



**HAL**  
open science

# Mesure ponctuelle de variations du potentiel de surface d'une sonde électrostatique et leur influence sur la détermination de la température électronique d'un plasma

Marc Bujor

► **To cite this version:**

Marc Bujor. Mesure ponctuelle de variations du potentiel de surface d'une sonde électrostatique et leur influence sur la détermination de la température électronique d'un plasma. [Rapport de recherche] Note technique CRPE n° 31, Centre de recherches en physique de l'environnement terrestre et planétaire (CRPE). 1976, 127 p. hal-02191381

**HAL Id: hal-02191381**

**<https://hal-lara.archives-ouvertes.fr/hal-02191381>**

Submitted on 23 Jul 2019

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

R P 182 (3)

**CENTRE NATIONAL D'ETUDES  
DES TELECOMMUNICATIONS**

**CENTRE NATIONAL DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**CENTRE DE  
RECHERCHES  
EN PHYSIQUE DE  
L'ENVIRONNEMENT  
TERRESTRE  
ET PLANETAIRE**

**CRPE**

**NOTE TECHNIQUE  
CRPE / 31**

*Mesure ponctuelle de variations du potentiel  
de surface d'une sonde électrostatique  
et de leur influence sur la détermination  
de la température électronique d'un plasma*

par

M. BUJOR



22 NOV. 1976

Centre National d'Etudes  
des Télécommunications

Centre National de la  
Recherche Scientifique

Centre de Recherche en Physique  
de l'Environnement Terrestre et Planétaire

Note Technique CRPE/31

Mesure ponctuelle de variations du potentiel  
de surface d'une sonde électrostatique  
et de leur influence sur la détermination  
de la température électronique d'un plasma

par

Marc BUJOR

C.R.P.E - P.C.E

45045 ORLEANS CEDEX FRANCE

octobre 1976

*P.O. [Signature]*  
Le Directeur  
J.HIEBLOT

## P L A N

	<u>Pages</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I.</u>	
<u>PRINCIPE ET FONCTIONNEMENT DE LA SONDE ELECTROSTATIQUE</u>	3
I.1. Le plasma ionosphérique	3
I.2. Caractéristique courant/tension d'une sonde électrostatique	5
I.3. Phénomènes de surface	7
<u>CHAPITRE II.</u>	
<u>TRAVAIL DE SORTIE ET POTENTIEL DE SURFACE</u>	9
II.1. Caractérisation des surfaces	9
II.2. Analyse des surfaces	11
II.3. Travail de sortie et potentiel de surface	12
II.3.1. Définition du travail de sortie d'une surface propre.	12
II.3.1.1. Surface monocristalline	13
II.3.1.2. Surface polycristalline	16
II.3.2. Adsorption et potentiel de surface	18
II.3.2.1. Adsorption sur un métal	18
II.3.2.2. Adsorption sur un semi-conducteur	19
II.3.2.3. Définition du potentiel de surface	20
II.3.2.4. Evaluation du potentiel de surface	21
II.4. Méthodes de mesure	24
II.4.1. Mesure absolue du travail de sortie	24
II.4.1.1. La méthode thermoélectronique	24
II.4.1.2. La méthode photoélectrique	25
II.4.1.3. La méthode par émission de champ	25

	<u>PAGES</u>
II.4.2. Mesure des variations du potentiel de surface	26
II.4.2.1. Notion de potentiel de contact	27
II.4.2.2. La méthode du potentiel retardateur	27
II.4.2.3. La méthode du condensateur vibrant	29
II.4.2.4. Les méthodes utilisant un faisceau d'électrons.	30
<u>CHAPITRE III.</u>	31
<u>MESURE DES VARIATIONS DU POTENTIEL DE SURFACE SUR LE CARBONE VITREUX</u>	
III.1. Les carbones vitreux	32
III.1.1. Texture et structure	32
III.1.2. Propriétés électroniques	34
III.1.2.1. Le graphite	34
III.1.2.2. Le carbone vitreux	34
III.2. Contamination et contrôle de la surface	35
III.2.1. Adsorption et contamination	35
III.2.2. Spectroscopie Auger	36
III.2.2.1. Emission d'électrons Auger	36
III.2.2.2. Analyse des surfaces par spectroscopie Auger	37
III.2.2.3. Analyse des surfaces étudiées	37
III.2.3. Diffraction d'électrons lents	39
III.3. Mesure des variations du potentiel de surface	40
III.3.1. La méthode du condensateur vibrant	40
III.3.1.1. Principe de la méthode	40
III.3.1.2. Réalisation expérimentale	40
III.3.1.3. Avantages et inconvénients	41

	<u>PAGES</u>
III.3.2. La méthode du Voltmètre Electronique Superficiel et Ponctuel (V.E.S.P.)	43
III.3.2.1. Principe de la méthode	43
III.3.2.2. Réalisation expérimentale	44
III.3.2.3. Avantages et inconvénients	45
III.4. Ensemble expérimental	46
III.4.1. Les échantillons	46
III.4.2. L'enceinte ultra-vide	47
III.5. Résultats obtenus	48
III.5.1. Variations temporelles du potentiel de surface	48
III.5.1.1. Influence de la contamination	48
III.5.1.2. Adsorption d'oxygène	50
III.5.2. Variations locales du potentiel de surface	52
III.6. Conclusions	54
 <u>CHAPITRE IV.</u>  	
<u>MESURE DE LA TEMPERATURE ELECTRONIQUE D'UN PLASMA PAR UNE SONDE A PEIGNES</u>	55
IV.1. La sonde plane à anneau de garde	56
IV.2. La sonde à peignes	57
IV.2.1. Principe	58
IV.2.2. Réalisation	60
IV.3. Ensemble expérimental	62
IV.3.1. Le caisson à plasma	62
IV.3.2. Le V.E.S.P. du caisson à plasma	63
IV.3.3. Procédure expérimentale	64

	<u>PAGES</u>
IV.4. Mesure des variations du potentiel de surface	66
IV.4.1. Influence de l'épaisseur de la couche d'or	66
IV.4.2. Influence de la polarisation appliquée aux peignes	68
IV.5. Mesure de la température électronique	69
IV.5.1. Influence de la polarisation	70
IV.5.2. Influence de la largeur des peignes de la sonde	71
IV.5.3. Influence de la longueur de Debye du plasma	73
IV.5.4. Signification et précision des mesures	75
IV.6. Conclusions	78

CONCLUSION

80

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE

## INTRODUCTION

Le plasma ionosphérique qui entoure la terre, à une altitude variant de 60 à 700 km environ, a beaucoup été étudié grâce au récent développement de la technique spatiale. C'est sur la base d'une idée développée, il y a une cinquantaine d'années par LANGMUIR et son équipe (1), que sont basées les sondes électrostatiques qui permettent la détermination de la température électronique, entre autres paramètres, du plasma ionosphérique comme des plasmas de laboratoire. Bien que le principe en soit fort simple, les résultats obtenus sont souvent entachés d'erreurs dues principalement aux phénomènes d'interface entre la sonde et le plasma.

Ces erreurs sont surtout importantes pour les électrons faiblement énergétiques tels que ceux de la basse ionosphère, pour lesquels la température électronique mesurée par une sonde électrostatique est en général plus élevée que celle mesurée par d'autres techniques telles que le sondeur à diffusion incohérente.

La caractéristique courant/tension d'une sonde électrostatique utilisée pour la détermination de la température électronique d'un plasma est le reflet de l'interaction entre la sonde et le plasma. Elle dépend donc de l'état de surface de la sonde aussi bien que de l'état physique du plasma. La maîtrise de cet état et la connaissance de son influence sur les processus d'interaction sont indispensables pour l'analyse de la caractéristique.

Le potentiel de surface de la sonde est un paramètre essentiel dans la collection des particules (électrons et ions) du plasma. Il présente généralement des variations locales d'un point à l'autre de la surface qui sont dues à la structure cristalline de celle-ci et des variations temporelles en un point donné qui résultent des réactions physico-chimiques entre la surface de la sonde et les particules de l'atmosphère neutre ainsi que du plasma. Bien que ces deux effets soient présents en même temps, les expériences décrites ultérieurement dans ce travail ont permis de les séparer pour mieux les étudier.

Cette étude comporte essentiellement 2 parties : dans la première, nous avons mesuré les variations spatio-temporelles du potentiel de surface d'un matériau nouveau, le carbone vitreux dont l'utilisation dans la réalisation des sondes s'est répandue en Europe depuis quelques années. Ces mesures ont été faites dans des conditions d'ultra vides nécessaires à l'obtention de surfaces initialement "propres". Elles ont utilisé 2 méthodes différentes : le condensateur vibrant et le Voltmètre Electronique Superficiel et Ponctuel (V.E.S.P.) de GUITTARD (24). Elles ont confirmé la parfaite aptitude du carbone vitreux comme matériau de base des sondes de Langmuir.

La deuxième partie de ce travail a consisté à faire une évaluation quantitative de l'influence des variations locales du potentiel de surface d'une sonde électrostatique sur la mesure de la température électronique d'un plasma. Les sondes utilisées sont des "sondes à peignes" qui permettent d'imposer des variations périodiques et contrôlées du potentiel de surface et d'en mesurer l'influence sur la mesure de la température électronique. Ces mesures ont été faites dans le grand caisson à plasma du laboratoire.

Le plan de cette étude est le suivant : dans le chapitre I, nous résumons brièvement le principe et le fonctionnement de la sonde électrostatique et nous indiquons l'état actuel des connaissances sur l'influence de l'état de surface. Dans le chapitre II, nous rappelons les notions fondamentales qui relient le potentiel de surface au travail de sortie et nous faisons la liste des principales méthodes de mesure. Le chapitre III est consacré à l'étude du carbone vitreux comme matériau de base pour la réalisation des sondes et le chapitre IV donne les résultats obtenus avec les "sondes à peignes" en ce qui concerne l'influence des variations locales du potentiel de surface sur la mesure de la température électronique.

CHAPITRE I

PRINCIPE ET FONCTIONNEMENT DE LA SONDE ELECTROSTATIQUE

I.1. Le plasma ionosphérique

Au-dessus d'une altitude de l'ordre de 60 km, l'action des photons solaires sur l'atmosphère terrestre provoque une ionisation appréciable de celle-ci qui est alors désignée sous le nom de ionosphère. Bien que cette ionisation s'étende jusqu'à la limite de la zone d'influence du champ magnétique terrestre (magnétopause), on a coutume de désigner sous le terme de ionosphère la zone comprise entre 60 et 700 km. L'ionosphère est donc un milieu gazeux partiellement ionisé (qui porte par abus de langage le nom de plasma initialement réservé à un milieu totalement ionisé). Les composants atmosphériques susceptibles d'être ionisés sont principalement O, O<sub>2</sub>, N, N<sub>2</sub>, NO. Par suite des divers processus de création, de perte et de transfert de l'ionisation qui diffèrent suivant l'altitude, on observe généralement des densités électroniques variant de 10<sup>2</sup> à 10<sup>6</sup> électrons/cm<sup>3</sup> environ et des températures électroniques variant de 200°K à 3500°K. Rappelons que la température électronique est liée à l'énergie cinétique par la relation :

$$E = \frac{3}{2} kT_e \quad \text{qui entraîne l'équivalence}$$

$$1 \text{ eV} = 11\,600^\circ \text{K}$$

Lorsqu'on introduit une sonde électrostatique dans un plasma, elle perturbe la neutralité électrique de celui-ci dans une région voisine de sa surface que l'on appelle la gaine. L'ordre de grandeur de l'épaisseur de cette gaine est donnée par la longueur de Debye

$$\lambda_D = \left[ \frac{\epsilon_0 k T_e}{n_e q_e} \right]^{1/2}$$

où  $T_e$  et  $n_e$  sont respectivement la température et la densité électronique du plasma et  $q_e$  est la charge de l'électron. On peut définir la longueur de Debye comme la distance à partir de laquelle les effets collectifs des différentes particules formant le plasma deviennent prédominants sur les effets individuels pour une particule donnée venue de l'infini. Suivant la zone ionosphérique considérée,  $\lambda_D$  peut varier de quelques dixièmes de millimètres à quelques dixièmes de mètre. Cette longueur est reliée à la fréquence plasma  $f_p$  (fréquence d'oscillation du plasma pour revenir à sa position d'équilibre si on sépare par la pensée les électrons et les ions) par la relation :

$$\lambda_D \text{ (mm)} = \frac{630 \sqrt{T_e \text{ (}^\circ\text{K)}}}{f_p \text{ (KHz)}}$$

On conçoit aisément, <sup>que</sup> si la surface d'une sonde électrostatique plongée dans un plasma présente des variations de potentiel dans certaines zones, l'extension de ces zones doit avoir, sur la collection des particules du plasma, une influence, qui doit dépendre de la longueur de Debye. De même l'amplitude des variations du potentiel de surface doit influencer en fonction de l'énergie thermique des électrons du plasma. Nous étudierons dans le chapitre IV, consacré aux sondes à peignes, l'importance de ces différentes influences sur la mesure de la température électronique.

## I.2. Caractéristique courant/tension d'une sonde électrostatique

Une sonde électrostatique (ou sonde de Langmuir) est un conducteur qui, porté à un potentiel  $V$  par rapport à celui du plasma, recueille un courant  $I$ . La caractéristique  $I = f(V)$  dépend de la géométrie de la sonde et des paramètres du plasma (densité et température des électrons et des ions, masse des ions).

La figure I-1 donne la forme de cette caractéristique pour les 3 géométries habituellement utilisées (plane, cylindrique et sphérique).  $I$  est la densité de courant par unité de surface dans ce cas correspondant à la solution classique proposée il y a un demi-siècle par LANGMUIR et ses collaborateurs (1) pour un plasma maxwellien, sans collisions, avec une seule espèce d'ions et en supposant que le potentiel  $V$  est uniformément appliqué et reste stable sur toute la surface de la sonde. Nous verrons que cette dernière condition n'est généralement pas applicable aux mesures réellement effectuées dans le plasma ionosphérique ou dans les plasmas de laboratoire.

Le courant total  $I$  recueilli par la sonde au potentiel  $V$  est la somme algébrique du courant ionique  $I_i$  et du courant électronique  $I_e$ . On distingue 3 zones sur la caractéristique  $I = f(V)$  suivant les valeurs de  $V$  (figure I-2). Les zones A et C sont les zones de saturation ionique et électronique dans lesquelles la sonde est entourée d'une gaine d'ions ou d'électrons. Dans la zone B, le courant total  $I$  s'annule au potentiel flottant  $V_f$  et la caractéristique présente un point d'inflexion au potentiel plasma  $V_p$  qui correspond à la disparition de la gaine autour de la sonde.

La détermination de la température électronique à partir de la caractéristique est liée aux hypothèses suivantes :

- sonde de géométrie simple (sphère, cylindre, plan)
- plasma infini et stable
- pas de collisions dans la gaine (ce qui suppose que le libre parcours moyen des particules est très supérieur aux dimensions de la sonde)
- distribution maxwellienne pour les vitesses des électrons
- champ magnétique nul
- surfaces parfaitement absorbantes (pas d'émission secondaire)
- potentiel de la sonde stable et uniforme sur toute sa surface.

Dans ces conditions, le courant électronique  $I_e$  collecté au potentiel  $V$  dans la partie exponentielle de la caractéristique est donné par la relation :

$$I_e = I_p \exp \frac{eV}{kT_e}$$

$I_p$  = courant au potentiel plasma

$T_e$  = température électronique du plasma

En pratique, il suffit de tracer la courbe  $\log I_e = f(V)$  dans un repère semi-logarithmique : on obtient une droite dont la pente est proportionnelle à  $T_e$  suivant la relation :

$$T_e = 5040 \frac{dV}{d(\log I_e)}$$

$T_e$  est directement obtenu en degrés Kelvin si  $V$  est mesuré en volts et  $I$  en Amperes.

### I.3. Phénomènes de surface

Une condition fondamentale dans la théorie des sondes électrostatiques est que leur potentiel de surface soit uniforme et stable. Or, cette condition est rarement vérifiée dans la pratique et le comportement des sondes révèle alors des anomalies connues depuis longtemps (2), (3), (4), (5), et qui sont principalement :

- présence d'un "cycle d'hystérésis" quand on inverse le sens du balayage en tension (figure I-3).
- température électronique mesurée plus élevée que la valeur "vraie".
- non reproductibilité des mesures.

La présence d'une couche de gaz adsorbés à la surface de la sonde est responsable de l'hystérésis qui apparaît sur une sonde polluée et disparaît après un nettoyage convenable. HIRAO et OYAMA (6) ont montré que l'hystérésis diminuait quand on augmentait la vitesse du balayage en tension et que ceci s'interprétait en utilisant pour la couche de contamination un modèle qui l'assimile à un ensemble Résistance + Condensateur, (figure I-4). Pour une fréquence de balayage de quelques Hertz, l'hystérésis disparaît et la température ainsi mesurée est la même que celle obtenue par une sonde "propre". L'importance de l'hystérésis augmente avec la pression et dépend également de la réactivité des gaz contaminants avec la surface de la sonde. Nous verrons dans le chapitre III, l'intérêt du carbone vitreux comme matériau de base pour la réalisation des sondes électrostatiques.

SMITH (7) a montré que l'absence d'hystérésis était une condition nécessaire mais non suffisante pour une mesure correcte de la température électronique.

Dans le cas de l'adsorption d'oxygène, par exemple, on peut obtenir une surface de sonde en "mosaïque" avec des grains présentant différents stades d'oxydation et différentes

valeurs du potentiel de surface, ce qui produit une détermination erronée de la température électronique. L'importance de cet effet est surtout ressentie dans la mesure des faibles températures électroniques pour lesquelles deux grains voisins ayant une différence de potentiel de quelques centaines de millivolts peuvent se situer dans des zones différentes de la caractéristique  $I = f(V)$  à un instant donné. Il peut arriver que les variations locales du potentiel de surface d'une sonde se traduisent par une perte de linéarité dans le tracé semi-logarithmique de la caractéristique et une imprécision correspondante dans la détermination de  $T_e$ .

Les valeurs mesurées dans ces conditions sont toujours supérieures car pour une même tension appliquée, le courant collecté est inférieur sur une sonde contaminée à la valeur correspondante sur une sonde propre.

THOMAS and BATTLE (8) ont montré que des sondes même fortement contaminées, indiquant des températures électroniques jusqu'à 6 fois supérieures à la valeur "vraie" (obtenue sur une sonde propre), ne présentaient aucune hystérésis et que le "test de linéarité" de la courbe  $\log I_e = f(V)$  n'était pas suffisant pour déceler la contamination. Celle-ci se traduit surtout par une importante dérive du potentiel de surface qui dépend principalement du matériau utilisé pour la réalisation des sondes. BUNTING et HEIKKILA (9) ont fait apparaître l'influence d'une surface en "mosaïque" sur l'erreur commise dans l'évaluation de la température électronique. Mais il manque une évaluation quantitative de l'importance des variations locales du potentiel de surface sur la mesure de la température. C'est à cela qu'essaye de répondre l'étude réalisée avec nos "sondes à peignes" (chapitre IV.).

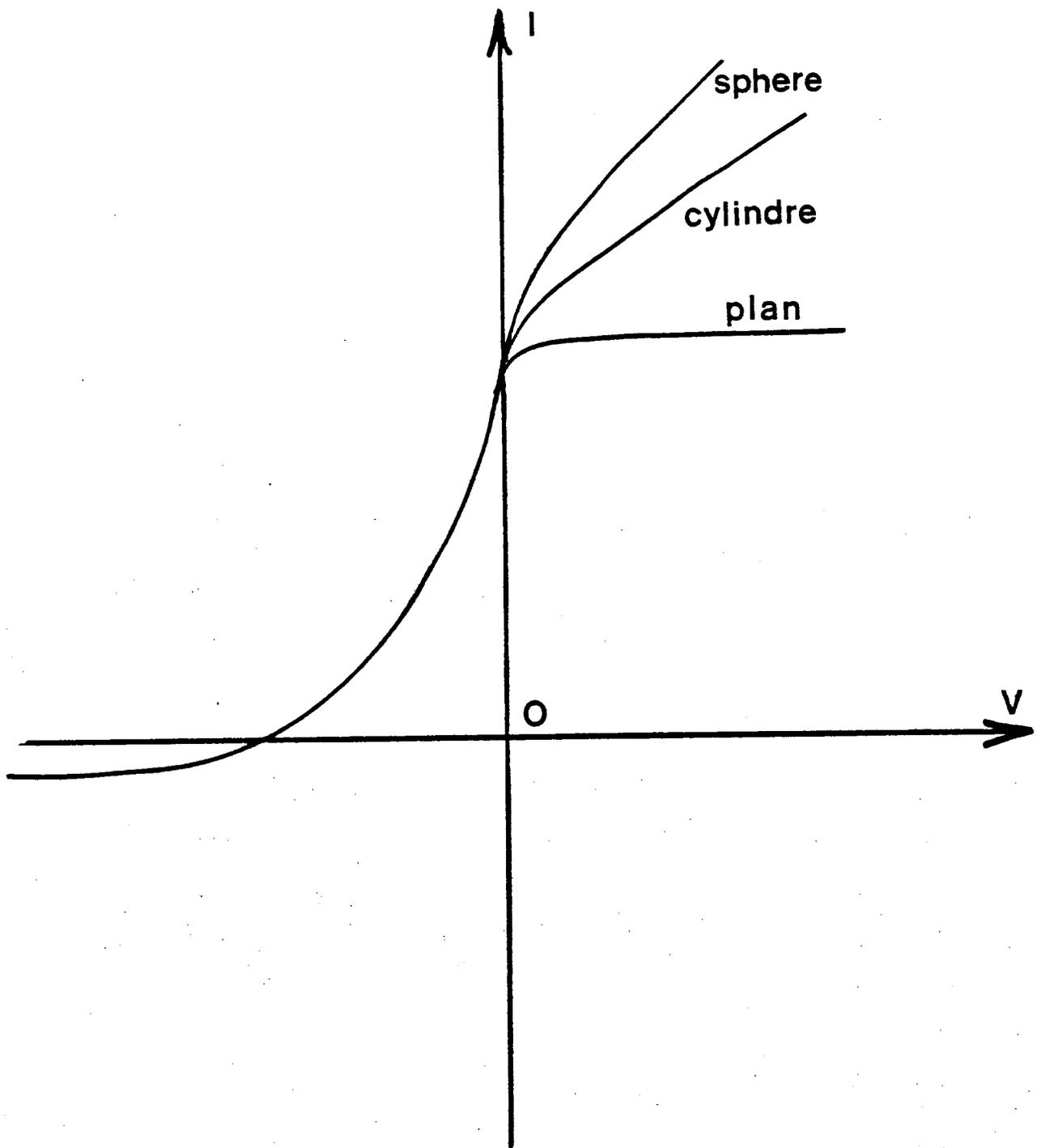
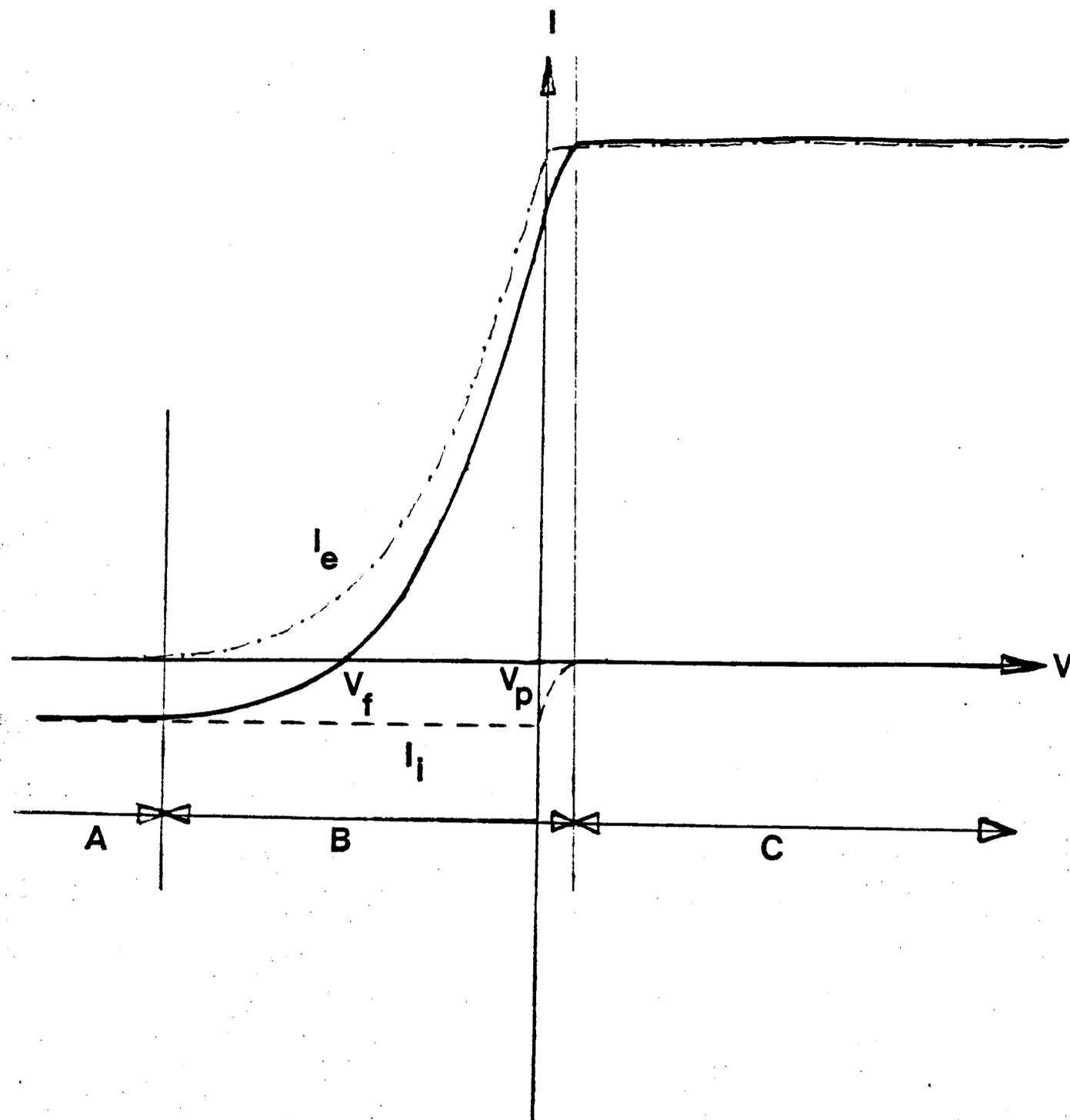


FIGURE I.1. :

Caractéristique courant/tension de 3 sondes  
électrostatiques de même surface et de géométries  
différentes



**FIGURE I.2.** : Caractéristique Courant/Tension d'une sonde de Langmuir plane. Contributions des courants électronique et ionique.

