfèrent à la configuration de la figure IV.18. La particule est représentée par un cylindre, dont le contact avec le substrat est schématisé par un autre petit cylindre.

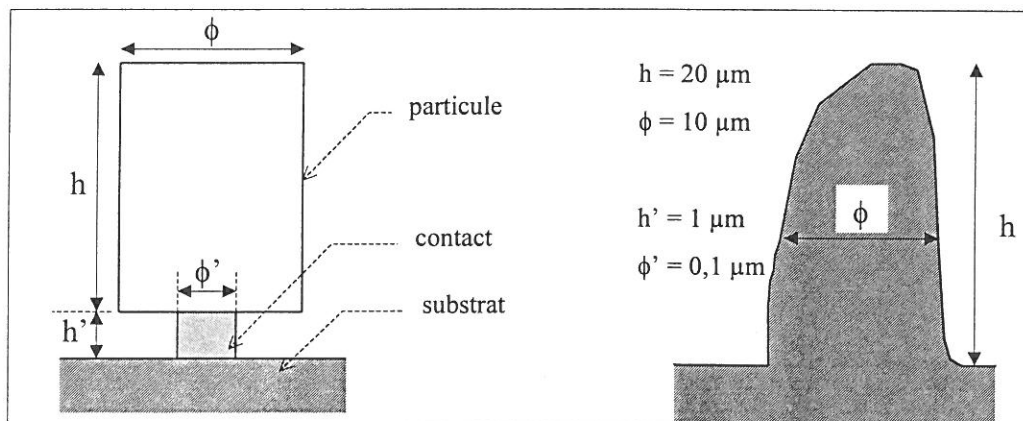


Figure IV-18 Schémas d'une particule et d'une protubérance.

Nous attirons l'attention sur le fait qu'il n'y a pas de résistance thermique de contact dans le cas des défauts géométriques. Les effets thermiques sont donc fondamentalement différents dans les cas d'une rayure et d'une particule posée. En outre, un problème d'unités se pose lorsque nous sommes amenés à comparer les données de puissances normalisées mises en jeu : s'agissant d'un métal ou d'un diélectrique, nous aurions employé les termes de densité

surfactive de puissance pour l'un, ou de densité volumique pour l'autre. Par souci d'homogénéité, nous ne parlerons que de puissance dissipée pour une configuration donnée (celle de la figure IV.18).

On se propose, dans cette partie, d'entamer une discussion sur les différentes causes physiques susceptibles d'être à l'origine de la fusion locale des métaux et de l'alumine, observée dans nos expériences. Nous avons retenu cinq mécanismes de dissipation thermique : l'effet Joule, l'effet Nottingham, le bombardement ionique, l'induction HF, et l'émission électronique résonnante.

#### IV.4.1 Effet Joule

Par suite des interactions inélastiques entre les électrons de conduction et des atomes du réseau, il en résulte une augmentation de température du matériau. Les charges considérées sont celles dues au courant d'émission de champ.

Nous allons calculer la contribution due à l'effet Joule sur la particule qui comprend deux termes, l'un dû à la particule elle-même, l'autre dû au contact. En prenant comme résistance électrique, l'expression  $R = \rho \frac{4h}{\pi\phi^2}$ , la puissance est alors donnée par  $P = \frac{I}{2} RI^2$ , avec le courant  $I$  traversant la particule. Les résistivités électriques<sup>[99]</sup>  $\rho$  à 300 K pour les différents matériaux sont :  $\rho_{Fe} = 9,8 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ ,  $\rho_{Nb} = 1,5 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ . Ces valeurs étant voisines, nous pouvons les regrouper en deux catégories explicitées dans le tableau ci-dessous. Nous y avons reporté les ordres de grandeurs de puissance dissipée par effet Joule en fonction des valeurs typiques de courant mesurés dans la cavité. Les ordres de grandeur des puissances sont très faibles, malgré les courants importants qui circulent dans la particule ou dans les protubérances.

courant électronique	1 $\mu A$	1 mA
contact particule-substrat :	$10^{-11}$ W	$10^{-5}$ W
particule ou protubérance	$10^{-14}$ W	$10^{-8}$ W

Tableau IV-2 Puissance dissipée par effet Joule à 300 K.

Supposons toutefois que la puissance soit suffisante pour atteindre la fusion d'une particule de fer. En régime d'équilibre, si toute la chaleur s'évacue uniquement au niveau du contact par conduction, nous pouvons évaluer la résistance thermique de contact par la relation simple  $\Delta T_{fusion} = R_{th} P$ . Nous en déduisons  $R_{th}$  et les dimensions caractéristiques du contact, soit  $R_{th} \sim 10^{10}$  K/W et  $(h'/\phi'^2) \sim 10^{11} m^{-1}$ . Cela revient concrètement à un modèle de contact où  $h'(nm) \sim 100 \phi'(nm)$  ce qui est absurde.

Nous en concluons que l'effet Joule ne peut être à l'origine des phénomènes thermiques observés. Cependant, la variation en  $I^2$  de la puissance n'exclut pas que cet effet puisse jouer un rôle pour des intensités supérieures au milliampère.

#### IV.4.2 Effet Nottingham

Les électrons d'émission de champ quittent le métal avec une distribution énergétique donnée par l'équation I.10. L'effet Nottingham résulte de la différence qui existe entre l'énergie moyenne  $\langle W \rangle$  des électrons sortant dans le vide et celle  $\langle W' \rangle$  des électrons de conduction du métal. Cette différence s'exprime par :

$$\langle \varepsilon \rangle = \langle W \rangle - \langle W' \rangle \quad (\text{IV.12})$$

Le signe de  $\langle \varepsilon \rangle$  conduit à un effet d'échauffement (négatif) ou de refroidissement (positif) du site émetteur. Ainsi pour des températures de travail n'excédant pas quelque 300 K, il s'agit d'un échauffement : les électrons de conduction provenant des états situés en-dessous du niveau de Fermi cèdent leur énergie à la cathode. A haute température, les électrons émis proviennent d'états situés au-dessus du niveau de Fermi aboutissant à un effet de refroidissement et pourrait ainsi expliquer la stabilité de l'émission des pointes de tungstène pour des fortes densités de courant ( $\sim 10^{12}$  A/m<sup>2</sup>).

$\langle \varepsilon \rangle$  change de signe dès que la distribution énergétique des électrons émis devient symétrique par rapport au niveau de Fermi. Ce changement de signe a lieu lorsque la température du site émetteur atteint une valeur critique dite température d'inversion  $T_i$ . L'expression<sup>[100]</sup> de  $T_i$  est fonction du champ électrique au niveau du site émetteur, et du travail de sortie  $\phi$  du métal :

$$T_i = \frac{5,67 \cdot 10^{-7} E}{\sqrt{\phi} \cdot t(y)} \quad (\text{Kelvin}) \quad (\text{IV.13})$$

$E$  en V/m,  $\phi$  en eV et  $t(y)$  est la fonction intervenant dans l'expression de la densité de courant de Fowler-Nordheim qui tient compte de l'effet de force image (équation I.5). Pour des valeurs typiques de  $E$  et de  $\phi$  respectivement de  $6 \cdot 10^9$  V/m et de 4,5 eV,  $T_i$  vaut sensiblement 1500 K, et varie peu d'un matériau à l'autre. A l'évidence, pour les particules de fer ( $T_{\text{fusion}} = 1808$  K) et pour le niobium ( $T_{\text{fusion}} = 2741$  K), l'effet Nottingham ne peut résulter que dans le sens d'une stabilisation thermique par refroidissement du site émetteur<sup>[101]</sup>.

De plus, des mesures<sup>[100]</sup> de  $T_i$  ont montré que les valeurs expérimentales étaient bien inférieures à ce que donne l'expression IV.13. Swanson et al. ont mesuré 550 K à  $4,6 \cdot 10^7$  V/m pour le tungstène alors que la valeur théorique donnait 1165 K. S'agissant d'une pointe de W recouverte de zirconium, les auteurs ont mesuré 475 K à  $2,4 \cdot 10^7$  V/m pour une valeur attendue de 775 K. Cet écart peut être attribué au fait que le modèle du gaz d'électrons libres ne s'applique pas entièrement aux métaux de transition tels que le tungstène ou le molybdène.

En tout état de cause, même si cet effet peut provoquer un échauffement, celui-ci est probablement extrêmement faible (effet du second ordre) comparé aux puissances nécessaires pour fondre les matériaux (typiquement 1 mW, d'après la partie IV.5).



### IV.4.3 Chauffage par bombardement ionique

Plusieurs observations révèlent la présence de gaz dans la cavité. Celle-ci se manifeste par 1/ la présence d'instabilités du courant positif recueilli par l'antenne collectrice, corrélées avec les variations de la jauge de la pompe ionique pendant la formation HF, 2/ une absence de reproductibilité des mesures au cours de la première montée en champ, 3/ la nécessité d'une nouvelle formation HF lorsqu'un intervalle de quelques heures sépare deux tests HF sur un même échantillon. Ces gaz proviennent des désorptions des parois de la cavité accentuées par le champ électromagnétique HF. Même sous ultra-vide, les phénomènes de désorption peuvent générer des pressions locales considérables<sup>[102]</sup> au delà de  $10^{-3}$  mb. Plusieurs travaux ont d'ailleurs montré l'efficacité du conditionnement gazeux sur la tenue en tension des électrodes<sup>[103,104 105, 106]</sup> ou sur le gradient accélérateur des cavités<sup>[107, 108]</sup>.

Considérons un faisceau d'électrons ionisant un gaz. La puissance transportée par les ions frappant la surface est donnée par :

$$P = E_{ion} \times N^+ = E_{ion} \times N^- \left( \frac{N^+}{N^-} \right) \quad (\text{IV.14})$$

où  $E_{ion}$  est l'énergie acquise par les ions sous l'action du champ électrique,  $N^+$  le nombre d'ions arrivant à la surface par seconde,  $N^-$  le nombre d'électrons par seconde provenant de la cathode. Le rapport  $N^+/N^-$  représente le taux d'ionisation par impact électronique et peut s'exprimer en fonction du courant, de la densité volumique de gaz  $n$  (supposé parfait), de la section efficace d'ionisation  $\sigma$ , et du libre parcours moyen  $l_e$  des électrons dans le gaz, soit :

$$\frac{I^+}{I^-} = n\sigma l_e \quad (\text{IV.15})$$

Le produit  $n\sigma$  indique le nombre de paires ion-électron formés par un électron par unité de longueur de son trajet dans le gaz de densité  $n$ . Communément appelé « ionisation différentielle »,  $S$  est déterminé pour différents gaz dans des conditions de température et de pression données. La figure IV.19 illustre les variations de  $S_0 = n_0\sigma = \frac{p_0}{kT_0}\sigma$  pour différents gaz à  $T_0 = 273,15$  K et  $p_0 = 1$  Torr = 1,33 mb, en fonction de l'énergie des électrons incidents. Lorsque les conditions (T, p) changent, on exprime  $S$  en fonction de  $S_0$ , et l'équation IV.15 devient :

$$\frac{I^+}{I^-} = \frac{p}{kT}\sigma l_e = \frac{S_0}{p_0} \frac{T_0}{T} l_e \times p \quad (\text{IV.16})$$



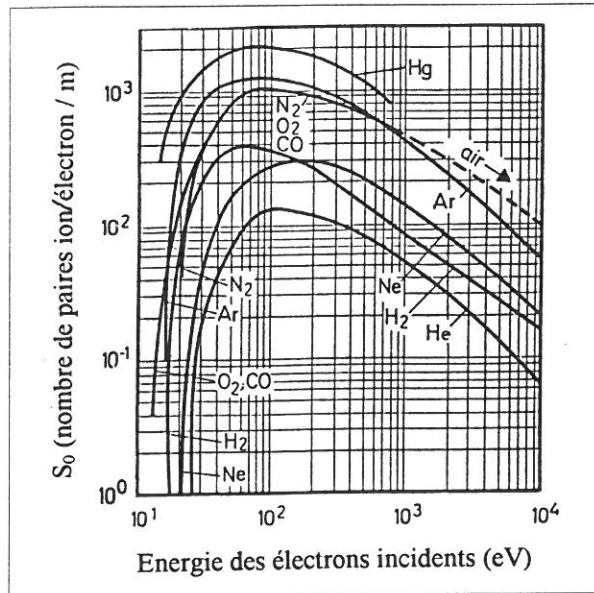


Figure IV-19 Variation de  $S_0$  pour plusieurs gaz, en fonction de l'énergie des électrons, dans des conditions suivantes :  $T_0 = 273,15 \text{ K}$  et  $p_0 = 1 \text{ Torr} = 1,33 \text{ mb}$  (d'après ref. 109).

Bien que nous ayons dit au chapitre précédent que les ions finissaient par atteindre l'antenne collectrice, un ion créé suffisamment près de l'échantillon revient sur celui-ci en moins d'une alternance hyperfréquence. Nous allons évaluer l'amplitude  $\alpha$  des oscillations d'un ion de charge  $+q$ , de masse  $M$  placé sous un champ alternatif d'amplitude  $E$  et de pulsation  $\omega$ . Un calcul rapide de l'équation du mouvement donne  $\alpha = \frac{qE}{M\omega^2}$ . Pour un ion  $\text{H}_2^+$  soumis à un champ de  $50 \text{ MV/m}$ , dans la cavité  $1,5 \text{ GHz}$ , on trouve que  $\alpha$  vaut  $24 \text{ }\mu\text{m}$ . Placé à une distance  $\alpha$  de l'échantillon, l'ion parvient sur ce dernier, avec une énergie de  $600 \text{ eV}$ . L'énergie acquise par les électrons sur une distance équivalente est de  $1,2 \text{ keV}$ . L'erreur commise sur le champ est faible car à cette distance la valeur de  $E$  est de  $97 \%$  de celle du champ de surface.

En supposant à titre d'exemple, que le gaz désorbé soit de l'hydrogène, le libre parcours moyen des électrons<sup>[79]</sup> à la pression de  $1 \text{ Torr}$  et à  $295 \text{ K}$  est de  $817 \text{ }\mu\text{m}$ . Le calcul de la puissance déposée s'effectue en tenant compte de la distribution énergétique des charges (électrons et ions) le long de leurs trajectoires. En supposant que nous sommes à température ambiante, la puissance maximale due au bombardement par des ions  $\text{H}_2^+$  s'exprime finalement en fonction du courant émis et de la pression locale due aux désorptions, soit :

$$P_{\max} = 1,2 \cdot I^- \cdot p \quad (\text{IV.17})$$

avec  $P_{\max}$  en watt,  $I^-$  en ampère et  $p$  en Torr. Le tableau ci-dessous montre les variations de  $P_{\max}$  lorsque les paramètres  $I^-$  et  $p$  varient, sachant que les ions créés au-delà d'une distance de l'échantillon supérieure à  $2\alpha$  s'en éloignent. Les désorptions importantes sont supposées être très localisées.

	courant électronique I	
	1 $\mu$ A	1 mA
p = 10 <sup>-4</sup> Torr	10 <sup>-10</sup> W	10 <sup>-7</sup> W
p = 10 <sup>-2</sup> Torr	10 <sup>-8</sup> W	10 <sup>-5</sup> W
p = 1 Torr	10 <sup>-6</sup> W	10 <sup>-3</sup> W

Tableau IV-3 Variation de la puissance déposée par bombardement ionique en fonction de la pression et du courant électronique émis par les sites émetteurs. Les hypothèses formulées sont : le gaz désorbé est de hydrogène et  $T = 273,15$  K.

#### IV.4.4 Effet de l'induction HF

Lorsqu'un milieu matériel reçoit une onde électromagnétique HF, plusieurs mécanismes contribuent à la dissipation de puissance : le rayonnement à travers la surface S limitant le milieu, les pertes par « effet Joule » dues au champ HF, et les pertes dues à la polarisation du milieu. Les deux derniers termes contribuent à l'échauffement du milieu.

pertes dans un milieu conducteur : Elles résultent du fait que le champ électromagnétique HF dans un conducteur se propage sur une faible épaisseur  $\delta$  du conducteur, dite « épaisseur de peau ». L'expression analytique de  $\delta$  (en mètres) s'écrit :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \mu \sigma}} \quad (\text{IV.18})$$

avec  $\omega$  la fréquence angulaire,  $\epsilon$  et  $\mu$  les constantes du matériau, et  $\sigma$  sa conductivité électrique. La puissance électromagnétique moyenne dissipée dans le conducteur est alors donnée par :

$$\bar{P} = \frac{1}{2} R_s \iint_S H_t^2 dS \quad (\text{IV.19})$$

$R_s = 1/\sigma\delta$  étant la résistance de surface (en ohm), et  $H_t$  la composante tangentielle de H à la surface S du conducteur (en A/m). On peut simplifier cette expression en supposant que l'excitation magnétique H autour de l'échantillon est sensiblement constante. En tenant compte des paramètres géométriques de la figure IV.18, la relation précédente devient :

$$\begin{aligned} \bar{P} &= \frac{1}{2} R_s H^2 (2\pi\delta h) & \text{si } \phi > 2\delta \\ \bar{P} &= \frac{1}{2} R_s H^2 (\pi\phi h) & \text{si } \phi < 2\delta \end{aligned} \quad (\text{IV.20})$$

La première expression concerne les particules ou protubérances dont le diamètre caractéristique est supérieur à deux fois l'épaisseur de peau, la seconde concerne les éléments de taille moindre. La distribution du champ H autour de l'échantillon est reliée au champ électrique crête par  $H \sim 100 E_p$ , avec H en A/m et  $E_p$  en MV/m. En calculant les valeurs de  $R_s$  et de  $\delta$  à 300 K et à 1,5 GHz, on obtient les valeurs réunies au tableau IV.4.

dissipation dans les diélectriques : Elle exprime le retard de la polarisation par rapport au champ électrique, qui se traduit dans l'équation de Maxwell par le terme  $\omega\epsilon$  dominant  $\sigma$ . L'expression analytique de la puissance HF moyenne dissipée dans le volume du diélectrique est donnée par :

$$\bar{P} = \frac{1}{2} \iiint_V \omega \epsilon'' E^2 dv \quad (\text{IV.21})$$

avec  $\epsilon''$  la partie imaginaire de la permittivité électrique complexe,  $E$  l'amplitude du champ électrique au point considéré. En supposant d'une part que le milieu est linéaire, homogène et isotrope, et d'autre part que  $E$  reste constant dans le volume  $V$ , cette puissance moyenne peut s'écrire :

$$\bar{P} = \frac{1}{2} \omega \cdot \text{tg}\delta \cdot \epsilon_0 \epsilon_r E_p^2 \cdot V \quad (\text{IV.22})$$

où  $\delta$  est l'angle de perte du diélectrique défini par  $\text{tg}\delta = \epsilon''/\epsilon'$ , et  $E_p$  le champ pic extérieur à  $V$ . Le volume  $V$  étant celui de la particule définie par la figure IV.18, on en déduit les puissances dissipées dans  $V$  en prenant par exemple  $\text{tg}\delta = 10^{-3}$  et  $\epsilon_r = 8,5$  (voir tableau IV.4). L'expression IV.22 est, en fait, une surestimation de la dissipation thermique car on a pris le champ extérieur au lieu du champ interne au diélectrique. Mais la grande dimension de la particule se trouvant parallèle aux lignes de champ, le champ interne peut être assimilé au champ extérieur. L'erreur commise sur  $\bar{P}$  est donc minime.

champ électrique pic	$E_p = 30 \text{ MV/m}$	$E_p = 50 \text{ MV/m}$
contact métal-substrat	35 nW	100 nW
particule de fer	70 $\mu\text{W}$	200 $\mu\text{W}$
protubérance Nb	85 $\mu\text{W}$	235 $\mu\text{W}$
contact isolant-substrat	$10^{-11} \text{ W}$	$10^{-10} \text{ W}$
particule $\text{Al}_2\text{O}_3$	0,430 mW	1,16 mW

Tableau IV-4 Puissance HF dissipée dans les particules de Fe et de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , et dans les protubérances, sur l'échantillon (calculé d'après les dimensions de la figure IV.18).

#### IV.4.5 Emission électronique résonnante

Au cours de la montée en champ, nous avons mentionné l'apparition du phénomène de multipactor, dont l'intensité mesurée par l'antenne collectrice pouvait dépasser 1 mA. Nous pouvons imaginer qu'un tel phénomène se produise entre la particule et le substrat. Pour un angle et une énergie des électrons incidents, le coefficient d'émission secondaire  $\delta$  est maximal et conduit à l'avalanche électronique (voir figure IV.20).

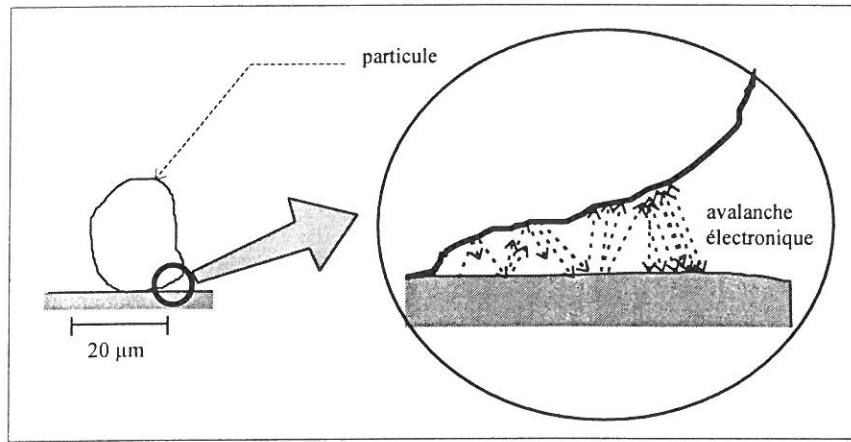


Figure IV-20 Multipactor entre la particule et le substrat.

Ce coefficient est défini par le rapport d'électrons secondaires émis  $I_s$  au nombre d'électrons primaires incidents  $I_p$ , soit :

$$\delta = \frac{I_s}{I_p} \quad (\text{IV.21})$$

Qualitativement,  $\delta$  augmente rapidement avec l'énergie des électrons primaires, atteint un maximum  $\delta_m$  à quelques centaines d'électron-volts et décroît ensuite lentement. Les valeurs de  $\delta_m$  varient de un (pour les métaux) à plusieurs dizaines pour les isolants. Mais en présence d'un champ électrique, le coefficient d'émission secondaire des isolants subit une modification par effet Malter<sup>[110]</sup> : il en résulte un accroissement d'un facteur 100 de  $\delta_m$ . Ce phénomène fut observé pour la première fois en 1936 par l'auteur, lorsque des couches superficielles isolantes placées dans un champ électrique intense étaient soumises à un bombardement électronique. L'interprétation proposée alors fut celle d'une émission électronique due à la présence de champs locaux très intenses à travers une couche superficielle isolante.

Nous avons vu dans la partie IV.4.3 que les électrons émis au niveau de la zone de fort champ ont une énergie cinétique de 100 eV après un trajet de 2  $\mu\text{m}$  dans le vide. Si nous supposons que l'intensité due au multipactor est de 10  $\mu\text{A}$ , nous trouvons que la puissance mise en jeu est de l'ordre du milliwatt, ce qui est considérable. Il semble cependant peu probable que cet effet ait lieu sur des protubérances métalliques.

#### IV.4.6 Discussion

D'après les estimations faites ci-dessus, nous ne retenons pas les contributions de l'effet Joule et de l'effet Nottingham, les ordres de grandeurs étant bien inférieurs à ceux trouvés pour le chauffage HF, le bombardement ionique ou encore pour l'émission électronique résonnante.

Si nous assimilons une protubérance à un cylindre, sa résistance thermique est donnée en fonction de ses dimensions caractéristiques ( $h$ ,  $\phi$ ) et de la conductivité thermique  $\lambda$  du matériau :

$$R_{th} = \frac{h}{\lambda S} = \frac{4h}{\lambda \pi \phi^2} \quad (\text{IV.24})$$

La différence de température entre le haut et la base du cylindre est alors proportionnelle à la puissance  $P$  reçue et s'écrit  $\Delta T = R_{th} \cdot P$ . Pour une puissance de 1 mW, nous trouvons que  $\Delta T$  vaut 5 K en prenant  $\lambda_{Nb} = 50$  W/m/K et les dimensions données par la figure IV.18. Nous en déduisons que les défauts géométriques sont pratiquement à température uniforme. La dissipation thermique conduisant à la fusion des pointes est très localisée dans ce cas, contrairement à ce qui se déroule sur les particules posées. En revanche, si nous nous plaçons à l'échelle nanométrique, nous constatons qu'il est possible d'atteindre la température de fusion du niobium (2741 K). Les valeurs de  $R_{th}$  sont désormais de l'ordre de  $10^6$ - $10^7$  K/W. Ce phénomène ne s'applique pas uniquement aux sites émetteurs mais aussi aux sous-structures de taille nanométrique. La constante de temps caractéristique d'atteinte de l'équilibre thermique s'exprime par :

$$\tau = R_{th} \cdot C \cdot V \quad (\text{IV.25})$$

$C$  étant la chaleur spécifique par unité de volume, et  $V$  le volume de la sous-structure. Elle se trouve dans une plage de  $10^{-12}$ - $10^{-11}$  s, ce qui est très faible en regard de la durée des impulsions HF. Dans le cas d'une poussière, l'élévation de température due au corps de la particule elle-même peut être négligée (quelques Kelvins). L'énergie reçue par la particule s'évacue essentiellement par conduction au niveau des points de contact avec le substrat. Tout le problème du calcul de  $\Delta T$  repose sur la connaissance de la résistance thermique de contact. Nous allons montrer, dans ce qui va suivre, qu'il est toutefois possible d'estimer la valeur de cette résistance à l'aide du MEB.

## IV.5 Evaluation expérimentale de la résistance thermique de contact d'une particule posée sur un substrat

L'idée générale consiste à dissiper une quantité connue de puissance dans une particule posée sur un substrat, et d'observer à partir de quelle puissance elle fond. Le principe de la méthode repose sur l'utilisation du faisceau électronique primaire du MEB. Si nous connaissons l'énergie des électrons incidents et le courant faisceau, nous en déduisons la puissance du faisceau moyennant les corrections dues aux électrons rétrodiffusés et aux pertes par rayonnement.