FIGURE I.4

Circuit électrique équivalent  
à une sonde électrostatique  
dont la surface est recouverte  
de 2 couches de contamina-  
tion distinctes

### Couches de Contamination

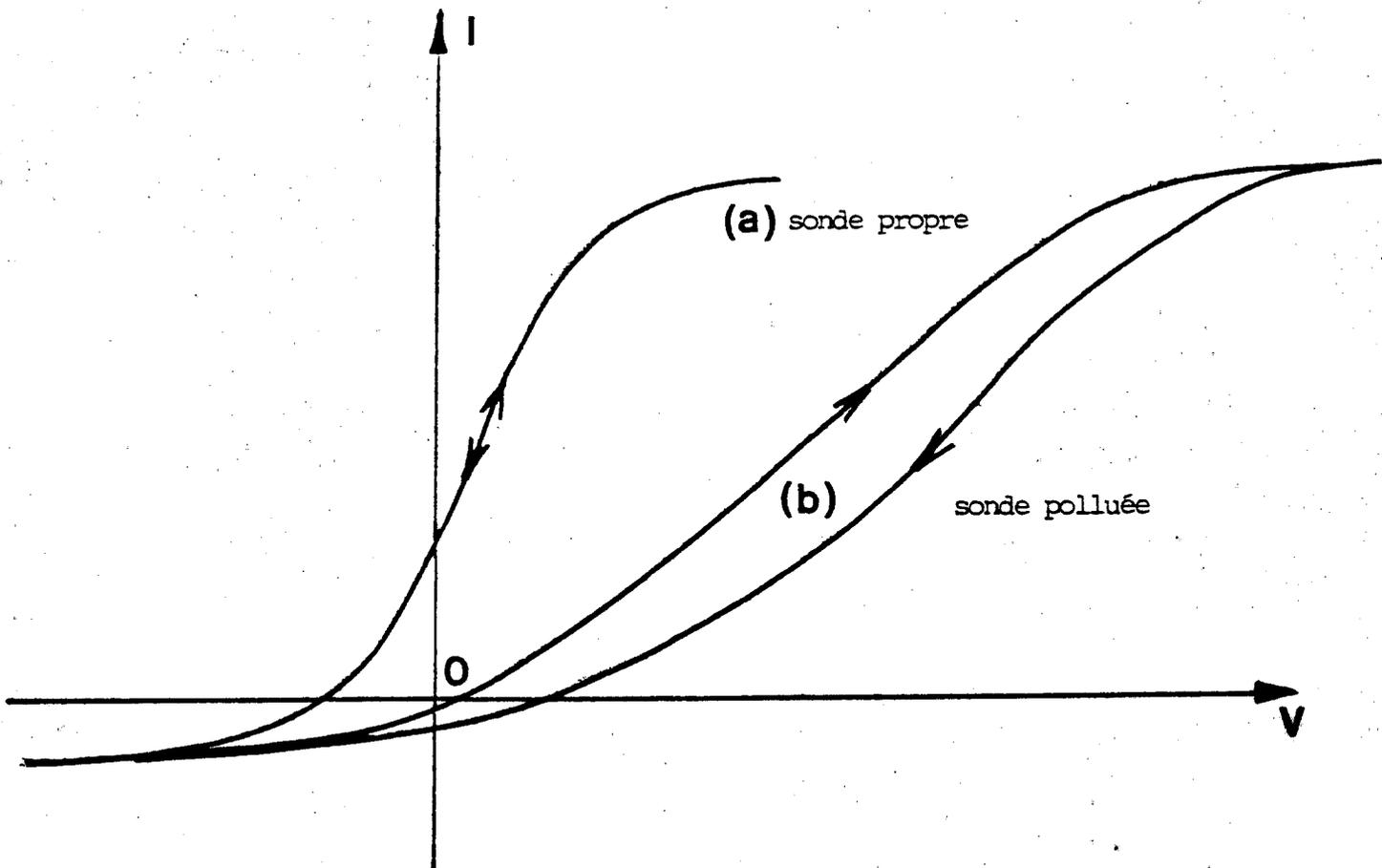
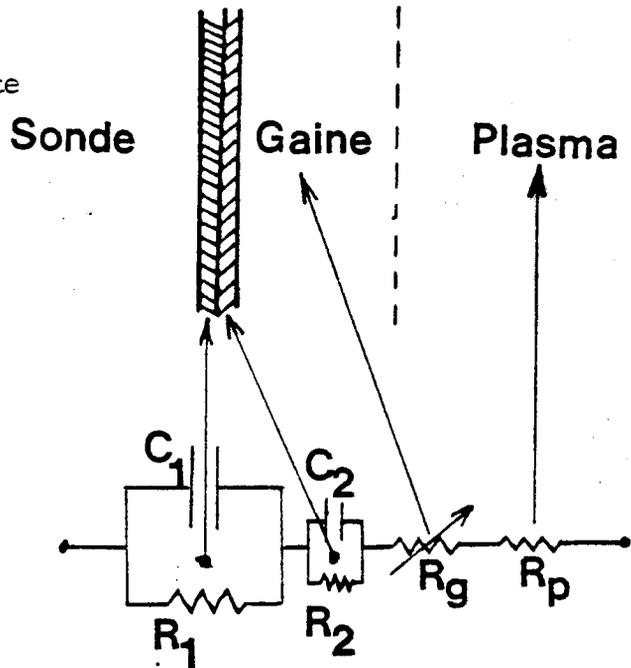


FIGURE I.3 : Phénomène d'"hystérésis" sur la caractéristique  
Courant/Tension d'une sonde électrostatique polluée

## CHAPITRE II

### TRAVAIL DE SORTIE ET POTENTIEL DE SURFACE

#### II.1. Caractérisation des surfaces

Une surface étant "la partie extérieure d'un corps", elle appartient donc au solide sous-jacent, mais s'en distingue par la disponibilité des atomes qui s'y trouvent pour créer avec ceux de l'environnement (généralement gazeux) certaines liaisons physicochimiques. On peut caractériser une surface par sa texture et son épaisseur. La première permet aux molécules de gaz de réagir en certains endroits et la seconde définit les couches atomiques du solide immédiatement accessibles à ces molécules. Il s'agit des toutes premières couches et l'épaisseur se mesure donc en Angströms ( $1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm}$ ). Dans certains cas, la diffusion des molécules ou des atomes gazeux vers l'intérieur du solide entraîne l'extension de l'épaisseur de la "surface" à quelques microns ( $1 \mu = 10^4 \text{ \AA}$ ).

On peut également considérer la surface comme une interface entre le gaz et le solide qui est le siège d'équilibres à la fois avec le solide sous-jacent et avec le gaz environnant. La cinétique de ces équilibres est parfois très lente ce qui entraîne une évolution de la surface au cours du temps. La contamination des sondes électrostatiques mise en lumière par de nombreux auteurs (2 à 9) est la conséquence d'une telle évolution qui se produit lorsque les gaz environnants s'adsorbent sur la surface. On distingue généralement la chimisorption qui met en jeu des liaisons fortes (du type ionique ou covalent) entre les atomes de la surface et ceux du gaz et la physisorption qui correspond à des liaisons électrostatiques plus faibles (du type force de Van der Waals). Ces dernières correspondent à des équilibres réversibles et il suffit de baisser la pression du gaz environnant pour les détruire. La chimisorption, par contre, nécessite des méthodes

de nettoyage (chauffage, bombardement ionique ou électronique)  
capables de fournir les énergies de l'ordre de quelques électron-volts  
qui peuvent rompre ces liaisons.

## II.2. Analyse des surfaces

On peut distinguer quatre étapes dans l'approche vers la connaissance d'une surface:

- a) Observation directe (microscopie optique ou électronique).
- b) Analyse chimique des espèces présentes sur la surface (Spectroscopie Auger).
- c) Répartition géométrique de ces espèces (Diffraction d'Electrons Lents).
- d) Propriétés diverses de la surface (par exemple, mesure de son potentiel électrique).

Comme il faut respecter l'environnement de la surface, il convient d'effectuer ces analyses in situ, c'est-à-dire d'adapter à une enceinte contenant la surface et son environnement les différents moyens d'analyse. C'est l'idée qui a guidé la réalisation du montage expérimental qui sera décrit dans le chapitre III. Les techniques indiquées entre parenthèses sont celles qui ont effectivement été utilisées dans cette étude mais elles ne sont pas les seules possibles. La Spectroscopie Auger qui permet d'identifier les éléments chimiques peut être remplacée par l'E.S.C.A. (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) qui différencie les divers états de valence d'un même élément ou par le S.I.M.S. (Secondary Ion Mass Spectrometry) qui détecte directement les molécules présentes en surface. Nous avons choisi la Spectroscopie Auger qui a l'avantage d'utiliser la même optique et une partie de l'électronique de la Diffraction d'Electrons Lents. Parmi les "propriétés diverses", il est certain que le potentiel de surface est le paramètre essentiel qui détermine le fonctionnement des sondes électrostatiques. Nous allons voir comment il est lié à la notion plus fondamentale de travail de sortie et quelles sont les méthodes qui permettent de le mesurer.

### II.3. Travail de sortie et potentiel de surface

#### II.3.1. Définition du travail de sortie d'une surface propre

HERRING et NICHOLS (10) appellent travail de sortie d'une surface propre, la différence entre l'énergie d'un électron situé juste à l'extérieur de la surface et l'énergie de cet électron à l'intérieur :

$$e\phi = E_{\text{ext}} - E_{\text{int}}$$

A l'extérieur, l'électron n'est soumis qu'au potentiel électrostatique  $\bar{\Phi}_0$ , alors qu'à l'intérieur, il est soumis au potentiel électrochimique

$$\bar{\mu} = \bar{\Phi}_1 + \mu$$

somme du potentiel électrostatique interne  $\bar{\Phi}_1$ , et du potentiel chimique  $\mu$ .

$$e\phi = e(\bar{\Phi}_1 - \bar{\Phi}_0) - \mu = e\Delta\bar{\Phi} - \mu$$

Si le potentiel électrostatique interne  $\bar{\Phi}_1$  peut être défini sans ambiguïté, le potentiel externe  $\bar{\Phi}_0$  dépend de la distance de l'électron à la surface et de la présence éventuelle d'un champ électrique appliqué à cette surface. KNAPP (11) a précisé les conditions de définition du travail de sortie en distinguant les surfaces mono et polycristallines sans ou avec champ électrique appliqué. Ces divisions étant de la plus grande importance dans le comportement des sondes électrostatiques, nous reprendrons ici l'essentiel de sa discussion.

### II.3.1.1. Surface monocristalline

C'est une surface présentant une orientation cristalline unique, c'est-à-dire un travail de sortie uniforme sur toute la surface. En l'absence de champ électrique appliqué, un électron extérieur situé à une distance  $r$  de la surface est soumis au potentiel image créé par la lacune positive due à son départ:

$$V(r) = - \frac{e}{16\pi\epsilon_0 r}$$

Les variations de la fonction  $V(r) = f(r)$  sont représentées sur la figure II-1 (a).

Comme  $V(r) \rightarrow 0$  quand  $r \rightarrow \infty$ , il est commode de prendre  $\phi_0 = 0$ . Dans ce cas, la "distance de sortie" de l'électron dans la définition du travail de sortie est infinie et on peut écrire :

$$\phi = - \frac{\mu}{e}$$

En présence d'un champ électrique accélérateur  $E$ , le potentiel électrostatique auquel est soumis l'électron extérieur à la distance  $r$  devient :

$$V(r) = - \frac{e}{16\pi\epsilon_0 r} - Er$$

dont les variations sont représentées sur la figure II-1 (b). Cette courbe présente un maximum pour la distance  $r_0$  que l'on choisit comme "distance de sortie". On peut alors écrire :

$$\phi_E = - \Phi_0(r_0) - \frac{\bar{\mu}}{e}$$

Le travail de sortie en présence du champ accélérateur  $E$  est diminué d'une quantité  $\delta\phi = - \Phi_0(r_0)$  : ceci est l'effet SCHOTTKY.

$$r_0 \text{ est défini par } \left( \frac{dV}{dr} \right)_{r_0} = 0$$

$$\text{Soit } \frac{e}{16\pi\epsilon_0 r_0^2} - E = 0$$

$$r_0 = \left( \frac{e}{16\pi\epsilon_0} \right)^{1/2} \left( \frac{1}{E} \right)^{1/2}$$

"distance de sortie"

$$\delta\phi = \left( \frac{e}{4\pi\epsilon_0} \right)^{1/2} E^{1/2}$$

effet Schottky

En présence d'un champ électrique retardateur  $E'$  le potentiel électrostatique appliqué à l'électron extérieur à la distance  $r$  s'écrit :

$$V(r) = - \frac{e}{16\pi\epsilon_0 r} + E' r$$

et ses variations sont données par la figure II-1(c).

On choisit comme distance de sortie  $r'_0$  la distance pour laquelle  $V(r'_0) = 0$

Soit

$$E' r'_0 = \frac{e}{16\pi\epsilon_0 r'_0}$$

$$r'_0 = \left( \frac{e}{16\pi\epsilon_0} \right)^{1/2} \left( \frac{1}{\epsilon'} \right)^{1/2}$$

On trouve la même valeur pour la "distance de sortie" que dans le cas d'un champ accélérateur

$$\bar{\Phi}_1 = V(r'_0) = 0$$

entraîne

$$\phi_{\epsilon'} = -\frac{\mu}{e}$$

On trouve la même valeur du travail de sortie que dans le cas du monocristal sans champ appliqué

On voit donc que, en l'absence de champ appliqué, le travail de sortie d'une surface monocristalline se définit pour un électron envoyé à l'infini alors qu'en présence d'un champ (accélérateur ou retardateur) la "distance de sortie" dépend du champ.

Ce cas idéal est fort éloigné de la réalité car une surface métallique est en général polycristalline, c'est-à-dire formée de grains de taille et d'orientation cristalline variées.

### II.3.1.2. Surface polycristalline

Chaque grain présentant une orientation cristalline différente présentera aussi un potentiel électrostatique et un travail de sortie différents. Pour chaque grain  $i$  de surface  $a_i$  on peut définir un potentiel électrostatique  $\bar{\Phi}_{oi}$  à une distance  $r_o$ . HERRING et NICHOLS (10) ont montré que si  $r_o$  est grand par rapport aux dimensions des grains, on peut définir un potentiel électrostatique moyen

$$\bar{\Phi}_o = \frac{\sum a_i \bar{\Phi}_{oi}}{\sum a_i}$$

et un travail de sortie moyen

$$\bar{\phi} = \frac{\sum a_i \phi_i}{\sum a_i}$$

Certains grains se trouveront dans un champ accélérateur (si  $\phi_i > \bar{\phi}$ ), d'autres dans un champ retardateur (si  $\phi_i < \bar{\phi}$ ) et d'autres encore dans un champ nul (si  $\phi_i = \bar{\phi}$ ). La figure II-2(a) illustre ces 3 cas. Un électron extérieur à la surface, situé à faible distance par rapport à la dimension des grains, pourra subir le potentiel de chaque grain séparément. KNAPP (11) a montré que pour des différences de potentiel entre grains de l'ordre de 100 mV et des grains de diamètre supérieur à 100 Å la "distance de sortie" des électrons était suffisamment faible pour que l'on puisse définir un potentiel de sortie pour chaque grain. Mais le travail de sortie moyen défini plus haut reste la barrière de potentiel que tout électron issu de où se dirigeant vers la surface doit franchir même si le travail de sortie du grain qui lui correspond est inférieur au travail de sortie moyen ( $\phi_i < \bar{\phi}$ ).

Il faut maintenant considérer le cas d'une surface polycristalline en présence d'un champ électrique appliqué. On

distingue le cas d'un champ appliqué faible par rapport aux champs existants entre les grains et celui d'un champ fort. Ces 2 situations sont représentées sur les figures II-2 (b) et (c) pour un champ accélérateur où l'on a tracé les variations du potentiel électrostatique subi par un électron extérieur à la surface en fonction de sa distance à celle-ci. Ces courbes se déduisent aisément de celles représentées dans la figure II-2(a) en l'absence de champ appliqué. On peut montrer que pour un champ faible la distance de sortie calculée comme dans le cas d'une surface monocristalline est beaucoup plus grande que les dimensions d'un grain et le travail de sortie moyen  $\phi$  est simplement diminué par l'effet SCHOTTKY.

Pour de forts champs électriques appliqués, la notion de travail de sortie moyen n'a plus de sens. BECKER (12) a montré que si le champ accélérateur appliqué est assez grand pour que la "distance de sortie" soit faible devant la taille des grains, chaque électron doit franchir une barrière de potentiel égale au travail de sortie du grain dont il provient où vers lesquels il se dirige.

Après avoir défini le travail de sortie dans le cas des surfaces mono et polycristallines propres, nous pouvons maintenant étudier l'influence de l'adsorption de gaz sur ces surfaces.

### II.3.2. Adsorption et potentiel de surface

Nous avons déjà mentionné les 2 types d'adsorption que l'on a coutume de distinguer:

- l'adsorption physique, due à des forces électrostatiques de type Van der Waals entre adsorbat et adsorbant, produit un déplacement du centre de gravité des charges électriques dans les molécules adsorbées,

- l'adsorption chimique, due à des forces d'échange électronique, produit un transfert de charge entre adsorbat et adsorbant.

Dans les deux cas, il apparait une charge image à l'intérieur, près de la surface, ce qui équivaut à la formation de dipôles électriques.

Il faut cependant distinguer le cas où l'adsorbant est un métal de celui où c'est un semi-conducteur.

#### II.3.2.1. Adsorption sur un métal

Un métal se caractérise par une importante concentration électronique dans la bande de conductivité. L'adsorption qui met en jeu un nombre relativement faible d'électrons ne modifie pas de manière sensible la répartition électronique dans le métal, même près de la surface. L'adsorption, physique ou chimique, se traduit simplement par la formation d'une couche dipolaire superficielle, dont on pourra calculer la contribution au potentiel électrostatique externe.

#### II.3.2.2. Adsorption sur un semi-conducteur

Comme pour un métal, l'adsorption physique ou chimique se traduit par la formation d'une couche dipolaire mais en outre, dans

le cas de l'adsorption chimique, il se forme une barrière de potentiel à la surface du semi-conducteur qui est généralement beaucoup plus importante. En effet, la densité électronique étant très inférieure à celle du métal (de plusieurs puissances de dix) la création d'une charge image modifie la répartition des électrons à l'intérieur du solide sur une épaisseur qui peut atteindre  $10^3$  à  $10^4$  couches atomiques. Il se produit une charge d'espace qui donne naissance à une barrière de potentiel à la surface du semi-conducteur suivant la loi de Poisson :

$$\frac{\partial^2 V}{\partial x^2} = - \frac{4\pi}{\epsilon} \rho(x)$$

$V$  est le potentiel électrostatique à la distance  $x$  de la surface  
 $\rho(x)$  est la densité volumique de charges " " "  
 $\epsilon$  est la constante diélectrique du solide

Cette barrière de potentiel crée un champ électrique qui assure l'équilibre en compensant le courant de diffusion dû au gradient de concentration des électrons dans le solide.

### II.3.2.3. Définition du potentiel de surface

Dans la définition du travail de sortie donnée plus haut :

$$e\phi = -e\bar{\Phi}_0 - \bar{\mu} = e(\bar{\Phi}_1 - \bar{\Phi}_0) - \bar{\mu}$$

$$e\phi = e\Delta\bar{\Phi} - \bar{\mu}$$

$\phi$  est le travail de sortie de la surface

$\bar{\Phi}_1$  est le potentiel électrostatique interne du solide  
ou potentiel de Galvani.

$\bar{\Phi}_0$  est le potentiel électrostatique externe du solide  
ou potentiel de Volta.

$\Delta\bar{\Phi} = \bar{\Phi}_1 - \bar{\Phi}_0$  est le potentiel de surface du solide qui dépend des conditions à la surface et par conséquent de la structure de celle-ci, ainsi que de la présence éventuelle de gaz adsorbés.

L'adsorption d'une couche de gaz se traduit par la formation d'une couche dipolaire qui fait varier la chute de potentiel à travers la surface d'une quantité

$$\delta V = \delta(\Delta\bar{\Phi})$$

qui représente le potentiel de surface de l'adsorbat. En remarquant que le potentiel chimique interne  $\bar{\mu}$ , qui est une propriété intrinsèque du solide, n'est pas modifié par l'adsorption, on déduit de la relation

$$\phi = \Delta\bar{\Phi} - \frac{\bar{\mu}}{e} \quad \text{que} \quad \Delta V = \delta(\Delta\bar{\Phi}) = \delta\phi$$

On peut donc définir la variation du potentiel de surface due à l'adsorbat comme la variation du travail de sortie de la surface produite par l'adsorption.

Cette définition valable pour une surface monocristalline peut s'étendre à une surface polycristalline pour laquelle on peut définir un travail de sortie moyen suivant les conditions décrites plus haut.

On peut maintenant essayer d'évaluer la variation du potentiel de surface en fonction de l'adsorption si on connaît le nombre de dipôles par unité de surface ( $n$ ) et le moment dipolaire de chacun d'entre eux ( $\sigma$ ).

#### II.3.2.4. Evaluation des variations du potentiel de surface

Le modèle le plus simple consiste à assimiler la couche d'atomes adsorbés à une double couche continue et infinie de charges électriques de signe contraire analogue à un condensateur chargé. On montre alors (11) que

$$\delta V = \frac{n\sigma}{\epsilon_0}$$

Si on suppose maintenant que la couche dipolaire est toujours continue mais qu'elle est limitée à une aire circulaire de diamètre  $2a$ , on peut calculer le potentiel  $W$  créé à une distance  $d$  par cette couche et on trouve (11)

$$W = \frac{n\sigma}{2\epsilon_0} \left[ 1 - \left( 1 + \frac{a^2}{d^2} \right)^{-1/2} \right]$$

quand  $a \rightarrow \infty$ ,  $W \rightarrow \frac{n\sigma}{2\epsilon_0}$  et la variation

de potentiel à travers la double couche devient  $W - (-W) = \frac{n\sigma}{\epsilon_0}$  ; on retrouve la valeur précédente du potentiel de surface .

Si on conserve pour  $a$  une valeur finie,

$\frac{d}{a} \rightarrow 0$  entraîne que  $W \rightarrow \frac{n\sigma}{2\epsilon_0}$  et

$\frac{d}{a} \rightarrow \infty$  entraîne que  $W \rightarrow 0$

Les variations de  $W$  (potentiel électrostatique à l'extérieur de la surface) en fonction de la distance à la surface sont représentées sur la figure II-3, pour des valeurs finies (courbe A) et infinie (courbe B) de la taille ( $a$ ) de la couche considérée. On voit que même dans le cas B, on peut prendre pour  $W$  la valeur constante  $\frac{n\sigma}{2\epsilon_0}$  si le rapport  $\frac{d}{a} \rightarrow 0$ , ce qui est généralement le cas.

Si l'on considère maintenant que la couche dipolaire est formée de dipôles séparés les uns des autres, il faut faire la somme des potentiels exercés par chaque dipôle pour obtenir le potentiel extérieur. Ce calcul effectué par GOMER (13) pour différents arrangements des dipôles donne les résultats indiqués sur la figure II-4. La courbe A correspond aux variations du potentiel extérieur pour une couche continue et infinie. La courbe B correspond à une couche de dipôles discrets de forte densité et la courbe C à une couche de faible densité. Dans les 3 cas, on suppose que la valeur limite  $\frac{n\sigma}{2\epsilon_0}$  est la même mais on voit qu'elle est atteinte à des distances d'autant plus faibles de la surface que la densité des dipôles est plus grande. Une conséquence pratique et d'importance est la non validité de la formule

$$\Delta V = \frac{n\sigma}{\epsilon_0}$$

pour de faibles densités des couches adsorbées lorsqu'on mesure les variations du potentiel de surface avec des méthodes qui utilisent une "distance de sortie" très faible. C'est le cas de l'émission de champ qui fait intervenir l'effet tunnel pour des électrons très proches de la surface et qui ne permet donc pas de mesurer le moment dipolaire  $\sigma$  par la relation précédente, si la densité  $n$  des dipôles est trop faible (comme c'est le cas en début d'adsorption). Les méthodes que nous avons utilisées dans cette étude (condensateur vibrant ou microscope à miroir) font intervenir le potentiel électrostatique à des distances relativement grandes de la surface et permettent donc de suivre les premiers stades de l'adsorption.

L'interaction entre les atomes adsorbés que nous avons négligée jusqu'ici est en réalité fort complexe et en particulier dans le cas de la chimisorption. Les molécules chimisorbées sont le plus souvent polyatomiques ( $O_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2$ , etc...) et leur dissociation éventuelle complique encore le problème. Il n'existe à ce jour aucune approche théorique satisfaisante en raison de la complexité des calculs nécessaires. Il n'y a que dans le cas de la physisorption que l'on peut réduire l'interaction entre atomes adsorbés à une mutuelle dépolarisation d'une série de dipôles causée par le champ électrique qu'ils créent. TOPPING (14), MILLER (15) et MIGNOLET (16) ont montré que le potentiel de surface dû à une densité de  $n$  dipôles de moment dipolaire initial  $\sigma_0$  et de polarisabilité  $K$  était donné par la relation

$$\delta V = \frac{n\sigma_0}{\epsilon_0(1+9Kn^{3/2})}$$

qui remplace la relation  $\delta V = \frac{n\sigma}{\epsilon_0}$

D'un point de vue quantitatif, la variation de potentiel de surface  $\delta V$  créée par l'adsorption d'une monocouche de gaz sur une surface métallique initialement propre est généralement de l'ordre de 1 volt, ce qui compte-tenu de la sensibilité des méthodes de mesure (quelques millivolts) permet de détecter de très faibles quantités de gaz adsorbés par ces méthodes que nous allons maintenant passer en revue.

## II.4. Méthodes de mesure

Nous distinguerons les méthodes qui permettent d'accéder directement à la mesure absolue du travail de sortie d'une surface et celles qui permettent uniquement de suivre les variations du potentiel de surface.

### II.4.1. Mesure absolue du travail de sortie

Les 3 méthodes principales brièvement décrites ci-dessous diffèrent entre elles par le type d'énergie excitatrice nécessaire pour faire sortir les électrons de la surface. Dans tous les cas, la densité du courant électronique émis est une fonction du travail de sortie de la surface.

#### II.4.1.1. La méthode thermoélectronique

Elle utilise l'émission d'électrons par la surface d'un solide porté à une température suffisamment élevée. La densité du courant  $J$ , émis par une surface dont le travail de sortie est  $e\phi$ , lorsqu'elle est portée à la température  $T$  est donnée par la loi de RICHARDSON-DUSHMAN (17) :

$$J = AT^2 \exp\left(\frac{-e\phi}{kT}\right)$$

$A$  est la constante de Richardson.

$k$  est la constante de Boltzmann.

L'inconvénient majeur de cette méthode est évidemment la nécessité de chauffer la surface à une température assez élevée pour que l'émission électronique soit détectable. Le travail de sortie ainsi mesuré peut être fort différent du travail de sortie à froid.

### II.4.1.2. La méthode photoélectrique

Un faisceau de photons incidents de fréquence supérieure à la valeur du seuil photoélectrique provoque l'émission d'un courant dont la densité  $J$  est donnée par la loi de FOWLER ( 18 ).

$$J = BT^2 F\left(\frac{h\nu - h\nu_0}{kT}\right)$$

$B$  = constante de Fowler

$h\nu_0 = e\phi$  = travail de sortie ou seuil photoélectrique de la surface

$\nu$  = fréquence des photons incidents

$F\left(\frac{h\nu - h\nu_0}{kT}\right)$  = fonction de Fowler, indépendante du métal et de la température.

A basse température, on peut utiliser la relation simplifiée :

$$J = C^{te} (h\nu - e\phi)^2$$

Dans cette méthode, comme dans la précédente, les variations locales du travail de sortie peuvent entraîner une erreur importante.

### II.4.1.3. La méthode de l'émission de champ

Sous l'action d'un champ électrique intense (quelques  $10^7$  V/cm) crée en appliquant une haute tension (quelques kV) à une surface émettrice en forme de pointe (rayon de courbure voisin de  $1000 \text{ \AA}$ ), celle-ci peut émettre des électrons par effet tunnel si la largeur de la barrière de potentiel qui retient les électrons à l'intérieur devient de l'ordre de la longueur d'onde associée à ces électrons (quelques Angströms).

La densité du courant  $J$  émis est donnée par la relation de FOWLER-NORDHEIM ( 19 ) établie à  $0^\circ$  K:

$$J = AE^2 \exp\left(-\frac{B\phi^{3/2}}{E}\right)$$

A et B sont des constantes

E est le champ électrique appliqué

$\phi$  est le travail de sortie de la surface

Cette formule reste valable à température ambiante pour les densités de courant usuelles ( $10^2$  à  $10^4$  A/cm<sup>2</sup>).

L'influence de la température devient cependant très importante pour les faibles densités : la densité de courant peut en effet varier d'un facteur  $10^4$  quand T varie de  $300^\circ$  K à  $1500^\circ$  K.

#### II.4.2. Mesure des variations du potentiel de surface

Les méthodes qui permettent de mesurer les variations du potentiel de surface peuvent être divisées en trois groupes :

- la méthode du potentiel retardateur  
(méthode de la diode)
- la méthode du condensateur vibrant  
(méthode de Kelvin-Zisman)
- les méthodes utilisant un faisceau d'électrons

Avant de voir rapidement les principes et les limites de ces méthodes (nous exposerons plus en détail dans le chapitre suivant celles que nous avons utilisées dans cette étude), nous rappellerons la notion de potentiel de contact qui intervient dans ces méthodes.

### II.4.2.1. Notion de potentiel de contact

Quand deux solides en équilibre thermique sont mis en contact électrique, il se produit une égalisation de leurs niveaux de Fermi par transfert d'électrons du niveau le plus haut vers l'autre. Il en résulte une différence de potentiel entre ces 2 solides due à la modification de leur charge électrique superficielle. Cette différence de potentiel de contact (D.P.C.) est égale au signe près à la différence des travaux de sortie entre les 2 surfaces.

### II.4.2.2. La méthode du potentiel retardateur

(ou méthode de la diode)

On utilise comme source d'électrons un filament chauffé qui émet un courant dont la densité est donnée par la loi de Richardson. La surface étudiée sert d'anode. En appliquant un potentiel retardateur  $V$  entre les 2 électrodes, on diminue le courant d'anode qui pour de faibles courants lorsque la charge d'espace intervient peu est donnée par une loi analogue à celle de Richardson :

$$J_a = AT^2 \exp - \left( \frac{e(V_a + V)}{kT_c} \right)$$

$A$  est la constante de Richardson

$V$  est le potentiel retardateur de l'anode

$V_a$  est le potentiel de contact de l'anode

$T_c$  est la température de la cathode

Si on trace les courbes

$$J_a = f(V_a + V) \quad \text{et} \quad J'_a = f(V'_a + V')$$

avant et après adsorption, on trouve qu'elles ont des variations monotones parallèles suivant l'axe des  $V$ .

L'intervalle constant entre les 2 courbes dans cette direction est égal à la variation du travail de sortie pendant l'adsorption.

En effet, l'égalité  $J_a = J'_a$  entraîne pour ces fonctions monotones  $V_a + V = V'_a + V'$ .

La variation du potentiel de surface due à l'adsorbat est donc :

$$\delta V = V_a - V'_a = V - V' = \phi' - \phi$$

Il suffit de mesurer la variation  $\delta V$  nécessaire pour conserver un courant d'anode constant pendant l'adsorption : on obtient ainsi (au signe près) la variation du travail de sortie pendant l'adsorption.

On peut également utiliser la méthode de la diode en fonctionnement de charge d'espace si on polarise positivement l'anode par rapport au filament. BECKER (12) a donné une formule approchée pour déterminer la densité du courant d'anode dans ce cas :

$$J_a = B (V + \phi_c - \phi_a)^n$$

B est une constante

n est voisin de 1.5.

$\phi_c$  et  $\phi_a$  sont les travaux de sortie respectifs de la cathode et de l'anode.

On obtient à nouveau une fonction monotone pour  $J_a = f(V + V_a)$  à laquelle on peut appliquer le raisonnement précédent.

Il faut cependant noter que dans ce cas le courant d'anode dépend aussi du travail de sortie de la cathode et que l'on ne peut obtenir une mesure significative de la variation du potentiel de surface pendant l'adsorption que si ce travail de sortie reste constant. C'est en général le cas puisque le filament chauffé à une température supérieure à 2000° K a très peu de chances d'être contaminé pendant l'adsorption.

### II.4.2.3. La méthode du condensateur vibrant

(méthode de Kelvin - Zisman)

Dans la méthode de KELVIN ( 20 ), on forme un condensateur en reliant entre elles 2 électrodes dont une est la surface à étudier et l'autre est une électrode de référence. Entre les deux électrodes à la même température, il existe une différence de potentiel de contact :

$$\delta V = \bar{\Phi}_2 - \bar{\Phi}_1 = \phi_1 - \phi_2$$

$\phi_1$  et  $\phi_2$  sont les potentiels électrostatiques externes

$\phi_1$  et  $\phi_2$  sont les travaux de sortie

La charge Q de ce condensateur de capacité C est donné par

$$Q = C ( \phi_1 - \phi_2 )$$

Toute variation du travail de sortie sur l'une des électrodes se traduit par une variation de la charge du condensateur et donc par un courant électrique dans le circuit de mesure qui relie les électrodes entre elles. Ce courant est détecté puis annulé en introduisant dans le circuit une différence de potentiel opposée à la variation de la différence de potentiel de contact.

ZISMAN ( 21 ) a perfectionné cette méthode en faisant vibrer l'électrode de référence perpendiculairement à la surface de l'échantillon étudié. Les variations périodiques de la capacité du condensateur produisent un courant alternatif dans le circuit de mesure, ce qui permet l'emploi d'un amplificateur à détection synchrone pour réaliser des mesures précises en mode continu pendant l'adsorption.

Les avantages, les inconvénients et les limites de cette méthode que nous avons utilisée dans notre étude seront exposés en détail dans le paragraphe III.3.1. du prochain chapitre.

#### II.4.2.4. Les méthodes utilisant un faisceau d'électrons

La méthode primitivement décrite par ANDERSON ( 22 ) utilise le même principe que la méthode de la diode. Un faisceau d'électrons lents focalisé (diamètre voisin de  $30 \mu$  ) arrive sous incidence normale sur la surface de l'échantillon. On obtient une courbe caractéristique en portant l'intensité du courant reçu par l'échantillon en fonction de la tension qui lui est appliquée. Toute modification du potentiel de surface entraîne un déplacement de cette caractéristique dans une direction parallèle à l'axe des abscisses d'une valeur égale à cette variation (au signe près).

HAAS et THOMAS ( 23 ) en introduisant une lentille électrostatique en avant de la surface pour décélérer le faisceau électronique réalisent un "contact électrique" à énergie nulle sur une petite région de la surface étudiée. Si on examine une région voisine dont le potentiel de surface est différent, la variation du potentiel de polarisation  $\int V$  qu'il faut appliquer au canon à électrons pour retrouver le "contact électrique" est égale au signe près à la variation du travail de sortie entre les 2 régions.

GUITTARD ( 24 ) utilise les variations d'intensité du faisceau électronique réfléchi sur l'échantillon qui sert d'objet dans un microscope électronique à miroir pour visualiser et mesurer en même temps les variations du travail de sortie en différents endroits de la surface étudiée.

C'est cette dernière technique que nous avons utilisée pour mesurer les variations du potentiel de surface sur le carbone vitreux (voir chapitre III) et sur les "sondes à peignes" (voir chapitre IV.). Elle sera décrite en détail avec ses avantages et ses limites dans le paragraphe III.3.2.

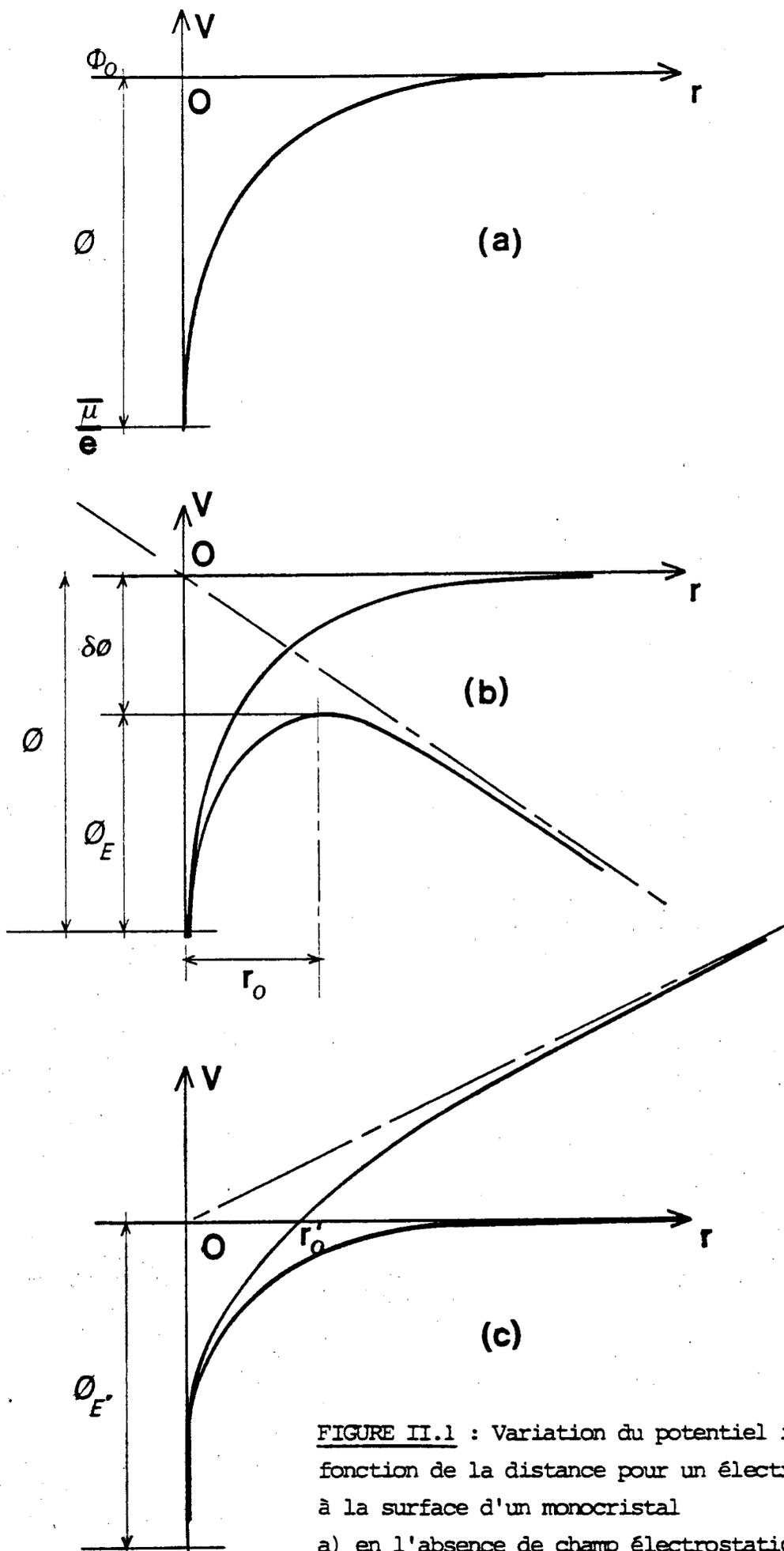


FIGURE II.1 : Variation du potentiel image en fonction de la distance pour un électron extérieur à la surface d'un monocristal

a) en l'absence de champ électrostatique appliqué

b) en présence d'un champ électrostatique accélérateur

c) en présence d'un champ électrostatique retardateur

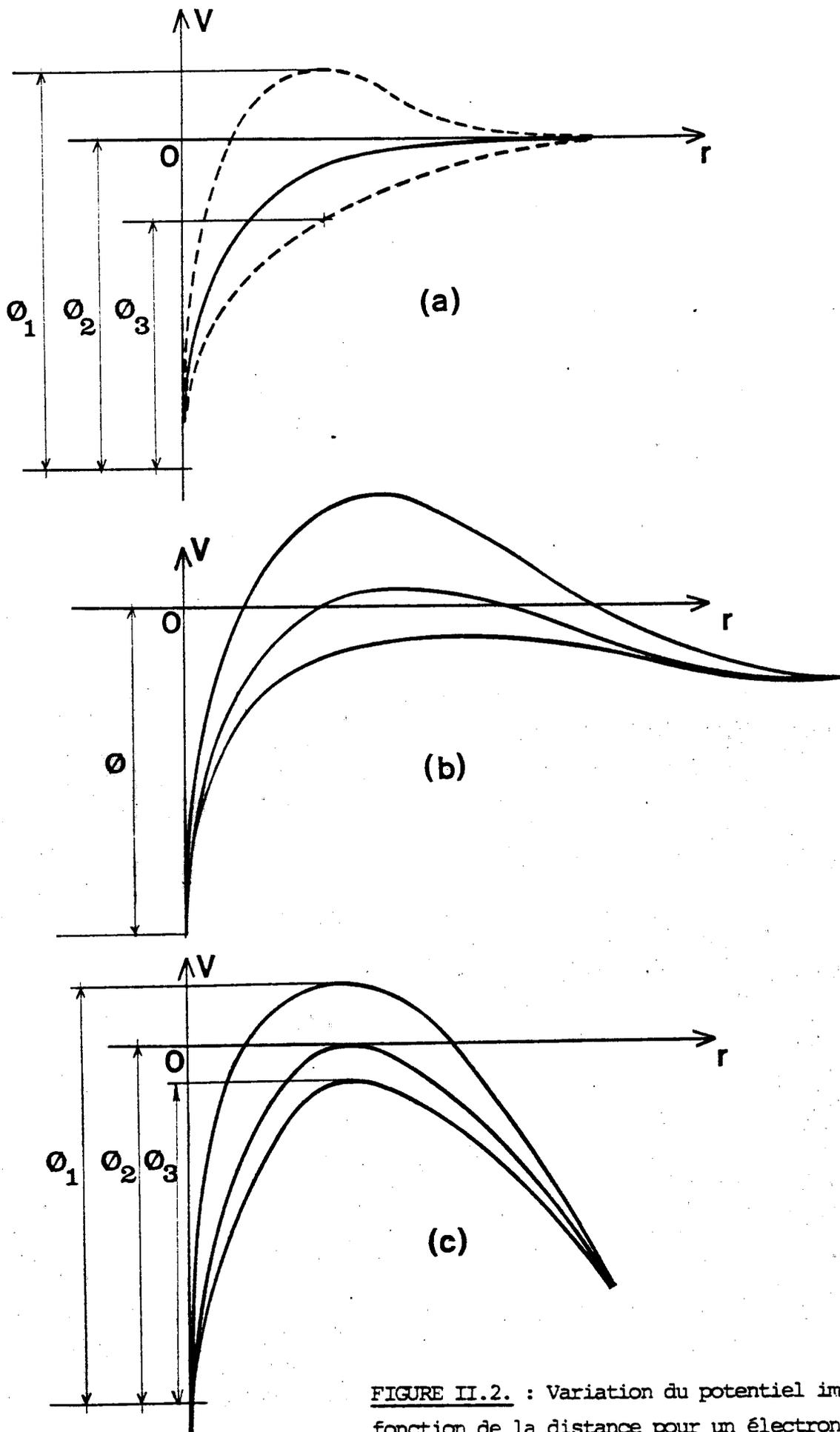


FIGURE II.2. : Variation du potentiel image en fonction de la distance pour un électron extérieur à la surface d'un polycristal  
 a) pas de champ extérieur appliqué  
 b) champ extérieur faible  
 c) champ extérieur fort

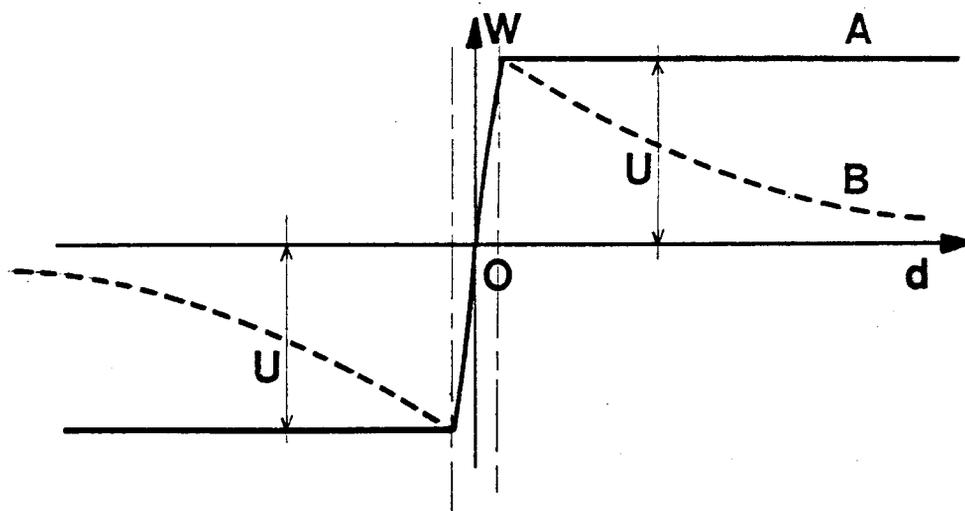


FIGURE II.3 : Variation du potentiel électrostatique créé par une couche dipolaire en fonction de la distance à la surface

- couche de diamètre fini (courbe A)
- couche de diamètre infini (courbe B)

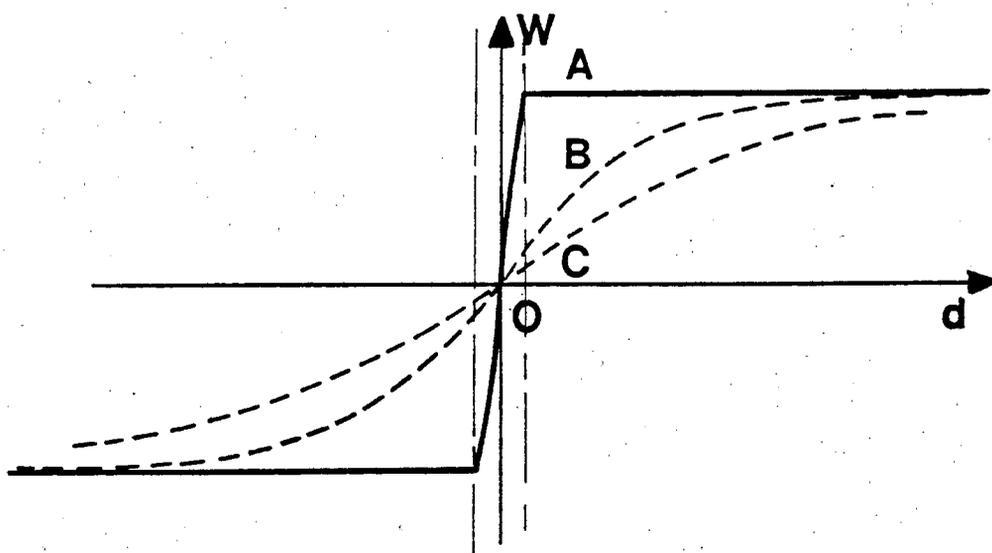


FIGURE II.4 : Variation du potentiel électrostatique créé par une couche dipolaire infinie en fonction de la distance à la surface

- couche continue (courbe A)
- couche discontinue, de forte densité (courbe B)
- couche discontinue, de faible densité (courbe C)

CHAPITRE IIIMESURE DES VARIATIONS DU POTENTIEL DE SURFACE SUR LE CARBONE VITREUX

Les remarquables propriétés du carbone vitreux que sont

- la faible densité ( $d \approx 1.5$ )
- l'imperméabilité aux gaz
- la bonne conductivité électrique
- la faible conductivité thermique
- l'inertie chimique
- la relative facilité d'usinage

en font un matériau particulièrement intéressant et très employé depuis quelques années pour la réalisation des sondes (25) (26) (27). Ce sont des chercheurs de l'ESTEC (28) qui ont été les premiers à l'étudier et à l'utiliser dans ce sens. Notre étude est plus spécialement consacrée à la mesure des variations du potentiel de surface de ce matériau propre et recouvert d'oxygène qui est le principal contaminant ionosphérique. Pour cela, on a comparé un échantillon de carbone vitreux et un monocristal de tungstène placés dans les mêmes conditions d'ultra vide nécessaires à la définition et à la conservation de surfaces propres. Cette propreté était contrôlée par spectroscopie Auger.

Après avoir décrit les propriétés du carbone vitreux, on donnera une description des deux méthodes de mesure utilisées avec leurs avantages et leurs limites, avant de terminer par l'exposé des résultats obtenus sur le carbone vitreux et sur le monocristal de tungstène.

### III.1. Les carbones vitreux

#### III.1.1. Texture et structure

Les carbones vitreux sont des carbones non graphitables obtenus par une carbonisation soigneusement contrôlée de cellulose ou de certaines résines polyfurfuryliques qui produisent finalement des corps très imperméables aux gaz. Ils renferment après le traitement thermique une forte proportion de micropores fermés et séparés les uns des autres par de petites zones d'empilements de feuillets graphitiques désorientées entre elles. Le diamètre des pores ainsi que l'étendue des zones et leur épaisseur sont de l'ordre de quelques dizaines d'Angströms. Cette texture visible au microscope électronique est schématiquement représentée sur la figure III-1 (a). Les carbones vitreux sont totalement imperméables à l'hélium malgré leur grande porosité. On peut expliquer cette propriété par le fait que la surface présente aux gaz une orientation qui est principalement celle des plans graphitiques (figure III-1 (b)). Si on considère en effet la structure atomique des plans graphitiques tels qu'ils existent dans un cristal de graphite (figure III-2), on peut y distinguer les atomes normalement engagés dans le réseau hexagonal et ceux qui sont situés en bordure des plans. Plusieurs auteurs (29), (30) et (31) ont montré que les premiers étaient beaucoup moins réactifs que les seconds. HENNING (31) a mesuré sur de fines paillettes de graphite naturel (épaisseur inférieure à 1 micron, diamètre de plusieurs millimètres) la perte de matière causée par l'oxydation dans l'air. Il a trouvé que l'épaisseur reste pratiquement constante alors que le diamètre diminue considérablement et il en a conclu que la vitesse de réaction des atomes de bordure est au moins 100 fois plus grande que celle des atomes des plans.

Cette hypothèse est renforcée par les différences que nous avons constatées nous-mêmes entre les deux types de carbone vitreux successivement utilisés dans cette étude. La société "Carbone Lorraine" nous a fournis des échantillons dénommés  $V_{10}$  et  $V_{25}$  correspondant à des traitements thermiques respectivement à 1000° et 2500° C.

Nous avons remarqué en chauffant ces échantillons que le premier émettait de grandes quantités de gaz (principalement  $H_2$  et  $CO$ ) et que le second en émettait beaucoup moins. Si l'on note que dans le premier cas, le diamètre des zones d'empilements de feuillets graphitiques est de l'ordre de 10 à 30 Å et qu'il est 3 fois plus grand environ pour le second, on voit que le nombre des atomes en bordure (qui sont les plus réactifs) est beaucoup plus grand dans le premier cas. Ce sont les atomes adsorbés dans ces sites qui sont émis lorsqu'on chauffe l'échantillon. Dans le cas de l'adsorption d'oxygène que nous avons utilisée pour mesurer les variations du potentiel de surface, on a également trouvé une plus grande réactivité sur les échantillons du type  $V_{10}$  que sur ceux du type  $V_{25}$ .

C'est le  $V_{25}$  qui a finalement été retenu pour la réalisation des sondes et c'est donc sur lui que nous présenterons les résultats obtenus.