## IV.5.1 Protocole expérimental

### IV.5.1.1 Le faisceau électronique

En fonctionnement normal, le courant faisceau délivré par le filament de tungstène n'excède pas 20 nA, pour une tension d'accélération 30 kV. Afin d'obtenir plus de courant, nous avons diminué la résolution du microscope. En réalité, il fut nécessaire d'aller au-delà du point dit de « cut off » où aucune visualisation n'est possible, continuant ainsi jusqu'à ce que l'imagerie en électrons secondaires réapparaisse de nouveau. La mesure du courant incident s'effectue en se focalisant dans un diaphragme de 70  $\mu\text{m}$  posé sur la platine porte-échantillon. Celui-ci fait alors office de cage de Faraday (figure IV.21). De plus la stabilité de l'intensité est relativement bonne dans le temps puisque nous avons mesuré une variation  $\frac{\Delta I}{I}$  comprise entre 2,4 et 4 % sur une durée de 15 minutes. Ce mode d'utilisation du MEB permet d'obtenir des intensités supérieures à 3  $\mu\text{A}$ , mais il s'effectue au détriment de la résolution de l'image. Cette dernière passe de 5 nm à 1  $\mu\text{m}$ , et correspond à la taille du faisceau incident<sup>[111,112]</sup> de 30 keV. L'énergie des électrons est le paramètre constant dans cette expérience.

**Remarque** : Le pinceau électronique fonctionnant par balayage, nous nous sommes approchés de la configuration « sonde fixe » par l'utilisation du grandissement maximal. En effet, en fonctionnement normal et à fort grandissement, une superficie d'environ 600 nm  $\times$  400 nm est balayée par un faisceau de 5 nm de diamètre (faible courant). Mais lorsque ce dernier passe à 1  $\mu\text{m}$  (fort courant), la section du faisceau devient 3 fois plus importante que la zone à balayer. De ce fait, la course du faisceau est considérablement réduite par rapport à sa taille et l'on se retrouve quasiment en sonde fixe.

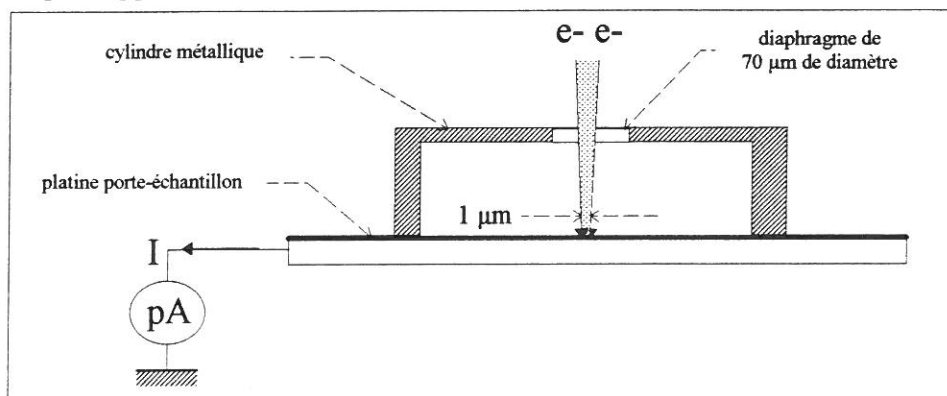


Figure IV-21 Mesure du courant faisceau.

### IV.5.1.2 Bombardement électronique

Des échantillons plans en Nb nettoyés selon le standard Saclay ont été empoussiérés avec des particules par simple saupoudrage. Deux types de métaux ont été étudiés dans cette campagne : le niobium et le fer. Nous nous sommes ensuite intéressés au comportement de la poudre d'alumine sous l'effet du faisceau électronique. Chaque particule de 20  $\mu\text{m}$  de taille a été préalablement repérée avant de subir le bombardement électronique. Après avoir défini la



puissance incidente, la particule est soumise au faisceau électronique (en quasi sonde fixe) pendant une durée de 30 s. Nous revenons ensuite en mode normal afin d'observer les éventuelles modifications morphologiques.

Le calcul des puissances incidentes doit tenir compte du taux d'électrons rétrodiffusés qui traduit l'interaction des électrons avec le noyau atomique. Ce coefficient est proportionnel au carré du numéro atomique  $Z$  et tend vers un palier de 0,5 pour les noyaux lourds ( $Z > 100$ ). Les valeurs expérimentales<sup>[112]</sup> pour des électrons de 30 keV arrivant en incidence normale sont, pour le fer et le niobium respectivement de 0,25 et 0,35. L'alumine est un matériau composé dont le numéro atomique moyen est inférieur à celui de l'élément Si. Le taux de rétrodiffusion du silicium pour des électrons de 25 keV étant de 0,16, nous prenons une valeur de 0,1 pour l'alumine à 30 keV.

Le parcours moyen des électrons dans la matière a été calculé par Pages et al.<sup>[113]</sup>. On trouve des valeurs de 3,46  $\mu\text{m}$  pour le fer, 3,76  $\mu\text{m}$  pour le niobium et 5,41  $\mu\text{m}$  pour l'alumine pour des électrons de 30 keV. En conséquence, en travaillant avec des particules de taille supérieure à 10  $\mu\text{m}$ , on peut admettre que toute l'énergie des électrons est déposée dans la particule. Toutes les valeurs numériques citées sont reportés dans le tableau IV.5.

Les puissances rayonnées lorsque les corps ont atteint la température de fusion sont rassemblées dans le tableau IV.5 en approximant l'émissivité totale en-dessous de la température de fusion<sup>[99]</sup> des métaux et de l'alumine à 0,15 et 0,3 respectivement. D'autre part, l'émissivité dépendant beaucoup de l'état de surface et d'oxydation, il faut supposer un état « moyen ».

matériau	Fer	Niobium	Alumine
taux de rétrodiffusion à 30 keV	0,25	0,35	0,1
pénétration des électrons de 30 keV	3,46 $\mu\text{m}$	3,76 $\mu\text{m}$	5,41 $\mu\text{m}$
$T_{\text{fusion}}$	1808 K	2741 K	2345 K
émissivité « moyenne » avant fusion	0,15	0,15	0,3
$P_{\text{rayonnée}}$ à la fusion pour une particule de 20 $\mu\text{m}$	0,11 mW	0,6 mW	0,65 mW

*Tableau IV-5 Contributions aux pertes de puissance lors d'un bombardement électronique de 30 keV sur une particule de 20  $\mu\text{m}$  de taille.*

Dans la suite de l'exposé, les puissances citées sont des données corrigées des pertes par rétrodiffusion et par rayonnement.



## IV.5.2 Résultats expérimentaux

### IV.5.2.1 Particules de Fer et de Niobium

Il existe un effet de seuil de puissance faisceau en-dessous duquel on n'observe aucune modification apparente. Les particules de fer fondent à partir de 11,2-14,9 mW (figure IV.22 a et b ) tandis que les particules de Nb fondent à 15,7-18,9 mW (figure IV.23 a et b ). Un bref calcul montre que le rapport des puissances incidentes est sensiblement égal au rapport des températures de fusion des deux matériaux. Nous pouvons en déduire que les résistances thermiques de contact pour les deux métaux sont très proches, soit :

<i>pour le fer</i>	$10^5 \text{ K.W}^{-1} < R_{th} < 1,4 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$
<i>pour le niobium</i>	$1,3 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1} < R_{th} < 1,6 \times 10^5 \text{ K.W}^{-1}$

Malgré une précision limitée à 40 % , ce résultat constitue pour nous un très bon résultat, compte tenu de l'échelle à laquelle nous travaillons.

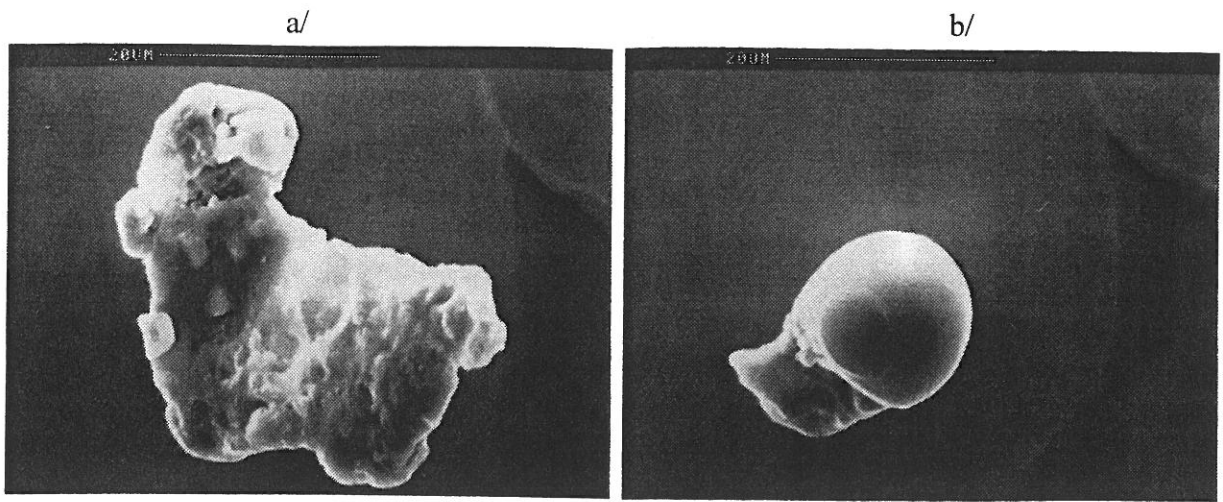
### IV.5.2.2 Particules d'alumine

Le comportement des particules d'alumine est tout à fait différent de celui des métaux :

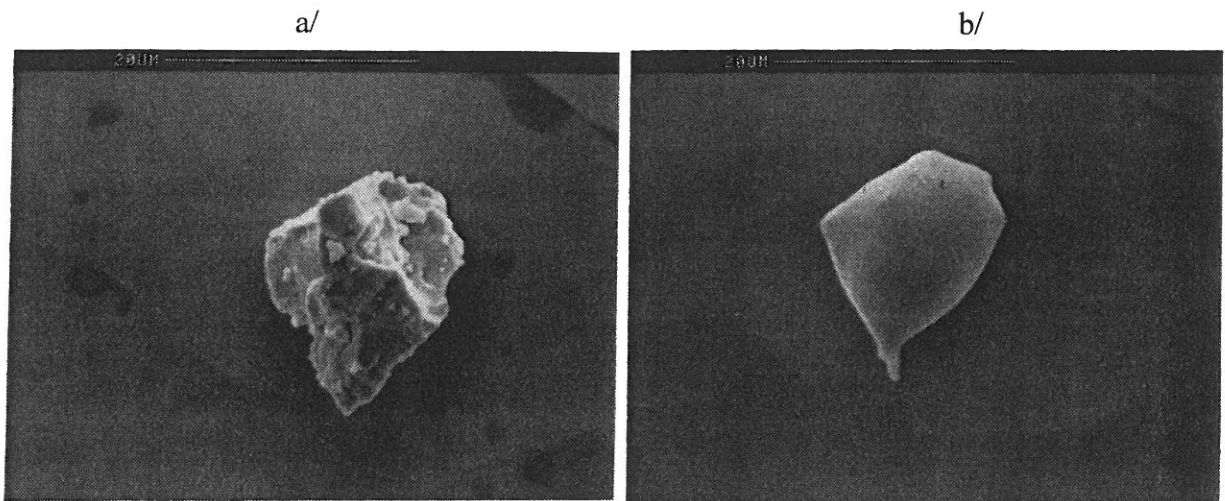
1/ 70 % d'entre elles se chargent sous l'effet du bombardement intense et quittent la surface de l'échantillon, rendant ainsi leur repérage individuel difficilement réalisable.

2/ les particules de 20  $\mu\text{m}$  de taille fondent pour des puissances inférieures à 0,25 mW (voir figure IV.24). Nous en déduisons que ces particules sont en très mauvais contact thermique avec le substrat et la limite inférieure de  $R_{th}$  est

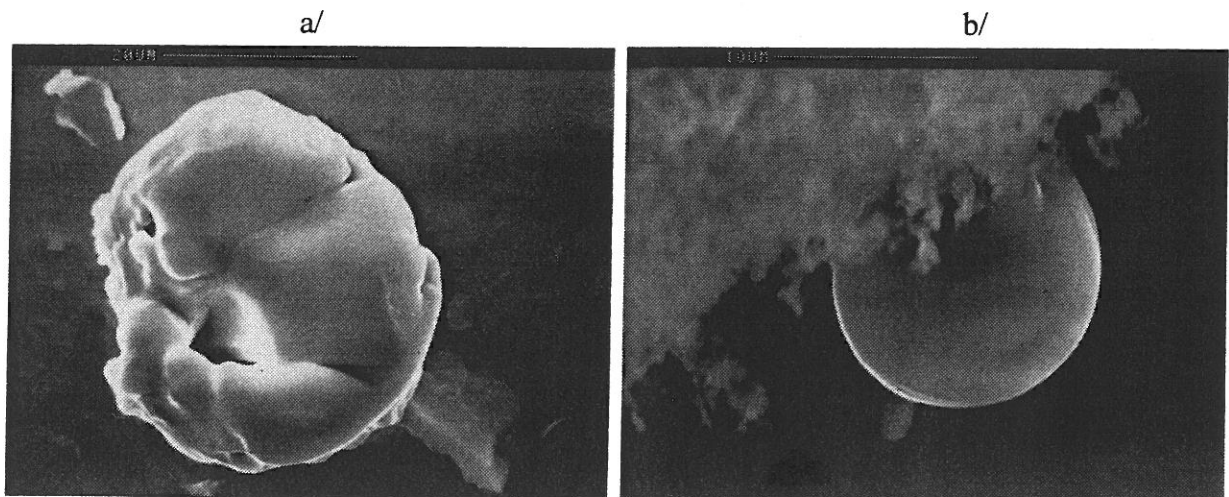
<i>pour l'alumine</i>	$R_{th} > 8,2 \times 10^6 \text{ K.W}^{-1}$
-----------------------	---



*Figure IV-22 Micrographies d'une particule de fer a/ avant et b/ après exposition à un faisceau de 14,9 mW.*



*Figure IV-23 Micrographies d'une particule de niobium a/ avant et b/ après exposition à un faisceau de 18,9 mW.*



*Figure IV-24 Micrographies de deux particules d'alumine après exposition à un faisceau de 0,25 mW (a et b).*

### IV.5.2.3 Temps caractéristiques

La relation IV.23 donne l'expression du temps caractéristique d'atteinte de l'équilibre thermique. Les valeurs de  $\tau$  contenues dans le tableau IV.6 ont été calculées pour une particule de 20  $\mu\text{m}$  de taille et en prenant les valeurs des capacités calorifiques<sup>[99]</sup> à 1800 K.

matériau	Fer	Niobium	Alumine
capacité calorifique C ( $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$ )	$6\times 10^6$	$2,92\times 10^6$	$5,25\times 10^6$
$R_{\text{th}}$ ( $\text{K}\cdot\text{W}^{-1}$ )	$10^5$	$1,3\times 10^5$	$8,2\times 10^6$
$\tau = R_{\text{th}}CV$	2,5 ms	1,6 ms	180 ms

Tableau IV-6 Temps caractéristiques d'atteinte de l'équilibre thermique sur une particule de 20  $\mu\text{m}$  de taille.

Si nous comparons la durée d'une impulsion HF (typiquement 2 ms) au temps nécessaire pour atteindre la température d'équilibre  $T_e$  (à  $5\tau$ ), nous constatons que la fusion des matériaux doit se produire au cours de l'impulsion HF. En d'autres termes  $T_{\text{fusion}}$  est inférieure à  $T_e$ , pour les trois matériaux étudiés.

L'amélioration du contact entre le substrat et la particule après fusion est démontrée par le fait qu'une puissance incidente 5 fois plus importante ne modifie plus l'aspect de la particule fondue. La figure IV.25 représente l'emplacement d'une particule de fer après fusion (des traces de l'élément Fe sont apparues à l'EDX). Elle fut arrachée électrostatiquement par un champ de 115 MV/m et sans émission électronique.

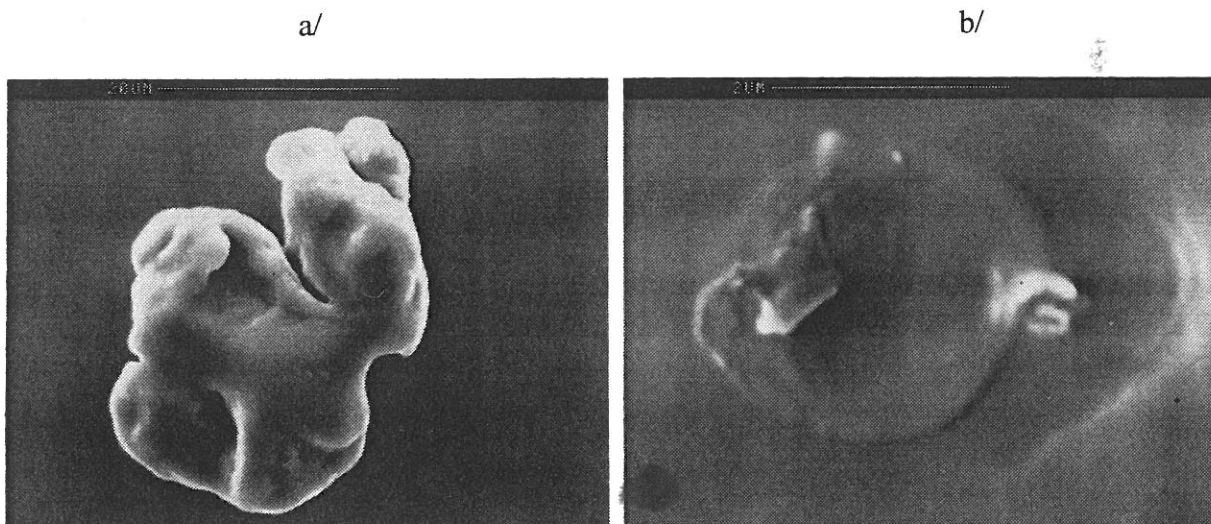


Figure IV-25 a/ Particule de fer fondue en surface, et b/ son emplacement après arrachement électrostatique.

Nous avons illustré ces propos par la figure suivante où la température de la particule est représentée en fonction du temps.

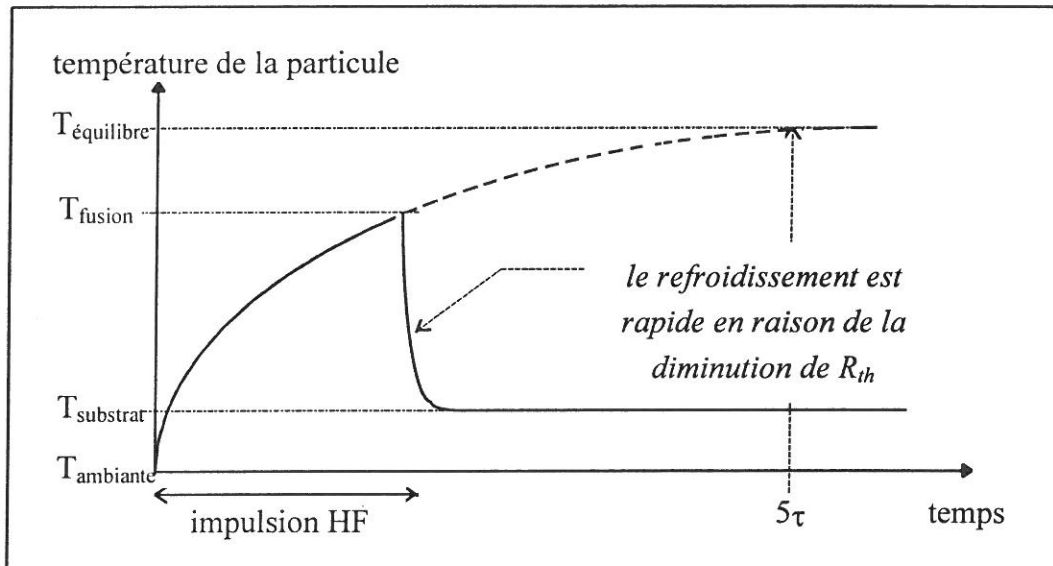


Figure IV-26 Variation de la température d'une particule en fonction du temps

### IV.5.3 Discussion

L'alumine, dont la valeur de  $R_{th}$  est au moins cent fois plus importante que celle des métaux, est susceptible de fondre par le chauffage HF uniquement, et pour des champs électriques appliqués bien inférieurs à 50 MV/m. L'on peut également aborder une étude du rôle de la taille des particules isolantes : il s'agit d'un paramètre important selon le mécanisme envisagé pour expliquer les effets thermiques observés.

Quant aux particules métalliques, on peut conclure que les données de puissances incidentes nécessaires pour atteindre leur fusion incitent à penser qu'il y aurait une autre source de chauffage additionnelle que celle des pertes hyperfréquences ( $H_{pic} = 5000$  A/m). Cela pourrait être le bombardement ionique — l'estimation de la pression locale est totalement inconnue et pourrait être des ordres de grandeurs supérieures à la pression globale — ou encore l'hypothèse de l'émission électronique résonante qui demeure difficilement vérifiable. En tout état de cause, l'origine réelle de la cause additionnelle de chauffage, et par conséquent de la fusion des particules reste encore à approfondir.

## Chapitre V

# **Etude comparative de l'émission électronique en régime de champ continu et en hautes fréquences**

### **V.1 Résultats expérimentaux**

### **V.2 Discussion**



# Etude comparative de l'émission électronique en régime de champ continu et en haute fréquence

L'émission électronique renforcée, en régime de champ continu (DC), est généralement bien décrite par le modèle de Fowler-Nordheim, moyennant l'introduction d'un coefficient de renforcement du champ  $\beta$  et d'une surface émissive  $S$ . Cette théorie fut extrapolée en régime alternatif hautes fréquences (HF) en raison des similitudes observées à l'intérieur des cavités HF — variation exponentielle du courant en fonction du champ appliqué, émission provenant de sites localisés. Cependant, aucune preuve directe justifiant cette extrapolation n'a, jusque là, pu être produite. La difficulté d'une étude comparative DC-HF réside dans le fait que l'analyse microscopique des zones émettrices d'une structure HF est destructive pour la cavité. En associant le bras porte-anodes présent dans le MEB, avec les échantillons amovibles de la cavité réentrante 1,5 GHz, nous disposons d'outils susceptibles d'apporter les premiers éléments de réponse à la question suivante : *le mécanisme d'émission est-il le même en HF qu'en champ continu ?* L'intérêt fondamental suscité par la question posée explique le fait que cette étude — correspondant à la sixième étape du protocole expérimental décrit au paragraphe IV.2.1 — soit l'objet d'un chapitre à part entière.

Le présent chapitre comprend deux parties organisées comme suit : en premier lieu, nous décrivons les résultats obtenus avec les particules d'alumine et de fer. Nous nous intéressons ensuite aux défauts géométriques, pour clore ce chapitre par une discussion.

Le terme de « champ seuil d'émission » étant d'un usage courant, il est défini comme étant le champ électrique de surface appliqué à partir duquel on détecte un courant de 10 pA.

## V.1 Résultats expérimentaux

### V.1.1 Echantillons pollués avec des particules d'alumine

#### V.1.1.1 Observations expérimentales

Test en continu dans le MEB, avant HF : Les propriétés isolantes de l'alumine en champ continu sont clairement établies. Une étude statistique<sup>[43]</sup> portant sur l'émissivité de 57 particules de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (pures à 99,99 %) posées sur un substrat de Nb a montré que 55 d'entre-elles n'émettent pas d'électrons pour des champs avoisinant 140 MV/m. Les deux exceptions, dont les seuils étaient de 72 et 80 MV/m, peuvent représenter des exemples rares mais



significatifs de l'émissivité des particules isolantes. Notons cependant que le seuil d'apparition des électrons se trouve bien au-dessus du champ maximal pouvant être atteint dans la cavité HF.

*Test HF dans la cavité* : La montée en champ s'est déroulée de façon moins chaotique qu'avec les particules de fer (cf. § IV.2.3.1). Contrairement aux mesures réalisées en champ continu, nous avons constaté un début d'émission électronique de 600 pA à partir de 8 MV/m. Des caractéristiques réversibles courant champ ont été obtenues par la suite, illustrées par la figure IV.9.

#### V.1.1.2 Emissivité après le test HF

Suivant les mesures HF, les études menées au MEB ont révélé trois autres caractéristiques importantes : 1/ l'explosion des particules en milliers de petites particules de 200 nm de taille (voir figure IV.10), 2/ fusion de certaines particules d'alumine, 3/ émission électronique en champ continu.

Lorsque les particules diélectriques sont soumises à un champ électrique continu trop important, certaines d'entre-elles peuvent quitter la surface de l'échantillon par répulsion électrostatique. Nous avons voulu éviter le risque d'une modification de l'état de surface en nous limitant à la mesure des champs seuils dans cette étude (tableau V.1). Les zones émissives sont recouvertes de centaines de particules de très petite taille (~200 nm), bien inférieure à la résolution spatiale de la motorisation du plateau porte-échantillon. Nous constatons que les champs seuils déterminés dans la cavité, ensuite au MEB, sont comparables pour les deux échantillons testés, aux incertitudes de mesure près.

Echantillon	Nb1	Nb2
seuil d'émission en HF	22 MV/m	22,4 MV/m
seuil d'émission en DC	21 MV/m	24 MV/m

*Tableau V-1 Champs seuil d'émission des particules d'alumine mesurés dans la cavité, puis au MEB sur le site le plus émissif.*

### V.1.2 Echantillons pollués avec des particules de fer

#### V.1.2.1 Observations expérimentales

*Test en continu dans le MEB, avant HF* : La surface de l'échantillon en Nb polluée avec des particules de fer a été balayée en champ afin de déterminer leurs seuils d'émission. La plage de variation mesurée entre 40 et 60 MV/m était en accord avec les précédentes études statistiques réalisées par Jimenez et al.<sup>[43]</sup>. Nous nous sommes volontairement limités aux mesures de champ seuil afin d'éviter les risques de microdécharges. Toutefois ces particules constituent de bons sites émetteurs, puisque les auteurs<sup>[45]</sup> ont mesuré des caractéristiques d'émission élevées (on trouve par exemple  $S = 5 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2$  et  $\beta = 170$ ).

Test HF dans la cavité : Nous rappelons brièvement les observations expérimentales faites au cours du test HF, puis dans le MEB, sur un échantillon contaminé en fer.

- premiers courants détectés à 5 MV/m et variations brusques de courants (par paliers) pendant la formation HF,
- grande émissivité à fort champ (quelques 100  $\mu\text{A}$  à 45 MV/m) et réversibilité des mesures après formation HF,
- les particules s'alignent selon les lignes de champ et peuvent s'empiler,
- il apparaît clairement, d'après l'aspect lisse et arrondi des particules, que des phénomènes thermiques importants se sont produits dans la cavité : il y a eu une fusion en surface et soudure des particules au substrat.