### III.1.2. Propriétés électroniques

#### III.1.2.1. Le graphite

La structure du graphite (figure III-2) indique une grande anisotropie entre les liaisons fortes à l'intérieur d'une même couche et les liaisons faibles entre ces couches. On peut donc traiter séparément les électrons  $\sigma$  responsables des fortes liaisons covalentes et les électrons  $\pi$  responsables des faibles liaisons de type Van der Waals entre plans. Ces derniers sont seuls responsables des propriétés électroniques du graphite. Dans le modèle bidimensionnel (32), les niveaux d'énergie des électrons forment une bande de valence complètement remplie et une bande de conduction complètement vide dans l'état fondamental. Ces 2 bandes sont en contact (figure III-3), ce qui caractérise un semi-métal. C'est au point de contact que se situe le niveau de Fermi qui correspond aussi au travail de sortie du graphite. Sa valeur est de 4.39 eV (33).

#### III.1.2.2. Le carbone vitreux

Le modèle bidimensionnel utilisé pour le graphite dans le paragraphe précédent est également valable pour le carbone vitreux dans lequel il n'existe pas d'ordre tridimensionnel. Mais les nombreux défauts qui s'accumulent en bordure des feuillets graphitiques sont en général des défauts accepteurs comme l'indique l'effet Hall positif du carbone vitreux par rapport à celui négatif du graphite (34). Ceci conduit à une structure de semi-conducteur et un travail de sortie supérieur à celui du graphite et qui se situe aux environs de 4,6 à 4,7 eV.

### III.2. Contamination et contrôle de la surface

#### III.2.1. Adsorption et contamination

La contamination de la surface étudiée par les gaz résiduels de l'enceinte où s'effectuent les mesures peut ôter toute signification à celles-ci, si certaines précautions ne sont pas prises. En effet si on considère un gaz maxwellien de masse moléculaire  $m$ , à la température  $T$ , sous la pression  $P$ , le flux de molécules incidentes par unité de surface est donné par la relation

$$\phi = \frac{P}{(2\pi m kT)^{1/2}}$$

En considérant  $m \approx 30$  (moyenne entre  $N_2 = 28$  et  $O_2 = 32$ ),  $T \approx 300^\circ$  K, on obtient

$$\phi \approx 3.6 \cdot 10^{20} \cdot P \text{ (Torr), molécules} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$$

On voit que pour  $P = 10^{-6}$  Torr

$$\phi \approx 3.6 \times 10^{14} \text{ molécules} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$$

Le nombre de sites disponibles pour l'adsorption (qui est en gros égal au nombre d'atomes du substrat en surface) est voisin de  $10^{15}$  atomes/cm<sup>2</sup>. On voit donc que si on admet qu'une molécule de gaz frappant la surface a une probabilité voisine de 1 de s'y absorber (ce qui est le cas pour l'oxygène sur le tungstène), il suffira de quelques secondes à  $P = 10^{-6}$  Torr pour qu'une surface initialement propre soit recouverte par une couche monomoléculaire de gaz adsorbés. Le tableau III-4 rassemble les caractéristiques des différents vides depuis la pression atmosphérique  $P = 760$  Torr jusqu'au vide "absolu" des espaces intersidéraux qui se situe aux alentours de  $10^{-13}$  Torr. Il montre qu'il faut travailler à des pressions résiduelles de l'ordre de  $10^{-10}$  Torr pour que la fraction de monocouche formée en une minute (qui est à peu près le temps nécessaire pour faire une mesure) soit négligeable ( $2 \times 10^{-3}$ ). Ceci nécessite donc une enceinte à ultra vide comme celle que nous décrivons au paragraphe III.4.2. Lorsque la surface a été contaminée par les gaz résiduels ou recouverte par l'oxygène adsorbé, elle est nettoyée par bombardement électronique à  $2500^\circ$  K et sa propreté est contrôlée par spectroscopie Auger.

### III.2.2. Spectroscopie Auger

#### III.2.2.1. Emission d'électrons Auger

Quand on bombarde une surface par un faisceau d'électrons monocinétiques d'énergie  $E_p$  de l'ordre du keV, la distribution en énergie des électrons émis par la surface est schématisée dans la figure III - 5 . On y distingue 3 zones :

- la zone du pic élastique correspondant aux électrons réfléchis sans perte d'énergie ;
- la zone d'émission secondaire qui s'étend de 0 à 50 eV, due à une succession de chocs inélastiques des électrons dans le solide ;
- entre ces deux zones, des pics de très faible amplitude à des énergies caractéristiques indépendantes de  $E_p$  qui sont dus aux électrons Auger.

L'émission d'un électron Auger est un processus concurrentiel de l'émission de rayon X. Le faisceau d'électrons primaires produit une ionisation d'un atome de la surface en couche profonde, suivie d'une transition d'un électron venu d'une couche externe. Le gain d'énergie ainsi disponible permet d'émettre soit un photon d'énergie  $h\nu$  (émission de rayons X), soit un électron Auger d'énergie cinétique

$$E = E_1 - E_2 - E_3 - \phi$$

où  $E_1$ ,  $E_2$  et  $E_3$  sont les énergies des 3 niveaux intervenant dans le processus et  $\phi$  est le travail de sortie de la surface. Cette énergie mesurée dans le spectromètre analyseur et indépendante de  $E_p$  est caractéristique de l'élément considéré. L'émission d'électron Auger se produit pour tous les éléments sauf l'hydrogène et l'hélium qui n'ont qu'un seul niveau occupé (1 s).

### III.2.2.2. Analyse des surfaces par spectroscopie

#### Auger

Bien que le principe ait été mis en évidence dès 1925 par P. Auger, il a fallu attendre le récent développement des techniques d'ultra vide pour atteindre les  $10^{-10}$  Torr nécessaires pour définir des états de surface propres afin d'utiliser la spectroscopie Auger comme un moyen d'analyse de ces surfaces. A des pressions supérieures, les gaz résiduels recouvrent la surface si rapidement qu'il est impossible de détecter les autres éléments présents sur cette surface. L'intérêt principal de la méthode est la faible profondeur d'extraction des électrons Auger qui sont absorbés au delà d'une épaisseur d'une dizaine d'Angströms : les informations obtenues par eux concernent donc uniquement les premières couches atomiques en surface. La spectroscopie Auger est donc parfaitement adaptée à l'étude de l'adsorption d'un gaz sur une surface.

La faible intensité des pics Auger nécessite des techniques de détection synchrone basées sur la dérivation électronique des pics. On enregistre donc les courbes  $dN(E)/dE$  avec l'un des deux types d'analyseur électrostatiques couramment utilisés :

- l'analyseur multigrilles à champ retardateur qui a l'avantage de pouvoir également servir en diffraction d'électrons lents (D.E.L.),
- l'analyseur à miroir cylindrique qui est plus sensible et plus rapide.

Nous avons choisi le premier pour pouvoir l'utiliser en D.E.L. dans d'autres études qui se poursuivent dans ce laboratoire.

### III.2.2.3. Analyse des surfaces étudiées

Ces analyses nous ont permis de contrôler l'efficacité de la procédure de nettoyage appliquée. Pour le monocristal de tungstène (100) il faut chauffer vers  $2500^{\circ}$  K pendant plusieurs heures sous une pression de quelques  $10^{-7}$  Torr d'oxygène pour éliminer le carbone contenu dans l'échantillon en le faisant diffuser du volume vers la surface où il s'oxyde sous forme de CO et CO<sub>2</sub> (35). Après ce traitement initial

on observe le diagramme III- 6(a) caractéristique d'une surface "propre" et qui n'évolue pratiquement pas pendant une heure à  $P = 1 \times 10^{-10}$  Torr. Après une nuit sous ce même vide résiduel on constate une augmentation du pic du carbone et une apparition d'un léger pic d'oxygène probablement dues à la contamination par le CO résiduel de l'enceinte. Il suffit d'un "flash" de chauffage de quelques secondes vers  $2500^\circ$  K pour retrouver le spectre caractéristique de la figure III - 6 (a).

Dans le cas du carbone vitreux on ne voit rien d'autre que le pic caractéristique du carbone qui correspond à la fois à l'échantillon et à une éventuelle contamination par CO (Fig. III- 6(b)). Le pic oxygène étant pratiquement nul on en conclut que cette contamination est négligeable même après une nuit à  $10^{-10}$  Torr. C'est ce que confirment les mesures des variations du potentiel de surface.

### III.2.3. Diffraction d'électrons lents

On associe à un électron d'énergie  $E$  (eV) une onde plane de longueur d'onde  $\lambda_{\lambda} (150/E)^{1/2}$  en Angstroms, qui est donc comparable aux dimensions des mailles cristallines pour des énergies de l'ordre de 50 eV. Si on bombarde une surface par un faisceau d'électrons ayant cette énergie, on obtient une distribution des électrons émis par la surface donnée par la figure III-5 (voir paragraphe III.2.2.1.) Seuls les électrons élastiquement diffusés peuvent donner une diffraction cohérente. Les autres sont éliminés par une optique formée de plusieurs grilles portées à des potentiels retardateurs qui est également utilisée en spectroscopie Auger. La profondeur de pénétration et de sortie des électrons élastiquement diffusés est comparable à celle des électrons Auger. La diffraction d'électrons lents caractérise donc également les toutes premières couches formant la surface de l'échantillon. La géométrie de la figure de diffraction ainsi obtenue permet de caractériser la structure de la surface et des couches adsorbées. Seules les structures ordonnées donnent un diagramme. Les couches de contamination qui ne le sont généralement pas empêchent l'obtention de ce diagramme et la diffraction d'électrons lents peut être utilisée comme un moyen de contrôle supplémentaire de la propreté de la surface. C'est ce que nous avons fait dans cette étude pour le monocristal de tungstène (Figure III - 7 ).

Dans le cas du carbone vitreux les domaines graphitiques ordonnés sont plus petits que le diamètre de cohérence du faisceau d'électrons ce qui empêche l'obtention d'un diagramme de diffraction.

La diffraction d'électrons lents a donc été très peu utilisée dans cette étude mais elle l'a été et continue à l'être dans d'autres travaux ( 36 ) relatifs à l'adsorption d'oxygène sur le Niobium et le Rhénium qui se poursuivent dans l'enceinte décrite plus loin (paragraphe III.4.2.).

### III.3. Mesure des variations du potentiel de surface

Nous avons utilisé 2 méthodes différentes pour effectuer ces mesures. La première est celle du condensateur vibrant dont nous avons utilisé une version mise au point par DESPLAT ( 37 ) et qui n'a pas nécessité d'adaptation spéciale pour cette étude. La deuxième est la méthode du Voltmètre Electronique Superficiel et Ponctuel, (V.E.S.P.) dont le principe est du à GUPPARO (21) et qui a du être adaptée à nos besoins en particulier sur le caisson à plasma. Nous décrivons cette adaptation dans la prochain chapitre consacré à l'étude des "sondes à peignes".

#### III.3.1. La méthode du condensateur vibrant

##### III.3.1.1. Principe de la méthode

Ce principe a déjà été exposé au paragraphe II.4.2.3. Rappelons qu'il s'agit de mesurer les variations du potentiel à la surface de l'échantillon en utilisant une électrode de référence dont on suppose que le potentiel de surface est fixe. Nous avons choisi de déplacer l'échantillon face à l'électrode de référence qui vibre perpendiculairement à sa surface. On mesure ainsi la différence de potentiel de contact entre la surface de la référence (dont le potentiel est considéré uniforme et stable pendant la mesure) et la zone de la surface de l'échantillon située en face de la référence. Nous verrons au paragraphe III.3.1.3. les limites de cette mesure.

##### III.3.1.2. Réalisation expérimentale

L'électrode de référence est une tige de tungstène polycristallin d'un diamètre initial de 1 mm réduit à 0.3 mm à l'extrémité qui fait face à l'échantillon. Cette réduction permet d'améliorer la précision de la mesure sans introduire de vibrations transverses parasites. L'électrode est recristallisée à 2500° K sous vide pendant plusieurs heures pour stabiliser sa structure. On obtient finalement une section droite qui est occupée à 80 % par un seul cristal. La mise en vibration de l'électrode se fait de l'extérieur de l'enceinte par un vibreur électrodynamique et se transmet par un soufflet en acier

inoxydable ce qui permet d'en faire varier la fréquence et l'amplitude. On travaille généralement avec des fréquences de l'ordre de 40 Hz et des amplitudes de quelques dixièmes de millimètres.

Le vibreur est excité par un amplificateur de puissance dont le signal d'entrée est fourni par la tension de référence du détecteur synchrone utilisé pour la mesure du courant qui circule entre l'électrode et l'échantillon. On analyse donc le signal fourni par le condensateur vibrant à la fréquence de vibration. LEE ( 38 ) a suggéré qu'une analyse à la fréquence double serait plus précise mais nous n'avons rien constaté de semblable.

L'électronique de détection comprend un amplificateur opérationnel du type FET monté en suiveur de tension pour suivre la tension alternative obtenue aux bornes d'une résistance  $R = 10^9 \Omega$  quand l'électrode de référence vibre. Ce préamplificateur sert d'adaptateur d'impédance pour un amplificateur à détection synchrone (PAR HR 8) qui restitue à la sortie une tension continue proportionnelle au courant circulant entre les électrodes. Un intégrateur actif utilise cette tension pour réinjecter une tension en contre-réaction sur l'échantillon ce qui réalise ainsi un montage autocompenseur parfait. Un voltmètre digital à très haute impédance mesure sur l'échantillon la tension effective de compensation. L'ensemble du circuit de mesure est représenté sur la figure III - 8.

### III.3.1.3. Avantages et inconvénients

Une étude critique de la méthode de Kelvin-Zisman a récemment été faite par SURPLICE et D'ARCY ( 39 ). Ils insistent sur le côté non perturbateur de la méthode qui n'utilise ni température élevée, ni champ appliqué, ni particules incidentes qui sont tous susceptibles de perturber l'état de la surface et en particulier des gaz éventuellement adsorbés. En outre cette méthode donne le potentiel de surface moyen d'une surface polycristalline contrairement à la méthode thermoélectrique ou à celle du seuil photoélectrique qui donnent une valeur pondérée dans laquelle les zones à faible travail de sortie sont privilégiées par rapport aux autres. Les valeurs obtenues dans nos mesures correspondent à une moyenne réalisée sur une zone qui est de l'ordre de grandeur de la surface de l'électrode de référence.

Afin d'évaluer avec plus de précision la résolution spatiale de notre dispositif nous avons utilisé comme échantillon un polycristal de tungstène comportant 2 gros grains de plusieurs millimètres de diamètre. Nous avons suivi la variation du potentiel de surface mesuré de part et d'autre de la frontière entre les 2 grains quand on déplace l'objet face à l'électrode vibrante (figure III- 9(a)) : les résultats sont indiqués sur la figure III- 9(b). On voit qu'une variation continue de la différence de potentiel de contact entre objet et référence se produit sur une distance de 0.7 mm entre les 2 paliers qui correspondent aux valeurs du potentiel de contact de chaque grain. Cette distance représente environ le double du diamètre de l'électrode de référence et limite donc la résolution spatiale de notre méthode. Pour l'améliorer il faudrait diminuer encore le diamètre de la référence mais cela introduirait une trop grande fragilité mécanique et des effets capacitifs parasites, dus aux parois verticales de la référence, très importants. En outre le signal alternatif correspondant au courant devient dans ces conditions trop faible pour être détectable. En pratique il est difficile d'obtenir une résolution meilleure que 0.5 mm (qui correspond à un diamètre d'électrode de 0.2 mm).

L'autre inconvénient de la méthode est la contamination simultanée de l'électrode de référence et de l'échantillon qui ne permet pas de suivre avec précision les variations du potentiel de surface de l'échantillon seul. Il faut donc nettoyer l'électrode de référence avant et après chaque mesure. Ceci se fait par chauffage avec un canon à électron qui permet de la porter à 2500° K environ. Un autre canon est utilisé pour nettoyer l'échantillon. Il semble aussi que certains matériaux comme le graphite (dans son plan de base) se contaminent très peu et peuvent donc fournir une bonne référence ( 40 ).

Les deux inconvénients majeurs ont été éliminés dans la deuxième méthode utilisée qui est celle du V.E.S.P. que nous allons présenter dans le paragraphe suivant.

### III.3.2. La méthode du Voltmètre Electronique Superficiel et Ponctuel (V.E.S.P.)

#### III.3.2.1. Principe de la méthode

Cette méthode due à GUITTARD ( 24 ) peut être rapprochée de celle du condensateur vibrant si on remplace la vibration électromécanique de l'électrode de référence par l'oscillation électronique d'un faisceau d'électrons tombant sur l'objet. Les électrons sont émis par un filament de tungstène chauffé vers 2500° K et porté à une haute tension négative de quelques kilovolts qui est également appliquée à l'objet. Ils sont accélérés en passant par une anode qui est à la masse, concentrés par une électrode focalisatrice (Wehnelt) située juste au dessus de la surface de l'objet, freinés et finalement réfléchis au voisinage de cette surface. Le faisceau réfléchi est séparé du faisceau incident par un champ magnétique produit par des bobines de Helmholtz. Il est recueilli dans une cage de Faraday située au centre d'un écran fluorescent sur lequel on peut donc voir une image d'une partie de la surface en même temps qu'on mesure l'intensité du faisceau réfléchi par cette zone (Figure III - 10 ). En modulant le potentiel objet à quelques kHz on peut suivre par détection synchrone les variations du courant réfléchi en fonction des variations du potentiel de surface.

La courbe caractéristique du V.E.S.P.,  $I_{\text{réfléchi}}$   
 $= f(V_{\text{retardateur}})$  est obtenue en faisant varier le potentiel retardateur appliqué à l'objet par rapport à celui du filament émetteur d'électrons pris comme référence (Figure III-11(a)). Elle traduit dans la phase de réflexion la distribution maxwellienne des électrons émis par le filament et réfléchis par la surface. Dans la phase d'impact, la diminution de  $I_{\text{réfléchi}}$  correspond à l'injection d'une partie des électrons dans l'objet et son augmentation ultérieure correspond à une émission secondaire principalement due aux gaz adsorbés en surface. Le point d'inflexion qui sur la courbe  $I = f(V)$  sépare les phases de réflexion et d'impact se traduit sur la courbe dérivée  $\frac{dI}{dV} = f(V)$  par un minimum (Figure III-11(b)). LAYDEVANT ( 41 ) et VASSOILLE ( 42 ) ont montré expérimentalement que l'abscisse de ce

point  $V_m$  était invariante et ne dépendait que de la nature et de la température du filament émetteur. Pour un filament de tungstène, chauffé à  $2500^\circ \text{K}$ ,  $V_m$  se situe aux environs de  $1.5 \text{ eV}$ . On peut donc utiliser ce point comme point de référence pour mesurer les variations du potentiel de surface de l'objet.

### III.3.2.2. Réalisation expérimentale

Quand l'état de la surface se modifie par contamination ou adsorption, on observe simultanément un décalage global de la caractéristique  $\frac{dI}{dV} = f(V)$  égal à la variation du potentiel de surface (comme pour la méthode de la diode exposée au paragraphe II.4.2.2.) et une diminution de la profondeur du minimum correspondant à  $V_m$  mais la position énergétique de ce point reste invariante. DUPUY (40) a mis au point un dispositif automatique d'asservissement qui, en utilisant la courbe dérivée seconde  $\frac{d^2I}{dV^2} = f(V)$ , remplace la détection d'un minimum par celle d'un zéro (Figure III-11(c)). On détecte les variations du potentiel de surface en suivant la position du point où  $\frac{d^2I}{dV^2} = 0$  par une méthode de détection synchrone qui permet la mesure de faibles courants ( $10^{-9} \text{ A}$ ) noyés dans le bruit ainsi que l'accès aux dérivées successives de la courbe  $I_{\text{réfléchi}} = f(V_{\text{retardateur}})$ .

Nous avons réalisé en collaboration avec le Laboratoire de Microscopie Electronique Appliquée de l'INSA de Lyon deux versions différentes du V.E.S.P. La première, utilisée dans l'étude du carbone vitreux, a été adaptée sur l'enceinte à ultra vide qui sera décrite plus loin (paragraphe III.4.2.). La deuxième a été conçue pour les mesures dans le grand caisson à plasma et a servi en particulier à l'étude des sondes à peignes (chapitre IV). Dans la version ultra vide les bobines de Helmholtz, qui produisent le champ magnétique nécessaire pour séparer les faisceaux incident et réfléchi, sont situées à l'extérieur de l'enceinte pour éviter la contamination de l'objet par leur dégazage. Pour les mêmes raisons l'optique électronique ne comporte ni condenseur, ni projecteur et les différentes lentilles électrostatiques (Wehnelt, anode) sont toutes en acier inoxydable pour les parties métalliques et en céramique pour les isolants.

### III.3.2.3. Avantages et inconvénients

La méthode du V.E.S.P. supprime les 2 inconvénients majeurs de la méthode du condensateur vibrant. La référence étant le filament émetteur chauffé vers  $2500^{\circ}$  K, son potentiel est constant car la contamination comme l'adsorption sont négligeables à cette température. Ceci permet en particulier de suivre de manière continue les variations du potentiel de surface pendant une adsorption sans avoir à nettoyer l'électrode de référence entre chaque mesure comme c'est le cas dans la méthode du condensateur vibrant. En outre le faisceau d'électrons qui remplace l'électrode métallique de la méthode de Kelvin peut être focalisé et la surface étudiée peut avoir des dimensions de l'ordre de quelques dizaines de microns pour les conditions de travail que nous avons utilisées. Enfin le V.E.S.P. est aussi un microscope électronique à miroir qui donne une image de la surface dont le contraste est dû aux variations du potentiel de surface.

L'inconvénient de la méthode réside dans l'emploi de la haute tension appliquée à l'ensemble de l'électronique. Il faut prendre certaines précautions de propreté et d'isolement pour éviter des microdécharges qui perturbent la mesure et risquent même d'endommager certains composants. Mais il s'agit là d'un inconvénient relativement mineur en comparaison des possibilités de cette méthode qui permet de suivre en continu des variations de potentiel de surface à quelques millivolts près sur une zone de quelques dizaines de microns de diamètre.

### III.4. Ensemble expérimental

#### III.4.1. Les échantillons

Ils se présentent sous forme de disques de 6 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur. Le tungstène a été taillé dans un monocristal fourni par Materials Research Corporation (N.Y) dont la pureté garantie est 99,999 % (l'impureté principale est le carbone). L'orientation est faite par goniométrie X et la taille par électroérosion avec une précision de  $0.5^\circ$  par rapport au plan (100). Le cristal est ensuite poli mécaniquement et électrochimiquement et son orientation finale à nouveau vérifiée aux rayons X par un diagramme de Laue (figure III-12).

L'échantillon de carbone vitreux a été découpé avec un outil diamanté dans une plaquette du type V 25 fournie par "Le Carbone Lorraine". On l'obtient par moulage d'une résine polymérisée qui a subi deux longues carbonisations successives. La première qui a lieu vers  $1000^\circ\text{C}$  élimine les produits volatiles et les tensions internes les plus importants pour arriver au carbone vitreux dénommé V 10. La deuxième a lieu vers  $2500^\circ\text{C}$  et correspond à une graphitisation partielle qui conduit à la structure décrite au paragraphe III.1.1. L'impureté principale est le soufre (50 ppm).

Les échantillons peuvent être nettoyés par un bombardement électronique obtenu par un petit canon à électrons situé sous leur support. En leur appliquant une haute tension positive de 2 kV par rapport au filament émetteur, on recueille un courant de l'ordre de 50 mA qui permet de les chauffer vers  $2500^\circ\text{C}$ . Cette température est atteinte en quelques secondes par le tungstène alors que la faible conductivité thermique du carbone vitreux nécessite un temps de chauffage de l'ordre de la minute.

### III.4.2. L'enceinte ultra-vide

Elle a été conçue pour répondre aux exigences suivantes :

- obtenir un vide résiduel de  $10^{-10}$  Torr nécessaire pour éviter une contamination appréciable de la surface pendant la durée des mesures (voir paragraphe III.2.1.);
- pouvoir nettoyer la surface de l'échantillon par bombardement électronique ou par bombardement ionique (cette dernière possibilité est surtout utilisée pour d'autres études en cours dans ce même laboratoire);
- pouvoir pomper rapidement l'Argon introduit à une pression de  $10^{-4}$  Torr pendant le bombardement ionique pour obtenir à nouveau le vide résiduel de  $10^{-10}$  Torr;
- pouvoir présenter rapidement la surface de l'objet devant chacune des techniques de mesure précédemment décrites (V.E.S.P., ou condensateur vibrant, Spectroscopie Auger, Diffracteur d'Electrons lents, canon à ions pour le nettoyage).

Nous avons choisi d'utiliser parallèlement une pompe ionique et une pompe cryogénique à hélium liquide isolable du reste de l'enceinte par une vanne-tiroir. On obtient ainsi une vitesse de pompage supérieure à 200 l/s pour l'argon. L'objet est monté sur un manipulateur universel (3 axes de translation, 2 axes de rotation) dont l'axe de rotation principal est vertical. Les différentes techniques de mesure sont disposées horizontalement autour de cet axe. Des vannes réglables permettent d'introduire les différents gaz (oxygène, argon, etc...) à une pression stable entre  $10^{-4}$  et  $10^{-10}$  Torr. L'ensemble est représenté sur la figure III-13. Le vide résiduel est mesuré par une jauge à ionisation et son analyse est faite par un spectromètre de masse quadripolaire. Après étuvage de 24 heures à  $200^{\circ}$  C, on y trouve principalement de l'hydrogène, de l'hélium, de l'eau et du monoxyde de carbone.

### III.5. Résultats obtenus

Nous avons vu dans le paragraphe III.3.1.1. que le travail de sortie (et le potentiel de surface) étaient uniformes pour une surface monocristalline, c'est-à-dire formée d'un seul cristal dont la structure et les propriétés électroniques définissent de manière unique le potentiel de surface en l'absence de gaz adsorbé. On doit donc vérifier que le potentiel de surface d'un monocristal est le même en tous points de la surface et que cette uniformité se conserve après adsorption d'oxygène. C'est ce que nous avons fait sur un monocristal de tungstène orienté selon la face (100), avant de mesurer les variations du potentiel de surface d'un échantillon de carbone vitreux que nous avons comparées dans les mêmes conditions de vide résiduel, de nettoyage et d'adsorption avec celles obtenues sur le monocristal de tungstène.

Ces mesures de variations locales supposent que nous négligions les variations temporelles au cours de la mesure. Nous avons donc commencé par déterminer les conditions dans lesquelles cette approximation est justifiée en étudiant la variation du potentiel de surface en un point donné de la surface au cours du temps, en fonction, soit de la contamination par les gaz résiduels, soit de l'adsorption d'oxygène.

#### III.5.1. Variations temporelles du potentiel de surface

##### III.5.1.1. Influence de la contamination

Une première indication de l'importance de la contamination dans le cas du tungstène est fournie par la figure III-14 dans laquelle on a tracé la variation de la différence de potentiel de contact (D.P.C.) entre les 2 électrodes du condensateur vibrant en fonction du temps pour différentes valeurs de la pression

résiduelle. Le temps  $t = 0$  correspond à la fin du dégazage des électrodes. On voit que le premier point de mesure est obtenu environ 1,5 minute après la fin du dégazage. Ce délai est nécessaire pour laisser refroidir les électrodes (le courant émis par effet thermoélectronique interférerait avec le courant de mesure), mettre au point la vibration de la référence et faire les divers réglages de l'électronique. On voit que pendant ce temps, sous une pression de  $1 \times 10^{-8}$  Torr, la D.P.C. a varié de près de 100 mV. Il faut noter que dans ces mesures, les 2 électrodes se contaminent simultanément, mais on voit cependant l'importance de cette contamination qui enlève toute signification à des mesures de variations locales de la D.P.C.

La valeur extrapolée à 65 mV représente la D.P.C. entre la référence et l'objet propres. En attribuant à la face (100) du tungstène la valeur du travail de sortie communément admise (44)

$$\phi_o = 4,62 \text{ eV}$$

on en déduit pour la référence propre un travail de sortie

$$\phi_R = 4,55 \text{ eV.}$$

Nous discuterons plus loin de la précision de ces mesures.

Pour faire une détermination de la contamination sur la surface de l'objet seulement, nous avons mesuré la D.P.C. entre la référence nettoyée et l'objet d'abord nettoyé, puis contaminé par un séjour de 24 heures dans le vide résiduel sous  $10^{-10}$  Torr. D'après les relations

$$\Delta V = \phi_o - \phi_R \quad (\text{référence propre, objet propre})$$

$$\Delta V' = \phi'_o - \phi_R \quad (\text{référence propre, objet contaminé})$$

on déduit que 
$$\Delta V' - \Delta V = \phi'_0 - \phi_0$$

est une mesure de la contamination sur l'objet. Nous avons trouvé respectivement 800 mV pour le tungstène et 20 mV pour le carbone vitreux, ce qui fait immédiatement apparaître le premier avantage de celui-ci.

### III.5.1.2. Adsorption d'oxygène

Les variations de D.P.C. pendant l'adsorption d'oxygène ont été mesurées de manière continue en utilisant le V.E.S.P. Les résultats sont indiqués sur la figure III-15, où les origines des variations de D.P.C. ont été confondues pour les 2 échantillons afin d'en faciliter la comparaison. L'exposition en oxygène est mesurée en Langmuirs :

$$1 \text{ Langmuir (L)} = 10^{-6} \text{ Torr x seconde}$$

On remarque que c'est l'exposition nécessaire pour former une monocouche adsorbée si la probabilité de collage du gaz est voisine de 1. (voir paragraphe III.2.1.). En pratique, l'oxygène a été introduit sous une pression de  $10^{-8}$  Torr car, à des pressions supérieures, le dégazage des parois provoqué par les molécules de gaz introduit risque de contaminer la surface et d'interférer avec l'adsorption. Dans ces conditions, on a

$$1 \text{ L} = 10^{-8} \text{ Torr x 100 secondes.}$$

Pour le monocristal de tungstène, la variation de la D.P.C. atteint un palier à 1,6 eV pour une valeur de l'exposition proche de 1 Langmuir, ce qui confirme que la probabilité de collage de l'oxygène est très voisine de 1. La couche ainsi formée ne s'élimine qu'après chauffage de l'échantillon vers 2500 ° K pendant une dizaine de secondes, ce qui indique une chimisorption (liaison forte).

Dans le cas du carbone vitreux, au contraire la variation de D.P.C. est très lente et il ne semble pas y avoir de palier. Une exposition prolongée (jusqu'à 20 L) conduit à une variation de l'ordre de 50 mV qui rediminue lentement vers zéro quand on coupe le flux d'oxygène. Ceci indique que ce gaz est faiblement physisorbé (liaison faible) sur la surface du carbone vitreux.

### III.5.2. Variations locales du potentiel de surface

Nous avons utilisé la possibilité de mesurer avec le V.E.S.P. les variations de potentiel de surface de manière continue pour déplacer l'objet face au faisceau d'électrons de manière également continue. Ceci est réalisé en couplant le déplacement linéaire de l'objet qui se fait par l'intermédiaire d'un soufflet et peut être repéré avec une précision du 1/100 de millimètre avec un moteur rotatif à courant continu. L'ensemble est représenté sur la figure III-16. En ajustant la vitesse de rotation du moteur pour que la vitesse de déplacement linéaire de l'objet soit égale à la vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur  $X = f(t)$  on obtient directement sur celui-ci la courbe  $\Delta V = f(\Delta X)$  qui donne les variations du potentiel de surface de l'objet le long de son diamètre. Les résultats sont indiqués pour le tungstène sur la figure III-17 et pour le carbone vitreux sur la figure III-18. Dans les 2 cas, on a étudié ces variations sur la surface propre et recouverte d'oxygène (bien que pour le carbone vitreux, on ait vu que le recouvrement était très lent à reproduire, nous avons supposé que 20 Langmuirs correspondaient à une quantité significative d'oxygène sur la surface).

En reproduisant ces courbes plusieurs fois après nettoyage de l'échantillon, on constate que pour n'importe quel point dont la position peut être repérée au 1/100 de millimètre dans chaque mesure, la reproductibilité sur la mesure de la D.P.C. est de 10 mV environ. La précision d'une mesure en un point donné est de quelques millivolts. Les fluctuations qui se produisent au cours du temps sont dues au "bruit électronique" de l'appareil autant qu'aux interactions gaz-surface sans qu'il soit possible de séparer nettement les deux. On a cependant constaté que, sur une surface contaminée ou recouverte de gaz adsorbés, ces fluctuations de D.P.C. pouvaient dépasser 10 ou même 20 mV. Dans ce cas, elles sont probablement dues à des processus d'adsorption-desorption d'atomes de gaz plus ou moins faiblement liés à la surface. Sur une

surface fraîchement nettoyée et maintenue sous un vide résiduel de  $10^{-10}$  Torr, la D.P.C. mesurée varie généralement de moins de 5 mV pendant une minute. En utilisant pour l'enregistrement continu des courbes  $\Delta V = f(\Delta X)$  des vitesses de déplacement de l'objet face au faisceau d'électrons de l'ordre de 5 mm/minute, on peut minimiser l'influence de ces fluctuations et le profil de potentiel de surface ainsi obtenu indique que les variations locales sont au plus égales à la précision des mesures, c'est-à-dire de l'ordre de 10 à 20 mV. Ces résultats sont valables pour les 2 échantillons, c'est-à-dire que le carbone vitreux propre présente face au V.E.S.P. un potentiel de surface aussi uniforme que le monocristal de tungstène (100). Après une exposition de 20 Langmuirs d'oxygène, les variations locales sont un peu plus importantes que sur le monocristal recouvert d'une couche d'oxygène. Ceci tient probablement au fait que l'oxygène est plus faiblement lié au carbone vitreux qu'au tungstène et que sous l'impact (même faible) des électrons du V.E.S.P. les phénomènes d'adsorption - désorption y sont plus importants.

### III.6. Conclusions

Les faibles variations locales du potentiel de surface observées sur le carbone vitreux sont tout à fait conformes à sa structure décrite plus haut. La faible dimension des grains qui en forment la surface (quelques dizaines d'Angströms) équivaut à une uniformité statistique face à la résolution spatiale des méthodes utilisées (quelques dixièmes de millimètre pour le condensateur vibrant, quelques centièmes pour le V.E.S.P.). Nous verrons dans le prochain chapitre consacré aux sondes à peignes que cette uniformité statistique n'entraîne pas d'erreur appréciable sur la mesure de la température électronique.

La grande inertie du carbone vitreux face à l'oxygène est également liée à la structure de sa surface qui, après usinage présente dans sa quasi-totalité des microfacettes orientées selon les plans de base du graphite. Plusieurs auteurs (45) (46) (47) ont montré que l'adsorption d'oxygène sur ces plans était très faible. GULBRANSEN et ANDREW (47) par exemple, indiquent qu'à 25°C, il faut plusieurs mois pour qu'une surface de graphite dégazée sous vide et exposée à l'air se recouvre d'oxyde. Le carbone vitreux offre, par rapport au graphite, le grand intérêt de pouvoir être moulé avant d'être recuit sous n'importe quelle forme (en particulier sphérique) et de toujours présenter en surface des microfacettes chimiquement inertes. Ceci justifie donc l'emploi qui en est fait, principalement en Europe, dans la réalisation des sondes spatiales.

Dans ce laboratoire, l'expérience ionosphérique EIDI III lancée le 17/2/73 sous la responsabilité de M. ILLIANO (27) a permis d'effectuer des mesures fines de la température électronique en fonction de l'orientation du capteur par rapport au vecteur vitesse de la fusée. La sonde était constituée de 2 calottes sphériques diamétralement opposées sur une même sphère le tout en carbone vitreux.

Aux Etats Unis, BRACE (48) a obtenu d'excellents résultats en mesurant la température électronique du plasma ionosphérique avec des sondes de Langmuir en Rhénium. Une étude comparative entre les 2 matériaux est en cours dans notre laboratoire.

a) Micropores (1)  
et zones graphitiques (2)

b) texture de surface (3)

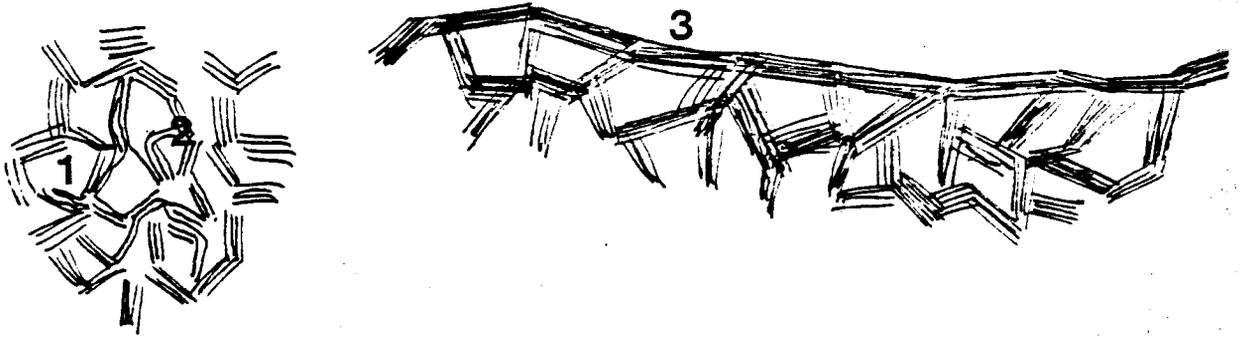


FIGURE III.1 : Texture des carbones vitreux

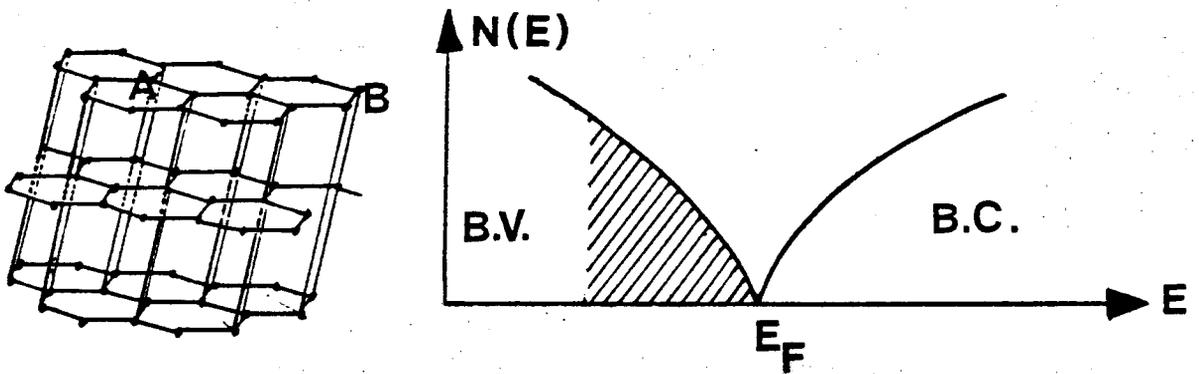


FIGURE III.2 : Structure atomique  
des plans graphitiques

- A) Atomes du réseau
- B) Atome de bordure

FIGURE III.3 : Structure électronique  
du graphite

TABLEAU III.4. : CARACTERISTIQUES DES DIVERS VIDES.

	Atmosphère	Vide Moyen	Haut Vide	Ultra-Vide	Vide "absolu"
Pression (Torr)	760	$10^{-3}$	$10^{-8}$	$10^{-10}$	$10^{-13}$
Densité par unité de volume à 25° C (molécules $\text{cm}^{-3}$ )	$2,5 \times 10^{19}$	$3,2 \times 10^{13}$	$3,2 \times 10^8$	$3,2 \times 10^6$	$3,2 \times 10^3$
Libre parcours moyen pour l'air à 25° C (cm)	$6,6 \times 10^{-6}$	5	$5 \times 10^5$	$5 \times 10^7$	$5 \times 10^{10}$
Temps nécessaire pour former une monocouche de gaz à 25° C si $p = 1$ ( $10^{15}$ atomes $\text{cm}^{-2}$ ) (secondes)	$3,5 \times 10^{-9}$	$2,6 \times 10^{-3}$	$2,6 \times 10^2$	$2,6 \times 10^4$	$2,6 \times 10^7$
Fraction de monocouche formée en 1 minute	$1,7 \times 10^{10}$	$2,3 \times 10^4$	0,23	$2,3 \times 10^{-3}$	$2,3 \times 10^{-6}$

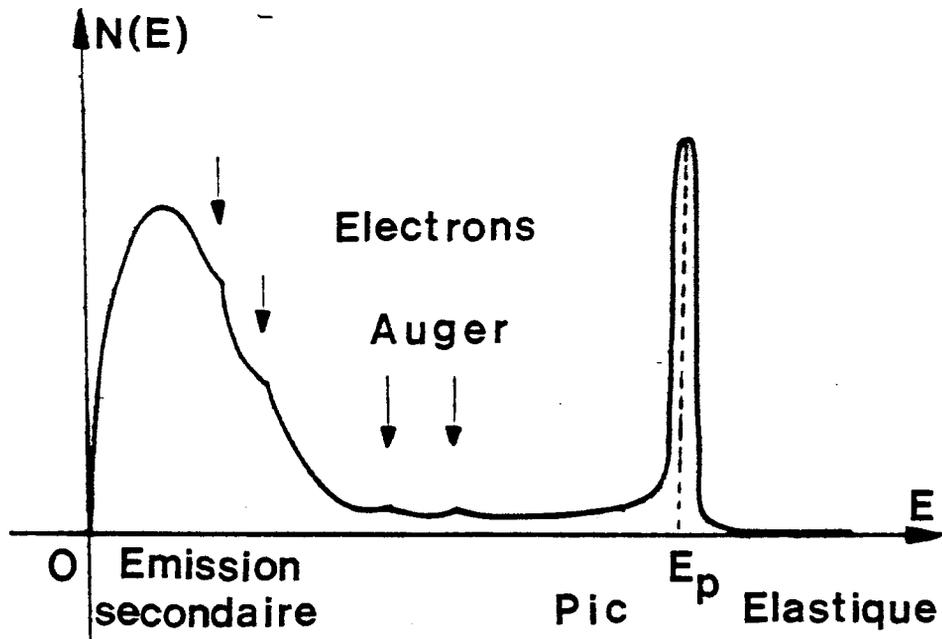


FIGURE III.5 : Distribution énergétique des électrons retrodiffusés par une surface sous l'impact d'un faisceau d'électrons incidents d'énergie  $E_p$ .

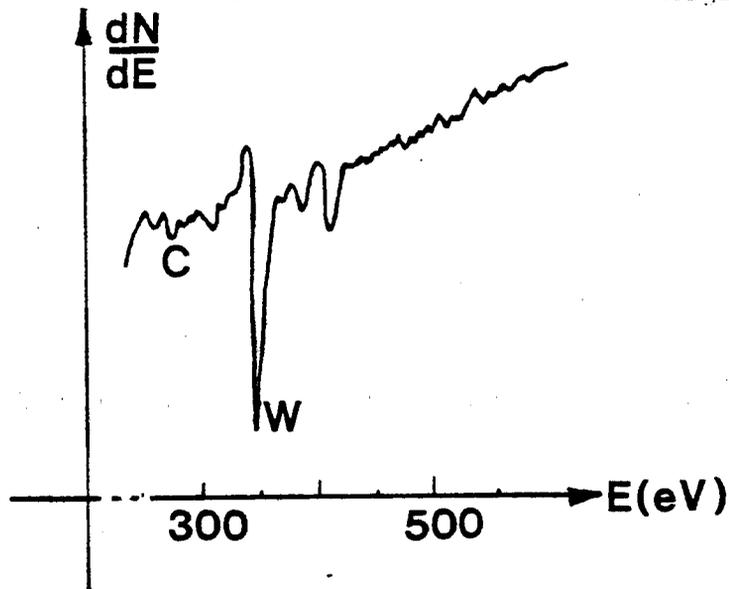


FIGURE III.6. (a) : Spectre AUGER de la surface du tungstène

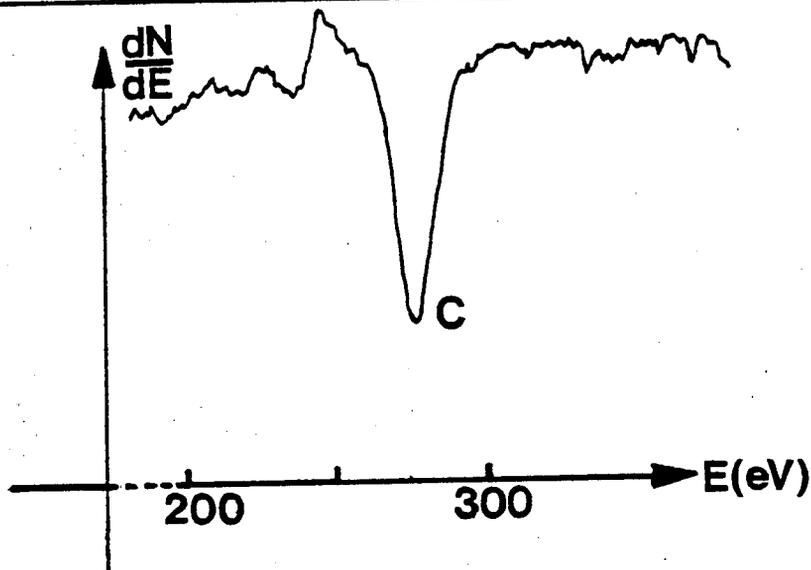


FIGURE III.6. (b) : Spectre AUGER de la surface du carbone vitreux

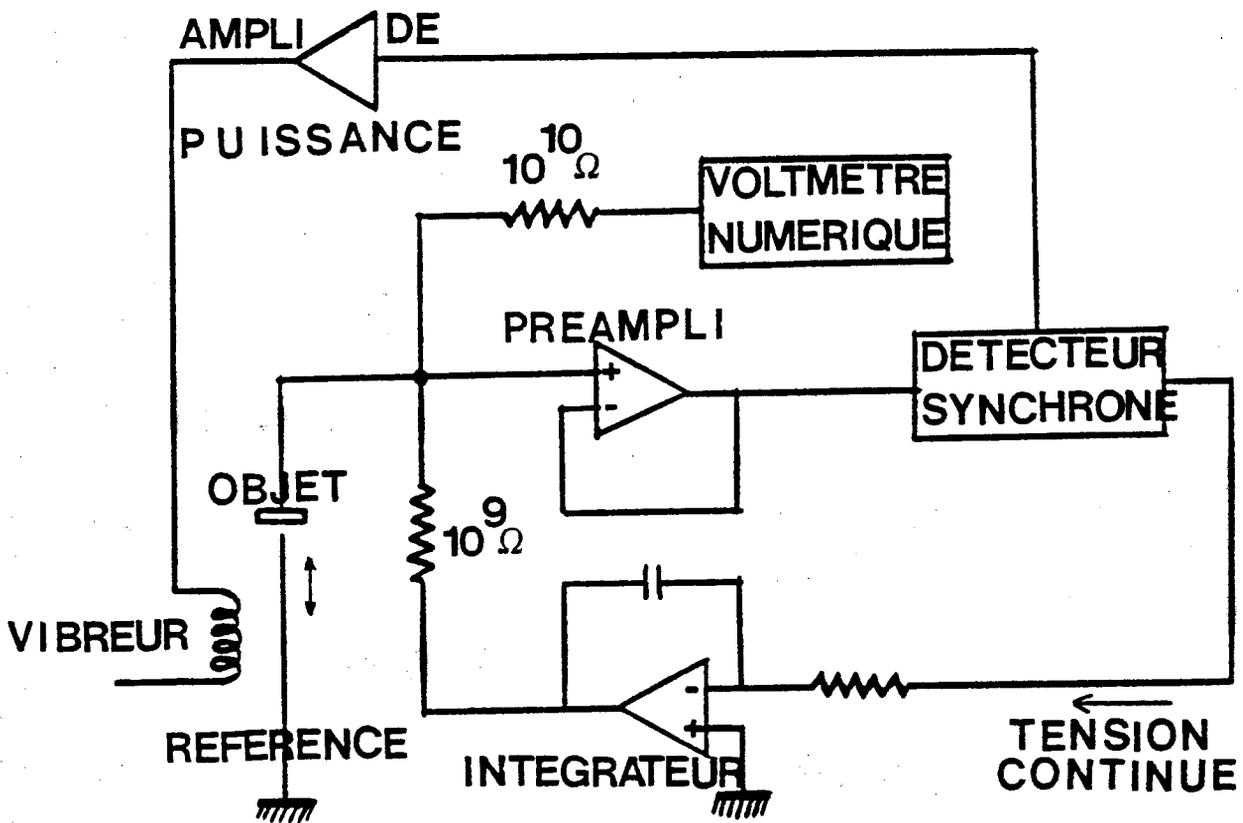


FIGURE III.8 : Circuit de mesure de la méthode du condensateur vibrant

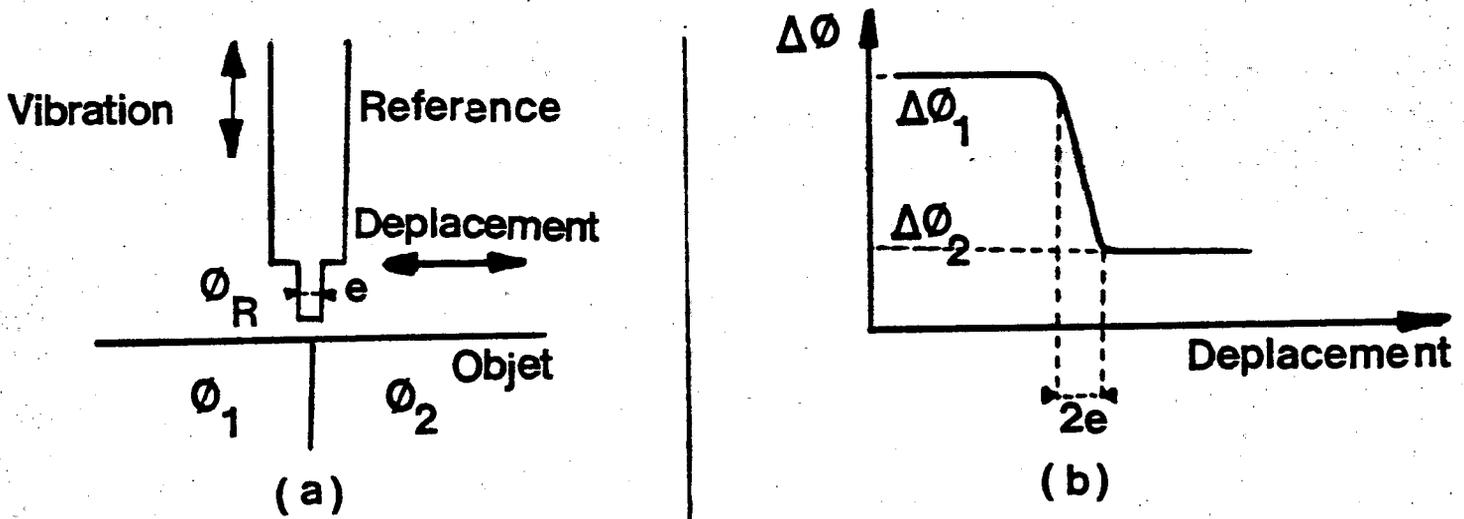
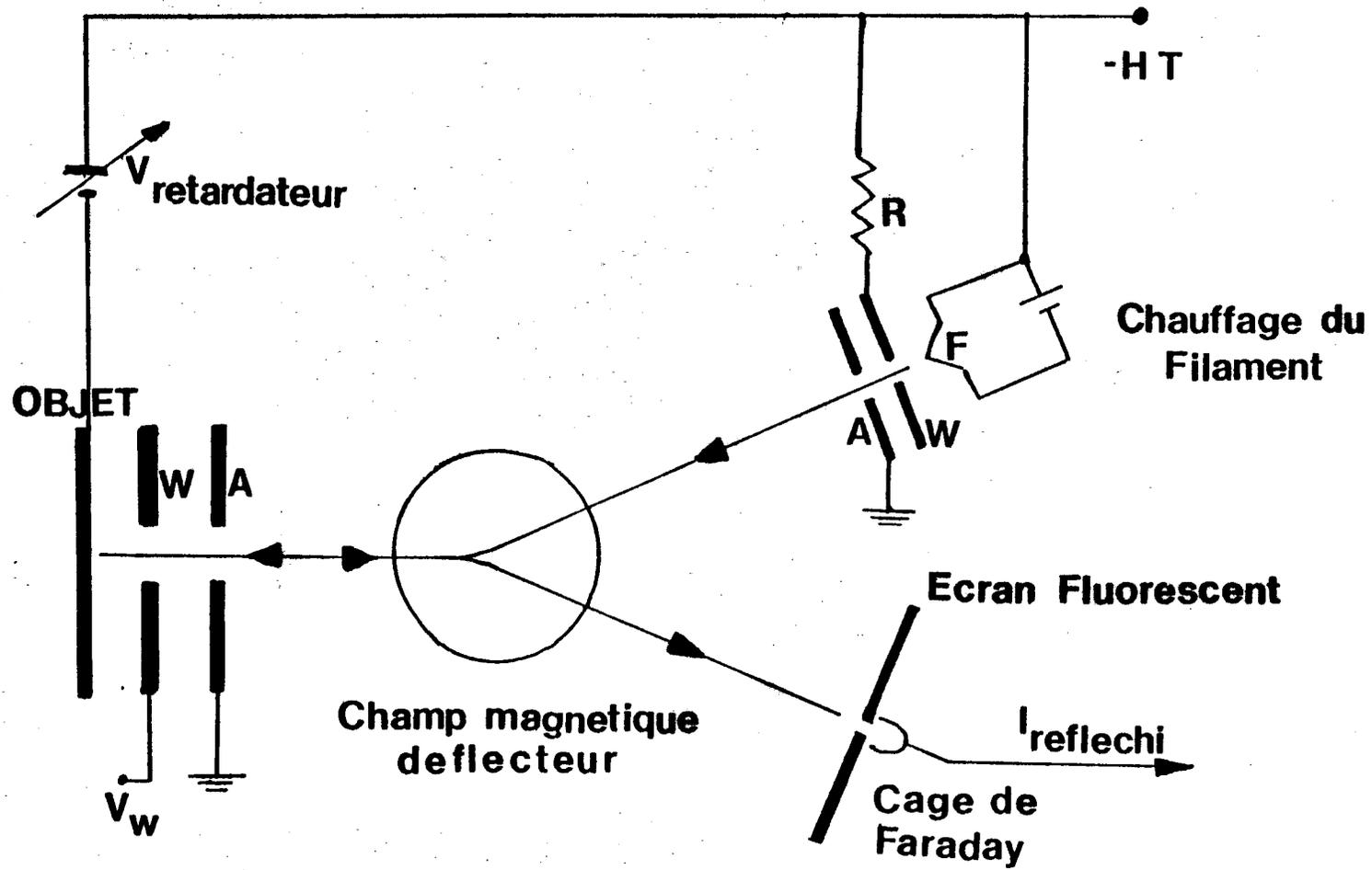