Le balayage par la pointe anode, sous champ constant, permet de repérer les sites à faible seuil d'émission. Les profondes modifications apparues au cours du test HF ont abaissé ces valeurs autour de 15-20 MV/m, pour une plage de 40-60 MV/m déterminée initialement. Lorsque le courant recueilli par l'anode devient supérieur au nanoampère, des fluctuations apparaissent, s'intensifiant avec le champ. Nous les interprétons comme étant une manifestation des gaz adsorbés en raison du vide résiduel de quelques  $10^{-6}$  mb, d'autant que l'échantillon n'a pas été étuvé in situ. Ni les instabilités de courant DC, ni une émission jusqu'à 20  $\mu\text{A}$ , n'ont d'incidences sur la morphologie des particules métalliques.

Un point capital doit être souligné dans l'analyse des données : la comparaison DC-HF des mesures courant-champ ne peut se faire par une simple superposition des points expérimentaux issus des deux appareillages. En effet, les relations de Fowler-Nordheim diffèrent selon les régimes de champ par le facteur préexponentiel. Les relations donnant  $I_{DC}$  et  $I_{HF}$  proviennent respectivement des équations I.9 et II.41 et sont réunies ci-dessous (on a supposé les fonctions  $v(y)$  et  $t(y)$  égales à l'unité) :

$$\begin{aligned}
 I_{DC} &= \frac{A}{\phi} S_{DC} \cdot (\beta_{DC} E_{DC})^2 e^{-\frac{B\phi^{3/2}}{\beta_{DC} E_{DC}}} \\
 I_{HF} &= \frac{C}{\phi} S_{HF} \cdot (\beta_{HF} E_{HF})^{2.5} e^{-\frac{B\phi^{3/2}}{\beta_{HF} E_{HF}}} \quad \text{(V.1)} \\
 \text{avec } C &= \frac{2\sqrt{2}}{3\pi} \cdot \sqrt{\frac{\beta_{HF}}{B\phi^{3/2}}}
 \end{aligned}$$

avec  $A = 1,54 \cdot 10^{-6}$  et  $B = 6,83 \cdot 10^9$ ,  $\phi$  est le travail de sortie en eV, S la surface émissive en  $\text{m}^2$ ,  $\beta$  le facteur de renforcement du champ, E le champ macroscopique appliqué exprimé en V/m. En réalité  $(\beta_{DC}, S_{DC})$  et  $(\beta_{HF}, S_{HF})$  sont les seules grandeurs comparables dans notre expérience. Du fait de la grande reproductibilité des mesures dans la cavité, les caractéristiques  $(\beta_{HF}, S_{HF})$  extraites sont introduites dans la relation  $I_{DC}$ . Nous obtenons ainsi une courbe contenant des paramètres expérimentaux  $I_{DC} = f(E_{DC}, (\beta_{HF}, S_{HF}))$ , offrant la possibilité de la comparer avec les mesures (moins stables) en champ continu. Si l'hypothèse du mécanisme d'émission identique est faite pour les deux régimes de champ, les deux

courbes doivent être identiques. Cette méthode s'applique aux métaux, dont le travail de sortie est connu. Nous prenons les valeurs de 4,5 eV pour Fe et 4,0 eV pour Nb.

La figure V.1 montre un cas typique d'une courbe extrapolée  $I_{DC} = f(E_{DC} (\beta_{HF}, S_{HF}))$  sur laquelle nous avons superposé les mesures obtenues au MEB sur la particule la plus émissive. Sur les trois mesures en champ continu, seule la dernière semble suivre la représentation extrapolée, mais s'en écarte au delà d'un niveau de courant de 1 nA. En dépit d'une variation de cinq ordres de grandeurs sur le courant entre les deux premières mesures, l'aspect du site émetteur n'a pas évolué de façon perceptible.

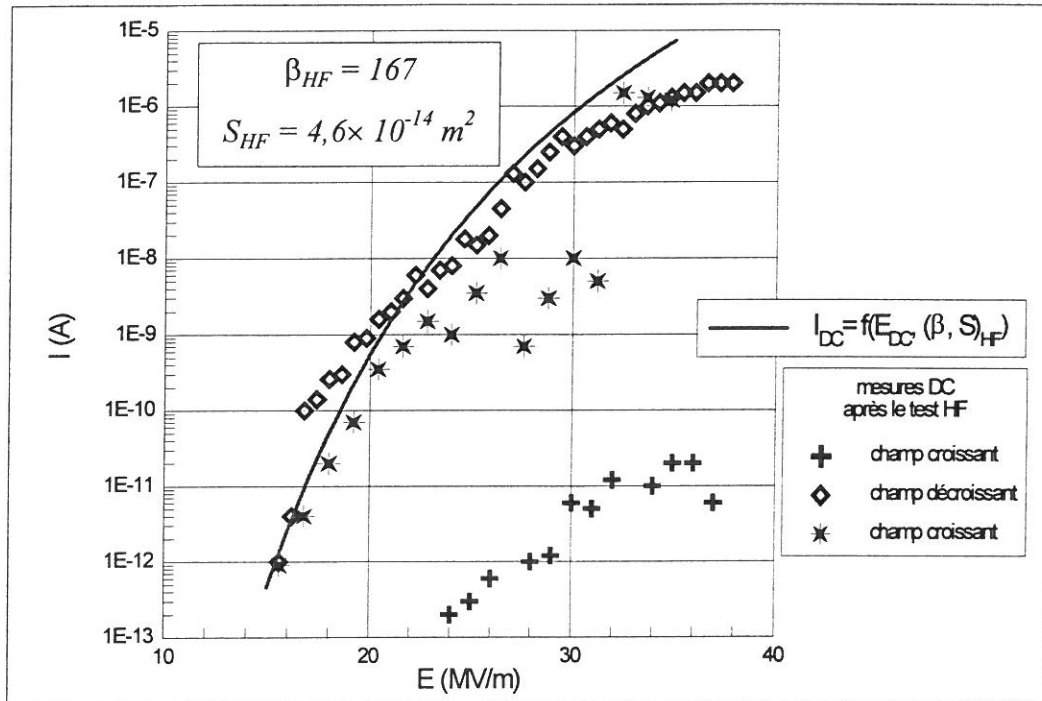


Figure V-1 Comparaison des tracés  $I_{DC} = f(E_{DC}, (\beta_{HF}, S_{HF}))$  avec les valeurs expérimentales en DC provenant de la particule de fer la plus émissive

Les mesures au MEB donnant lieu à une bonne reproductibilité sont les champs seuils d'émission après un test HF (voir tableau V.1) qui sont très proches des valeurs extrapolées HF-DC, aux incertitudes de mesure près.

Echantillon	Nb-1	Nb-6
seuil en HF (extrapolé en continu)	12,4 MV/m	16,7 MV/m
seuil en DC (après un test HF)	12 MV/m	17,1 MV/m

Tableau V-2 Comparaison des champs seuil d'émission de particules de fer sur des échantillons en Nb.

La présence de nombreuses particules sur l'échantillon peut légitimement soulever des questions sur le fait que nous soyons bien en présence du site émetteur le plus fort. En outre

l'antenne collectrice de la cavité recueille une intensité globale, alors que le principe du dispositif implanté dans le microscope consiste en une étude locale. Nous pouvons argumenter en deux points : 1/ nous sommes en présence d'une loi de variation exponentielle, de ce fait le site émetteur le plus fort domine tous les autres<sup>[108]</sup>, 2/ la bonne correspondance (à faible courant) entre la courbe extrapolée et la troisième mesure laisse penser que la particule émettrice a été correctement localisée. Aussi, le doute subsistant, la suite de notre étude s'est portée sur les défauts géométriques ponctuels créés à la surface de l'échantillon par contact mécanique avec une pointe diamant .

### ***V.1.3 Echantillons rayés avec une pointe diamant***

#### **V.1.3.1 Emissivité en continu avant le test HF**

Contrairement aux manipulations précédentes, des mesures en champ continu ont pu être réalisées sur ce type d'échantillon avant son passage dans la cavité. Les courbes obtenues en alternant le sens de progression du champ, met en évidence le problème de reproductibilité des mesures de courant au delà de 1 nA. Les instabilités apparaissent de façon plus ou moins marquée, quelle que soit la variation du champ.

#### **V.1.3.2 Emissivité en haute fréquence, puis en champ continu**

Initialement à  $10^{-7}$  mb, la pression dans la cavité était remontée jusqu'à  $4 \times 10^{-6}$  mb pendant la formation HF qui a duré une heure. A l'issue des mesures, nous avons déduit les caractéristiques du site émetteur, soit  $\beta_{HF} = 158$  et  $S_{HF} = 1,04 \times 10^{-15} \text{ m}^2$ , avec un coefficient de corrélation de 0,98985. Le courant maximal détecté par l'antenne collectrice était  $1,47 \mu\text{A}$  pour un champ de  $46,3 \text{ MV/m}$  crête.

Bien que les observations au MEB n'aient révélé aucune lésion apparente du défaut géométrique, de nouvelles mesures en champ continu ont tout de même été effectuées. Nous avons regroupé dans la figure V.2 toutes les courbes  $I_{DC} = f(E_{DC})$ , avec la courbe extrapolée  $I_{DC} = f(E_{DC}(\beta_{HF}, S_{HF}))$ . Nous les avons également représenté dans un diagramme de Fowler-Nordheim dans la figure suivante. Comme précédemment, on voit que la correspondance est frappante pour les faibles intensités, aussi bien avant qu'après HF. Mais les points expérimentaux s'écartent de la courbe théorique dès que I devient supérieur au nanoampère.

Les résultats provenant d'autres échantillons testés selon le même protocole, sont similaires à ceux que nous venons de décrire. A l'image de la figure V.1, certaines courbes présentent parfois la même allure que celle extrapolée, mais le niveau du courant est soit deux ordres de grandeurs au-dessus, soit mille fois plus faible d'une mesure à l'autre !

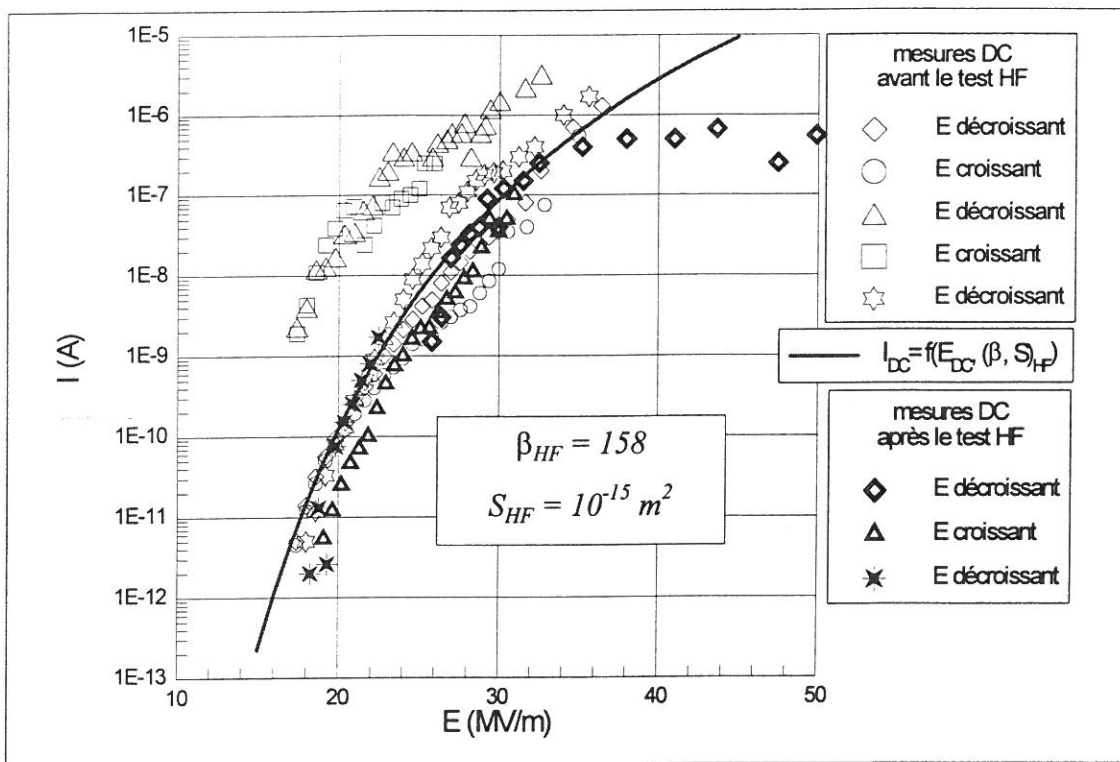


Figure V-2 Comparaison des tracés  $I_{DC} = f(E_{DC}, (\beta, S)_{HF})$  avec les valeurs expérimentales en DC, sur un échantillon rayé.

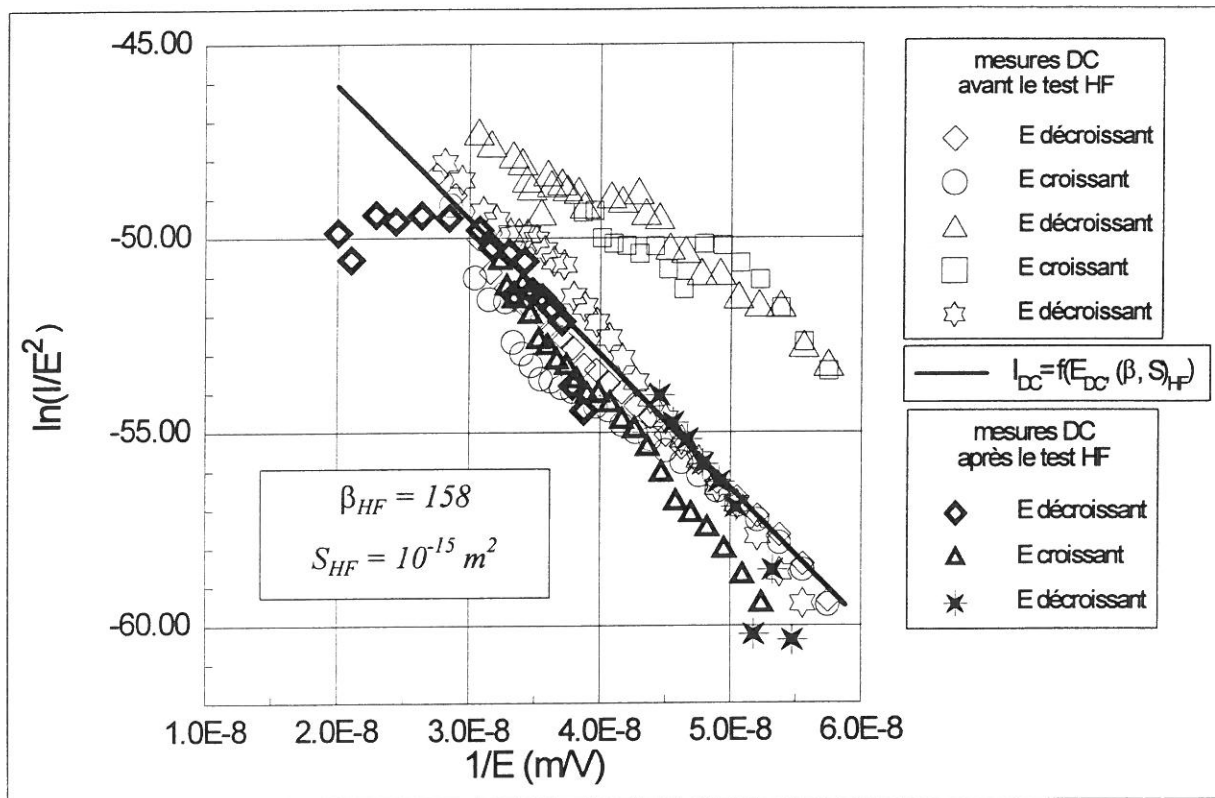


Figure V-3 Les courbes de la figure précédente sont représentées dans un diagramme de Fowler-Nordheim.

## V.2 Discussion

### V.2.1 Particules d'alumine

L'ensemble des observations expérimentales faites dans la cavité a mis en évidence une grande disparité de comportements entre les poussières d'alumine testées en DC et celles testées en HF dont nous avons relevé les faits marquants :

1/ Le champ HF peut modifier de façon irréversible les propriétés isolantes de certaines particules d'alumine. Contre toute attente, celles-ci semblent devenir des sites émetteurs en HF et continuent d'émettre après en DC avec des champs seuils très proches des valeurs en HF.

2/ Une autre spécificité observée concerne « l'explosion » des particules en milliers de grains submicroniques que l'on pourrait attribuer au fait qu'il s'agit d'agglomérats frittés. Cependant, nous avons observé les mêmes phénomènes avec une alumine d'origine différente<sup>[114]</sup>, révélant vraisemblablement une propriété intrinsèque de ces particules isolantes en présence de champ HF.

3/ Les effets thermiques associés aux particules prennent naissance dans la cavité ré-entrante en régime prédisruptif ( $I < 1 \mu\text{A}$ ). Ils sont d'autant plus nocifs que les particules fondues restent collées au substrat, de telle sorte qu'un renouvellement de l'état de surface requiert alors un décapage chimique.

Les faits expérimentaux mentionnés ci-dessus reposent cependant sur la base d'une campagne de mesures réalisée sur trois échantillons. Des essais complémentaires dans le but de faire des études statistiques sur des aluminés d'origine variées, mais aussi avec d'autres poussières isolantes (la silice, par exemple) permettrait de confirmer leur place dans la classification des sites émetteurs extrinsèques *en hyperfréquence*.

### V.2.2 Particules de fer

Nous avons déjà soulevé la question de la présence de nombreux sites émetteurs potentiels sur l'échantillon contaminé, laissant planer le doute sur l'identification du bon émetteur. Nous ajoutons un autre argument en notre faveur en citant le problème rencontré par les industriels élaborant des réseaux de pointes pour toutes les applications nécessitant une source à électrons (les écrans plats, par exemple). Pourtant conçues à cet effet, seules 10 % d'entre elles sont de bons émetteurs<sup>[115]</sup>, c'est-à-dire qu'elles émettent individuellement quelques 10  $\mu\text{A}$ . Cette défaillance est d'ailleurs compensée par leur grande densité ( $10^4$  pointes /  $\text{mm}^2$ , voire  $10^6$ ), ramenant à une émissivité moyenne de 50 à 80 nA/pointe pour les écrans plats.

Malgré les barres d'erreurs, nous constatons que les valeurs de champ seuil déterminées en HF correspondent à celles des particules les plus émissives repérées au MEB. Soulignons qu'après un test HF, l'abaissement du seuil d'émission DC des particules de fer est observé dans tous les cas (sur une dizaine d'échantillons étudiés). Ce constat peut s'expliquer par la



présence de forces électriques HF dans le processus d'alignement des particules. En se dressant perpendiculairement selon leur plus grande dimension, elles tendent à maximiser le coefficient de renforcement du champ. Il en résulte un abaissement du seuil d'émission.

### *V.2.3 Défauts géométriques*

On pourrait penser que les particules métalliques étant mobiles ne puissent pas permettre une comparaison stricte entre les mesures en continu et celles en hyperfréquences. Mais le remplacement des particules métalliques par un défaut géométrique n'a pas résolu le problème des instabilités de courant. A plusieurs reprises, nous avons eu l'occasion de rappeler le rôle important joué par les gaz adsorbés et le vide résiduel dans la cavité (voir figure III.16). La faible reproductibilité des mesures DC en est une autre illustration. Une solution qui permettrait de s'affranchir de ce problème consisterait en l'insertion dans la chambre du MEB d'un système d'étuvage, ou encore d'une lampe à ultra violets agissant par photodésorption.

La fabrication du défaut géométrique s'est déroulée dans l'enceinte du MEB, mise sous vide. Lorsque l'on réalise ensuite des mesures courant-champ, les électrons sortant au niveau du site émetteur traversent une interface métal-vide ou métal-vide-gaz adsorbé. Nous pouvons supposer que, dans la première phase de mesures avant le test HF, le renforcement du champ est dû à un simple effet de pointe. Supposons maintenant que la couche naturelle d'oxyde isolant se soit formée sur le site émetteur, pendant sa remise à l'air au cours des transferts entre les différents dispositifs expérimentaux. Nous constatons que l'oxyde isolant n'a pas augmenté  $\beta$  d'un facteur 10 à 100 prévu par le modèle des « électrons chauds »<sup>[26]</sup>.

### *V.2.4 Comparaison de l'émission électronique en champ continu et de haute fréquence*

La différence de comportement des particules d'alumine selon le régime de champ appliqué a été démontrée. Le mécanisme par lequel les électrons sortent dans le vide à travers l'isolant reste encore à éclaircir. Un dispositif d'analyse de spectres lumineux<sup>[114]</sup> émis par l'échantillon de la cavité ré-entrante mis au point par l'Institut de Physique Nucléaire d'Orsay, devrait fournir de précieuses informations à ce sujet (étude en cours).

L'ambiguïté des courbes expérimentales ne nous permet pas de répondre clairement à la question de la comparaison des mécanismes d'émission électronique en DC ou en HF. Les bonnes corrélations entre les champs seuils d'une part, et les parties « faibles courants » de certaines mesures DC et la courbe théorique d'autre part, plaident en faveur d'une réponse identique dans les deux régimes pour les deux métaux étudiés. Ces présomptions sont renforcées par la figure V.2, dont les points relevés en champ continu avant et après un test HF se superposent avec la courbe théorique. Le tableau suivant contient les caractéristiques  $\beta_{DC}$  extraites des mesures « faibles courants ». Comme pour les seuils d'émission du tableau V.1, les valeurs de  $\beta$  sont encore très proches. Rappelons qu'à l'aide d'un résonateur



supraconducteur, Klein et Turneaure<sup>[48]</sup> avaient déjà reporté des variations peu significatives du facteur  $\beta$  sur quatre modes de la cavité, compris entre 0,5 et 3,5 Ghz.

	mesures DC avant HF à faibles courant		<i>mesures HF</i>		mesures DC après HF à faibles courant	
	$\beta_{DC}$	$S_{DC} (m^2)$	$\beta_{HF}$	$S_{HF} (m^2)$	$\beta_{DC}$	$S_{DC} (m^2)$
particule de fer	—	—	167	$4,6 \cdot 10^{-14}$	173	$2,3 \cdot 10^{-14}$
défaut géométrique	164	$0,4 \cdot 10^{-15}$	158	$1 \cdot 10^{-15}$	154	$1,4 \cdot 10^{-15}$

*Tableau V-3 Coefficients de renforcement du champ et surfaces émissives provenant des figures V.1 et V.2.*

En conclusion, les éléments dont nous disposons laissent penser que l'émission électronique en hyperfréquence serait également régie par la théorie de Fowler-Nordheim. La suppression des instabilités de mesures d'intensité est indispensable pour lever les derniers doutes. Si cette hypothèse se confirmait, elle validerait en corollaire notre expression analytique reliant le courant au champ en HF pour la gamme de champ considérée.



# Chapitre VI

## **Essais d'amélioration de la propreté des surfaces**

### **VI.1 Electrodes industrielles**

### **VI.2 Quelques traitements appliqués aux cavités**

### **VI.3 Formation par des impulsions HF brèves**

### **VI.4 Conclusion**



# Essais d'amélioration de la propreté des surfaces

L'intérêt suscité par l'étude de l'émission de champ renforcée dépasse le cadre de la recherche en physique fondamentale. En effet, les performances de bon nombre de dispositifs utilisant le vide comme milieu diélectrique sont limitées par la présence de sites émetteurs sur les électrodes de grandes dimensions. Il convient non seulement de trouver leur provenance et leur nature (intrinsèque, extrinsèque), mais également de rechercher des traitements de surface en vue de repousser aussi loin que possible les champs seuils d'apparition des électrons.

La démarche empirique que nous avons adoptée consiste à appliquer quelques traitements de surface sur des échantillons (en Nb, Cu et Mo), puis à vérifier leur efficacité du point de vue de l'isolation électrique sous vide. Ainsi, tous les échantillons « traités » sont soumis à un test HF selon les conditions définies au paragraphe III.3.2, que nous résumons ici :

- montage de l'échantillon dans la cavité sous flux laminaire,
- vide résiduel dans la cavité voisin de  $10^{-7}$  mb,
- impulsions HF : 2 à 3 ms sur une période de 800 ms,
- progression en champ : de 0 à 45 MV/m crête en 20 mn,
- formation HF de durée variable, suivie d'éventuelles mesures courant-champ.

Un échantillon traité est alors considéré comme propre vis à vis de l'émission de champ s'il satisfait au critère suivant : le courant électronique recueilli par l'antenne collectrice est inférieur à 100 pA pour un champ de surface appliqué de 45 MV/m.

Au cours du chapitre VI, nous décrivons puis analysons successivement les résultats obtenus avec les divers traitements de surface appliqués aussi bien dans l'industrie que dans les laboratoires de recherche.

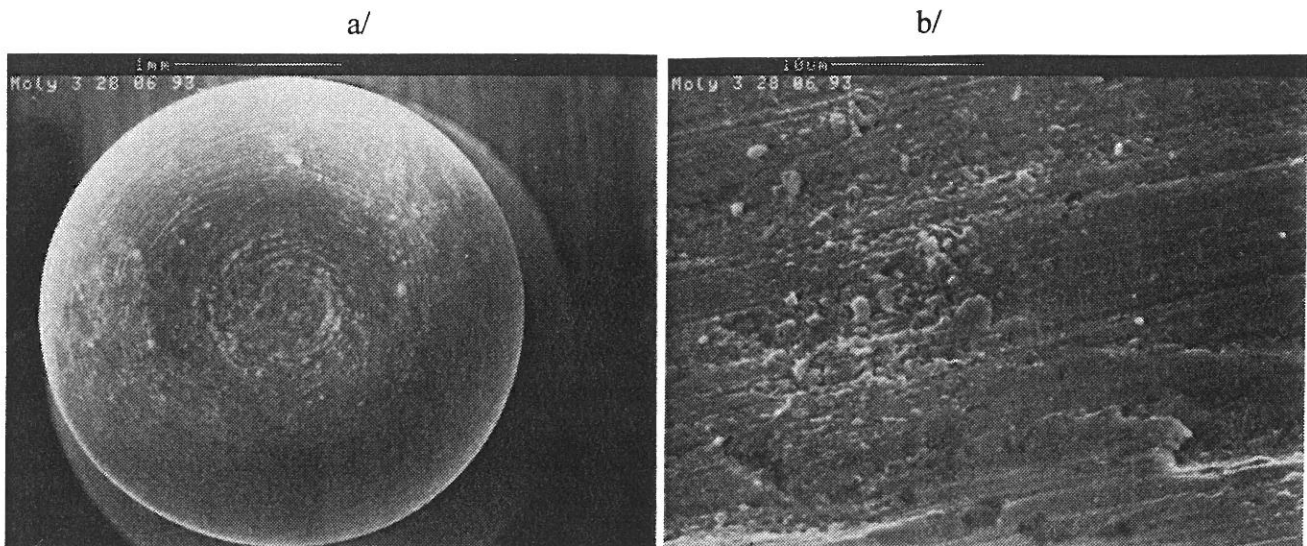
## VI.1 Electrodes industrielles

Les électrodes usinées subissent, en général, un décapage chimique visant à ôter la couche écrouie et les impuretés incluses à la surface du métal. Nous nous sommes intéressés à deux procédés utilisés dans l'industrie des tubes électroniques (Thomson Tubes Electroniques, TDH Vélizy) appliqués aux matériaux utilisés pour la fabrication de certains wehnelts des canons à électrons. Dans notre cas, il s'agit du cuivre et du molybdène, dont les travaux de

sortie sont pris respectivement à 4,65 eV et 4,60 eV pour les besoins de l'analyse Fowler-Nordheim.

### *VI.1.1 Polissage mécanique de TDH*

Dans une première étape, nous avons testé deux échantillons de Cu et un de Mo, polis mécaniquement après usinage. Ils ont été transportés dans un sachet plastique scellé sous atmosphère d'azote. Les micrographies suivantes montrent l'état de surface de l'échantillon en Mo, sur lesquelles les traces d'usinage apparaissent nettement. Les résultats des essais sont reportés dans la figure VI.2.



*Figure VI-1 Micrographies de l'échantillon en Mo, brut d'usinage et poli mécaniquement ; a/ vue générale de haut, et b/ détail.*

### *VI.1.2 Traitement chimique de TDH*

Dans la seconde étape, les échantillons testés dans la cavité avaient subi le même procédé que les wehnelts des canons des tubes électroniques soit :

Traitement appliqué à un wehnelt en cuivre de tube à ondes progressives :

- polissage mécanique  $R_a \leq 0,1$
- dégraissage lessive Henkel
- dégraissage électrolytique
- acide chlorhydrique
- acide sulfochromique
- séchage méthanol

### Traitement appliqué à un wehnelt en molybdène de tubes électroniques :

- polissage mécanique  $R_a \leq 0,2$
- dégraissage fréon
- dégraissage électrolytique
- séchage méthanol

Notons qu'un premier lot d'échantillons traités chimiquement a été transporté sous sachet plastique scellé, et un second lot dans la boîte plastique rigide utilisée à Saclay (voir § III.3.1.3). Les résultats sont résumés dans la figure VI.2, sur laquelle nous avons réuni les coefficients  $\beta$  issus des interpolations linéaires de tous les échantillons testés.

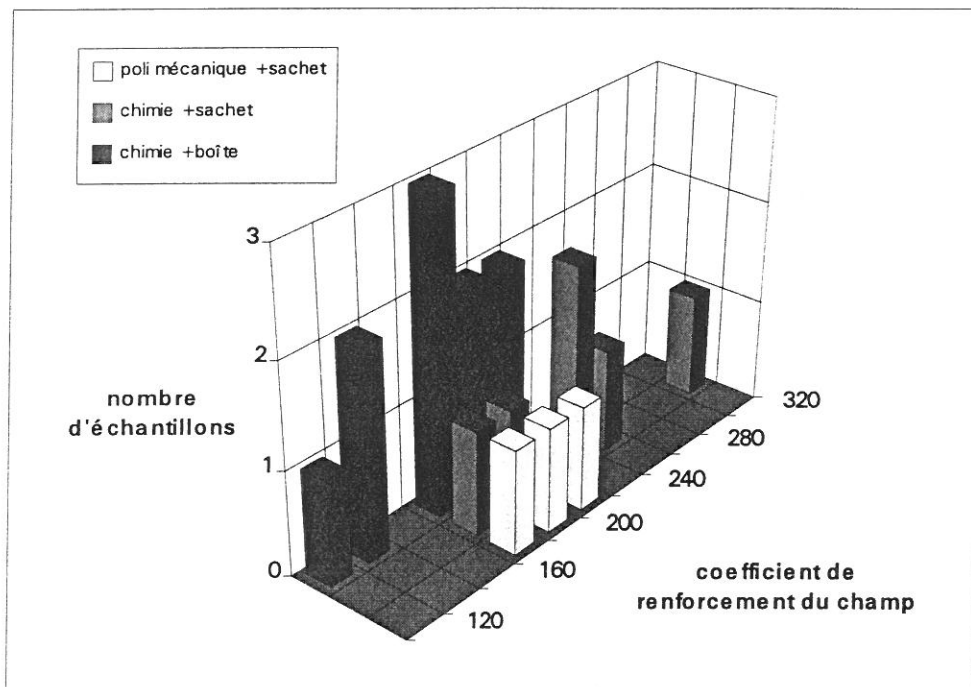


Figure VI-2 Histogramme montrant la distribution du facteur  $\beta$  en fonction des protocoles de transport et de traitement des échantillons en cuivre et en molybdène.

### **VI.1.3 Discussion**

Sur la totalité des 19 échantillons testés (10 en cuivre et 9 en molybdène), tous ont émis des électrons quel que soit leur conditionnement. Toutefois, on constate un décalage net de la distribution entre les échantillons transportés sous sachet (donc en contact avec les contaminants du sachet), et ceux fixés sur une embase rigide sans contact mécanique. Ce gain peut s'exprimer en termes d'augmentation du champ seuil d'émission électronique des échantillons traités (voir tableau VI.1).



	Moyenne des champ seuils d'émission électronique	
	<i>transport sous sachet</i>	<i>transport sous boîte</i>
Echantillons en Mo	19,7 MV.m <sup>-1</sup>	24,9 MV.m <sup>-1</sup>
Echantillons en Cu	18,7 MV.m <sup>-1</sup>	23,2 MV.m <sup>-1</sup>

*Tableau VI-1 Amélioration du champ seuil d'apparition des électrons due à un changement dans le protocole de transport des échantillons traités chimiquement.*

Cela démontre qu'un traitement de surface, aussi propre soit-il, n'est pas une condition suffisante pour garantir son succès final. Il est impératif d'éviter tout contact direct avec les zones des électrodes nettoyées devant être soumises à un champ électrique intense. Malgré cette amélioration notable, des progrès peuvent être accomplis du point de vue du traitement chimique lui même afin d'augmenter la tenue en tension de ces surfaces métalliques.

## **VI.2 Quelques traitements appliqués aux cavités**

En raison de leur fort coefficient de surtension, les cavités accélératrices supraconductrices en niobium sont très sensibles aux sources de dissipation de puissance. Les problèmes de multipactor, de quench thermiques, ou d'effet « 100 K » (voir § I.4.1) étant surmontés, tous les laboratoires concernés par le sujet ciblent leurs efforts sur la recherche d'un traitement de surface visant à repousser les champs seuils d'émission dans les cavités. Avec les installations dont nous disposons au Centre d'Etudes de Saclay, trois traitements de surface ont pu être abordés : le traitement standard des cavités de Saclay, le polissage électrolytique, et le recuit par bombardement électronique.

### ***VI.2.1 Traitement chimique de Saclay***

Il s'agit du polissage décrit au paragraphe III.3.1.2, appliqué sur tous nos échantillons. Actuellement, sur 24 échantillons traités de la sorte, 11 n'émettent pas un courant supérieur à 100 pA pour un champ crête de 45 MV/m, et un seul n'émet que 400 pA à 41 MV/m. Ces chiffres nous indiquent un taux de réussite de 46 % ce qui, ramené en termes de densité surfacique, représente une moyenne de 5 sites émetteurs naturels pour un cm<sup>2</sup>. C'est un résultat en accord avec celui obtenu en champ continu, sur des échantillons ayant subi un traitement identique<sup>[45]</sup>.

Après avoir servi aux expériences sur les sites émetteurs artificiels (contamination particulière ou défauts géométriques), les échantillons ont été nettoyés suivant ce protocole, puis testés à nouveau dans la cavité. En dépit des particules soudées et des cratères présents, il s'est avéré qu'un décapage chimique de 10 µm après un test HF suffit à renouveler l'état de surface, c'est-à-dire que nous n'avons plus détecté de site émetteur sur ces échantillons. Ces résultats justifient l'orientation choisie dans le sens d'une plus grande propreté.

### ***VI.2.2 Traitement par polissage électrolytique***

Le polissage électrolytique des cavités en Nb, tel qu'il se pratique dans certains laboratoires (KEK, Japon), permet d'obtenir une rugosité de l'ordre de 0,1  $\mu\text{m}$ . Dans cette technique<sup>[116]</sup> les échantillons sont immergés pendant 10 mn dans un bain d'acides sulfurique (96 %), lactique (99 %) et fluorhydrique (48 %), de volumes respectifs de 210  $\text{cm}^3$ , 210  $\text{cm}^3$  et 80  $\text{cm}^3$ . Le mélange est thermostaté à 40 °C, tandis qu'une tension de 7 volts est appliquée entre le niobium et une cathode cylindrique de platine. Le rinçage et le séchage se font dans les mêmes conditions que précédemment.

Sur les quatre échantillons ainsi polis, tous présentaient une émission électronique d'origine naturelle. Le courant maximal recueilli était cependant faible (vis à vis des sites émetteurs artificiels) allant de 10 nA à 950 nA pour un champ de 45 MV/m. Le nombre limité de tests pratiqués dans cette première campagne d'étude ne nous permet pas de conclure sur l'efficacité du traitement.

### ***VI.2.3 Recuit par bombardement électronique***

L'idée d'un traitement thermique provient du fait que l'on espère débarrasser les surfaces des impuretés incluses mais en même temps « lisser » les éventuelles aspérités. Nous avons montré que les sites émetteurs pouvaient subir d'importantes modifications dues à leur fragilité thermique. Mais les effets sur la tenue en tension des électrodes après un traitement thermique sont contradictoires<sup>[17, 41, 117]</sup>.

Le Laboratoire Moderne de Soudage du Centre de Saclay dispose d'un caisson à vide (pression limite autour de  $10^{-5}$  mb) à l'intérieur duquel est monté un canon à électrons. La conversion de l'énergie cinétique des électrons en énergie thermique permet d'atteindre des températures supérieures à 2400 °C. Outre les soudures, ce four est également utilisé pour les essais de recuit des cavités supraconductrices en niobium. Ce procédé fut appliqué sur quatre de nos échantillons en Nb qui présentaient initialement une émission électronique de quelques nanoampères. Pendant le recuit, le pyromètre optique indiquait une température de 1800 °C pendant 40 s. Les tests HF suivants ont montré un effet bénéfique sur un seul échantillon, les caractéristiques ( $\beta$ , S) des trois autres n'ont pas évolué de façon notable.

Il ne s'agit pas d'un résultat contredisant certaines études récentes<sup>[117]</sup> dans la mesure où les paramètres en jeu sont nombreux : la température, la durée, le vide résiduel, la présence de titane sublimé comme getter, pollution lors de la remise à l'air... Des investigations font actuellement suite à cette première phase d'essais.

## VI.3 Formation par des impulsions HF brèves

### VI.3.1 Position du problème

En observant l'état de surface de nos échantillons, nous pouvons raisonnablement penser qu'un décapage chimique d'une centaine de microns suffit à éliminer les défauts géométriques. Les études récentes et passées ont d'ailleurs montré que l'émission électronique naturelle provenait essentiellement des sites émetteurs extrinsèques. Même en travaillant dans une salle blanche de classe 100, il se dépose près de 1000 particules par mètre carré et par heure<sup>[118]</sup> : la présence de poussières sur les cavités paraît donc inévitable. Une des solutions consiste à se tourner vers un traitement de surface *in situ*, c'est-à-dire avec des cavités fermées, ne nécessitant plus une remise à l'air après le nettoyage — contrairement aux trois premières méthodes exposées ci-dessus.

Un moyen connu et appliqué depuis fort longtemps aux cavités, consiste en un processus de « formation HF » dans le but de réduire l'émission de champ<sup>[80]</sup>. Les sites émetteurs seraient détruits ou inactivés par des microdécharges en raison de leurs instabilités thermiques. Nous voudrions montrer que la formation HF est également efficace pour éliminer mécaniquement les poussières présentes sur les surfaces, réduisant ainsi l'émission de champ. Nos observations au MEB, faisant suite à un test HF des échantillons en Nb contaminés en particules fer, furent à l'origine de cette campagne d'études.

Nous avons relevé<sup>[119]</sup> que le taux de particules métalliques restant à la surface était corrélé avec la durée  $\tau$  des impulsions HF. En travaillant à un champ de 45 MV/m et une fréquence de répétition de 1 Hz, la proportion de particules restantes se trouvait, de façon reproductible, ainsi répartie : 75 % pour les impulsions longues ( $\tau = 10$  ms), et 30 % pour les impulsions courtes ( $\tau = 100$   $\mu$ s). S'ajoutant à cela, les impulsions longues donnaient lieu aux effets thermiques décrits dans le quatrième chapitre. On pouvait en déduire que l'usage d'impulsions courtes était recommandé pour enlever les poussières. Ces essais préliminaires ne contredisaient pas les travaux<sup>[120]</sup> du groupe de l'Université de Cornell montrant l'efficacité du traitement par impulsions HPP (pour High Power Pulsed processing).

L'objectif de nos investigations est de tenter de clarifier les mécanismes de base du HPP en vue d'une application plus rigoureuse à un traitement de surface par des impulsions HF. Trois paramètres nous ont paru essentiels :

- le niveau du champ électrique de surface,
- la largeur  $\tau$  des impulsions HF,
- le nombre total d'impulsions HF.

### VI.3.2 Protocole expérimental

Les échantillons en Nb propres que nous avons contaminés avec quelques centaines de particules de fer servent de support à notre étude. Ils sont montés dans la cavité après un

examen au MEB. Pendant les tests HF suivants, nous travaillons toujours avec un cycle utile de 1 %. La référence du nombre de particules est considérée arbitrairement comme étant 100 % après une formation HF préliminaire de 30 mn à bas champ ( $E \leq 5$  MV/m). Cette précaution a pour effet de minimiser les incertitudes sur les pourcentages, occasionnées par la perte de particules à faible adhérence durant le transport entre les deux dispositifs expérimentaux. Après chaque test HF, l'échantillon est porté au MEB pour le dénombrement des particules restantes.

### ***VI.3.3 Effet du niveau du champ électrique***

L'étude du comportement des particules en fonction du champ de surface appliqué devrait fournir des informations concernant 1/ la valeur minimale requise du champ pour enlever une particule métallique, 2/ le niveau du champ à partir duquel les dégâts irréversibles (cratères à la surface, fusion des particules) se produisent.

#### **VI.3.3.1 Procédure**

Quatre échantillons furent préparés selon le protocole décrit ci-dessus. Un échantillon donné travaille toujours avec la même impulsion  $\tau$  donnée (et un cycle utile de 1 %), soit respectivement pour chacun d'entre eux 10 ms, 1 ms, 100  $\mu$ s et 10  $\mu$ s. Ils sont tous formés dans la cavité à un niveau de champ défini pendant 30 mn, observés ensuite au MEB, puis subissent un nouveau test HF à un champ plus élevé, sur une durée identique. Ainsi, les échantillons sont *successivement* soumis à 14 MV/m, 30 MV/m et 45 MV/m.

#### **VI.3.3.2 Résultats expérimentaux**

Les taux de particules restantes obtenus après 16 tests HF de 30 mn chacun (pour une valeur de  $E$ ) sont illustrés par la figure VI.3. Il n'est pas surprenant de voir que le nettoyage est d'autant plus efficace que le champ électrique est intense. Le fait intéressant est qu'à champ constant, le pourcentage de particules restantes diminue avec la durée des impulsions HF.

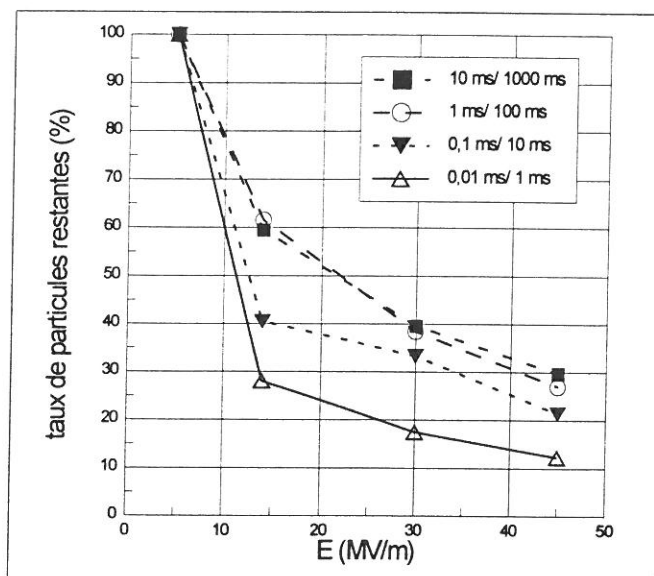


Figure VI-3 Effet du champ électrique croissant pour quatre durées d'impulsion HF.

Les observations au MEB après chaque test HF ont fourni des informations intéressantes. A 5 MV/m, la majorité des particules métalliques paraissent avoir un bon contact électrique, car elles ne se chargent pas sous le faisceau primaire. Quelques unes sont alignées sur les lignes de champ. A 14 MV/m, on dénombre 2 ou 3 empilements composés d'une paire de particules. L'emplacement des particules disparues n'est pas marqué par un cratère, excepté sur l'échantillon travaillant avec les impulsions longues (10 ms) où deux cratères ont été repérés. A des champs plus importants, des traces de fusion des particules n'apparaissent que sur cet échantillon. A 45 MV/m le nombre de cratères croît avec  $\tau$ , soit :

- |   |   |
|---|---|
| 2 cratères pour $\tau = 10 \mu\text{s}$ , | 6 cratères pour $\tau = 100 \mu\text{s}$  |
| 10 cratères pour $\tau = 1 \text{ ms}$ ,  | 17 cratères pour $\tau = 10 \text{ ms}$ . |

Nous ne disposons pas de mesures de courant fiables pendant la formation. Ceci est lié à la présence de courant ionique frappant l'antenne collectrice. Le cycle utile de 1 % (le maximum applicable) chauffe la cavité de telle sorte que les désorptions gazeuses sont très importantes. La durée de chaque test HF est trop courte (30 mn) pour permettre au système de pompage de retrouver un vide résiduel de niveau convenable ( $\sim 10^{-7}$  mb).

### VI.3.4 Effet du temps de formation HF

Un autre paramètre susceptible d'agir sur l'efficacité du traitement est le nombre total N d'impulsions appliquées. En d'autres termes nous voudrions savoir s'il existe un effet cumulatif dû à une succession d'impulsions électriques.

#### VI.3.4.1 Procédure

Quatre nouveaux échantillons ont été préparés en suivant le protocole défini au paragraphe VI.3.1, chacun travaillant toujours avec une valeur de  $\tau$  qui lui est attribuée dès le départ. Nous choisissons de travailler à un champ constant de 30 MV/m, en appliquant un échelon de puissance de zéro à 30 MV/m. Un échantillon donné subit quatre tests HF de durée  $t$

croissante, soit 18 s, 180 s, 1800 s, et  $1,8 \cdot 10^4$  s. Le comptage des particules restantes s'effectue au MEB entre chaque formation. La durée effective d'expérimentation est  $t_{eff} = t \times C$  où C est le cycle utile (1 %). Le nombre total d'impulsions HF est évalué par  $N = t_{eff} / \tau$ .

### VI.3.4.2 Résultats expérimentaux

La figure IV.4 confirme tout d'abord l'efficacité des impulsions courtes dans le processus de nettoyage. Nous constatons aussi qu'il existe un *effet cumulatif important*, quel que soit la valeur de  $\tau$  : les particules quittent la surface tant que le champ électrique est appliqué.

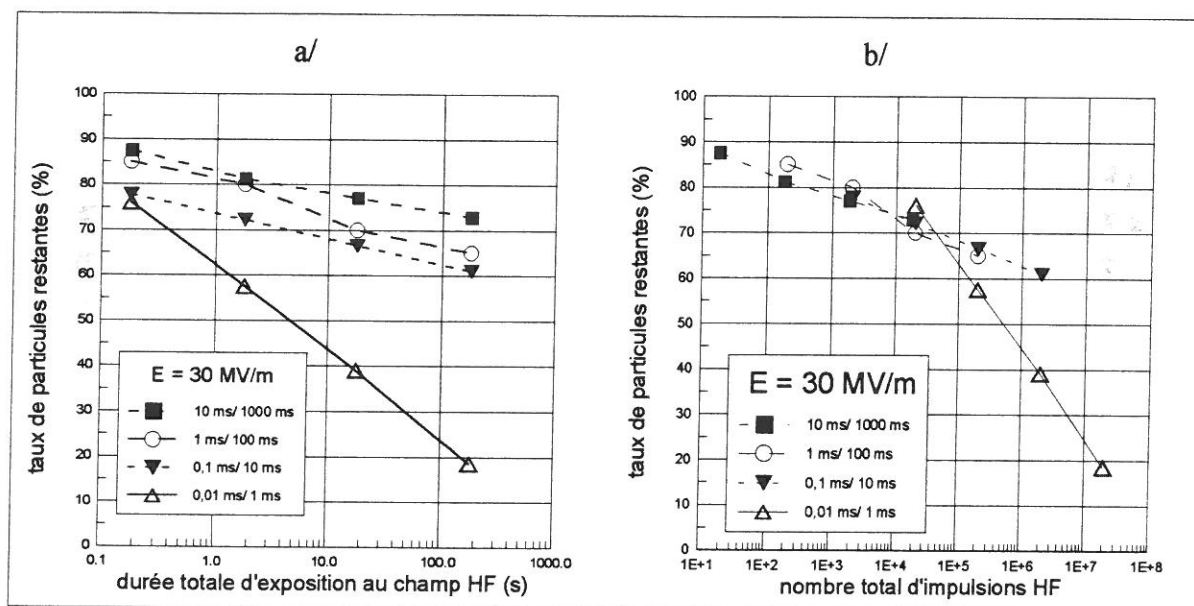


Figure VI-4 a/ Effet de la durée réelle de formation par le champ, b/ effet du nombre total d'impulsions pour quatre durées d'impulsion HF et à champ constant.

Les figures VI.5 a/ et c/ montrent deux échantillons pollués avant le début des essais à champ constant de 30 MV/m. Le premier a subi un test HF de plus de 5,5 heures avec  $\tau = 10$  ms (figure VI.5 b/), tandis que le second travaillait avec  $\tau = 10$   $\mu$ s sur la même durée (figure VI.5 d/). La différence du nombre de particules restantes prouve l'efficacité du processus de nettoyage dans le temps en utilisant des impulsions très brèves.

Si nous analysons à présent les effets du nombre total N (figure VI.4b), il en ressort : une différence de comportement nette pour  $\tau = 10$   $\mu$ s par rapport aux durées plus longues dont les courbes de progression se superposent entre elles. D'autre part, à  $N = 2 \cdot 10^4$ , si les pourcentages de particules restantes se confondent (entre 70 et 76 %), plusieurs aspects différencient les échantillons : 1/ à  $\tau = 10$   $\mu$ s, le temps de manipulation est de 20 s, sans aucun dommage superficiel, 2/ à  $\tau = 10$  ms, ce temps dépasse 5,5 heures avec près d'une centaines de cratères associés à de la dissipation thermique dans les particules métalliques (voir figure VI.6).



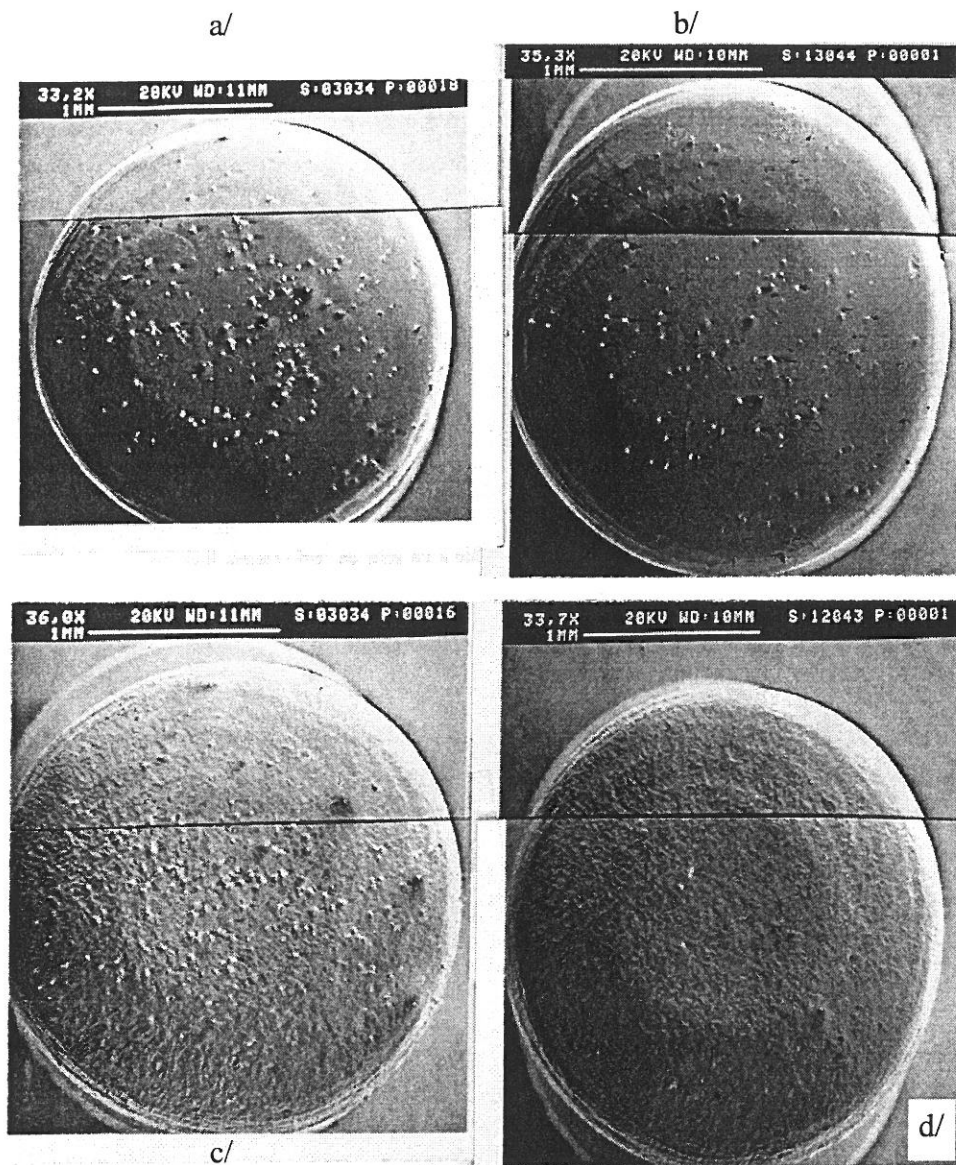


Figure VI-5 Efficacité des impulsions courtes dans le processus de nettoyage par formation HF à champ et à temps de manipulation constants : a/ avant HF et b/ après HF avec  $\tau = 10 \text{ ms}$  ; c/ avant HF et d/ / après HF avec  $\tau = 10 \mu\text{s}$ .