FIGURE III.9 : Détermination expérimentale de la résolution spatiale de la méthode du condensateur vibrant



**FIGURE III.10** : Schéma de principe du V.E.S.P.

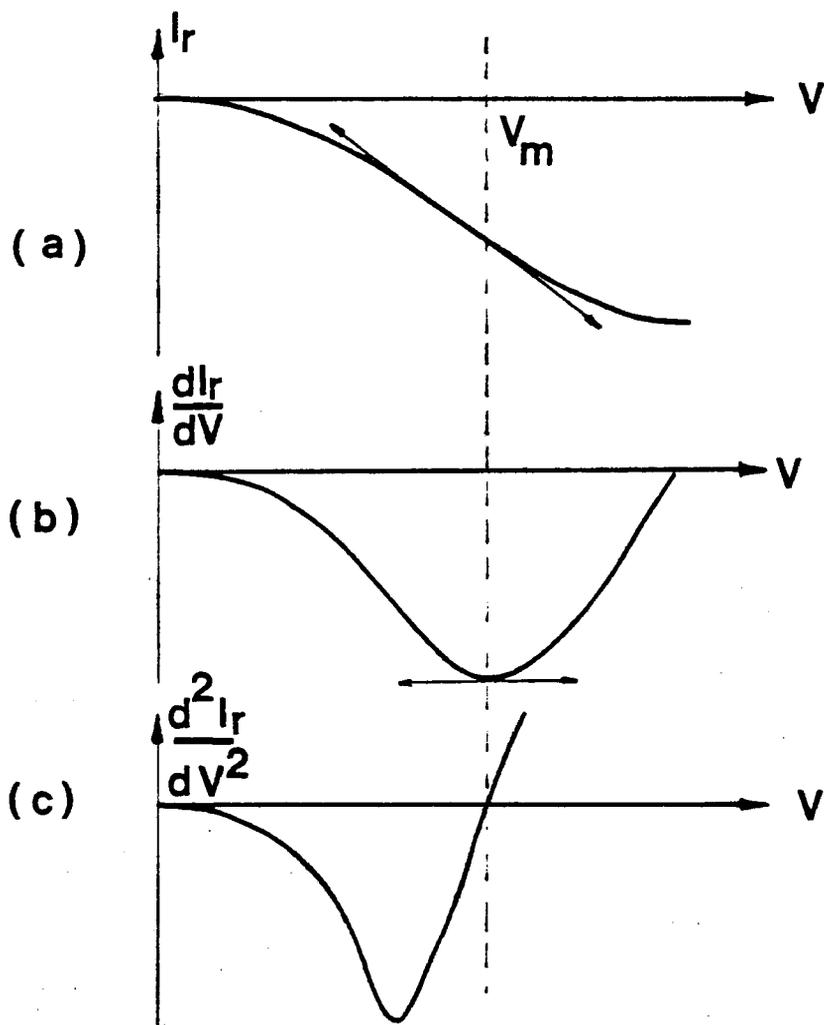


FIGURE III.11 : Courbes caractéristiques du V.E.S.P.

Détermination du point invariant :

a)  $I = f(V)$

b)  $\frac{dI}{dV} = f(V)$

c)  $\frac{d^2I}{dV^2} = f(V)$

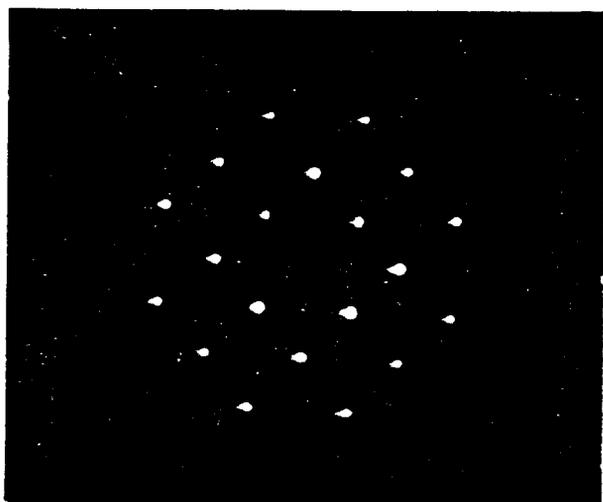


FIGURE III.7 : Diagramme de D.E.L. de la face W (100)

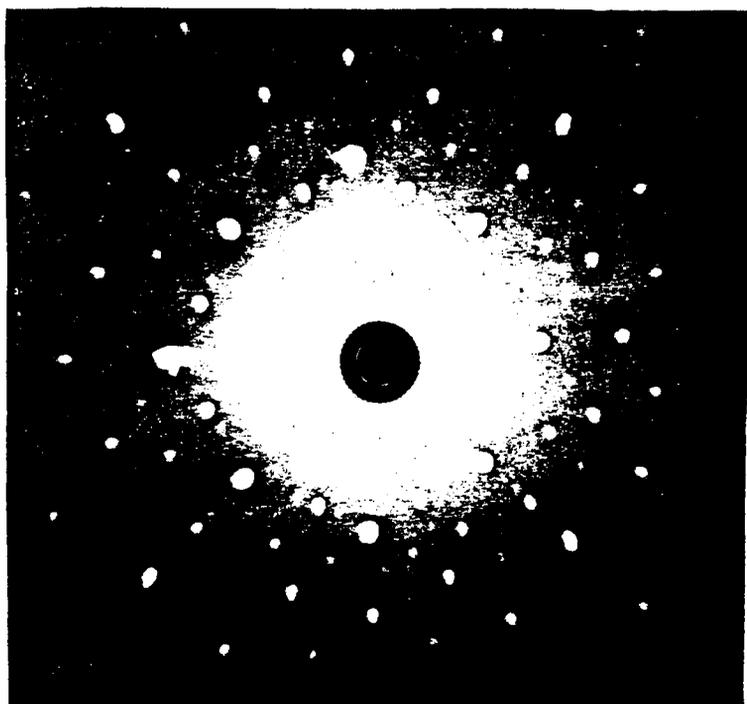
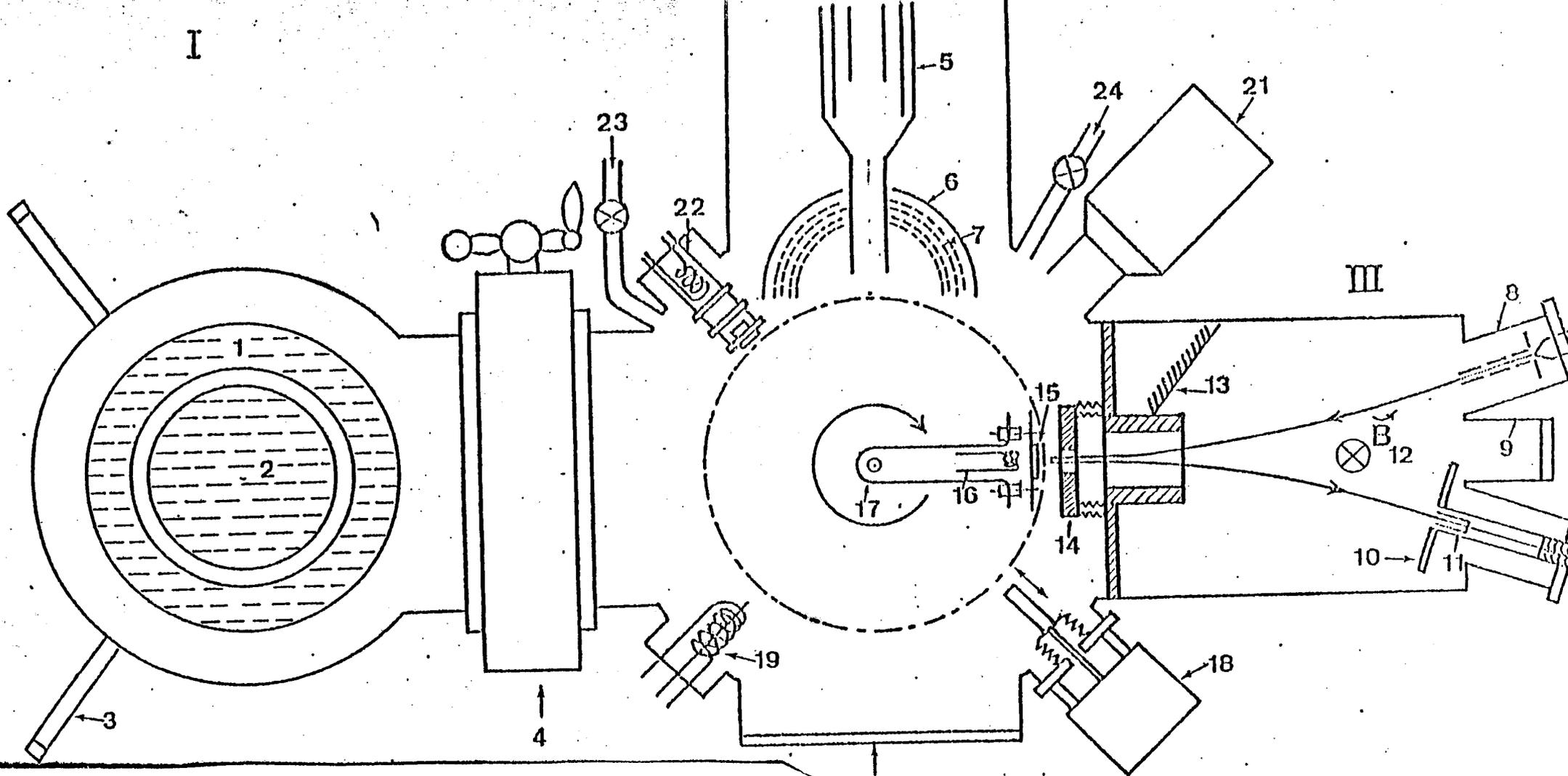


FIGURE III.12 : Diagramme de Laue de la face W (100)



I. POMPE CRYOGENIQUE : Azote liquide (1), hélium liquide (2), support (3), vanne d'isolation (4). II. OPTIQUE AUGER-DEL : Canon à électrons (5), écran fluorescent collecteur (6) grilles à potentiel retardateur (7). III. V.E.S.P. : Canon à électrons (8), hublot (9), écran fluoescnt (10), cage de Faraday (11), champ magnétique (12), miroir de visée (13), Wehnelt objet (14), objet (15). IV. DIVERS : canon à électrons de chauffage (16), manipulateur universel (17), condensateur vibrant (18), jauge à ionisation (19), hublot (20), spectromètre de masse (21), canon à ions (22), entrée d'argon (23), entrée d'oxygène (24).

FIGURE III.13.

SCHEMA DE L'ENCEINTE ULTRA-VIDE

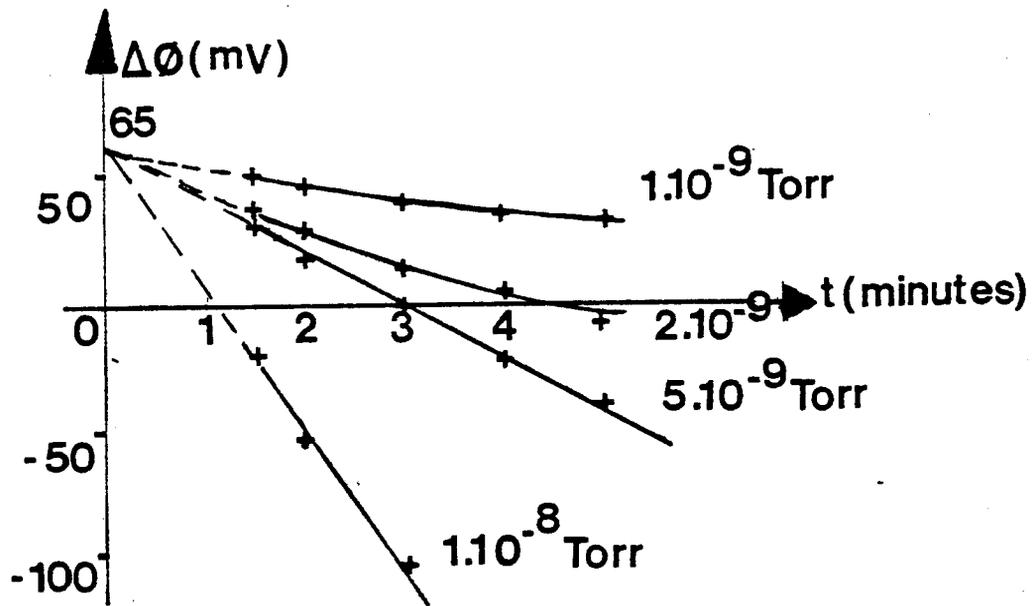


FIGURE III.14 : Influence de la pression sur la vitesse de contamination par les gaz résiduels (mesurée par la variation de la D.P.C.)

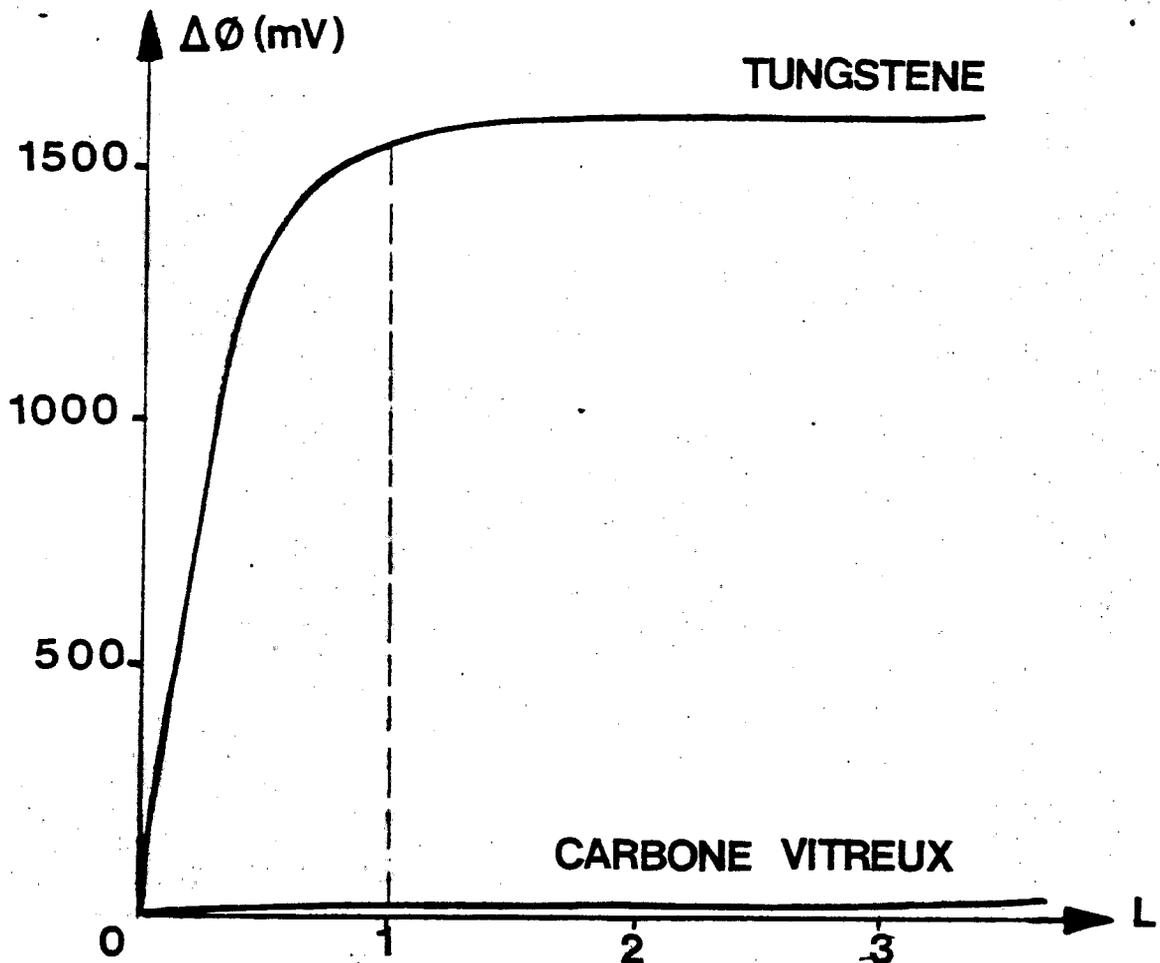
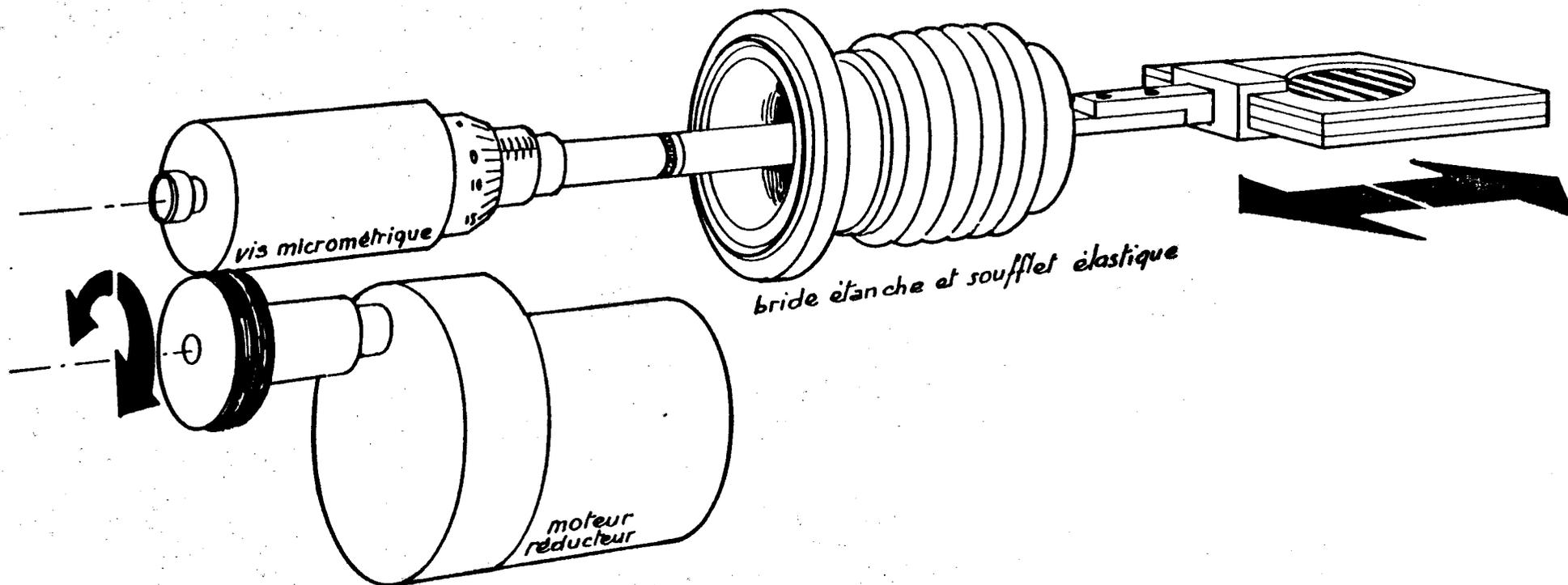


FIGURE III.15 : Variation de la D.P.C. sur le tungstène et le carbone vitreux en fonction de l'exposition à l'oxygène



**FIGURE III.16** : Système de déplacement continu de l'échantillon face au V.E.S.P.  
L'objet représenté est une sonde à peignes (voir chapitre IV)

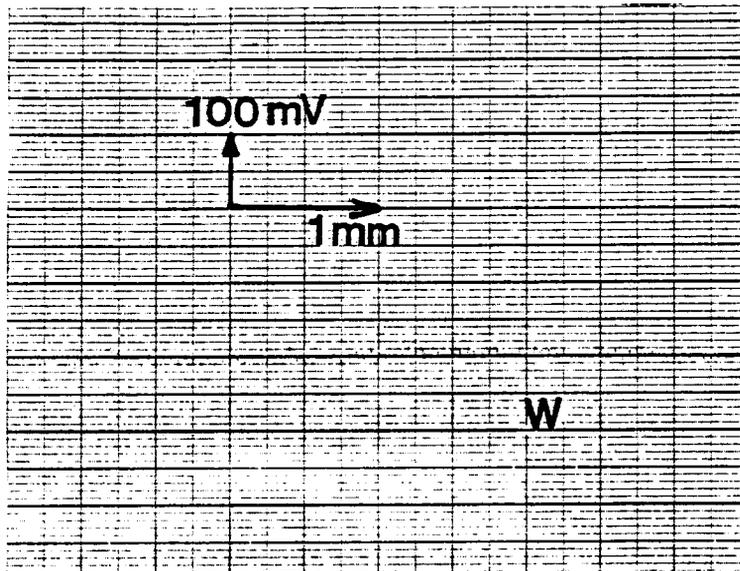


FIGURE III.17 : Variations locales du potentiel de surface sur le tungstène

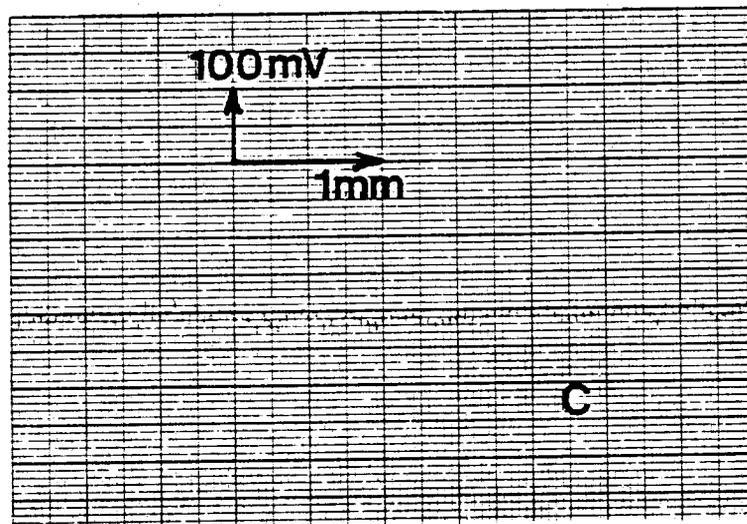


FIGURE III.18 : Variations locales du potentiel de surface sur le carbone vitreux

CHAPITRE IVMESURE DE LA TEMPERATURE ELECTRONIQUE D'UN PLASMA PAR UNE SONDEA PEIGNES

Nous avons déjà mentionné au paragraphe I.3.

l'influence des variations locales du potentiel de surface de la sonde électrostatique sur la mesure de la température électronique d'un plasma. On peut supprimer ces variations locales en utilisant un matériau dont le potentiel de surface est statistiquement uniforme à l'échelle de la longueur de Debye du plasma : c'est le cas du carbone vitreux qui a été étudié dans le chapitre précédent. On peut aussi essayer de faire une évaluation quantitative de l'importance de cette influence. On voit qu'il apparait immédiatement 2 paramètres dont il faudra tenir compte :

- l'amplitude des variations locales du potentiel de surface
- l'extension superficielle de ces variations.

C'est sur la variation de ces paramètres qu'est basée la réalisation des sondes à peignes que nous étudierons dans ce chapitre dont le plan est le suivant : nous rappelons brièvement quelques éléments essentiels sur la sonde plane avant de décrire le principe et la réalisation des sondes à peignes. L'ensemble expérimental utilisé est ensuite décrit. Il se compose principalement d'un gros caisson à plasma et de la 2ème version du V.E.S.P. qu'il a fallu y adapter pour pouvoir faire "in situ" les mesures de potentiel de surface sur une sonde à peignes avant de l'utiliser pour mesurer la température électronique du plasma. Les résultats de ces mesures sont exposés en distinguant l'influence des 2 paramètres mentionnés plus haut.

#### IV.1. La sonde plane à anneau de garde

Lorsqu'une sonde électrostatique est polarisée à une tension  $V$  différente du potentiel plasma  $V_p$ , il apparaît autour d'elle une gaine dont l'épaisseur augmente avec la tension de polarisation. Cette gaine est électronique si  $V > V_p$  et ionique si  $V < V_p$ , mais dans les 2 cas, sa surface augmente en même temps que son épaisseur, ce qui empêche l'obtention d'un palier dans le courant de saturation électronique ou ionique d'une sonde plane de dimension finie. Or, c'est à partir du courant de saturation ionique  $I_{si}$  qu'est mesuré le courant électronique  $I_e$ , grâce auquel on détermine la température électronique  $T_e$  du plasma. (Figure IV.1.). La détermination de  $T_e$  implique donc celle de  $I_{si}$ .