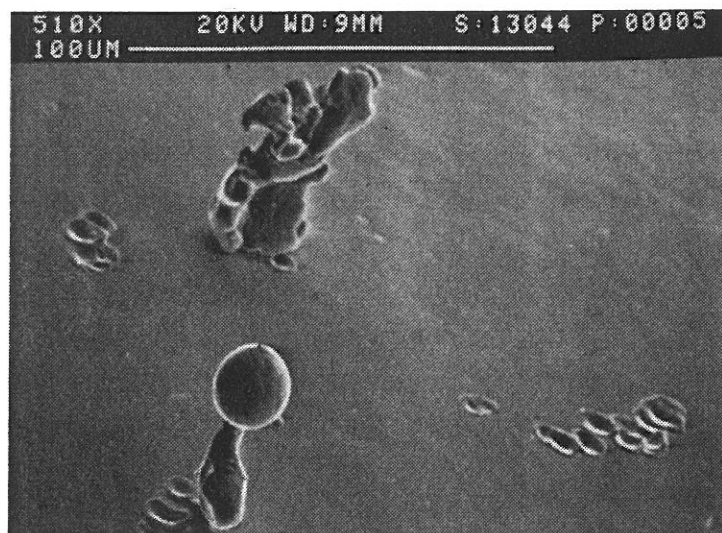


Figure VI-6 Illustration des effets thermiques qui se sont déroulés au cours du test HF à  $30 \text{ MV/m}$ , et un cycle utile de  $10 \text{ ms} / 1000 \text{ ms}$  : cratères à la surface du substrat en Nb et particule de fer fondue.



## VI.3.5 Applications

### VI.3.5.1 Echantillons traités chimiquement

L'émissivité finale de tous les échantillons après l'ensemble des tests HF était supérieure au microampère à 45 MV/m, ce qui n'est pas surprenant compte tenu de la densité moyenne de contaminants (3000 particules de fer/ cm<sup>2</sup> après le conditionnement à bas champ). Toutefois, afin de valider cette démarche, nous avons appliqué le traitement HPP aux échantillons ayant subi un traitement standard à Saclay, avec le protocole de formation suivant :

- cycle utile : 10  $\mu$ s/ 1 ms,
- progression en champ à la vitesse de 1 MV.m<sup>-1</sup>.mn<sup>-1</sup> jusqu'à 45 MV/m,
- lecture rapide du courant dès que le champ maximum est atteint,
- formation HF de 2 à 3 heures
- lecture du courant.

L'histogramme ci-dessous résume les essais réalisés sur un total 10 échantillons. Le déplacement de la distribution du nombre d'échantillons entre le début et la fin du traitement HPP montre un gain significatif : on passe de 20 à 80 % d'échantillons propres sur cette série de mesures (figure VI.7 b/). En comparaison avec la formation HF standard pratiquée dans la partie VI.2, la proportion d'échantillons « propres » est passée de 45 à 80 %. Nous insistons sur le fait que le HPP a contribué à augmenter leurs champs seuil d'émission dans tous les cas. Des études complémentaires sont à envisager afin d'optimiser le choix des paramètres en jeu.

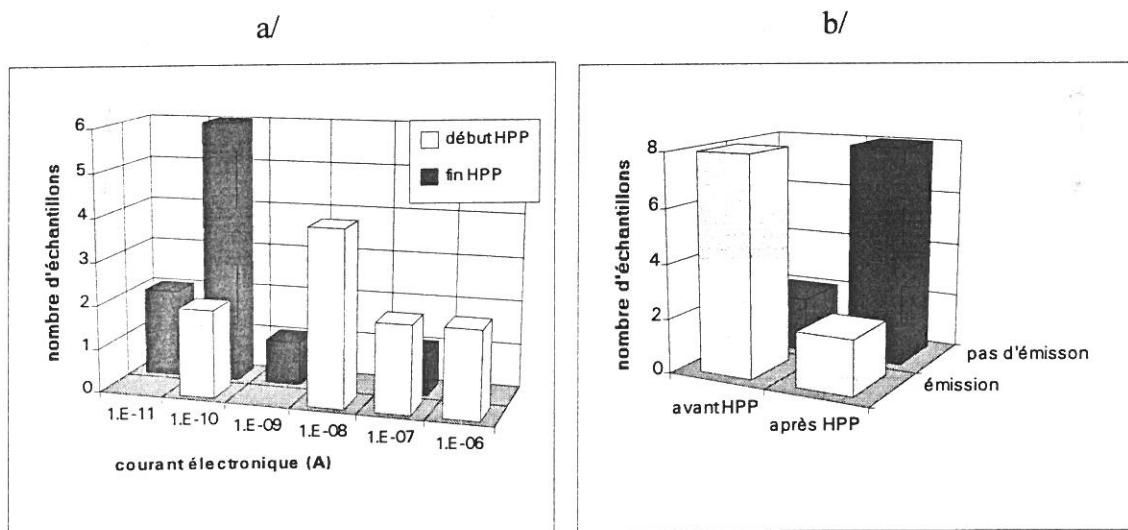


Figure VI-7 Emissivité des échantillons en Nb traités chimiquement, en début et en fin de traitement HPP à 45 MV/m.

### VI.3.5.2 Cavité neuf cellules en niobium, à 1,3 GHz

Les cavités accélératrices supraconductrices (Nb) offrent la possibilité de travailler avec un champ HF continu, ou pulsé avec des cycles utiles importants, par opposition aux cavités en cuivre. Le protocole standard d'un test de qualification d'une cavité en Nb s'effectuant en continu (donc assimilable à des impulsions longues) pourrait aller dans le mauvais sens au vu des critères tirés de notre étude sur le HPP. Autrement dit, les poussières présentes sur les parois des cavités subissent des effets thermiques et se soudent au substrat, de sorte qu'il devient très difficile d'en avoir raison par la suite. Ce protocole expérimental pourrait donc être défavorable du point de vue l'émission de champ dans les cavités supraconductrices.

Une solution proposée serait de procéder à un traitement HPP préalablement à toute mesure en continu. Elle fut appliquée dernièrement à DESY (Hambourg) sur une cavité en Nb neuf cellules 1,3 GHz (traitée chimiquement + rinçage haute pression). La formation HF a débuté immédiatement après le montage de la cavité sur le banc de test. Les paramètres de la formation étaient une montée lente en champ (à partir de 7,3 MV/m) avec des impulsions de 100 à 200  $\mu$ s. En mode impulsif, il a ainsi été possible d'atteindre un gradient accélérateur supérieur à 22 MV/m. Cela signifie qu'une superficie de plusieurs dizaines de  $cm^2$  ont vu un champ de surface de plus de 45 MV/m sans émission électronique. La limitation en champ était alors due au phénomène de quench thermique. Elle intervient encore plus tôt lorsque l'on travaille en champ HF permanent, comme le montre la mesure de  $Q_0$  en fonction du champ accélérateur (figure VI.8) réalisée **après** le traitement HPP. Cette performance constitue un record jamais atteint pour ce type de cavité et plaide en faveur de notre analyse.

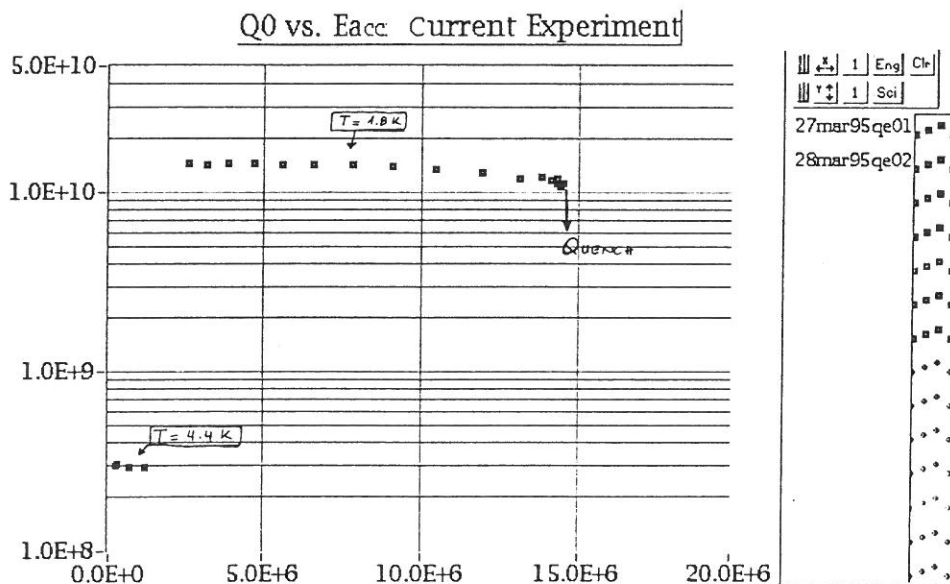


Figure VI-8 Courbe  $Q_0 = f(E_{acc})$  d'une cavité en Nb neuf cellules **après** le traitement HPP.

### VI.3.6 Discussion

La première série de mesures confirme la nécessité de travailler avec un champ intense, afin de vaincre les forces d'adhérence. Le diagramme ci-dessous représente la force

d'adhérence d'une particule en fonction de sa taille. Elle dépend notamment de la forme et de la nature de la particule et du substrat. L'on peut comparer ces données avec les forces électriques exercées sur les particules. La force électrique est numériquement représentée en fonction du champ appliqué et de la taille des particules, d'après l'équation IV.4. A champ constant, elle varie proportionnellement au carré de la taille des particules et se trouve être du même ordre de grandeur que les forces d'adhérence. Il en ressort que ce sont les particules les plus grandes qui partent les premières, ce que nous observons expérimentalement.

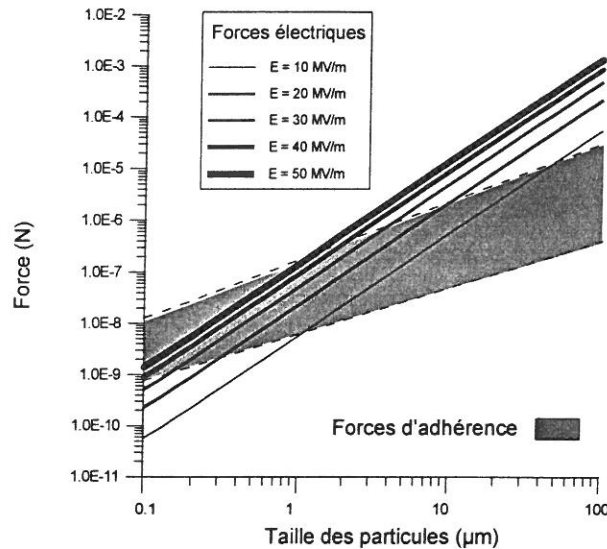


Figure VI-9 Forces d'adhérence des particules sur un substrat en fonction de leurs tailles, d'après ref. 121.

La deuxième série d'expériences suggère que le processus par lequel les particules quittent la surface serait attribué à un *effet cumulatif*. Dans ce cas, elle démontre que l'effet mécanique d'une impulsion longue n'équivaut pas à la « somme » de plusieurs impulsions courtes. Enfin lorsque l'on compare les chiffres des figures VI.3 et VI.4 à  $30$  MV/m, on observe qu'une montée progressive en puissance (figure VI.3) est plus efficace que l'application d'un échelon de puissance (figure VI.4), indépendamment de  $\tau$ . Les courbes présentées sont sans nul doute entachées d'erreurs. Les paramètres pouvant modifier l'adhérence des poussières sont nombreux (états de surface, capillarité, densité de poussières, gravité...), d'autant que les résultats sont issus d'une seule campagne de mesure. Nous avons cependant constaté, en d'autres occasions, que les pourcentages étaient reproductibles<sup>[119]</sup> avec des conditions expérimentales identiques.

Ces expériences ont montré, en outre, que les impulsions très brèves permettaient d'éviter les phénomènes de dissipation thermique dans les particules (cf. figure VI.6 et chapitre IV). Cela s'explique notamment par les temps caractéristiques associés qui sont supérieurs à  $10^{-3}$  s (voir chapitre IV). Les simulations numériques<sup>[131]</sup> fournissent également des valeurs proches de la milliseconde. Dans cette optique, la formation HF non pulsée ou à impulsions longues ne produirait pas de résultats satisfaisants pour ôter les contaminants et réduire ainsi l'émission de champ.

En résumé, ces travaux ont montré qu'il est possible de nettoyer les surfaces contaminées par des impulsions HF, sans dégradation. La compréhension des mécanismes induits permet une formation HF plus efficace, en respectant les critères suivants :

- formation HF avec beaucoup d'impulsions pour obtenir un effet cumulatif,
- utilisation d'impulsions très brèves pour éviter la fusion et soudure des particules à la surface,
- application lente d'un champ électrique, avec une intensité suffisante pour vaincre les forces d'adhérence des particules.

On peut finalement distinguer dans la formation HF deux scénarios possibles aboutissant à un traitement des sites émetteurs (cas des particules). Le premier que nous appelons méthode « douce » consisterait à éjecter la particule de la surface grâce à un champ électrique appliqué suffisant pour vaincre les forces d'adhérence, et avec des impulsions suffisamment courtes pour ne pas fondre.

Le second scénario serait une méthode « forte » plus classique consistant à appliquer des champs extrêmement intenses allant jusqu'à modifier les sites émetteurs, même sur des particules déjà soudées (valable également sur les rayures). Cette méthode se pratique couramment dans les structures accélératrices en cuivre par exemple<sup>[80]</sup>, où la formation débute avec des champs de surface avoisinant 100 MV/m. La figure VI.10 illustre les effets du champ électrique sur un empilement lorsque le champ appliqué passe de 37 à 61 MV/m, caractéristique de ce que l'on peut appeler méthode « forte » de formation.

a/

b/

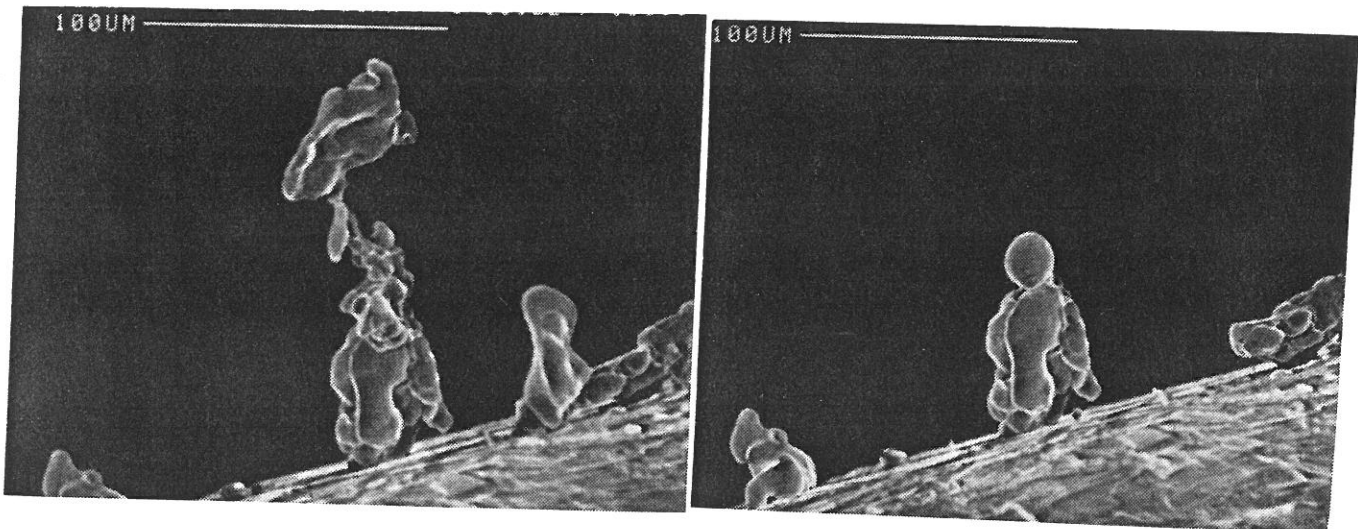


Figure VI-10 Modification morphologique d'un empilement : a/ après un test HF à un champ maximal de 37 MV/m, b/ après un test HF à un champ maximal de 61 MV/m.

## VI.4 Conclusion

L'étude des traitements de surface devient rapidement complexe lorsque les origines du problème sont essentiellement des poussières de taille micronique ou submicronique. Nous avons eu l'occasion de mentionner la diversité des sites émetteurs extrinsèques, tant du point de vue de la composition chimique, que de leur provenance. Des études de comptage de particules en vue de déterminer les étapes les plus polluantes du processus de traitement des cavités supraconductrices sont actuellement en cours à Saclay. Nos résultats expérimentaux ne tiennent compte, quant à eux, que des effets globaux.

Notons que les divers traitements de surface que nous avons présentés sont généralement associés entre eux, afin d'accroître les performances des cavités. Citons le CERN<sup>[122]</sup> qui a pratiqué un recuit final des cavités 3 Ghz, à 850 °C pendant plusieurs heures. Plus récemment à KEK<sup>[123]</sup> au Japon, des gradients accélérateurs supérieurs à 25 MV/m ont été obtenus de façon reproductible avec des cavités monocellules 1,3 Ghz ayant reçu deux procédés chimiques et un procédé thermique. D'autres techniques de conditionnement existent, avec des fortunes diverses (bombardement ionique, chimie intégrée...), ou sont en cours de validation (rinçage haute pression<sup>[124]</sup>...). Les efforts consentis par la communauté scientifique soulignent l'intérêt évident représenté par la recherche d'un traitement « miracle ». Quelle que soit la façon dont on opère, les progrès réalisés sur la tenue en tension des surfaces métalliques sont intimement liés au degré de propreté de l'ensemble des étapes du traitement. Finalement, le seul traitement *in situ* qui nous a paru efficace est le HPP.



# Chapitre VII

## Discussion générale

### VII.1 Synthèse

### VII.2 Discussion sur les modèles théoriques





# Discussion générale

Ce chapitre a pour objectif de présenter une synthèse de l'ensemble des résultats expérimentaux en vue d'une discussion vis à vis des modèles théoriques actuels.

## VII.1 Synthèse

L'étude de l'émission électronique par effet de champ en hyperfréquences confirme bien le fait que les sites émetteurs sont toujours associés à des défauts de surface (rayures et particules de contamination). Afin de mieux étudier ces sites, nous les avons introduits volontairement sur des échantillons « propres ». Nous avons plus particulièrement étudié les particules conductrices (le fer), les particules isolantes (l'alumine) et les défauts géométriques. Les faits expérimentaux issus de plusieurs campagnes de mesures sont regroupés dans cette première partie. Des différences phénoménologiques par rapport au champ continu, apparaissent alors que le domaine de travail en champ HF se situe nettement en régime prédisruptif. Ce sont des phénomènes transitoires qui disparaissent après formation. D'autre part, les désorptions gazeuses et les ions peuvent aussi apparaître en continu.

### *VII.1.1 Les particules de fer*

Ces poussières subissent des modifications de position et d'aspect. En premier lieu, il y a mouvement des particules sous l'effet des forces électriques, elles quittent la surface du métal en laissant parfois un (des) cratère(s), ou s'alignent et s'empilent parallèlement au champ. Ensuite, selon les conditions expérimentales (niveau du champ appliqué, largeur des impulsions HF...), on observe une fusion superficielle ou totale des particules métalliques. Initialement assimilés comme « extérieurs » à l'émission de champ, le bombardement ionique et le multipactor furent reconsidérés dans le cadre de l'interprétation de la dissipation thermique dans les particules. Sur ce point, leurs contributions respectives et celle du chauffage HF n'ont pu être départagées. Nous avons réussi à évaluer expérimentalement la résistance thermique de contact de la particule avec le substrat. Cela nous a permis d'une part de comprendre comment il est possible d'atteindre les hautes températures de fusion des matériaux avec des puissances de l'ordre du milliwatt, et d'autre part d'en déduire les temps caractéristiques d'atteinte de l'équilibre thermique (quelques millisecondes). Ceci confirme a posteriori, la nécessité d'avoir recours à des impulsions courtes dans le traitement de surface HPP.

### *VII.1.2 Les particules d'alumine*

Plusieurs aspects nouveaux distinguent les résultats expérimentaux obtenus avec le diélectrique. Vis à vis des champs hyperfréquences, les particules d'alumine constituent des sites émetteurs potentiels redoutables. Leur nocivité est accentuée par le fait qu'elles explosent en milliers de particules submicroniques, probablement sous l'effet des répulsions électrostatiques et/ou de chauffage HF. Quant aux hypothèses proposées relatives à l'émission électronique de l'alumine en HF (cf. § IV.2.4.1), elles nécessitent des expériences complémentaires telles que des mesures de spectres lumineux et de résistivité électrique après HF, mais aussi une plus grande statistique. Les modèles proposés dans la littérature ne paraissent pas adaptés à la situation, puisque l'alumine employée ici n'émettait pas sous un champ continu de 140 MV/m. Ils ne mentionnent pas non plus les effets dynamiques (explosion) et thermiques que nous avons décrits.

Un dernier point important concerne la fusion des particules. Les mesures de résistances thermiques de contact ( $\sim 10^7 \text{ K.W}^{-1}$ ) ont montré que la puissance déposée par le champ HF seul suffisait à rendre compte des instabilités thermiques observées sur les particules de quelque 10  $\mu\text{m}$ . Nous en déduisons que celles de taille submicronique devraient être stables thermiquement, la dissipation de puissance HF dans un diélectrique étant proportionnelle au volume considéré.

En résumé, quelle que soit leur nature électrique, nous avons clairement établi que ces particules représentent une source de nuisance du point de vue de la tenue en champ des surfaces métalliques en HF.

### *VII.1.3 Les défauts géométriques*

L'émission électronique de cette catégorie de sites est stable. Ces derniers ne sont pas susceptibles de profonds changements, comme dans le cas des poussières contaminantes. Le fait qu'il n'existe pas de résistance thermique de contact permet d'expliquer l'aspect très local (à l'échelle du micron) des effets thermiques parfois observés. Une explication possible serait la création d'un plasma par bombardement électronique. Les ions revenant vers la surface avec des énergies de l'ordre du keV (dans la cavité) échauffent le site émetteur. L'élévation de température accroît la densité locale de vapeur et donc du plasma. Il s'en suit un phénomène d'avalanche, créant un plasma métallique très dense<sup>[125]</sup> dont la pression peut atteindre 100 bars. Le temps nécessaire à la création de ce plasma est inférieur à quelques nanosecondes.

Dans le cadre de l'étude comparative entre l'émission électronique en régime de champ haute fréquence et continu, les sites émetteurs géométriques ont montré — dans une certaine gamme de courant — qu'ils présentaient les mêmes caractéristiques émissives en régime alternatif ou continu, justifiant le caractère « instantané » de l'émission. Cela peut s'expliquer par le fait que le temps mis par les électrons pour traverser la barrière de potentiel est beaucoup plus rapide que la demi-période du signal HF.

### *VII.1.4 Les traitements de surface*

Bon nombre d'échantillons rayés ayant subi un décapage chimique de 10  $\mu\text{m}$ , n'émettent plus au test HF suivant. Cela démontre l'efficacité de ce traitement vis à vis des sites émetteurs intrinsèques. Le cas des sites émetteurs extrinsèques pose davantage de problèmes tant les sources de contamination sont nombreuses. D'autant que l'émission électronique provenant d'échantillons propres est majoritairement associée à cette famille d'émetteurs. Toutefois, l'étude des mécanismes de formation HF a permis de dégager un mode opératoire suivant lequel, il est possible de « nettoyer » efficacement les surfaces, tout en limitant l'apparition de microdécharges. Le succès de cette technique a été confirmé par une augmentation du taux d'échantillons sans émission détectable après ce traitement, et par l'excellent résultat obtenu avec la cavité accélératrice en Nb neuf cellules 1,3 GHz pour laquelle le traitement HPP avec les paramètres issus de notre étude a été appliqué.

## **VII.2 Discussion sur les modèles théoriques**

Nous avons présenté, dans le premier chapitre, les différentes théories qui pourraient expliquer l'émission de champ renforcée provenant d'électrodes de grandes dimensions. Elles ont été élaborées d'après les résultats de mesures en champ continu, et peuvent être classées en deux catégories principales : le modèle géométrique et les autres modèles associant les phénomènes de surface (couche d'oxyde, gaz adsorbés). Bien que la présente étude ait été menée dans le domaine hautes fréquences, nous avons pu établir qu'il existait une forte corrélation entre l'émission électronique en HF et en DC pour les particules métalliques et les défauts géométriques. Nous pouvons, de ce fait, confronter l'ensemble de nos résultats expérimentaux aux modèles existant dans la littérature.

### *VII.2.1 Modèles associant les phénomènes de surface*

#### **VII.2.1.1 Présence d'un diélectrique**

Sont rappelés, ci-dessous, les faits expérimentaux à l'origine d'une interprétation de l'émission de champ sur des électrodes larges, incluant une couche superficielle de diélectrique ou une particule isolante :

- aucune structure métallique pouvant expliquer un renforcement électrostatique du champ de plusieurs centaines n'a été observée au MEB ;
- effet d'allumage des sites émetteurs, suggérant un passage de l'état isolant « OFF » à un état conducteur « ON », via la formation de filaments conducteurs ;
- l'émission électronique semblait provenir de sites de nature diélectrique ;
- électroluminescence dont les fluctuations d'intensité étaient corrélées avec l'émission électronique ;

- l'allure du spectre énergétique des électrons émis est large et décalée sous le niveau de Fermi.