MEDICUS (49) a montré que l'utilisation d'un anneau de garde permet cette détermination. Cet anneau entoure la partie utile de la sonde (surface captrice) et il est porté au même potentiel que celle-ci. La gaine prend alors naissance sur lui et la surface de gaine vue par la surface de la sonde est pratiquement indépendante de la tension de polarisation (figure IV.2), ce qui conduit à un palier de saturation pour le courant électronique ou ionique.

#### IV.2. La sonde à peignes

Les premières études sur ce type de sondes ont été entreprises en 1968 par SEVIN (50) dans ce laboratoire. Il s'agissait alors de remédier à l'influence de l'effet photoélectrique sur la mesure de la densité ionique du plasma ionosphérique. Sous l'action des photons d'origine solaire qui font intervenir en particulier la raie  $\alpha$  de la série de Lyman de l'hydrogène ( $E = 10,2$  eV), les divers matériaux utilisés dans la réalisation des sondes qui ont en général un travail de sortie compris entre 4 et 6 eV, émettent des photoélectrons. Cette émission d'électrons équivaut à la collection par la sonde d'un courant ionique qui perturbe la mesure de la densité ionique du plasma. Cette perturbation est d'autant plus importante que l'on s'élève en altitude car le courant photoélectrique augmente avec le rayonnement solaire pendant que le courant ionique capté par la sonde diminue comme la densité du plasma qui l'entoure.

L'idée développée par Sévin consistait à utiliser une sonde de Langmuir plane faite de bandes conductrices parallèles de même largeur, disposées sur un support isolant en laissant entre elles des intervalles dont la largeur peut éventuellement être différente de celle des bandes. La polarisation de la sonde se fait par 2 autres bandes latérales, perpendiculaires aux précédentes, chacune étant reliée à une bande sur deux. On obtient ainsi 2 peignes encastés l'un dans l'autre dont les bandes conductrices sont les dents et qui donnent son nom à la sonde (Figure IV.3).

#### IV.2.1. Principe de la sonde à peignes

On applique à cette sonde une polarisation différentielle en portant les 2 bandes latérales à des potentiels opposés par rapport au potentiel moyen de la sonde. De cette manière une dent de peigne sur deux sera portée au potentiel  $+\Delta V$  et l'autre sera au potentiel  $-\Delta V$ . On simule ainsi une surface métallique plane à travers laquelle existe une variation périodique du travail de sortie des électrons. Si la largeur de l'interpeigne (c'est à dire l'intervalle entre deux dents voisines) est faible, les champs électriques créés dans le plan de la sonde sont forts mais ils s'atténuent rapidement quand on s'éloigne du plan de la sonde. Si la distance d'atténuation (c'est à dire la distance à partir de laquelle le champ créé par la polarisation différentielle est négligeable) est très inférieure à la longueur de Debye du plasma, la sonde apparaîtra comme une surface équipotentielle pour un ion venant du plasma. Ce n'est qu'au voisinage de la surface, que cet ion sera soumis au champ électrique de la polarisation différentielle et dirigé vers une bande de potentiel négatif. Au contraire un photoélectron émis par une bande de la sonde subit immédiatement l'action de ce champ et devrait être piégé par les bandes positives. Cette sonde devrait donc permettre d'éliminer l'effet néfaste du courant photoélectrique.

En réalité, en calculant les trajectoires des photoélectrons émis par la sonde à peignes, SEVIN (50) a montré que seuls ceux qui provenaient des bandes positives pouvaient y revenir en appliquant un  $\Delta V$  suffisant mais ceux qui provenaient des bandes négatives ne pouvaient pas être piégés. L'effet photoélectrique est donc réduit de moitié par rapport à une sonde plane uniforme de même surface mais il n'est pas supprimé.

Le principe de la sonde à peignes a cependant été repris pour étudier l'influence de variation locale du potentiel de surface sur la mesure de la température électronique d'un plasma. En effet on peut accéder aux 2 paramètres mentionnés au début de ce chapitre,

- amplitude des variations locales du potentiel de surface
- extension superficielle de ces variations

en modifiant soit la polarisation différentielle sur une sonde à peignes donnés, soit la largeur des peignes en utilisant des sondes de pas différents.

La confrontation des résultats expérimentaux avec un modèle théorique n'est malheureusement pas possible dans le cadre de ce travail en raison des difficultés rencontrées par le chercheur de notre équipe chargé de la partie théorique. Il a fallu en effet d'abord traiter le cas de la sonde plane uniforme considérée comme cas limite d'une sonde sphérique ou cylindrique quand le rayon tend vers l'infini et ceci quelque soit le potentiel de la sonde (51). L'extension du modèle utilisé pour étudier des variations périodiques du potentiel de surface est en bonne voie, mais n'a pu être jointe à cette étude qui est donc principalement expérimentale.

#### IV.2.2. Réalisation

Les peignes sont en chrome, photogravés sur un support de pyrex qui peut être chauffé vers  $200^{\circ}$  C pour dégazer la surface. Une couche d'or de quelques dixièmes de micron d'épaisseur est ensuite déposée par évaporation sous vide sur toute la surface de la sonde. Elle a pour but d'éliminer les charges électriques qui s'accumuleraient dans les parties isolantes de la sonde pendant la mesure au V.E.S.P. et perturberaient cette mesure. Dans ces conditions la résistance interpeignes qui était initialement "infinie" devient de quelques  $K\Omega$ , mais le profil du potentiel de surface n'est pas modifié si la couche est suffisamment mince. Les résultats des mesures présentés dans le paragraphe IV.4. confirment que l'on retrouve bien sur la surface de la sonde les potentiels qui y sont appliqués. Quatre trous percés dans les bandes latérales permettent de fixer la sonde par des vis sur un support en cuivre qui est électriquement isolé des peignes par des pastilles de céramique. C'est sur ces vis que se font les connections électriques nécessaires pour appliquer les polarisations et mesurer les courants recueillis. L'anneau de garde est formé par une feuille mince de mica aux dimensions de la sonde, recouvert d'or comme elle sur sa partie extérieure et percé au centre d'un trou de diamètre  $D = 20$  mm qui détermine une zone utile pour la sonde d'aire  $A \simeq 3$  cm<sup>2</sup>. L'ensemble est représenté sur la figure IV.4.

Compte tenu des longueurs de Debye des plasmas réalisables dans le caisson (quelques millimètres à quelques centimètres), nous avons choisi des sondes dont les peignes ont pour largeur respectivement 0,1, , 0,5 et 1 mm, ce qui permet de comparer l'influence des variations périodiques du potentiel de surface sur la mesure de la température électronique, lorsque cette période varie par rapport à la longueur de Debye. Si  $a$  est la largeur du peigne et de l'interpeigne, la période des variations de potentiel est  $P = 4a$  et les largeurs choisies permettent de faire varier le rapport

$$r = \frac{P}{\lambda_D} \quad \text{dans la gamme } 0.1 < r < 1.$$

(pour  $\lambda_D \approx 4 \text{ mm}$ )

Notons que ce rapport peut être modifié en changeant de sonde ou en variant les caractéristiques du plasma (température ou densité électronique). Pour obtenir des valeurs de  $r$  supérieures à 1, il faudrait des sondes de grandes dimensions qui, en collectant un courant trop élevé, perturberaient notablement le plasma.

### IV.3. Ensemble expérimental

Le plasma dont on mesure la température électronique est créé dans un caisson de simulation dans lequel sont également testés les différents capteurs utilisés dans les expériences de recherche spatiale. Le potentiel de surface des sondes à peignes peut être contrôlé "in situ" par un V.E.S.P. dont le principe a déjà été exposé (paragraphe III.3.2.) mais dont il a fallu réaliser une adaptation spéciale pour le caisson à plasma. Nous décrirons rapidement cet ensemble et la procédure expérimentale suivie avant de donner les résultats obtenus.

#### IV.3.1. Le caisson à plasma

Il se compose d'une grande enceinte à vide ( $6 \text{ m}^3$ ) équipée d'une source à plasma et d'un petit ordinateur associé. Chacune de ces parties a fait l'objet de publications qui rendent compte en détail de la réalisation et des performances obtenues (52) (53) et (54). Nous n'en rappellerons ici que l'essentiel.

Les expériences de simulation du plasma ionosphérique nécessitent une grande enceinte avec une vitesse de pompage élevée et un vide résiduel qui permette de limiter les problèmes de contamination à la surface des sondes (voir paragraphe III.2.1.). L'utilisation d'une pompe cryogénique à hélium liquide de vitesse nominale égale à 25 000 litres/seconde pour la vapeur d'eau permet d'obtenir en quelques heures un vide résiduel de quelques  $10^{-8}$  Torr sans étuvage. L'analyse des gaz au spectromètre de masse indique que les pressions partielles des hydrocarbures (provenant principalement des huiles de pompe) sont de l'ordre de  $10^{-11}$  Torr. Une vanne de fuite réglable permet d'introduire de l'Argon à une pression comprise dans la gamme  $10^{-4} - 10^{-6}$  Torr pour produire un plasma dont les caractéristiques sont voisines de celles du plasma ionosphérique.

La source à plasma est du type Kaufman. Elle est basée sur la neutralisation d'un faisceau d'ions extraits d'un plasma de décharge à l'aide d'électrons émis par un filament chauffé dans le faisceau d'ions. Les densités ionique et électronique peuvent varier dans la gamme  $10^2$  à  $10^6$   $\text{cm}^{-3}$ . La température électronique est variable entre 500 et 2500°K. L'homogénéité du plasma est amélioré par un confinement magnétique obtenu en tapissant l'intérieur de l'enceinte avec de petits aimants. L'influence du champ magnétique terrestre est compensée par un système de bobines de Helmholtz rectangulaires qui entourent le caisson.

L'ensemble est représenté sur la Figure IV.5. où on distingue à l'intérieur du caisson ouvert certains capteurs fixés à des chariots mobiles qui permettent de les déplacer sous vide. C'est sur la porte coulissante visible à l'extrême gauche de la figure qu'a été adapté le V.E.S.P.

#### IV.3.2. Le V.E.S.P. du caisson à plasma

La différence principale avec le V.E.S.P. de l'enceinte ultra-vide (paragraphe III.4.2.) est due au support manipulateur d'objet. Compte tenu du gros volume du caisson et de la précision nécessaire dans les déplacements des peignes face au faisceau d'électrons (1/100 de millimètre) on utilise des circuits hydrauliques pour transmettre à des distances de l'ordre du mètre les déplacements avec la précision voulue dans 3 directions perpendiculaires X, Y, Z. Les directions (Y, Z) définissent le plan de la sonde et la direction X est celle du faisceau d'électron et de l'axe horizontal du caisson. Les déplacements dans cette direction servent à la mise au point de l'image et au réglage du grossissement. Dans la direction Z on réalise le centrage en hauteur de la sonde face au faisceau et on mesure les variations du potentiel de surface en déplaçant la sonde dans la direction Y. Il existe par ailleurs 2 mouvements de rotation d'axes perpendiculaires entre eux qui permettent d'explorer les variations du potentiel de surface d'une sphère. Les bobines de Helmholtz qui produisent le champ magnétique déflecteur sont à l'intérieur du caisson dont la grande vitesse de pompage

permet de compenser leur dégazage. Le reste de l'optique (canon à électrons, wehnelt, anode) est essentiellement le même que pour la version ultra-vide et l'électronique est indifféremment utilisable sur les 2. L'ensemble est représenté sur la figure IV.6.

#### IV.3.3. Procédure expérimentale

Avant de mesurer la température électronique du plasma avec une sonde à peignes, on mesure au V.E.S.P. les variations de son potentiel de surface en l'absence de polarisation ou avec une polarisation différentielle appliquée aux peignes. Cette mesure ne peut se faire en présence de plasma en raison de la haute tension utilisée au niveau du canon à électrons et de la sonde. Il se produit en effet des décharges qui perturbent la mesure du potentiel de surface. On rétablit donc le plasma après cette mesure. Les ions Argon ne contaminent pratiquement pas la surface qui est en outre chimiquement inerte grâce à la couche d'or qui la recouvre. On a vérifié qu'une exposition de la sonde à un plasma d'Argon de quelques  $10^{-6}$  Torr pendant 10 minutes introduit en un point quelconque de la surface une variation de D.P.C. inférieure à 20 mV si le vide résiduel préalable est de l'ordre de  $10^{-8}$  Torr. Ceci permet de tracer la caractéristique  $I = f(V)$  de la sonde pour différentes polarisations appliquées sans qu'il y ait de contamination notable de la surface. On peut ensuite nettoyer la sonde en la chauffant par bombardement électronique vers  $200^{\circ}\text{C}$  pendant quelques minutes. On applique pour cela sur un support en cuivre une tension positive de 1 kV par rapport à un filament de tungstène placé quelques millimètres derrière lui et chauffé vers  $2500^{\circ}\text{C}$ . Un courant de l'ordre de 30 mA émis par le filament dans ces conditions est réparti dans la masse du support, ce qui assure un chauffage homogène de la sonde en pyrex qui casserait sous l'effet d'un chauffage trop localisé. L'analyse au spectromètre de masse des gaz désorbés pendant le chauffage montre que les principaux contaminants de la surface sont l'eau ( $M = 18$ ) et le monoxyde de carbone ( $M = 28$ ). Ces résultats sont conformes à ceux de HIRAO et OYAMA (6).

La mesure de la température électronique du plasma se fait à partir de la caractéristique courant/tension de la sonde (voir paragraphe I.2.). Le dispositif d'enregistrement de cette courbe est représenté sur la figure IV.7. Les 2 peignes de la sonde sont polarisés par 2 circuits identiques formés d'une pile et d'un potentiomètre 10 tours qui permettent de faire varier la polarisation de manière précise entre 0 et  $\pm 1,5$  Volts. On reçoit le courant total collecté par les 2 peignes au point O où s'applique la tension en "dent de scie" fournie par un générateur basse fréquence : la fréquence de travail est de l'ordre de 0,1 Hertz et le balayage se fait sur quelques volts de part et d'autre du zéro. Cette tension est également appliquée à l'anneau de garde et envoyée sur la voie X d'une table traçante. Le courant reçu en O est amplifié et la tension de sortie de l'amplificateur qui lui est proportionnelle ( $1 \text{ Volt} \longleftrightarrow 10^{-6} \text{ Ampère}$ ) est envoyée sur la voie Y de la table. L'amplificateur, comme les circuits de polarisation, est alimenté par des batteries d'accumulateurs pour éviter les courants de fuite à travers le secteur.

On peut calculer la température électronique par un dépouillement "manuel" de la courbe  $I = f(V)$  reportée en coordonnées semi-logarithmiques pour déterminer la pente de la droite  $\log I_e = f(V)$ . On peut aussi utiliser un programme mis au point dans ce laboratoire par GILLE (55) pour le calculateur T 2000 associé au caisson à plasma. Dans ce cas c'est le calculateur qui génère la rampe de balayage et effectue les différentes opérations (détermination du courant de saturation ionique ; calcul de  $I_e$ , de  $\log I_e$  et de  $T_e$ ): la répétition automatique du programme à une cadence de plusieurs mesures par minute permet en accumulant un grand nombre de données de compenser l'imprécision qui peut exister en particulier dans le tracé de la partie linéaire de  $\log I_e = f(V)$  et donc dans la détermination de  $T_e$  (voir Annexe).

On a généralement utilisé la table traçante et le dépouillement manuel pour illustrer qualitativement les variations de la température électronique mesurée (qui se traduisent par un changement de courbure dans le coude de la caractéristique courant/tension) et pour vérifier le caractère maxwellien du plasma (qui se traduit par la linéarité de la courbe  $\log I_e = f(V)$  entre le potentiel flottant et le potentiel plasma). Le traitement par le calculateur a cependant permis d'obtenir une meilleure précision dans les mesures comme le montreront les considérations statistiques exposées au § IV.5.4.

#### IV.4. Mesure des variations du potentiel de surface

Nous avons mesuré les variations du potentiel de surface de la sonde à peignes le long d'une direction perpendiculaire aux peignes en utilisant le dispositif de déplacement continu de l'objet décrit au paragraphe III.5.2. et représenté sur la figure III.16. Ces variations dépendent des polarisations appliquées aux peignes mais également de l'épaisseur de la couche d'or préalablement déposée sur la sonde et dont nous examinerons l'influence en l'absence de polarisation appliquée. Ces mesures ont été faites "en continu" dans l'enceinte à ultra-vide et refaites "point par point" dans le caisson à plasma.

##### IV.4.1. Influence de l'épaisseur de la couche d'or

La mesure des variations du potentiel de surface par le V.E.S.P. nécessite que toute la surface de la sonde soit recouverte d'une mince couche d'or pour éliminer les charges superficielles qui s'accumuleraient sur les parties isolantes lors de l'impact du faisceau d'électrons. L'épaisseur optimale de la couche a été déterminée empiriquement en tenant compte des 2 cas extrêmes :

- une couche trop mince est discontinue et la ségrégation des atomes d'or en "îlots" a tendance à augmenter quand on chauffe la sonde pour en dégazer la surface. La limite inférieure semble être de l'ordre de 500 Å .

- une couche trop épaisse court-circuite les peignes qui ne peuvent plus être polarisés séparément. Il faut que la résistance entre les 2 peignes soit de l'ordre du  $k \Omega$  pour que les polarisations appliquées donnent des variations correspondantes du potentiel de surface, l'épaisseur de la couche ne doit pas dépasser quelques milliers d'Angströms.

L'épaisseur de la couche d'or déposée est estimée en supposant que toute la masse d'or  $dm$  évaporée à une distance  $R$  perpendiculairement à la sonde est répartie dans une pellicule sphérique d'épaisseur  $dR$  et de rayon  $R$  dont le volume est :

$$dV = 4 \pi R^2 dR$$

Si  $\rho$  est la masse volumique de l'or ( $\rho \approx 19,8 \text{ g/cm}^3$ ) la relation

$$dm = \rho dV = 4 \pi R^2 \rho dR$$

permet de calculer l'épaisseur  $e = dR$  de la couche d'or déposée en pesant  $dm$  et en mesurant  $R$ . Cette estimation, bien que grossière, a permis de distinguer deux cas dans le domaine 500 - 5000 Å .

Si  $e < 1000 \text{ Å}$ , les différences de potentiel de surface entre les peignes métalliques et les interpeignes isolants restent visibles même en l'absence de polarisations appliquées sur les peignes. Elles peuvent atteindre quelques centaines de millivolts qui se superposeront aux variations obtenues en appliquant les polarisations. Un exemple de ce cas est donné dans la figure IV.8. (a). Il est évident que dans ces conditions la sonde à peignes ne sera pas sensible à des polarisations du même ordre que ces variations initiales. Ce cas sera illustré dans le paragraphe consacré à la mesure de la température électronique du plasma.

Si  $e > 1000 \text{ Å}$ , la couche d'or déposée uniformise le potentiel de surface de la sonde en l'absence de polarisation appliquée. La figure IV.8. (b) montre que les variations locales du potentiel de surface sont inférieures à 10 mV (ce qui correspond à une variation de la température électronique voisine de 100° K).

Pour les fortes épaisseurs, il n'y a pas de rupture brutale pour une valeur donnée, mais un "écrasement" progressif des variations du potentiel de surface en présence d'une polarisation donnée. On peut cependant considérer que dans le domaine 1000 - 5000 Å les polarisations appliquées sont transmises à plus de 90 %.

#### IV.4.2. Influence de la polarisation des peignes

Nous ne considérons ici que le cas des sondes recouvertes d'une épaisseur d'or comprise dans le domaine 1000 - 5000 Å pour lesquelles le potentiel de surface est uniforme en l'absence de polarisation et présente ensuite des variations correspondantes aux polarisations appliquées. Les autres cas ont été examinés dans le paragraphe précédent. La figure IV.9. montre ces variations mesurées sur une sonde au pas de 1 mm à laquelle on applique successivement des polarisations égales à 0,  $\pm 100$ ,  $\pm 200$ ,  $\pm 300$ ,  $\pm 400$ ,  $\pm 500$  et  $\pm 1000$  mV. Ces valeurs ont été choisies pour simuler les variations de travail de sortie réellement observées entre les différents grains d'une surface polycristalline et qui sont généralement de l'ordre de quelques centaines de millivolts.

On constate que le potentiel de surface est uniforme sur toute la largeur d'un peigne et varie de manière linéaire dans "l'interpeigne" en restant constant au centre de cet interpeigne quelles que soient les polarisations appliquées sur les peignes. Ces variations mesurées le long de différents axes perpendiculaires à la direction des peignes sont identiques si la résistivité superficielle des peignes est négligeable par rapport à celle de la couche d'or. Ceci est généralement le cas compte tenu des épaisseurs relatives des couches de chrome photogravé et d'or évaporé. Dans certains cas, cependant, un défaut de fabrication entraînant une oxydation partielle du chrome a donné lieu à une résistivité superficielle de l'ordre de 1 K $\Omega$ /cm le long d'un peigne (c'est à dire comparable à celle de la couche d'or). Ceci entraîne qu'entre les deux points d'application des polarisations appliquées aux peignes, le potentiel de surface varie de manière uniforme. Les mesures de température électronique en fonction des polarisations appliquées se traduisent, dans ce cas, par une simple translation de la caractéristique courant/tension et non par un changement de pente (voir paragraphe IV.5.1). Ces sondes défectueuses ont été éliminées dans la suite de cette étude.

#### IV.5. Mesure de la température électronique

La température électronique  $T_e$  d'un plasma de longueur de Debye  $\lambda_D$  a été mesurée avec des sondes à peignes de périodes  $P$  différentes auxquelles ont été appliquées des polarisations  $\Delta V$  variables. Les résultats des mesures peuvent s'exprimer sous la forme

$$T_e = f(\Delta V, P, \lambda_D)$$

Nous avons d'abord mesuré les variations  $T_e = f(\Delta V)$  pour une sonde donnée et un certain plasma. Nous avons ensuite étudié l'influence des 2 autres paramètres sur ces mesures soit en changeant de sonde (variation de  $P$ ) soit en modifiant le plasma (variation de  $\lambda_D$ ). Dans tous les cas, nous avons pris comme référence la température électronique mesurée par une sonde sphérique en carbone vitreux placée au voisinage des sondes à peignes étudiées. Cette sonde de référence comporte une calotte isolée du reste de la sphère comme dans le cas de l'expérience EIDI III réalisée par ILLIANO (27) et mentionnée au paragraphe III.6. Des mesures récentes faites dans le même caisson à plasma par DEBRIE, ILLIANO et ARNAL (56) ont montré que les températures mesurées par cette sonde et par une sonde à radiofréquence du type quadripolaire (57) placées dans les mêmes conditions concordent à 5 % près dans l'intervalle compris entre 300 et 1800°K. Nous discuterons au paragraphe IV.5.4. la précision des mesures de la présente étude.

#### IV.5.1. Influence de la polarisation

Nous présentons ici les résultats obtenus dans un plasma donné dont la longueur de Debye  $\lambda_D$  est calculée en utilisant la valeur  $T_e$  de la température mesurée par la sonde en carbone vitreux et la valeur  $f_p$  de la fréquence plasma donnée par la sonde à radio-fréquence de RENARD (58) qui sera décrite au paragraphe IV.5.3. La sonde à peignes utilisée correspond à une période  $P = 2$  mm (pas de 0,5 mm).

Les caractéristiques courant/tension ont toutes été tracées à la même échelle en faisant varier la polarisation appliquée aux peignes entre 0 et  $\pm 1$  volt ce qui correspond aux variations du potentiel de surface représentées sur la figure IV.9. Le réseau de courbes ainsi obtenu (Figure IV.10) montre clairement le changement de courbure dans la partie exponentielle, visible dès que l'on applique une polarisation de  $\pm 100$  mV, qui traduit des températures mesurées de plus en plus élevées quand la polarisation augmente. Le dépouillement "manuel" de ces courbes en coordonnées semi-logarithmiques (Figure IV.11) indique que, dans tous les cas, la linéarité est conservée (ce qui prouve que le test de linéarité n'est pas significatif pour conclure qu'une sonde électrostatique donne une température correcte). Les températures ainsi mesurées sont indiquées sur la figure IV.11. Si on les compare avec les valeurs mesurées par le calculateur T 2000 telles qu'elles se présentent dans le tableau IV.12, où les valeurs indiquées sont, dans chaque cas, les valeurs moyennes d'une série de 30 mesures consécutives suivies de l'écart type par rapport à cette moyenne (voir paragraphe IV.5.4.), on voit que l'accord entre les 2 méthodes est de l'ordre de quelques pour cent.

On remarque aussi que la température électronique donnée par la sonde de référence en carbone vitreux ( $1030^\circ\text{K}$ ) et la température donnée par la sonde à peignes non polarisée ( $1060^\circ\text{K}$ ) placée à proximité dans le même plasma sont très voisines et on supposera que cette valeur commune est la température "réelle" du plasma.

#### IV.5.2. Influence de la largeur des peignes de la sonde

Nous avons placé côte à côte dans le même plasma 3 sondes dont les peignes avaient respectivement pour largeur 0,1, 0,5, et 1 mm et qui pouvaient être séparément polarisés entre 0 et  $\pm 1,5$  Volts. Les résultats montrant les variations de la température mesurée (valeur moyenne d'une série de 30 valeurs calculées par le T 2000) en fonction des polarisations appliquées sont représentés pour les 3 sondes sur la figure IV.14. On voit que pour des faibles polarisations, la température mesurée varie peu sur les sondes les plus fines, pour lesquelles la période des variations du potentiel de surface est inférieure à la longueur de Debye du plasma. Pour la sonde au pas de 1 mm ( $P = 4$  mm) la variation est beaucoup plus rapide. Dans le cas représenté sur la figure IV.14, la température mesurée en l'absence de polarisation est la même pour les 3 sondes :  $T_e \simeq 1050^\circ \pm 20^\circ\text{K}$ . Avec une polarisation de  $\pm 500$  mV, les températures mesurées sont respectivement :

<u>Pas de la sonde (mm)</u>	<u>Température mesurée (<math>^\circ\text{K}</math>)</u>
0.1	$1170 \pm 20$
0.5	$1270 \pm 25$
1	$1780 \pm 25$

En appliquant des polarisations de plus en plus élevées, on constate que la valeur de la température mesurée par la sonde au pas de 0.1 mm se rapproche de celle mesurée par la sonde au pas de 1 mm, alors que la sonde au pas de 0.5 mm mesure des températures nettement plus faibles que les 2 autres pour des polarisations supérieures à  $\pm 1$  Volt.