En dépit de l'absence d'une étude directe sur les effets d'une couche diélectrique, nos résultats sur les particules métalliques et sur les défauts géométriques ne paraissent pas affectés par la présence de l'oxyde naturel sur nos échantillons. Ils se traduisent concrètement par les faits suivants :

1/ L'effet de charge des particules observées au MEB, disparaît après un test HF à faible champ ( $E < 5$  MV/m), sans émission électronique détectable. L'écoulement des charges électriques peut s'expliquer par la présence de filaments électroformés. Dans cette configuration correspondant au modèle d'antenne (voir § I.5.3.3), l'application d'un champ deux fois plus intense devrait conduire à une émission stable et réversible de quelques  $10^{-6}$  voire  $10^{-3}$  A, avec des valeurs de  $\beta$  comprises entre 300 et 1700<sup>[40]</sup>. Sur l'ensemble de nos mesures, la plage de variation de  $\beta$  se situe entre 100 et 330, et les manifestations HF décrites au paragraphe IV.2.3.1 ne correspondent pas au « switching effect » présenté par certains auteurs<sup>[89]</sup>.

2/ Le contact existant entre la particule et le substrat, après les effets thermiques, est très vraisemblablement du type métal-métal. Cette hypothèse s'appuie par exemple sur les figures IV.8a/ et b/ montrant respectivement une particule de fer fondue et son emplacement après qu'elle fût arrachée par la pointe anode. Nous pouvons supposer que l'oxyde naturel du Nb (50 Å) se soit évaporé sous l'effet de la température. De ce fait, le rôle de l'oxyde dans le mécanisme d'émission électronique n'a plus lieu d'être.

3/ Il a été montré que les caractéristiques émissives ( $\beta$ , S) des défauts géométriques n'étaient pas sensibles à une exposition prolongée à l'air (trois mois). Si nous supposons l'existence de filaments électroformés, nous en déduisons alors que les phénomènes de chimisorption (formation d'oxyde) ou de physisorption (empoisonnement<sup>[126]</sup>, adsorption) n'ont pas modifié la barrière de potentiel vue par les électrons sortant du métal.

4/ Nous aborderons les cas des modifications de la distribution énergétique au paragraphe suivant, et de l'émission lumineuse un peu plus loin.

### VII.2.1.2 Présence de gaz adsorbés

Nous avons montré que les mesures HF pouvaient être modifiées par les adsorbats sur l'échantillon. Ils agissent soit en renforçant (c.f. figure III.16), soit en inhibant<sup>[119]</sup> l'émission électronique. Néanmoins, le protocole de formation HF adopté nous a affranchi de ces perturbations, et permis d'obtenir des caractéristiques de sites émetteurs reproductibles. En revanche, de forts contrastes ont été relevés dans les mesures courant-champ à l'intérieur du MEB : courant instable, variations de plusieurs ordres de grandeurs du courant...

**Remarque :** Ces effets que nous attribuons aux phénomènes d'adsorption gazeuse, disparaissent lorsque le même échantillon subit un nouveau test HF !

Enfin les calculs numériques effectués au second chapitre ont montré que certaines déviations à la loi de Fowler-Nordheim pouvaient s'expliquer par la superposition d'un puits de potentiel à la barrière triangulaire classique. Cela concerne d'une part les allures des spectres énergétiques qui sont plus larges, situés au-dessous du niveau de Fermi, et parfois multiples ; d'autres parts les effets de renforcement, d'inhibition et les instabilités du courant d'émission.

### VII.2.2 Modèle géométrique

Jusqu'au milieu des années 80, les moyens d'investigations microscopiques de surface n'avaient jamais pu observer des protubérances dont la géométrie aurait justifié le renforcement du champ d'un facteur 100. En outre les faits expérimentaux décrits au début du paragraphe précédent ont contribué à affaiblir davantage cette hypothèse reposant sur un effet purement géométrique.

Toutefois, à l'aide d'un microscope à effet tunnel, le groupe de Genève a récemment montré des différences de comportement des surfaces métalliques ( $16 \mu\text{m} \times 16 \mu\text{m}$ ) selon la polarisation de la pointe tunnel. La topographie obtenue avec une pointe polarisée *négativement* ne présentait pas une géométrie perturbée, en bon accord avec les micrographies réalisées au MEB. En revanche, l'image obtenue en polarisant *positivement* la pointe tunnel (topographie en émission de champ) a révélé des zones perturbées de taille nanométriques<sup>[127,128]</sup>. Des superficies en apparence planes étaient localement susceptibles de présenter des coefficients de renforcement compris entre 1,6 et 10, pour des surfaces émissives comprises entre  $10^{-17}$  et  $10^{-16} \text{ m}^2$ .

En étudiant leurs réseaux de pointes à émission de champ, Spindt et al.<sup>[15]</sup> avaient observé que l'émissivité d'un cône individuel ( $\sim 1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ) n'était pas homogène, et conclurent à l'existence de petites zones émettant préférentiellement à d'autres. Afin d'étayer cette hypothèse, une équipe du SLAC a effectué des calculs numériques à très haute résolution dans cette géométrie<sup>[129]</sup> (maille élémentaire de  $1 \text{ \AA}$ ) surmontée d'une protubérance ayant  $5 \text{ \AA}$  de rayon de courbure à l'apex. Les résultats ont montré qu'une telle configuration provoquait un renforcement géométrique suffisant pour obtenir des intensités théoriques comparables aux mesures. Ils ont trouvé un effet similaire en supposant que le cône était recouvert d'une couche contaminante (oxyde) : le mécanisme par lequel les électrons sont émis serait alors dû à une diminution locale du travail de sortie. Une autre simulation<sup>[44]</sup> faisant appel au code Poisson a confirmé les résultats du SLAC en ce qui concerne le premier modèle.

Les faits nouveaux que nous venons d'évoquer d'une part, et l'ensemble des expériences menées avec les particules de fer et les rayures d'autre part, nous ont conduit à reconsidérer le modèle en question. La figure VII.1 réunit les caractéristiques des sites émetteurs obtenues sur 58 mesures courant-champ dans la cavité HF. Il apparaît que la plage de variation de  $\beta$ , comme celle de  $S$ , demeurent physiquement acceptables. Elles se distribuent essentiellement entre 100 et 220 pour les premiers, entre  $10^{-16}$  et  $10^{-14} \text{ m}^2$  pour les seconds. Les valeurs de  $\beta$  les plus importantes proviennent d'échantillons rayés, ou contaminés. Les surfaces émissives



équivalentes révèlent des sites de taille nanométrique, difficilement observables au MEB, mais qui seraient accessibles sous un microscope à effet tunnel.

Une particule métallique ou un défaut géométrique tels qu'ils ont été présentés au chapitre IV ne peuvent justifier un facteur  $\beta_1$  excédant la dizaine. En nous plaçant à l'échelle nanométrique, le champ de surface peut être considéré comme uniforme de valeur  $\beta_1 \times E_{\text{appliqué}}$ . Si au sommet de ce défaut, nous supposons l'existence de structures nanométriques comme celles observées par le groupe de Genève, celles-ci provoqueraient également un renforcement local  $\beta_2$  voisin de 10 au sommet du second apex. Dans ce cas, la superposition des deux protubérances conduirait à un renforcement local du champ dont la valeur serait égale au produit  $\beta_1 \times \beta_2$ . On retrouve ainsi le facteur 100 qui faisait défaut au modèle géométrique. Déjà suggérée par Rorhbach<sup>[55]</sup>, cette hypothèse fut de nouveau émise par Jimenez et al.<sup>[44]</sup> dans le cadre d'expériences réalisées avec le dispositif continu implanté à l'intérieur du MEB. Enfin, si nous ajoutons l'effet perturbateur d'une monocouche d'adsorbats, nous pouvons rendre compte de la plupart des déviations à la loi de Fowler-Nordheim.

Ce modèle simple n'explique pas les sites lumineux observés par Hurley et Dooley<sup>[10]</sup>. De plus, les récentes observations optiques d'un échantillon rayé<sup>[130,131]</sup> et d'un échantillon contaminé avec des particules de fer<sup>[114]</sup>, montés dans la cavité HF, ont montré que les sites lumineux présents ne correspondaient pas à la position géographique des émetteurs électroniques artificiellement introduits. Le courant stable émis par ces échantillons était de 310  $\mu\text{A}$  à 50 MV/m pour le premier et 40  $\mu\text{A}$  à 68 MV/m pour le second. Il s'agit d'un résultat très important, en bon accord avec l'hypothèse géométrique. Aussi les expériences actuelles de mesures optiques menées en collaboration avec l'IPN d'Orsay sont d'une importance majeure, car elles pourraient apporter les éléments de réponse correspondants.



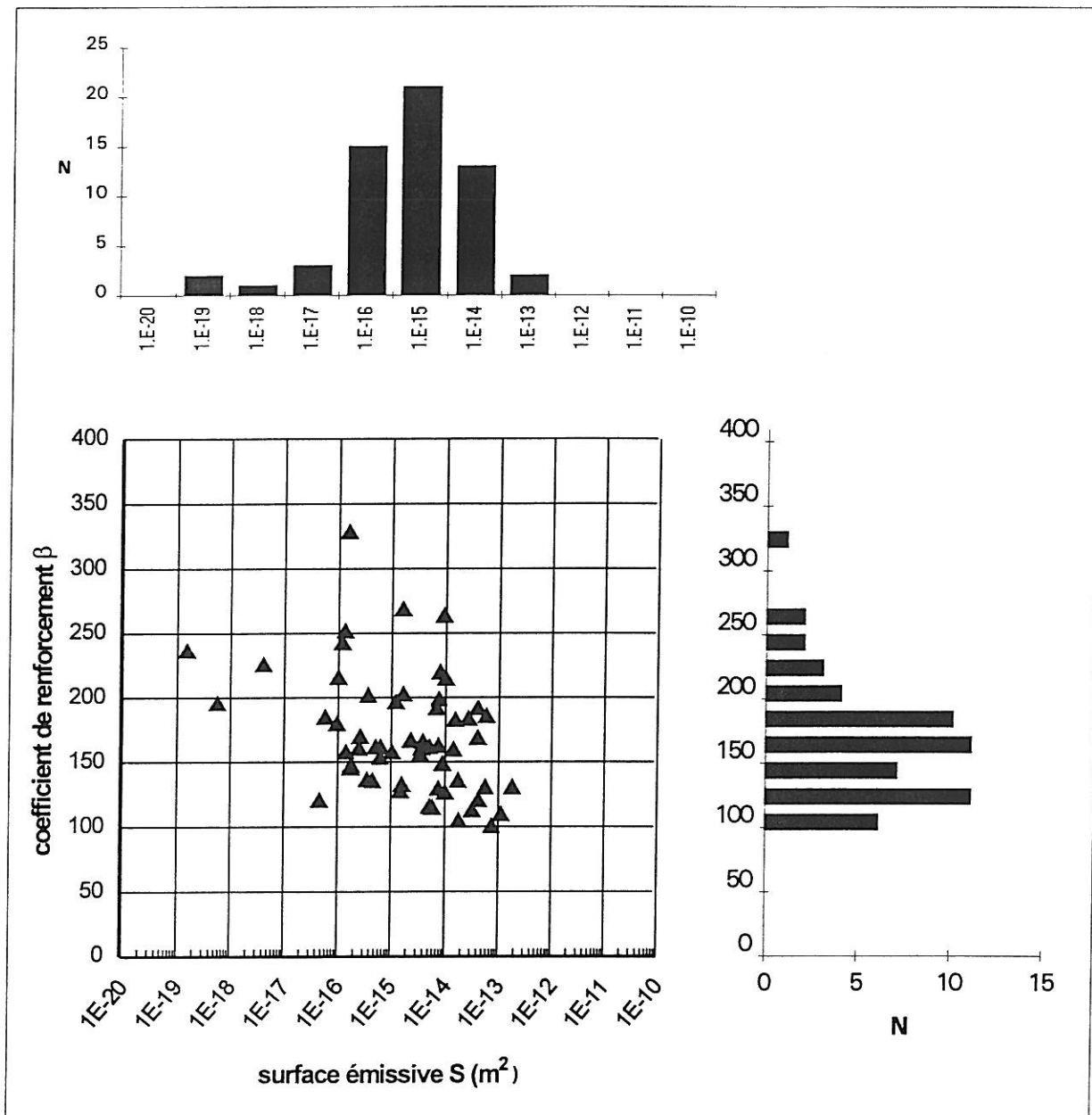


Figure VII-1 Distribution des caractéristiques ( $\beta$ ,  $S$ ), obtenue d'après les droites de Fowler-Nordheim. Tous ces points proviennent de 58 mesures courant-champ dans la cavité sur des échantillons en Niobium, en Cuivre et en Molybdène. Tous les types de sites émetteurs étudiés (sauf l'alumine) y sont représentés.



## **Conclusions et perspectives**



# Conclusions et perspectives

L'objectif de nos travaux est l'étude de l'émission électronique dans un domaine très peu étudié que sont les champs hautes fréquences. A cet effet, nous nous sommes dotés d'un dispositif expérimental dont le cœur est la cavité ré-entrante. Parmi les atouts majeurs de cet ensemble, soulignons la mesure directe du courant émis, un taux de rotation de mesures très rapide et une souplesse d'emploi concrétisés par la réalisation de plus de 120 mesures en hautes fréquences. En regard des travaux passés, ce chiffre représente une statistique exceptionnelle dans le cadre de l'étude fondamentale de l'émission de champ en hautes fréquences. Les échantillons démontables pouvant être observés au microscope électronique à balayage et étudiés du point de vue de l'émission en champ continu, permettent la comparaison DC/HF Il s'agit d'une question importante en suspens. L'association de ces deux outils complémentaires a fourni des résultats très fructueux.

Nous avons confirmé la relation entre l'émission de champ et les défauts de surface : les rayures et les particules. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux poussières contaminantes, leur présence étant quasi inévitable. Les expériences de contamination sélective ont mis en évidence des phénomènes nouveaux sur les particules.

En ce qui concerne les particules de fer, notons l'apparition de phénomènes thermiques importants et une modification de la géométrie qui ont contribué à la réhabilitation du modèle géométrique. D'autre part, la mesure de la résistance thermique de contact entre la particule et le substrat nous a permis de comprendre la fusion globale des particules. La détermination de ce paramètre oriente notre interprétation de la dissipation thermique vers le bombardement ionique ou le microplasma.

Nous avons montré que le comportement des particules d'alumine était fondamentalement différent en hautes fréquences et en champ continu : elles sont non seulement aussi émissives que les particules métalliques, mais explosent aussi en milliers de petites particules. Une des explications avancées serait le chauffage hautes fréquences. Il s'agit d'un résultat important concernant aussi bien la communauté des accélérateurs que les industriels qui, par exemple, rencontrent des problèmes de claquage dans les fenêtres d'alumine des guides d'ondes.

Les gaz adsorbés jouent un rôle important sur les fortes instabilités des mesures en champ continu. Elles disparaissent dans la cavité en raison des désorptions induites par le chauffage hautes fréquences. Cela se traduit par une excellente reproductibilité des mesures en hautes fréquences.

Le traitement de surface HPP est le seul traitement efficace trouvé contre l'émission électronique. Nous avons montré qu'il était possible de nettoyer les surfaces contaminées par

des impulsions HF, sans dégradation de la surface, en respectant les critères suivants : 1/ formation HF avec beaucoup d'impulsions pour obtenir un effet cumulatif, 2/ utilisation d'impulsions très brèves pour éviter la fusion et la soudure des particules à la surface, 3/ application lente d'un champ électrique pour vaincre les forces d'adhérence.

D'un point de vue fondamental, nous avons établi un code permettant de calculer  $j=f(E)$  pour une barrière de potentiel quelconque, code validé pour une barrière triangulaire. La modélisation d'un adsorbât par un puits de potentiel a fourni des résultats intéressants. Elle a montré que décalage des spectres énergétiques pouvait s'expliquer par l'action d'un adsorbât.

D'autres thèmes d'étude sont envisageables. Une modification de la cavité permettrait d'étudier l'émission lumineuse associée ou non à l'émission de champ.

Le traitement HPP n'a été étudié que dans le cadre des poussières contaminantes. Il pourrait s'appliquer aux défauts géométriques si l'on tient compte du fait que la pression électromagnétique exercée à l'apex de la protubérance nanométrique est du même ordre de grandeur que la résistance à la rupture du matériau ( $\sim 10^8 \text{ N.m}^{-2}$ ). Celle-ci est donc fragile mécaniquement. L'action combinée du HPP avec celle d'un bombardement ionique, avec de l'hélium ou de l'argon, devrait « é mousser » la pointe et repousser ainsi les seuils d'apparition des électrons. C'est une des voies qu'il faut explorer. L'étude des gaz adsorbés pourrait être menée parallèlement. Elle permettrait d'approfondir les connaissances de leurs effets sur la barrière de potentiel, et la mise en évidence du bombardement ionique. Dans ce cadre, il serait très intéressant d'observer les instabilités thermomécaniques des autres matériaux à point de fusion et de dureté différents : cela concernerait aussi bien les contaminants que les échantillons.

A l'inverse, l'émission électronique peut être abordée autrement qu'au travers des limitations qu'elle engendre. Il serait possible d'employer la cavité en tant que canon à électrons en HF. Des études en amont — telle que la stabilité, la reproductibilité, la durée de vie, ou les caractéristiques du faisceau — et certaines modifications à l'intérieur de la cavité devront être envisagées. Ce canon délivrerait directement des trains d'impulsions électroniques, accélérés à 100 keV. La partie émettrice consisterait en un réseau de micropointes déposées sur le haut de l'échantillon et remplacerait avantageusement les sources actuelles à émission thermoionique.

# Annexes





# Annexe A

## Eléments de théorie des lignes de transmission

Interviennent dans l'étude des circuits HF, les phénomènes de propagation des ondes électromagnétiques. En effet, les longueurs d'ondes associées sont du même ordre de grandeur que la dimension des circuits ( $0,1 \text{ mm} \leq \lambda \leq 100 \text{ m}$ ). Autrement dit, l'approximation des états quasi-stationnaires ne peut s'appliquer : les éléments résistifs, selfiques ou capacitifs ne sont plus localisés mais répartis uniformément. On définit par exemple pour la ligne bifilaire :

- une résistance R par unité de longueur,
- une inductance L par unité de longueur,
- une capacité C par unité de longueur.

Nous travaillons en régime sinusoïdal ce qui nous permet d'omettre le facteur  $e^{j\omega t}$  dans les expressions des tensions et des courants. Soit la ligne de longueur  $dx$ , d'impédance  $Z$  et d'admittance  $Y$  par unité de longueur,  $Z$  et  $Y$  sont des grandeurs complexes (figure A1).

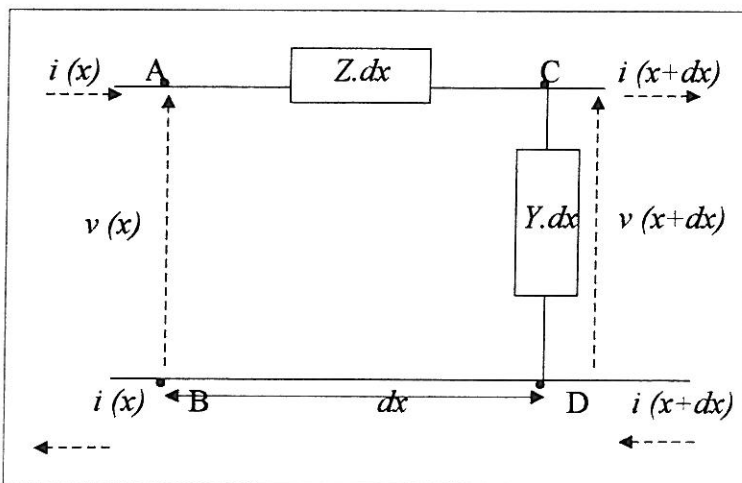


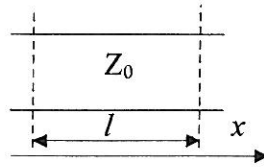
Figure A-1 Schéma d'une ligne bifilaire de transmission dont les impédance et admittance sont réparties sur une longueur  $dx$ .

Les expressions donnant les propagations de  $i(x)$  et  $v(x)$  sont obtenues en appliquant la loi des mailles et la loi des nœuds, puis en résolvant le système d'équations du second degré par rapport à  $x$ , ce qui aboutit à :

$$\begin{aligned} v(x) &= V_1 e^{-\gamma x} + V_2 e^{\gamma x} \\ i(x) &= Z_0 (V_1 e^{-\gamma x} - V_2 e^{\gamma x}) \end{aligned} \quad (\text{A.1})$$

où  $\gamma = \sqrt{ZY} = \alpha + jk$ ,  $V_1$  et  $V_2$  sont des constantes complexes.  $\alpha$  et  $k$  représentent respectivement l'atténuation et la propagation de l'onde dans la ligne. Le facteur  $Z_0$  égal à

$\sqrt{\frac{Z}{Y}}$  représente l'impédance caractéristique de la ligne. Par la suite, une ligne de transmission de longueur  $l$  sera ainsi schématisée :



Soit une impédance  $Z_t$  placée en bout de ligne. On dit que l'on a fermé la ligne par  $Z_t$ . A l'abscisse  $x=l$  on peut écrire la loi d'Ohm :

$$Z_t = \frac{v(l)}{i(l)} = Z_0 \frac{1 + \frac{V_2}{V_1} e^{2\gamma l}}{1 - \frac{V_2}{V_1} e^{2\gamma l}} \quad (\text{A.2})$$

Le terme  $\frac{V_2}{V_1} e^{2\gamma l}$  exprime le rapport des amplitudes de l'onde réfléchie à l'onde incidente. Il s'agit du *coefficient de réflexion* en bout de ligne, noté  $\Gamma_t$ . En définissant l'*impédance réduite*  $z_t$  comme étant le rapport  $Z_t/Z_0$ , on obtient les relations suivantes, d'après la formule A.2 :

$$z_t = \frac{1 + \Gamma_t}{1 - \Gamma_t} \quad \text{et} \quad \Gamma_t = \frac{z_t - 1}{z_t + 1} \quad (\text{A.3})$$

De manière générale, le coefficient de réflexion défini à l'abscisse  $x$  s'écrit :

$$\Gamma(x) = \frac{V_2}{V_1} e^{2\gamma x} = \Gamma_t e^{-2\gamma(l-x)} \quad (\text{A.4})$$

Si  $z_t$  vaut 1, i. e. si  $Z_t = Z_0$ , on dit que *la ligne est adaptée*. Dans ce cas,  $\Gamma_t$  s'annule et toute l'onde est transmise à la charge  $Z_t$ .

Une autre notion importante qu'il nous faut introduire est celle de l'*impédance ramenée*  $z_r$ . Il s'agit de l'impédance qu'il faut placer à l'abscisse  $x_0$ , après avoir retiré le tronçon de ligne et la charge  $z_t$ , pour que la distribution des tension et courant entre le générateur et le point coupé soit inchangée (voir figure A.2).

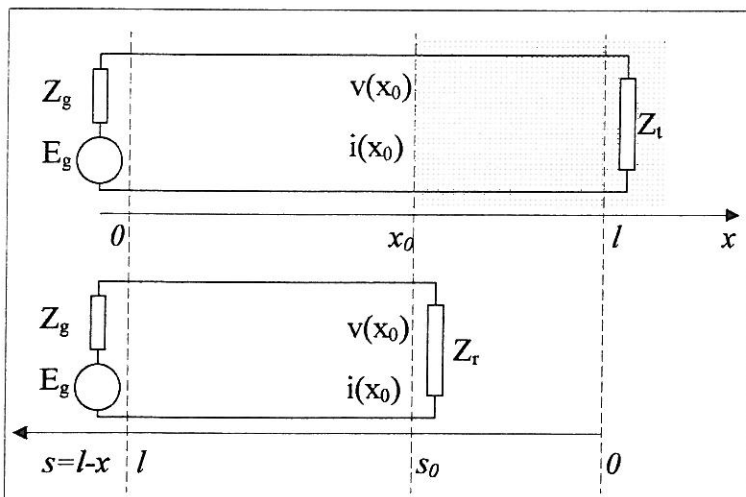


Figure A-2 Illustration de la notion de transformation d'impédance (impédance ramenée).

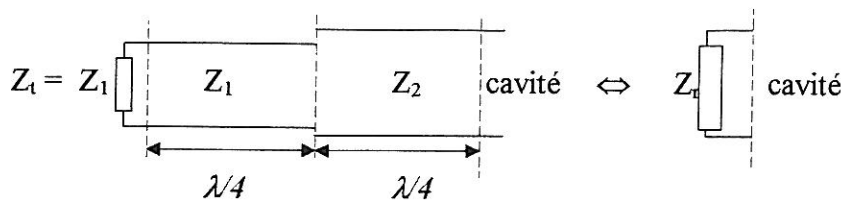
Le jeu d'équations dont nous disposons permet aisément d'établir la relation de transformation d'impédance réduite en un point  $s_0 = l - x_0$ , soit :

$$z_r(s_0) = \frac{z_t + th(\gamma s_0)}{1 + z_t th(\gamma s_0)} \quad (\text{A.5})$$

Si nous supposons la ligne sans pertes, alors  $\gamma = jk$  et la relation précédente devient :

$$z_r(s_0) = \frac{z_t + jtg(ks_0)}{1 + jz_t tg(ks_0)} \quad (\text{A.6})$$

On parle de *transformation quart d'onde* lorsque  $s_0 = \lambda/4$ , dans ce cas  $z_r(\frac{\lambda}{4}) = \frac{1}{z_t}$ . Cette relation nous a permis de calculer l'impédance de l'antenne collectrice vue par la cavité. Ainsi la figure III.2 est équivalente au schéma ci-dessous :



et l'impédance ramenée  $Z_r$  est égale à  $Z_t \frac{Z_2^2}{Z_1^2}$ . En tenant compte du fait que  $Z_t = Z_1$ , l'application numérique avec  $Z_1 = 50 \Omega$  et  $Z_2 = 60 \ln(16/15) = 3,87 \Omega$  donne  $Z_r = 0,3 \Omega$ .

Les pertes HF autour de l'antenne collectrice elle-même sont données par l'expression générale :

$$P_{antenne} = \frac{1}{2} R_s \iint_S H_t^2 dS \quad (\text{A.7})$$

où  $R_s$  est la résistance de surface de la sonde pour notre fréquence de travail,  $H_t$  est l'excitation magnétique transverse, et  $dS = \phi_i d\theta dz$  l'élément de surface de la sonde,  $S$  la surface de la sonde de diamètre  $\phi_i$  et de longueur  $\lambda/4$ . On obtient  $H_t$  en utilisant le théorème d'Ampère, soit :

$$H_t = H_\theta = \frac{I_0}{2\pi\phi_i} e^{i(\omega t - kz)} \quad (\text{A.8})$$

On peut alors intégrer l'expression A.7 après substitution de  $H_t$  par son expression ci-dessus, d'où :

$$P_{antenne} = \frac{1}{2} R_s \frac{\lambda}{4} \frac{I_0^2}{2\pi\phi_i} \quad (\text{A.9})$$

Le courant haute fréquence  $I_0^2$  peut être substitué par l'expression de la puissance incidente à l'entrée de la ligne d'impédance caractéristique  $Z_2$ . Cette puissance s'écrit :

$$P_{HF} = \frac{I}{2} Z_2 I_0^2 \quad (\text{A.10})$$

On en déduit l'expression finale des dissipations au niveau de l'antenne, soit:

$$P_{antenne} = P_{HF} \times \frac{\lambda R_s}{2\pi\phi_1 Z_2} \quad (\text{A.11})$$

En prenant  $P_{HF} = 44 \text{ W}$  et  $R_s = 30 \text{ m}\Omega$ , on trouve une puissance dissipée dans l'antenne de 0,24 W.

A l'aide des équations A.1 et A.4, nous pouvons exprimer la puissance moyenne transmise par le générateur à partir de l'abscisse  $x$ . Elle s'obtient en écrivant :

$$P(x) = \Re\left(\frac{I}{2} v \cdot i^*\right) = \frac{|V_1|^2}{2|Z_0|} e^{-2\alpha x} (1 - |\Gamma|^2) \quad (\text{A.12})$$

$$P(x) = P_{inc} (1 - |\Gamma|^2)$$

dans laquelle le terme  $P_{inc} |\Gamma|^2$  représente la puissance réfléchie vers le générateur.

# Annexe B

## Lignes de couplage et mesure du champ crête dans la cavité

### B.1 Bases théoriques

Une cavité résonante HF peut être assimilée à une boîte reliée au monde extérieur par  $n$  lignes de couplages. Chaque ligne  $i$ , de longueur  $l_i$  et d'impédance caractéristique  $Z_i$ , est placée dans un plan  $\pi_i$  proche de la cavité. La ligne injectant la puissance HF (numérotée 1) est reliée à un générateur de caractéristiques  $(E_g, Z_g)$ . En bout des autres lignes servant aux mesures sont placées des charges terminales  $Z_{t, i}$ . La figure B.1 représente la cavité munie de ses  $n$  couplages.

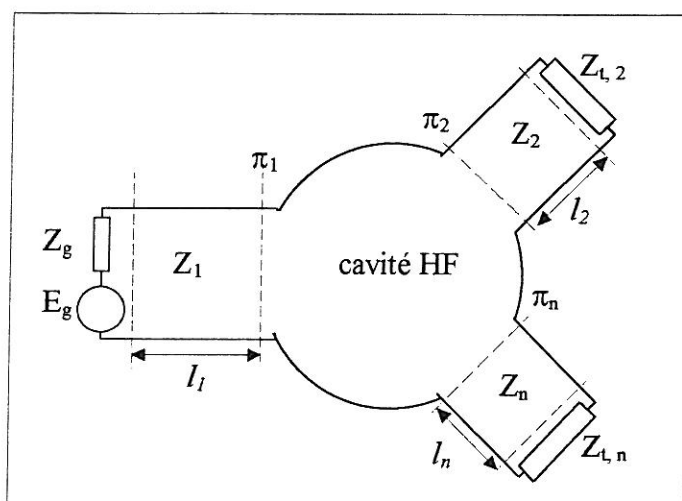


Figure B-1 Représentation schématique d'une cavité résonante HF, munie de ses  $n$  lignes de couplages.

Un schéma électrique équivalent possible de la cavité, résonnant à un mode donné, avec deux lignes de couplage, est illustré ci-dessous.

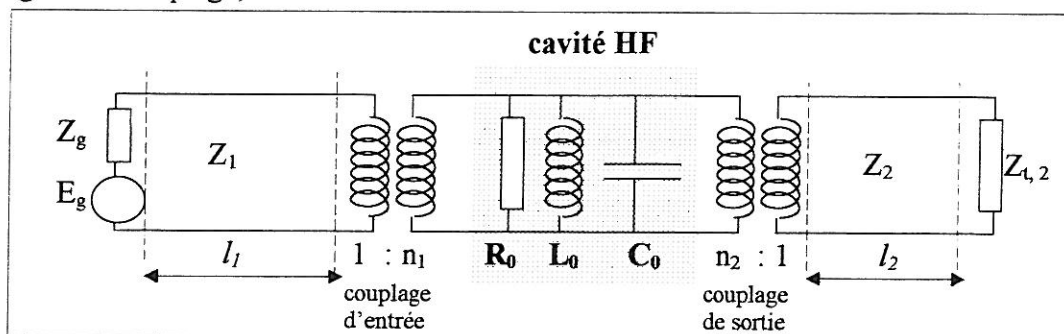


Figure B-2 Schéma électrique équivalent de l'ensemble {cavité + 2 lignes de couplages}.

Les paramètres  $R_0$ ,  $L_0$  et  $C_0$  sont ainsi reliés :

$$L_0 C_0 \omega_0^2 = 1$$

$$Q_0 = \frac{R_0}{L_0 \omega_0} = R_0 C_0 \omega_0 \quad (\text{B.1})$$

où  $\omega_0$  est la pulsation de résonance du mode considéré et  $Q_0$  le facteur de surtension propre de la cavité. La définition énergétique de  $Q_0$  est donnée par la relation III.4. L'élément  $R_0$ , appelée *résistance shunt*, représente les pertes dissipatives dans les parois de la cavité. L'impédance  $Z_0$  de la cavité s'écrit :

$$\begin{aligned} \frac{1}{Z_0} &= \frac{1}{R_0} + j\left(C_0 \omega - \frac{1}{L_0 \omega}\right) \\ &= \frac{1}{R_0} \left[ 1 + j \frac{\omega_0}{\omega} \left( R_0 C_0 \omega - \frac{R_0}{L_0 \omega} \right) \right] \\ &= \frac{1}{R_0} \left[ 1 + j Q_0 \left( y - \frac{1}{y} \right) \right] \end{aligned} \quad (\text{B.2})$$

la variable  $y$  étant égale à  $\omega/\omega_0$ .

Nous travaillerons par la suite avec quelques hypothèses simplificatrices :

- les impédances caractéristiques sont réelles,
- les transformateurs représentant les couplages sont idéaux,
- la ligne 2 est adaptée.

L'impédance réduite  $z_0$  ramenée au primaire de la ligne 1 vaut :

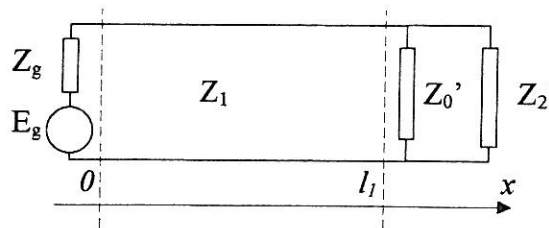
$$z'_0 = \frac{Z_0}{n_1^2 Z_1} = \frac{R_0}{n_1^2 Z_1} \frac{1}{1 + j Q_0 \left( y - \frac{1}{y} \right)} = \frac{\beta_1}{1 + j Q_0 \left( y - \frac{1}{y} \right)} \quad (\text{B.3})$$

$\beta_1$  est appelé le *coefficient de couplage*, et  $n$  est autre que l'impédance réduite de la cavité vue par la ligne 1. De même, on définit le coefficient de couplage de la ligne 2 par  $\beta_2 = \frac{R_0}{n_2^2 Z_2}$ .

L'impédance de la ligne 2 vue par la cavité est donnée par  $n_2^2 Z_2$ . Celle-ci ramenée à la ligne 1 devient  $\frac{n_2^2}{n_1^2} Z_2 = Z'_2$ , que l'on peut exprimer en fonction des coefficients de couplage, d'où

$Z'_2 = \frac{\beta_1}{\beta_2} Z_1$ . Le schéma de principe de la figure B.2 se réduit finalement à une ligne se fermant

sur un ensemble de 2 impédances en parallèle :





dont l'expression équivalente est :

$$Z_t = \frac{\beta_1 Z_1}{(1 + \beta_2) + jQ_0 \left(y - \frac{1}{y}\right)} \quad (\text{B.4})$$

Avec la relation A.3, on en déduit le coefficient de réflexion :

$$\Gamma_t = \frac{\beta_1 - \left[ (1 + \beta_2) + jQ_0 \left(y - \frac{1}{y}\right) \right]}{\beta_1 + \left[ (1 + \beta_2) + jQ_0 \left(y - \frac{1}{y}\right) \right]} \quad (\text{B.5})$$

Exprimons le bilan total de puissance de la ligne 1. En  $x = l_1$ , on a :

$$P_{inc} = P_{diss} + P_{trans} + P_{ref} \quad (\text{B.6})$$

avec  $P_{diss}$  puissance dissipée dans les parois de la cavité,  $P_{trans}$  la puissance extraite par la ligne 2 à la cavité, et  $P_{ref}$  celle réfléchiée par la ligne 1. La définition du coefficient de surtension de l'ensemble {cavité + 2 lignes}, c'est-à-dire en charge, donnée par l'expression III.11 permet d'écrire :

$$\frac{1}{Q_{ch}} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_1} + \frac{1}{Q_2} = \frac{1}{Q_0} (1 + \beta_1 + \beta_2) \quad (\text{B.7})$$

En substituant  $Q_0$  dans B.5 par l'équation B.7, le coefficient de réflexion devient :

$$\Gamma_t = \frac{\frac{\beta_1 - (1 + \beta_2)}{\beta_1 + (1 + \beta_2)} + jQ_{ch} \left(y - \frac{1}{y}\right)}{1 + jQ_{ch} \left(y - \frac{1}{y}\right)} = \frac{\Gamma_0 + jQ_{ch} \left(y - \frac{1}{y}\right)}{1 + jQ_{ch} \left(y - \frac{1}{y}\right)} \quad (\text{B.8})$$

où la grandeur réelle  $\Gamma_0$  est la valeur de  $\Gamma_t$  à la résonance ( $y = 1$ ), soit :

$$\Gamma_t(\omega = \omega_0) = \Gamma_0 = \frac{\beta_1 - (1 + \beta_2)}{\beta_1 + (1 + \beta_2)} = \frac{2Q_{ch}}{Q_1} - 1 \quad (\text{B.9})$$

D'après le précédent bilan de puissance, la partie fournie à la cavité et à la ligne 2 est égale à :

$$\begin{aligned} P_{diss} + P_{trans} &= P_{inc} - P_{ref} \\ &= P_{inc} (1 - |\Gamma_t|^2) \\ \Leftrightarrow \frac{P_{diss} + P_{trans}}{P_{inc}} &= 1 - |\Gamma_t|^2 \\ &= \frac{1 - |\Gamma_0|^2}{1 + Q_{ch}^2 \left(y - \frac{1}{y}\right)^2} \end{aligned} \quad (\text{B.10})$$

En utilisant la relation B.7 et en posant  $I + Q_{ch}^2 (y - \frac{I}{y})^2 = D$ , il est finalement possible d'exprimer les différentes puissances en fonction des  $Q_i$  :

$$\begin{aligned} \frac{P_{diss}}{P_{inc}} &= \frac{I}{D} \times \frac{4Q_{ch}^2}{Q_1 Q_0} \\ \frac{P_{trans}}{P_{inc}} &= \frac{I}{D} \times \frac{4Q_{ch}^2}{Q_1 Q_2} \\ \frac{P_{ref}}{P_{inc}} &= \frac{\left(\frac{2Q_{ch}}{Q_1} - I\right)^2 + (D - I)}{D} \end{aligned} \quad (B.11)$$

Ces relations se simplifient à la résonance, car  $D$  vaut 1. A partir de ce jeu d'équations, nous pouvons accéder aux différents  $Q_i$  par la mesure des puissances.

## B.2 Mesure des coefficients de surtension.

1/ Plaçons nous à la résonance et posons  $\alpha_i = \frac{Q_{ch}}{Q_i}$ . D'après B.7, les  $\alpha_i$  satisfont la relation suivante :  $\sum_{i=0}^2 \alpha_i = I$ . On détermine d'abord  $\alpha_1$  par la mesure des puissances réfléchie et

incidente, ou du coefficient de réflexion : 
$$\alpha_1 = \frac{I \pm \sqrt{\left(\frac{P_{ref,exp}}{P_{inc,exp}}\right)}}{2} = \frac{Q_{ch}}{Q_1}$$

le signe + correspond au surcouplage, et - dans le cas d'un souscouplage. On remarquera qu'au couplage critique ( $P_{ref} = 0$ ),  $\alpha_1$  est égal à  $1/2$ .

2/ On calcule ensuite 
$$\alpha_2 = \frac{I}{4\alpha_1} \left(\frac{P_{trans,exp}}{P_{inc,exp}}\right) = \frac{Q_{ch}}{Q_2}$$

3/ On en déduit 
$$\alpha_0 = I - (\alpha_1 + \alpha_2) = \frac{Q_{ch}}{Q_0}$$
.

4/ Le dernier paramètre à mesurer est  $Q_{ch}$ , et peut s'effectuer de deux manières.

- la courbe de résonance en transmission donnée par l'expression de  $P_{trans}/P_{inc}$  (équation B.11) est illustrée ci-dessous. Les pulsations  $\omega_1$  et  $\omega_2$  à - 3 dB vérifient :

$$Q_{ch}^2 \left(y_{-3dB} - \frac{I}{y_{-3dB}}\right)^2 = I \quad (B.12)$$

Or  $y_{-3dB} - \frac{I}{y_{-3dB}} \approx \frac{\Delta\omega}{\omega_0}$ , et la bande passante -3 dB est reliée à  $Q_{ch}$  par :

$$Q_{ch} \approx \frac{\omega_0}{\Delta\omega} \quad (B.13)$$

C'est la méthode que nous utilisons avec la cavité réentrante.

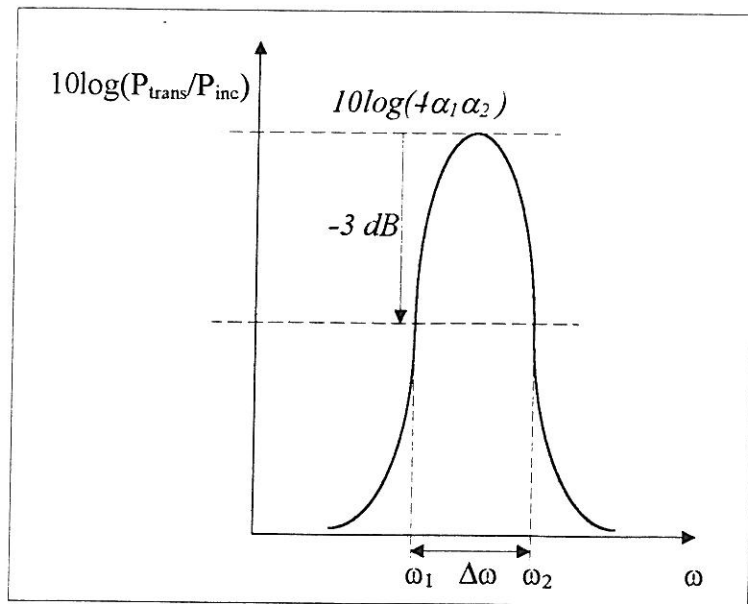


Figure B-3 Courbe de résonance en transmission.

- la seconde méthode, dite *de décroissement* consiste à remplir la cavité puis à couper la puissance HF : on mesure alors le temps  $\tau$  de décroissance exponentielle de la transmission dans la cavité, donné par :

$$Q_{ch} = \omega_0 \tau \quad (\text{B.14})$$

Elle s'impose lorsque la largeur  $\Delta\omega$  devient trop étroite pour être mesurable à l'analyseur de réseau. Cela se produit, dans la pratique, lorsque  $Q_{ch} > 10^6$  aux fréquences où nous travaillons (Ghz).

5/ Une fois  $Q_{ch}$  et les  $\alpha_i$  connus, on en déduit les  $Q_i$  et  $\beta_i$ .

### **B.3 Détermination du champ maximal dans la cavité à partir de la mesure de la puissance transmise.**

Le coefficient de surtension propre de la cavité a été défini comme étant  $Q_0 = \omega_0 \frac{W}{P_{diss}}$  où  $W$  est l'énergie emmagasinée dans la cavité à la résonance. Le code URMEL fournit non seulement les cartes des champs électromagnétiques, mais aussi  $W$ ,  $P_{diss}$ , et  $\omega_0$ . La figure ci-dessous est un exemple de résultats obtenus avec notre cavité. La cavité étant placée sous vide, ces grandeurs sont caractérisées par la géométrie de la cavité et du matériau qui la compose (il s'agit du cuivre OFHC dans notre cas).

```

1+++++
++ RESULTS FOR THE ACTUAL CAVITY AS INPUT TO URMEL ++
++ ***** NOT ASSUMING ANY HALF CELL SYMMETRY ***** ++
+++++
++ MODE TYPE - TM0-EE- 2 ++
++ FREQUENCY - 1498.959 MHZ ++
++ FREQUENCY/CUT-OFF FREQU. - 0.3265919E-02 ++
++ WAVE LENGTH OF MODE - 0.2000004 M ++
++ BEAM PIPE CUTOFF TM-MODE - 458970.1 MHZ ++
+++++
++ PARTICLE SPEED B (B-BETA)- 1.000000 CO ++
++ INT.( EZ )DZ- 5648.983 V ++
++ INT.( EZ*COS(K*Z/B))DZ- -5635.970 V ++
++ INT.( EZ*SIN(K*Z/B))DZ- 46.70773 V ++
++ TOTAL STORED FIELD ENERGY- 0.1115116E-04 VAS ++
++ K0 (-V*V/4*ENERGY) - 0.7121758 V/PC ++
++ VOLTAGE TAKEN AT R0 - 0.0000000 M ++
++ SKIN DEPTH - 0.1706912E-05 M ++
++ Q WITH ALL END PLATES - 10664 ++
++ Q WITHOUT LEFT END PLATE- 10664 ++
++ Q WITHOUT RIGHT END PLATE- 14215 ++
++ Q WITHOUT BOTH END PLATES- 14215 ++
++ P WITH ALL END PLATES - 9.848264 W ++
++ P WITHOUT LEFT END PLATE- 9.848245 W ++
++ P WITHOUT RIGHT END PLATE- 7.387840 W ++
++ P WITHOUT BOTH END PLATES- 7.387822 W ++
+++++
+++++
++ FULL CELL RESULTS - ASSUMING P-V*V/2/RS AND ++
++ THAT THE INPUT IS THE RIGHT HALF OF A FULL CELL ++
+++++
++ FREQUENCY - 1498.959 MHZ ++
++ FREQUENCY/CUT OFF FREQU. - 0.3265919E-02 ++
++ VOLTAGE TAKEN AT R0 - 0.0000000 M ++
++ K0 (-V*V/4*ENERGY) - 1.424254 V/PC ++
++ SHUNT IMPEDANCE AT R-R0 - 4.299529 MOHM ++
++ R/Q AT R-R0 - 302.4459 OHM ++
++ Q WITHOUT END PLATES - 14215 ++
++ PEAK SURFACE E FIELD AT R- 0.3750000E-03 M ++
++ AND Z- 0.1018750 M ++
++ PEAK FIELD STRENGTH THERE- 3253633. V/M ++
++ RATIO PEAK/EFFECITVE - 82.20721 ++
++ PEAK SURFACE H FIELD AT R- 0.1625000E-02 M ++
++ AND Z- 0.1183750 M ++
++ PEAK FIELD STRENGTH THERE- 1512.089 A/M ++
+++++

```

Figure B-4 Exemple de résultat fourni par le code URMEL pour la cavité réentrante.

La puissance étant proportionnelle au carré du champ électrique, le rapport  $\frac{E_{max}}{\sqrt{P_{diss} Q_0}}$  (noté  $\eta$ ) est une constante caractéristique de la cavité au point où se trouve  $E_{max}$ . Les données de la figure B.4 permettent d'évaluer la valeur théorique  $\eta_{th}$ , que nous identifions à sa valeur expérimentale  $\eta_{exp}$ , d'où l'expression III.13, c'est-à-dire :

$$E_{max,exp} = \eta_{th} \sqrt{P_{diss,exp} Q_{0,exp}} \quad (B.15)$$

Or d'après les équations B.11, nous avons une relation entre  $P_{diss,exp}$  et  $P_{trans,exp}$  :

$P_{dis,exp} = \frac{Q_{2,exp}}{Q_{0,exp}} P_{trans,exp}$  qui, injectée dans la formule B.15, aboutit à :

$$E_{max,exp} = (\eta_{th} \sqrt{Q_{2,exp}}) \sqrt{P_{trans,exp}} = K \sqrt{P_{trans,exp}} \quad (B.16)$$

Il s'agit de la formule III.14.

# Liste des figures

## Chapitre I

Figure I-1 Schéma énergétique de l'interface métal-vide, $\phi$ représente le travail de sortie des électrons et $\epsilon_f$ le niveau de Fermi du métal. Les trois premières figures sont valables à $T = 0$ K a/ en l'absence de champ appliqué, b/ barrière triangulaire sous l'action d'un champ extérieur appliqué, c/ diminution de la hauteur de la barrière par effet de force image, d/ prise en compte de l'effet de la température.....	18
Figure I-2 Caractéristique pour une pointe monocristalline en W. Quand $\ln(I)$ est voisin de -6, la courbe s'écarte de la courbe théorique (pointillés) en raison de la charge d'espace électronique <sup>[9]</sup> .....	21
Figure I-3 Représentation en 3D d'une cavité pentacellule (CAO).....	27
Figure I-4 Atome adsorbé à la surface du métal <sup>[33]</sup> .....	31
Figure I-5 Modèle des filaments électroformés.....	32
Figure I-6 Représentation schématique du régime d'émission associant les filaments conducteurs et le renforcement microscopique du champ. Les traits en pointillés symbolisent les lignes de champ. ....	33
Figure I-7 Diagramme énergétique représentant l'interface métal-isolant-vide en présence d'un champ électrique. Les électrons sont émis dans le vide après la formation des canaux conducteurs dans l'isolant. Le modèle tient compte des caractéristiques spectrales constatées dans les mesures. ....	34
Figure I-8 Illustration schématique de l'effet d'antenne induit par une particule conductrice formant une structure MIM sur l'électrode. Les traits en pointillés représentent les équipotentiels. ....	35

## Chapitre II

Figure II-1 Représentation de la barrière de potentiel $V(x)$ , en trait plein, vue par un électron placé en $x > 0$ , à $T = 0$ K et un champ électrique appliqué de 3 GV/m.....	41
Figure II-2 a/ Barrière de potentiel continue et b/ sa décomposition en N barrières rectangulaires. ....	42
Figure II-3 Discrétisation de la barrière de potentiel.....	44
Figure II-4 Variation de $J = f(E)$ à $T = 10$ K et $\phi = 4$ eV, selon les méthodes de calcul de la probabilité de transmission à travers a/ un potentiel de forme triangulaire, b/ une barrière arrondie par l'effet de force image.....	47
Figure II-5 Effets de la température du métal et du travail de sortie des électrons.....	48
Figure II-6 Spectre en énergie des électrons émis pour une barrière triangulaire en fonction du champ électrique et de la température. Le travail de sortie est de 4 eV.....	49
Figure II-7 Atome adsorbé à la surface du métal, schématisé par un puits de potentiel monodimensionnel carré.....	50
Figure II-8 Spectre en énergie : effet de la distance du puits de potentiel. ....	51
Figure II-9 Spectre en énergie : effet de l'épaisseur du puits de potentiel. ....	52
Figure II-10 Spectre en énergie : effet de la profondeur du puits. ....	53
Figure II-11 Déplacement des spectres en fonction du champ électrique.....	54
Figure II-12 Autre configuration de puits de potentiel. ....	54

Figure II-14 Variation moyenne du courant d'émission de champ avec un champ électrique alternatif..... 57

### **Chapitre III**

Figure III-1 Cavité réentrante  $\lambda/4$  et son schéma électrique équivalent..... 64

Figure III-2 Schéma de la sonde de courant et de la ligne quart d'onde..... 66

Figure III-3 Demi coupe transversale de la cavité montrant un couplage de la cavité par une antenne cylindrique plongeant dans la cavité..... 67

Figure III-4 Coupe transversale de la cavité réentrante..... 69

Figure III-5 Coefficients de surtension des deux couplages de la cavité en fonction de la longueur de l'antenne..... 70

Figure III-6 Comparaison du champ électrique axial mesuré et calculé, en présence d'un élément perturbateur donné..... 72

Figure III-7 a/ Schéma de la cavité représentant les trajectoires des électrons. Les chiffres correspondent aux champs de surface en pour-cent du champ pic. b/ Variation du champ axial entre l'échantillon et la sonde..... 73

Figure III-8 a/ Temps de transit des électrons pour atteindre la sonde. b/ Energie d'impact des électrons au niveau de la sonde..... 74

Figure III-9 Schéma du dispositif expérimental..... 76

Figure III-10 Chronologie des réponses temporelles du courant montrant les instabilités observées et la réelle signature du courant d'émission de champ. Les temps de montée et de descente sont dus au filtrage du bruit..... 77

Figure III-11 Spectre de rayons X provenant d'électrons frappant l'antenne collectrice. Chaque canal en abscisse représente 1,06 keV..... 80

Figure III-12 Energie d'impact des électrons en fonction du champ électrique. Les trois points représentent les valeurs déduites des mesures de spectre des rayons X à trois niveaux de champs différents..... 81

Figure III-13 Etat de surface d'un échantillon de niobium ayant subi un décapage chimique 50  $\mu\text{m}$ ..... 82

Figure III-14 Couvercle de la cavité avec un échantillon monté sous flux laminaire..... 83

Figure III-15 Courbes typiques d'un site émetteur : a/ représentation du courant mesuré en fonction du champ électrique ; b/ représentation en coordonnées de Fowler-Nordheim : on en déduit les caractéristiques ( $\beta$ ,  $S$ ) par la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite. Le coefficient de corrélation est de 0,99757..... 84

Figure III-16 Action des gaz adsorbés et reproductibilité des mesures. Les coefficients de corrélation des courbes (1) et (3) sont respectivement de 0,9969 et 0,9985. Les flèches indiquent le sens de progression de la mesure..... 85

Figure III-17 a/ anode plane (100  $\times$  300  $\mu\text{m}$ ) et b/ anode pointue..... 86

Figure III-18 Schéma du dispositif expérimental en continu implanté dans la chambre d'un microscope électronique à balayage..... 87

### **Chapitre IV**

Figure IV-1 : Micrographies a/ d'un défaut géométrique naturel, b/ d'une particule de contamination naturelle sur un échantillon de niobium (d'après ref. 45)..... 92

Figure IV-2 Fréquence d'apparition des éléments chimiques dans la composition des particules contaminantes (d'après ref. 45)..... 93

Figure IV-3 Micrographies d'une particule de fer (a) et d'une particule d'alumine (b) .....	95
Figure IV-4 Diagramme de Fowler-Nordheim regroupant les mesures réalisées sur huit échantillons en Nb contaminés en particules de fer. ....	97
Figure IV-5 Echantillon niobium pollué en particules de fer: a/ avant un test HF, b/ après un test HF, c/ vue de profil. ....	98
Figure IV-6 a/ Empilement de particules dans la direction des lignes de champ et selon leur plus grande diagonale. b/ Cratères présents à l'emplacement des particules manquantes et de certaines restantes. c/ Fusion de surface d'une particule. d/ Détail de l'image précédente montrant l'aspect lisse et le socle « mousseux » du contact. ....	99
Figure IV-7 Spectroscopie X de l'image IV.6.d, pour la recherche des éléments Carbone, Oxygène, Niobium et Fer. ....	99
Figure IV-8 Micrographies d'une particule de fer : a/ après un test HF, et b/ son emplacement après arrachage par la pointe anode .....	100
Figure IV-9 Caractéristiques courant-champ obtenues sur des échantillons en Nb contaminés avec des particules d'alumine. ....	101
Figure IV-10 Modification des particules d'alumine après un test HF : a/ explosion des particules, b/ particule dressée, c/ et d/ phénomènes thermiques associés .....	102
Figure IV-11 Schémas représentant a/ un conducteur chargé soumis à un champ électrique, b/ une particule métallique posée sur un conducteur .....	105
Figure IV-12 Diélectrique placé dans le vide et soumis à l'action du champ appliqué $E_a$ .....	106
Figure IV-13 Micrographie montrant l'extrémité de la pointe diamant. ....	108
Figure IV-14 Micrographies montrant a/ un défaut géométrique réalisé par translation horizontale de la pointe sur du niobium ; b/ vue de profil. ....	108
Figure IV-15 Caractéristiques courant-champ réalisées avec le même échantillon. Chaque courbe a été relevée avec un cycle utile donné pour les impulsions HF .....	110
Figure IV-16 Stabilité du courant électronique, à cycle utile constant et à période de répétition constante, pour un niveau de champ donné .....	110
Figure IV-17 Micrographies d'un défaut géométrique a/ avant et b/ après un test HF. Les phénomènes thermiques se produisent localement, sur le défaut géométrique. ....	111
Figure IV-18 Schémas d'une particule et d'une protubérance. ....	112
Figure IV-19 Variation de $S_0$ pour plusieurs gaz, en fonction de l'énergie des électrons, dans des conditions suivantes : $T_0 = 273,15$ K et $p_0 = 1$ Torr = 1,33 mb (d'après ref. 109). ....	116
Figure IV-20 Multipactor entre la particule et le substrat. ....	119
Figure IV-21 Mesure du courant faisceau. ....	121
Figure IV-22 Micrographies d'une particule de fer a/ avant et b/ après exposition à un faisceau de 14,9 mW. ....	124
Figure IV-23 Micrographies d'une particule de niobium a/ avant et b/ après exposition à un faisceau de 18,9 mW. ....	124
Figure IV-24 Micrographies de deux particules d'alumine après exposition à un faisceau de 0,25 mW (a et b). ....	124
Figure IV-25 a/ Particule de fer fondue en surface, et b/ son emplacement après arrachement électrostatique. ....	125
Figure IV-26 Variation de la température d'une particule en fonction du temps .....	126



## **Chapitre V**

- Figure V-1 Comparaison des tracés  $I_{DC} = f(E_{DC}, (\beta_{HF}, S_{HF}))$  avec les valeurs expérimentales en DC provenant de la particule de fer la plus émissive ..... 132
- Figure V-2 Comparaison des tracés  $I_{DC} = f(E_{DC}, (\beta_{HF}, S_{HF}))$  avec les valeurs expérimentales en DC, sur un échantillon rayé. .... 134
- Figure V-3 Les courbes de la figure précédente sont représentées dans un diagramme de Fowler-Nordheim. 134

## **Chapitre VI**

- Figure VI-1 Micrographies de l'échantillon en Mo, brut d'usinage et poli mécanique ; a/ vue générale de haut, et b/ détail..... 142
- Figure VI-2 Histogramme montrant la distribution du facteur  $\beta$  en fonction des protocoles de transport et de traitement des échantillons en cuivre et en molybdène. .... 143
- Figure VI-3 Effet du champ électrique croissant pour quatre durées d'impulsion HF..... 148
- Figure VI-4 a/ Effet de la durée réelle de formation par le champ, b/ effet du nombre total d'impulsions pour quatre durées d'impulsion HF et à champ constant..... 149
- Figure VI-5 Efficacité des impulsions courtes dans le processus de nettoyage par formation HF à champ et à temps de manipulation constants : a/ avant HF et b/ après HF avec  $\tau = 10 \text{ ms}$  ; c/ avant HF et d/ après HF avec  $\tau = 10 \mu\text{s}$ . .... 150
- Figure VI-6 Illustration des effets thermiques qui se sont déroulés au cours du test HF à 30 MV/m, et un cycle utile de 10ms / 1000 ms : cratères à la surface du substrat en Nb et particule de fer fondue. .... 150
- Figure VI-7 Emissivité des échantillons en Nb traités chimiquement , en début et en fin de traitement HPP à 45 MV/m. .... 151
- Figure VI-8 Courbe  $Q_0 = f(E_{acc})$  d'une cavité en Nb neuf cellules après le traitement HPP. .... 152
- Figure VI-9 Forces d'adhérence des particules sur un substrat en fonction de leurs tailles, d'après ref. 121 .153
- Figure VI-10 Modification morphologique d'un empilement : a/ après un test HF à un champ maximal de 37 MV/m, b/ après un test HF à un champ maximal de 61 MV/m. .... 154

## **Chapitre VII**

- Figure VII-1 Distribution des caractéristiques ( $\beta, S$ ), obtenue d'après les droites de Fowler-Nordheim. Tous ces points proviennent de 58 mesures courant-champ dans la cavité sur des échantillons en Niobium, en Cuivre et en Molybdène. Tous les types de sites émetteurs étudiés (sauf l'alumine) y sont représentés. 165

## **Annexes**

- Figure A-1 Schéma d'une ligne bifilaire de transmission dont les impédance et admittance sont réparties sur une longueur dx. .... 173
- Figure A-2 Illustration de la notion de transformation d'impédance (impédance ramenée). .... 174
- Figure B-1 Représentation schématique d'une cavité résonante HF, munie de ses n lignes de couplages. .... 177
- Figure B-2 Schéma électrique équivalent de l'ensemble {cavité+2 lignes de couplages}. .... 177
- Figure B-3 Courbe de résonance en transmission. .... 181
- Figure B-4 Exemple de résultat fourni par le code URMEL pour la cavité réentrante. .... 182

# Liste des tableaux

## Chapitre I

Tableau I-1 Valeurs de  $\beta$  pour une géométrie cylindrique<sup>[55]</sup> et hémisphéroïdale<sup>[54]</sup> ..... 30

## Chapitre III

Tableau III-1 Valeurs maximales du champ électrique pour un échantillon en cuivre et en niobium, à 300 et à 77 K..... 71

## Chapitre IV

Tableau IV-1 Conditions expérimentales et caractéristiques du site émetteur..... 109

Tableau IV-2 Puissance dissipée par effet Joule à 300 K..... 113

Tableau IV-3 Variation de la puissance déposée par bombardement ionique en fonction de la pression et du courant électronique émis par les sites émetteurs. Les hypothèses formulées sont : le gaz désorbé est de hydrogène et  $T = 273,15$  K. .... 117

Tableau IV-4 Puissance HF dissipée dans les particules de Fe et de  $Al_2O_3$ , et dans les protubérances, sur l'échantillon (calculé d'après les dimensions de la figure IV.18)..... 118

Tableau IV-5 Contributions aux pertes de puissance lors d'un bombardement électronique de 30 keV sur une particule de 20  $\mu m$  de taille. .... 122

Tableau IV-6 Temps caractéristiques d'atteinte de l'équilibre thermique sur une particule de 20  $\mu m$  de taille. 125

## Chapitre V

Tableau V-1 Champs seuil d'émission des particules d'alumine mesurés dans la cavité, puis au MEB sur le site le plus émissif. .... 130

Tableau V-2 Comparaison des champs seuil d'émission de particules de fer sur des échantillons en Nb. .... 132

Tableau V-3 Coefficients de renforcement du champ et surfaces émissives provenant des figures V.1 et V.2. 137

## Chapitre VI

Tableau VI-1 Amélioration du champ seuil d'apparition des électrons due à un changement dans le protocole de transport des échantillons traités chimiquement. .... 144



## Références bibliographiques

---

1. R.H. Fowler, L. Nordheim, *Proc. Roy. Soc. London A* **119**, 173 (1928)
2. E.W. Müller, *Z. Phys. Rev.* **106**, 454 (1937)
3. G.A. Farrall, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 20**, 815 (1985)
4. Ph. Bernard et al., *Nucl. Instrum. Methods* **190**, 257 (1981)
5. R.H. Wood, *Phys. Rev.* **5**,1 (1897)
6. W. Schottky, *Z. Physik* **14**, 63 (1923)
7. R.J. Piersol, *Phys. Rev.* **31**, 441 (1928)
8. B.S. Gossling, *Phil. Mag.* **1**, 609 (1926)
9. W.P. Dyke, J.K. Trolan, *Phys. Rev.* **89**, 799 (1953)
10. R.E. Hurley, P.J. Dooley, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **10**, L195 (1977)
11. N.K. Allen, R.V. Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **11**, L55 (1978)
12. A. Zeitoun-Fakiris, B. Jüttner, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **21**, 960 (1988)
13. L. Nordheim, *Proc. Roy. Soc. London A* **121**, 626 (1928)
14. H.C. Miller, *J. Franklin Inst.* **252**, 382 (1966)
15. C.A. Sprindt, I. Brodie, L. Humphey, E.R. Westerberg, *J. Appl. Phys.* **47**, 5248 (1976)
16. R.H. Good, E.W. Müller, *Handbuch der Physik* **21**, 176 (1956)
17. R.J. Noer, *Appl. Phys. A* **28**, 1 (1982)
18. R. Haefler, *Z. Physik* **116**, 604 (1940)
19. G.A. Farrall, M. Owens, *J. Appl. Phys.* **43**, 938 (1972)
20. G.A. Farrall, M. Owens, F.G. Hudda, *J. Appl. Phys.* **46**, 610 (1975)
21. R.W. Young, *Vacuum* **24**, 167 (1974)
22. N.S. Xu, R.V. Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **19**, 477 (1986)
23. B.M. Cox, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **8**, 2065 (1975)
24. N.K. Allen, B.M. Cox, R.V. Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **12**, 969 (1979)
25. K.H. Bayliss, R.V. Latham, *Vacuum* **35**, 211 (1985)
26. K.H. Bayliss, R.V. Latham, *Proc. Roy. Soc. London A* **403**, 285 (1986)

- 
27. R.E. Hurley, P.J. Dooley, *Vacuum* **28**, 147 (1978)
  28. R.E. Hurley, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **12**, 2229 (1979)
  29. R.E. Hurley, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **12**, 2247 (1979)
  30. R.E. Hurley, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **13**, 1121 (1980)
  31. G.F. Alfrey, J.B. Taylor, *Brit. J. Appl. Phys.* **4**, S 44 (1955)
  32. A. Zeitoun-Fakiris, B. Jüttner, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 23**, 83 (1988)
  33. C.B. Duke, M.E. Alferieff, *J. Chem. Phys.* **46**, 923 (1967)
  34. J.J. Maley, *J. Vac. Sci. Technol.* **11**, 892 (1974)
  35. G.A. Farrall, F.G. Hudda, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 15**, 61 (1980)
  36. R.V. Latham, D.A Wilson, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **14**, 2139 (1981)
  37. R.V. Latham, D.A Wilson, *J. Phys. E: Sci. Instrum. Appl. Phys.* **15**, 1083 (1983)
  38. R.V. Latham, D.A Wilson, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **16**, 455 (1983)
  39. Ph. Niedermann, N. Sankarraman, Ø. Fischer, *Proceedings of the 2<sup>nd</sup> workshop on RF-superconductivity*, 583, CERN, Geneva, Switzerland (1984)
  40. C.S. Athwal, K.H. Bayliss, R.S. Calder, R.V. Latham, *IEEE Trans. Plasma. Sci.*, **PS 13**, 226 (1985)
  41. Ph. Niedermann, N. Sankarraman, R.J. Noer, Ø. Fischer, *J. Appl. Phys.* **59**, 892 (1986)
  42. R.J. Noer, Ph. Niedermann, N. Sankarraman, Ø. Fischer, *J. Appl. Phys.* **59**, 3851 (1986)
  43. M. Jimenez, R.J. Noer, G. Jouve, C. Antoine, B. Bonin, J. Jodet, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **26**, 1503 (1993)
  44. M. Jimenez, R.J. Noer, G. Jouve, J. Jodet, B. Bonin, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **27**, 1038 (1994)
  45. M.J. Jimenez, Thèse n° 623, Université Blaise Pascal, Clermont Ferrand (1994)
  46. *Proc. of the 1<sup>st</sup> TESLA Workshop*, Cornell University, Ithaca, NY, **CLNS 90-1029**, U.S.A. (1990)
  47. *Proc. of the 5<sup>th</sup> Workshop on RF Superconductivity*, Hamburg, Germany (1991)
  48. U. Klein, J.P. Turneure, *IEEE Trans. Magn.* **MAG 19**, 1330 (1983)
  49. W. Weingarten, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 24**, 1005 (1989)
  50. C.M. Lyneis, *Proc. of the Workshop on RF Superconductivity*, 119, Karlsruhe, KfK-3019 (1980)
  51. E. Tanabe, A. McEuen, M. Trail, G. Meddaugh, S. Bandy, *Proc. of the Linear Accelerator Conference*, Chalk River, Canada (1992)

- 
52. D.L. Moffat, T. Flynn, J. Kirchgessner, H. Padamsee, D. Rubin, J. Sears, Q.S. Shu, *Proc. of the 4<sup>th</sup> Workshop on RF Superconductivity*, KEK, Japan (1989)
53. D.L. Moffat et al., *Particle Accelerators* **40**, 85 (1992)
54. D. Alpert, A. Lee, E.M. Lyman, H.E. Tomaschke, *J. Vac. Sci.* **1**, 35 (1964)
55. F. Rorhbach, Thèse, Université de Genève (1971)
56. J.W. Gadzuk, *Phys. Rev. B* **1**, 2110 (1970)
57. T.A. Delchar, G. Ehrlich, *J. Chem. Phys.* **42**, 2686 (1965)
58. V.A. Kuznetsov, E.P. Sheshin, *Radio Eng. Electron. Phys.* **20**, 133 (1975)
59. H.A. Schwettman, J.P. Turneure, R.F. Waites, *J. Appl. Phys.* **45**, 914 (1974)
60. G. Dearnaley, *Phys. Lett.* **25A**, 760 (1967)
61. N.S. Xu, R.V. Latham, *Surface Science* **274**, 147 (1992)
62. A. Curtioni, Thèse Université Paris XI, Orsay (1994)
63. F. Schwabl, « *Quantum mechanics* », Ed. Springer-Verlag, Berlin (1992)
64. C.D. Ehrlich, E.W. Plummer, *Phys. Rev. B* **18**, 3767 (1978)
65. J.C. Inkson, *Surface Science* **28**, 69 (1971)
66. J.A. Appelbaum, D.R. Hamann, *Phys. Rev. B* **6**, 1122 (1972)
67. W.W. Dolan, W.P. Dyke, *Phys. Rev.* **95**, 327 (1954)
68. L.V. Keldysh, *Sov. Phys. JETP* **20**, 1307 (1965)
69. T. Moreno, « *Microwave transmission design data* », Ed. Dover Publications Inc., N.Y. (1948)
70. S. Ramo, J.R. Whinnery, T. Van Duzer, « *Fields and waves in communication electronics* », seconde édition, Ed. John Wiley & Sons, N.Y. (1965)
71. A. Leger, *Journal de Physique* **29**, 646 (1968)
72. M.H. Cobourne, W.T. Williams, *Physica* **104C**, 50 (1981)
73. H. Bergeret, Nguyen Tuong Viet, A. Septier, *Proc. of the VI<sup>th</sup> International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV)*, 112, Swansea, U.K. (1974)
74. U. Laustroer, U. Van Rienen, T. Weiland, *URMEL*, Hamburg: DESY (1986)
75. J.M. Tessier, groupe GECS, DSM / DAPNIA / SEA, Rapport interne, C.E. Saclay (1992)
76. W.W. Hansen, R.F. Post, *J. Appl. Phys.* **19**, 1059 (1948)
77. W. Hauser, L. Brown, *J. Appl. Phys.* **30**, 1460 (1959)
78. D. Rapp, P. Englander-Golden, *J. Chem. Phys.* **43**, 1464 (1965)

- 
79. G.A. Boutry, « *Physique appliquée aux industries du vide* », Ed. Masson, Paris (1962)
80. G.A. Loew, J.W. Wang, *Particle Accelerators* **30**, 225 (1990)
81. W. Heitler, « *The Quantum Theory of Radiation* », 2<sup>ème</sup> édition, Oxford University Press, Oxford (1944)
82. C. Duclos, groupe GECS, DSM / DAPNIA / SEA, Rapport interne, C.E. Saclay (1993)
83. D. Puissant, groupe GECS, DSM / DAPNIA / SEA, Rapport interne, C.E. Saclay (1990)
84. J. Halbritter, *J. Appl. Phys. A* **43**, 1 (1987)
85. C. Chianelli, A. Curtioni, A. Zeitoun-Fakiris, J. Jodet, I. REGARDIN, *Proc. of the 5<sup>th</sup> workshop on RF Superconductivity*, 700, Hamburg, Germany (1991)
86. R.P. Little, S.T. Smith, *J. Appl. Phys* **36**, 1502 (1965)
87. *Proceedings of the 2<sup>nd</sup> workshop on RF-superconductivity*, CERN, Geneva (1984)
88. G.A. Farrall, *Physica* **104C**, 139 (1981)
89. C.S. Athwal, R.V. Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **17**, 1029 (1984)
90. J. Warren, *Symposium on Science and Technology of Microfabrication*, Material R-S, Boston, USA (1986)
91. M. Boussoukaya, H. Bergeret, R. Chehab, J. Leduff, B. Leblond, *Proc. of the first European Particle Accelerator Conference (EPAC)*, Rome, Italie (1988)
92. D. Dieumegard, communication privée, Thomson Tubes Electroniques, Vélizy (1995)
93. A.A. Nosov, P.V. Poshekhonov, *Proc. of the VI<sup>th</sup> ISDEIV*, 34, Swansea, U.K. (1974)
94. Ch. Renner, Ph. Niedermann, Ø. Fischer, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 24**, 911 (1989)
95. E. Durand, « *Electrostatique* », Tome III, Ed. Masson, Paris (1966)
96. T. Tsutsumi, T. Shioiri, H. Okubo, S. Yanabu, *Proc. of the XIII<sup>th</sup> ISDEIV*, 46, Paris, France (1988)
97. O. Lloyd, R. Hackam, *Proc. IEE* **122**, n°11 (1975)
98. H.P. Bahder, B. Jüttner, *Proc. of the XI<sup>th</sup> ISDEIV*, 53, Berlin, G.D.R. (1984)
99. *Constantes physico-chimiques*, vol. K1, K2 et K3, Techniques de l'Ingénieur, Paris
100. L.W. Swanson, L.C. Crouser, F.M. Charbonnier, *Phys. Rev.* **151**, 327 (1966)
101. J. Paulini, T. Klein, G. Simon, *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **26**, 1310 (1993)
102. A. Zeitoun Fakiris, *IEEE Trans. Electr. Insul.* **EI 20**, 697 (1985)
103. R.N. Bloomer, B.M. Cox, *Vacuum* **18**, 379 (1968)
104. G.P. Beukema, *Physica* **61**, 259 (1972)



- 
105. R.S. Calder, G. Dominichini, N. Hilleret, *Proc. of the XIII<sup>th</sup> ISDEIV*, Paris, France (1988)
  106. S. Itoh, T. Niiyama, M. Yokoyama, *J. Vac. Sci. Technol. B* **11**, 647 (1993)
  107. G. Müller, H. Piel, R.W. Röth, B. Aune, C. Magne, A. Veysière, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 24**, 1013 (1989)
  108. Q.S. Shu, K. Gendreau, W. Hartung, J. Kirchgessner, D.L. Moffat, H. Padamsee, R.J. Noer, D. Rubin, J. Sears, *IEEE Trans. Magn.* **MAG 25**, 1868 (1989)
  109. M. Wutz, H. Adam, W. Walcher, « *Theory and practice of vacuum technology* », Chap. 11, Ed. Vieweg, Cologne (1989)
  110. L. Malter, *Phys. Rev.*, **49**, 478 (1936)
  111. D. Benoit et al., « *Pratique du microscope électronique à balayage* », ANRT, Paris (1985)
  112. « *Microanalyse et Microscopie Electronique à Balayage* », Ed. de Physique, Ecole d'été de St Martin d'Hères (sept. 1978)
  113. L. Pages, E. Bertel, H. Joffre, L. Sklavenitis, *Pertes d'énergie, parcours et rendement de freinage pour les électrons de 10 keV à 100 MeV dans les éléments simples et quelques composés chimiques*, Rapport CEA-R-3942 (1970)
  114. S. Maïssa, T. Junquera, M. Fouaidy, A. Le Goff, B. Bonin, M. Luong, H. Safa, J. Tan, *Proc. of the International Field Emission Symposium 95*, Madison, Wisconsin (1995)
  115. R. Baptist, Communication privée, LETI, Grenoble
  116. G. Jouve, Y. Belkacem, C. Severac, *Thin Solid Films* **139**, 67 (1986)
  117. E. Mahner, N. Minatti, H. Piel, N. Puperter, *Applied Surface Science* **67**, 23 (1993)
  118. D.L. Tolliver (Ed.), « *Handbook of contamination control in microelectronics* », New Jersey: Noyes (1988)
  119. J. Tan, H. Safa, B. Bonin, M. Jimenez, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **27**, 2654 (1994)
  120. J.H. Graber, Ph. D., Thesis, Cornell University, Ithaca, N.Y. (1993)
  121. R.A. Bowling, « *Particles on Surfaces* », p. 129, Ed. K.L. Mittal, Plenum Press, N.Y. (1988)
  122. H. Lengeler, W. Weingarten, G. Müller, H. Piel, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG 21**, 1014 (1985)
  123. E. Kako et al., *Proc. of the VI<sup>th</sup> Workshop on RF Superconductivity*, 918, CEBAF, Newport News, USA (1993)
  124. *Proc. of the VI<sup>th</sup> Workshop on RF Superconductivity*, CEBAF, Newport News, USA (1993)

- 
- 125 . E. Hantzche, B. Jüttner, *Proc. of the XVI<sup>th</sup> ISDEIV*, 132, Moscow, Russia (1994)
- 126 . R.V. Latham, K.H. Bayliss, B.M. Cox, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **19**, 219 (1986)
- 127 . Ph. Niedermann, Ø. Fischer, *IEEE Trans. Elec. Insul.* **EI 24**, 943 (1989)
- 128 . Ph. Niedermann, Ch. Renner, A.D. Kent, Ø. Fischer, *J. Vac. Sci. Technol.*, (1990)
- 129 . W.B. Herrmannsfeldt, R. Becker, I. Brodie, A. Rosengreen, C.A. Spindt, *Nucl. Instrum. & Methods in Phys. Research A* **298**, 39 (1990) — disponible en SLAC-PUB-5217, March 1990 (A)
- 130 . T. Junquera, B. Bonin, A. Le Goff, H. Safa, J. Tan, *Proc. of the 6<sup>th</sup> workshop on RF Superconductivity*, 1014, CEBAF, Newport News, USA (1993)
- 131 . T. Junquera, A. Le Goff, S. Maïssa, B. Bonin, H. Safa, J. Tan, *Proc. of the 4<sup>th</sup> EPAC*, London, U.K. 2203 (1994)



# *ETUDE DE L'EMISSION ELECTRONIQUE PAR EFFET DE CHAMP EN HAUTES FREQUENCES*

## **Résumé**

Nous avons mis au point une cavité permettant l'étude de l'émission électronique en régime hautes fréquences (HF). Le courant émis par l'échantillon amovible est mesuré par une sonde plongeant dans la cavité. Nous avons confirmé la relation entre l'émission de champ et les défauts de surface tels que les rayures et les particules. Par la suite, des expériences de contamination sélective par particules sur des échantillons niobium ont été menées. L'analyse microscopique de la surface a mis en évidence : 1/ des phénomènes thermiques importants, 2/ une modification de la géométrie des sites émetteurs qui ont contribué à la réhabilitation du modèle dit « effet de pointe », 3/ une émission électronique des particules d'alumine sous champ HF. D'autre part, la mesure de la résistance thermique de contact entre les particules et le substrat nous a permis de comprendre la fusion des particules : la dissipation thermique pourrait être due à un bombardement ionique (microplasma). Une bonne tenue en tension des surfaces métalliques passe par la recherche d'un traitement de surface efficace. Une des voies très prometteuse est l'application judicieuse d'impulsions HF, qui permet la destruction des sites ou le nettoyage des particules présentes sur la surface. Enfin une première étude comparative semble montrer que le mécanisme d'émission électronique est le même en régime de champ continu qu'en HF.

## **Abstract**

A cavity was developed in order to investigate field emission in a radio frequency (RF) regime. Field emitted current from a removable sample is directly collected by a probe. A correlation was made between RF field emission and surface defects such as scratches and dust particles. Consequently, experiments on intentionally dust contaminated niobium samples were performed. Microscopic surface analysis revealed : 1/ important thermal effects, 2/ geometrical changes of the emitting sites (iron particles stand up and pile up) that led to revisit the protrusion model, 3/ RF field emission from alumina. On the other hand, measurements of the contact thermal resistance between particles and the substrate seem to point out ion bombardment (microplasma) as a possible cause of the global particle melting observed. An efficient surface treatment is highly required if one wishes to raise up threshold field at which field emission starts. RF pulse processing is a promising one, as it provides a damage free surface under certain conditions. Finally, first comparisons on continuous and RF field emission seem to show that the basic mechanism is unchanged for the two field emission regimes.

## **Mots clés**

Effet de champ, Emission électronique, Hyper fréquences, Cavité rééminente, Niobium, Isolation sous vide, Contamination particulaire, Résistance thermique de contact.