On peut noter que les 3 courbes présentent une partie linéaire qui commence vers  $\Delta V = \pm 1$  Volt pour les 2 sondes les plus fines et dès  $\Delta V = \pm 0,3$  Volt pour la sonde au pas de 1 mm qui est la plus sensible dès que l'on applique une polarisation supérieure à  $\pm 100$  mV. L'application d'une polarisation inférieure à cette valeur n'introduit pas de variation significative dans la mesure de la température électronique obtenue avec la sonde non-polarisée. On remarquera que cette valeur limite correspond, en gros, à l'énergie thermique des électrons dont on mesure la température :

$$\Delta V \simeq \frac{kT_e}{e}$$

Il faut noter l'importance des variations de la température électronique mesurée par la sonde au pas de 1 mm en fonction de la polarisation appliquée : la valeur mesurée avec  $\Delta V = \pm 1$  Volt est environ égale au triple de celle mesurée quand  $\Delta V = 0$  (2930°K au lieu de 1050°K). On peut aussi remarquer que, si les variations du potentiel à la surface de la sonde sont importantes, elles influent sur la mesure de la température, même si leur échelle spatiale est inférieure à la longueur de Debye du plasma.

### IV.5.3. Influence de la longueur de Debye du plasma

Nous avons vu au paragraphe I.1 que cette grandeur dépendait de la densité et de la température électronique du plasma par les relations :

$$\lambda_D = \left[ \frac{\epsilon_0 kT_e}{n_e e} \right]^{1/2}$$

et

$$\lambda_D (\text{nm}) = \frac{630 \sqrt{T_e (\text{°K})}}{f_p (\text{KHz})}$$

C'est cette seconde relation qui, en pratique, permet de calculer  $\lambda_D$  à partir de la mesure de  $T_e$  et  $f_p$ . Nous avons déjà indiqué que  $T_e$  était donné par la sonde de référence en carbone vitreux. La fréquence plasma  $f_p$  qui est directement liée à la densité par la relation

$$f_p (\text{KHz}) = 9 \sqrt{n_e (\text{cm}^{-3})}$$

est mesurée de manière continue par une sonde à radiofréquence mise au point par RENARD (58). C'est un système formé de 2 antennes reliées à un amplificateur à haute impédance monté en contre-réaction, qui, plongé dans un plasma de fréquence  $f_p$ , présente une oscillation entretenue à la fréquence

$$f_R = \frac{f_p}{\sqrt{2}}$$

En mesurant en permanence  $f_R$ , donné par un fréquencemètre, le calculateur peut afficher la fréquence plasma  $f_p = f_R \sqrt{2}$  en même temps que la température électronique mesurée par une sonde à peignes ou par la sonde de référence. On vérifie ainsi la stabilité du plasma au cours du temps. Sur une période d'une dizaine de minutes, nécessaire pour effectuer une série de mesures, le rapport de l'écart type à la valeur moyenne calculée est de l'ordre de 0,1 à 0,3 %. Si on considère ces variations sur plusieurs heures, on constate qu'après une période de stabilisation de la source qui est de l'ordre de 2 heures, elles ne dépassent généralement pas 1 %.

On peut modifier la longueur de Debye du plasma en modifiant sa température ou sa densité électroniques. Au niveau de la source, ces 2 paramètres ne sont pas complètement indépendants : une faible densité correspond à une forte température et réciproquement. En présence du champ magnétique de confinement qui améliore l'homogénéité du plasma dans le caisson, la plage de variation de la température électronique est réduite à l'intervalle 900 - 1600°K et celle de la densité électronique à l'intervalle  $10^5 - 2 \times 10^6$  e/cm<sup>3</sup> (soit 3 à 13 MHz pour la fréquence plasma). Dans ces conditions la longueur de Debye donnée par la formule

$$\lambda_D \text{ (mm)} = \frac{630 \sqrt{T_e \text{ (°K)}}}{f_p \text{ (KHz)}}$$

peut varier dans l'intervalle 1,5 - 8,5 mm.

Le comportement des 3 sondes reste semblable à celui de la figure IV.14 quand on fait varier  $\lambda_D$  dans l'intervalle défini plus haut. Il n'y a pas d'influence de la longueur de Debye sur la mesure de la température autre que le changement de température initiale (quand  $\Delta V = 0$ ) et le décalage correspondant des courbes de la figure IV.14.

On a représenté sur la figure IV.15. les valeurs de la température électronique mesurée par la sonde au pas de 1 mm (qui est la plus sensible), polarisée à différentes valeurs et dans différents plasmas. Les courbes  $T_e = f(\lambda_D)$  pour des valeurs de  $\Delta V$  respectivement égales à 0,  $\pm 0,5$ ,  $\pm 1$  et  $\pm 1,5$  Volt sont des droites parallèles dont la pente correspond à la variation de température électronique initiale, liée à la variation de  $\lambda_D$ . L'écart important sur la dernière mesure faite à  $\lambda_D = 7,5$  mm s'explique sans doute par la grande perturbation qu'introduit la sonde dans un plasma peu dense.

#### IV.5.4. Signification et précision des mesures

La définition sans ambiguïté d'une température électronique unique pour un plasma donné implique une distribution maxwellienne pour les vitesses des électrons. La partie exponentielle de la caractéristique courant/tension se traduit alors en coordonnées semi-logarithmiques par une droite dont la pente est inversement proportionnelle à la température électronique. Dans la plupart des cas, cette droite passe en dehors de certains points qui traduisent l'existence "d'électrons chauds". Si la sonde est polluée, la partie linéaire peut être réduite, ce qui introduit une imprécision sur la détermination de sa pente. Les polarisations appliquées sur les sondes à peignes peuvent avoir le même effet et seule l'accumulation de données peut permettre une mesure statistiquement significative. On a choisi de faire la moyenne de 30 mesures successives ce qui est une valeur généralement considérée comme suffisante (en éliminant éventuellement à priori toute valeur franchement aberrante). En suivant l'évolution de cette moyenne et de l'écart type, par exemple après chaque série de cinq mesures, on constate la convergence de la moyenne vers une valeur qui, après 30 mesures, reste constante à quelques degrés près, alors que l'écart type ne varie pratiquement pas depuis le début. La figure IV.16. reproduit à titre d'exemple un "listing" des valeurs mesurées pour la température électronique (en °K) et la fréquence plasma (en kHz) dans le cas de la sonde au pas de 0.5 mm polarisée à  $\pm 200$  mV. Les valeurs en marge représentent l'évolution de la moyenne et de l'écart type. Cette évolution, observée dans tous les cas, permet de considérer que la distribution des valeurs mesurées est gaussienne autour de la valeur moyenne que l'on considère comme la "vraie" valeur. Il est intéressant de noter que l'écart type reste à peu près le même quelle que soit la polarisation appliquée et quelle que soit la sonde. Il dépend de la stabilité du plasma et en particulier varie environ d'un facteur 2 quand en l'absence d'hélium liquide on est obligé de travailler à haute pression ce qui introduit un bruit considérable dans le plasma.

Dans ces conditions on a pu détecter dans un plasma à 1000°K des variations de la température mesurée de l'ordre de 20°K pour une polarisation appliquée de  $\pm 100$  mV. Bien que l'écart type soit lui-même proche de cette valeur, la convergence des valeurs moyennes et leur caractère reproductible à quelques degrés près d'une série de mesures à l'autre permet d'accorder une certaine confiance à ces résultats qui correspondent à la détection d'une variation de température de 2%.

Cette variation est également décelable dans le dépouillement "manuel" des caractéristiques ( $T_e = 1010^\circ\text{K}$  pour  $\Delta V = 0$  et  $T_e = 1030^\circ$  pour  $\Delta V = \pm 100$  mV) mais l'imprécision dans le tracé de la droite  $\log I_e = f(V)$  ne permet pas de la considérer comme significative. En effet, si on considère la variation de  $\log I_e$  entre 2 décades consécutives la formule

$$T_e = 5040 \frac{dV}{d(\log I_e)}$$

devient

$$T_e = 5040 \delta V$$

où  $\delta V$  est la variation de tension correspondante entre les 2 décades de  $I_e$

et l'erreur relative commise sur la mesure  $T_e$  s'écrit :

$$\frac{\Delta T_e}{T_e} = \frac{\Delta(\delta V)}{\delta V}$$

à l'échelle de la figure IV.11, sur la courbe O,  $\delta V \simeq 40$  mm et  $\Delta(\delta V) \simeq 1$  mm.

Donc

$$\frac{\Delta T_e}{T_e} \simeq 2,5 \%$$

L'imprécision sur la détermination d'une température est de l'ordre de grandeur des variations mesurées entre deux températures correspondant à des polarisations différentes. Il n'y a ici aucune possibilité de lever cette indétermination. Seule l'accumulation de données par le calculateur et leur étude statistique permet d'extraire des mesures significatives de faibles variations de la température électronique. En améliorant la chaîne d'acquisition des données (meilleur filtrage du bruit dans le plasma et dans le circuit de polarisation et de mesure, augmentation du nombre de points utilisés par le calculateur dans la rampe de balayage et amélioration du programme de calcul) on peut espérer que des variations de température électronique inférieures à 1 % seront prochainement mesurables.

On peut d'ailleurs remarquer que si l'écart type d'une série de N mesures par rapport à la valeur moyenne est égale à  $e$ , l'écart type de la moyenne elle-même par rapport à la valeur "vraie" est donné par :

$$\epsilon = \frac{e}{\sqrt{N}}$$

(en supposant qu'il n'y ait pas d'erreurs systématiques). En utilisant les valeurs de la Figure IV.16. ( $N = 30$ ,  $e = 25$ ,  $T_e = 1230^\circ\text{K}$ ) on voit que  $\epsilon < 5^\circ\text{K}$ , ce qui correspond à une précision meilleure que 0,5 % dans la mesure de la température.

#### IV.6. Conclusions

Le but de cette étude était d'obtenir une information expérimentale quantitative concernant l'influence des variations du potentiel de surface d'une sonde électrostatique sur la mesure de la température électronique d'un plasma obtenue à partir de la caractéristique courant/tension de cette sonde. Il faut d'abord noter les limites de validité des résultats obtenus. La gamme de température étudiée (900 - 1600°K) ne couvre pas les basses températures (inférieures à 500°K) qui existent dans la basse ionosphère et sur lesquelles les erreurs de mesure sont les plus importantes. Il en est de même pour la gamme des densités électroniques qui est très réduite par le système de confinement magnétique du caisson à plasma. Dans ces conditions, les longueurs de Debye des plasmas réalisés sont de l'ordre de quelques millimètres. Pour étudier l'influence de la largeur des peignes dans ces conditions il aurait fallu également réaliser des sondes au pas de 1 cm mais les dimensions excessives de ces sondes auraient entraîné d'importantes perturbations du plasma.

Le modèle des sondes à peignes est très simplifié par rapport à la réalité d'une surface métallique polycristalline formée de grains de différentes tailles et sur laquelle les variations de potentiel sont bidimensionnelles et non dans une seule direction comme sur les sondes à peignes. Par ailleurs les courants circulant dans la couche d'or entre les peignes polarisés n'ont pas d'équivalent dans la surface polycristalline d'une sonde électrostatique. Enfin il n'existe pas de modèle théorique permettant d'interpréter les résultats obtenus.

On peut cependant tirer plusieurs conclusions positives de cette étude. En premier lieu le dépouillement de la caractéristique courant/tension utilisée par une sonde de Langmuir classique est également applicable aux sondes à peignes. La linéarité de la courbe  $\log I_e = f(V)$  est conservée en polarisant les peignes et son changement de pente traduit un changement de la température électronique mesurée. Ceci permet d'utiliser le calculateur T 2000 pour obtenir une mesure statistiquement significative de faibles variations de cette température. L'état actuel de la chaîne de mesures et du programme de calcul permet de mesurer des variations de l'ordre de 2 % que l'on espère réduire très prochainement à moins de 1 %.

On a vu ensuite que l'influence des variations du potentiel de surface commençait à partir de  $+ \Delta V \simeq \frac{kT_e}{e}$  et qu'elle était alors surtout importante quand la période des variations était comparable à la longueur de Debye du plasma. Pour des polarisations importantes (de l'ordre de 1 Volt), la température mesurée est très élevée quelle que soit la valeur de la période. Il est probable que les champs importants qui existent alors entre les peignes perturbent considérablement la collection des électrons, modifiant ainsi la caractéristique courant/tension et la mesure de la température électronique.

Il faut remarquer cependant que, dans le cas réel d'une surface de sonde polycristalline, les différences de travail de sortie entre les grains dépassent rarement quelques centaines de millivolts. Dans ces conditions, l'erreur réalisée dans la mesure de la température dépend beaucoup de la taille des grains par rapport à la longueur de Debye du plasma. C'est pourquoi la structure microcristalline du carbone vitreux en fait un excellent matériau pour la réalisation des sondes électrostatiques.

On peut enfin espérer que les résultats obtenus dans cette étude expérimentale de la sonde à peignes seront utiles au développement de la théorie qui reste à faire.

CONCLUSION

Cette étude a permis de justifier l'emploi du carbone vitreux dans la réalisation des sondes de Langmuir. On a montré que la structure microcristalline de sa surface lui confère une bonne uniformité du potentiel de surface et une grande inertie face à la contamination par les gaz adsorbés. L'étude de l'influence des variations du potentiel de surface sur la mesure de la température électronique par les sondes à peignes a confirmé que, si la période de ces variations était faible par rapport à la longueur de Debye du plasma (ce qui est le cas du carbone vitreux) l'erreur commise sur la mesure de la température était peu importante sauf pour des grandes variations (de l'ordre du Volt) du potentiel de surface. Dans le cas couramment rencontré d'une surface polycristalline de sonde dont la taille des grains est faible par rapport à la longueur de Debye du plasma, la principale cause d'erreur dans les mesures de la température est la présence d'une couche de gaz adsorbés qui perturbe la linéarité de la courbe  $\log I_e = f(V)$  et introduit ainsi une importante indétermination dans la mesure de  $T_e$ . Ici encore la faible contamination du carbone vitreux par les gaz adsorbés en fait un matériau idéal pour la réalisation des sondes électrostatiques.

Cette étude a également permis le développement des techniques utilisées à savoir la mesure des variations du potentiel de surface par le Voltmètre Electronique Superficiel et Ponctuel (V.E.S.P.) et le dépouillement des caractéristiques courant/tension par le calculateur associé au caisson. Le V.E.S.P. a pu être utilisé dans ce laboratoire pour des études plus fondamentales de physicochimie des surfaces en collaboration avec l'Université d'Orléans. L'utilisation du calculateur a permis de déceler des variations de la température électronique de l'ordre de 2 % que le dépouillement manuel des caractéristiques ne permet pas de déceler de manière significative.

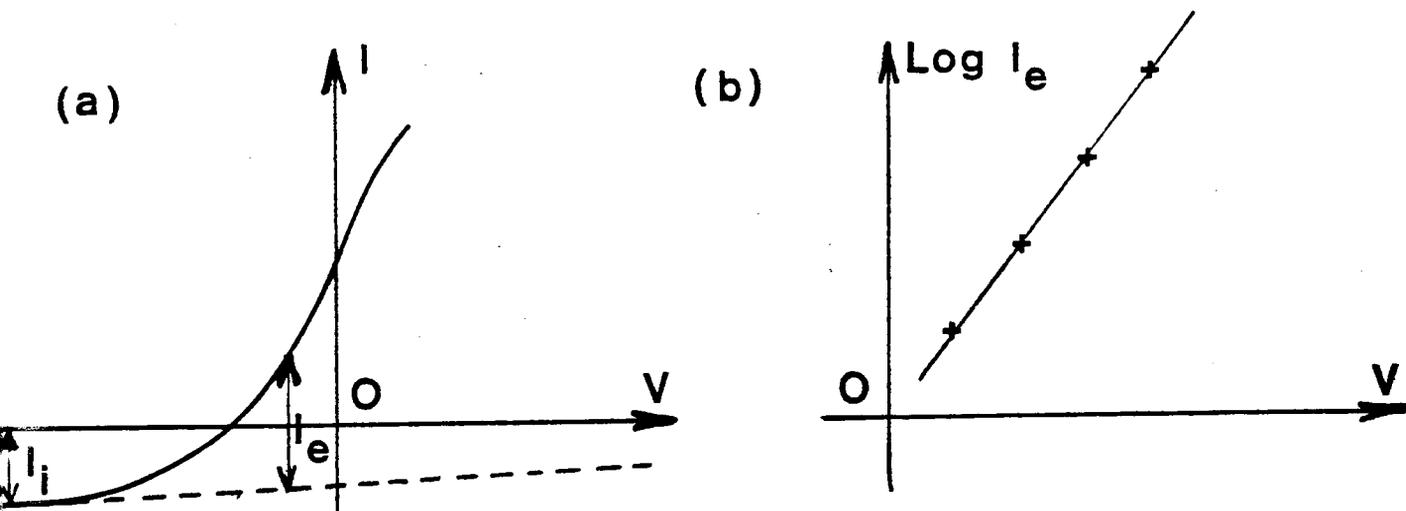


FIGURE IV.1. : Détermination de la température électronique à partir du courant de saturation ionique.

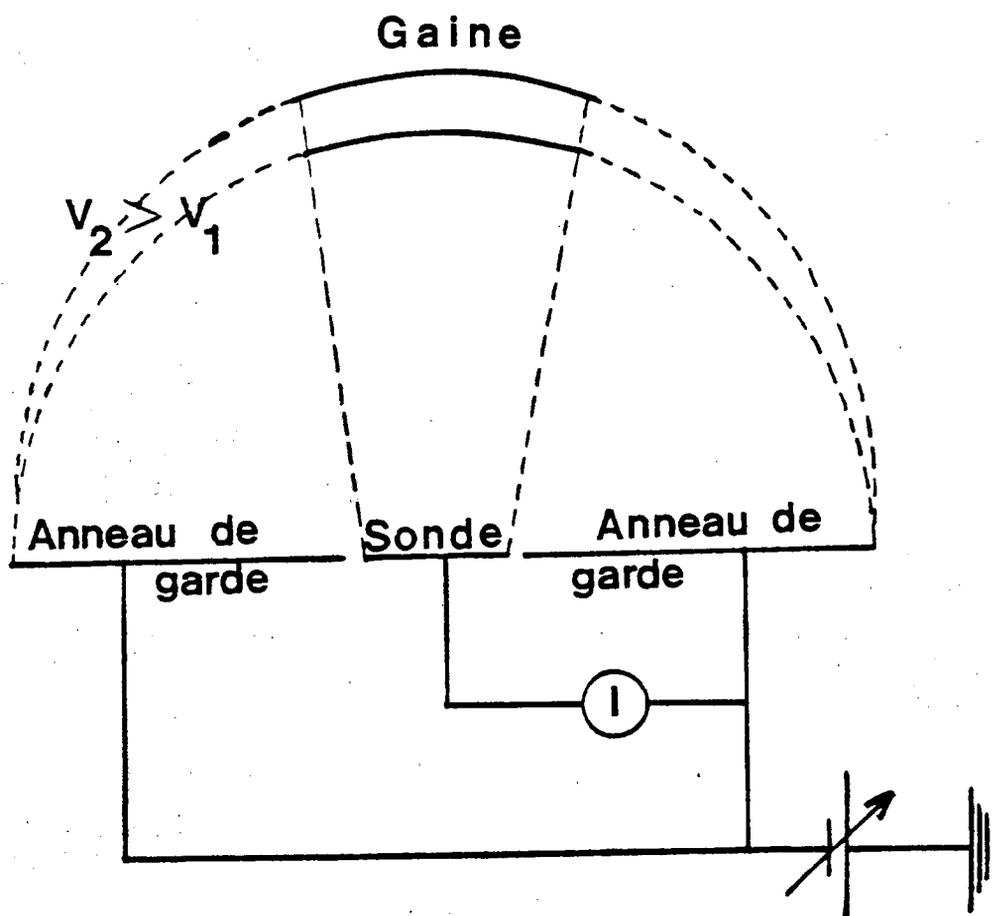


FIGURE IV.2. : Principe de la sonde plane à anneau de garde

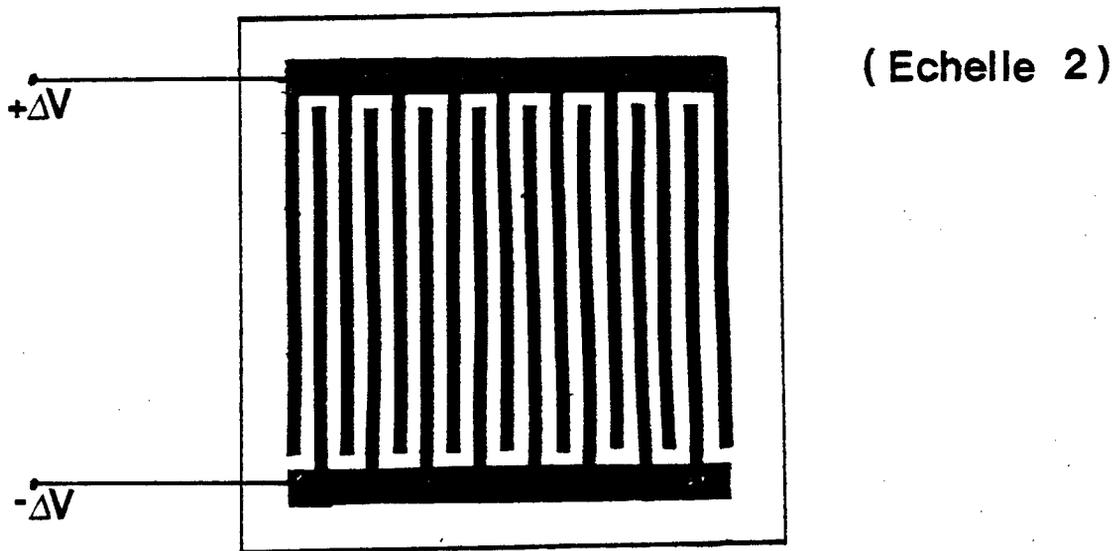


FIGURE IV.3. : Schéma de principe de la sonde à peignes

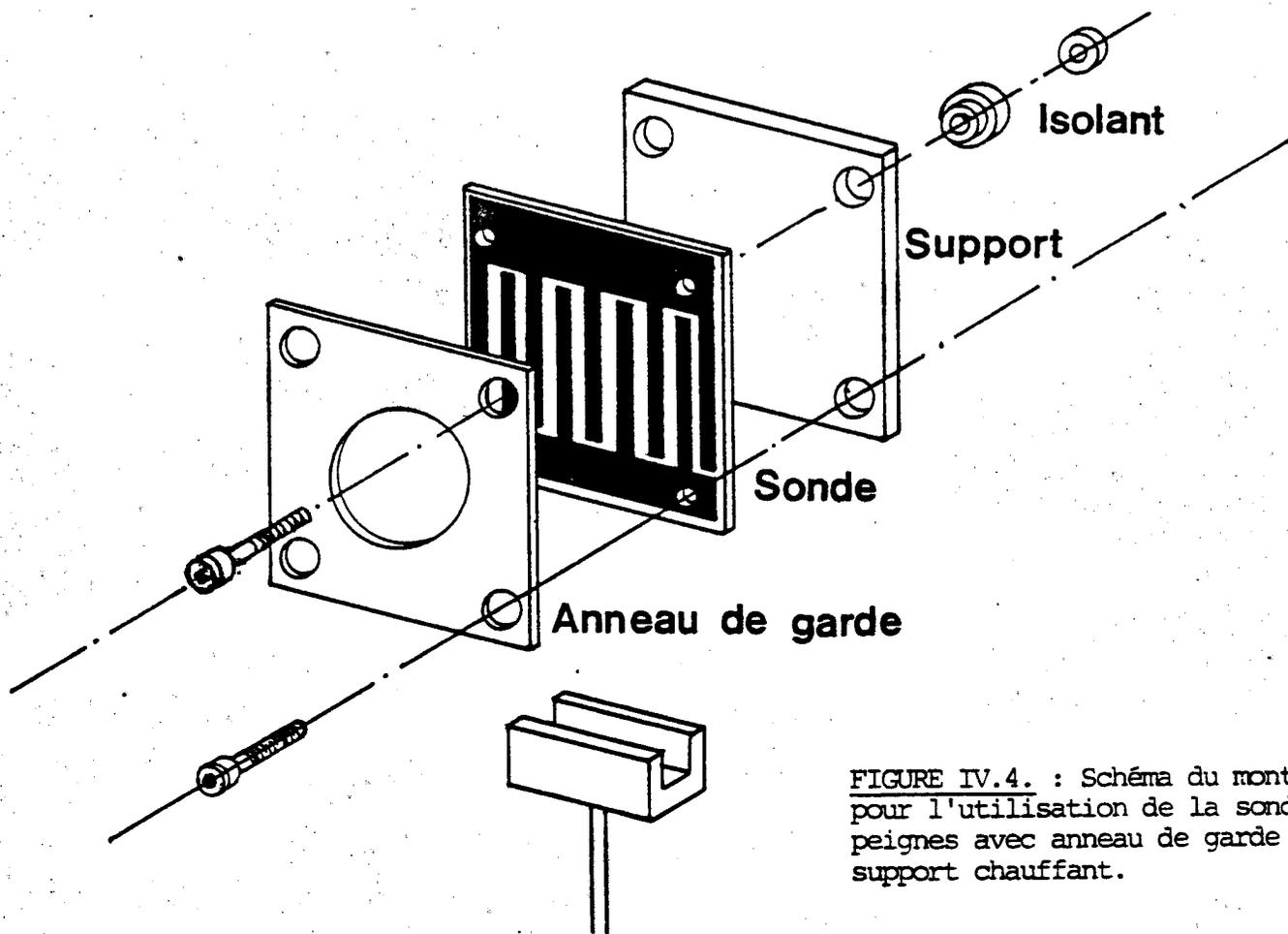


FIGURE IV.4. : Schéma du montage pour l'utilisation de la sonde à peignes avec anneau de garde et support chauffant.

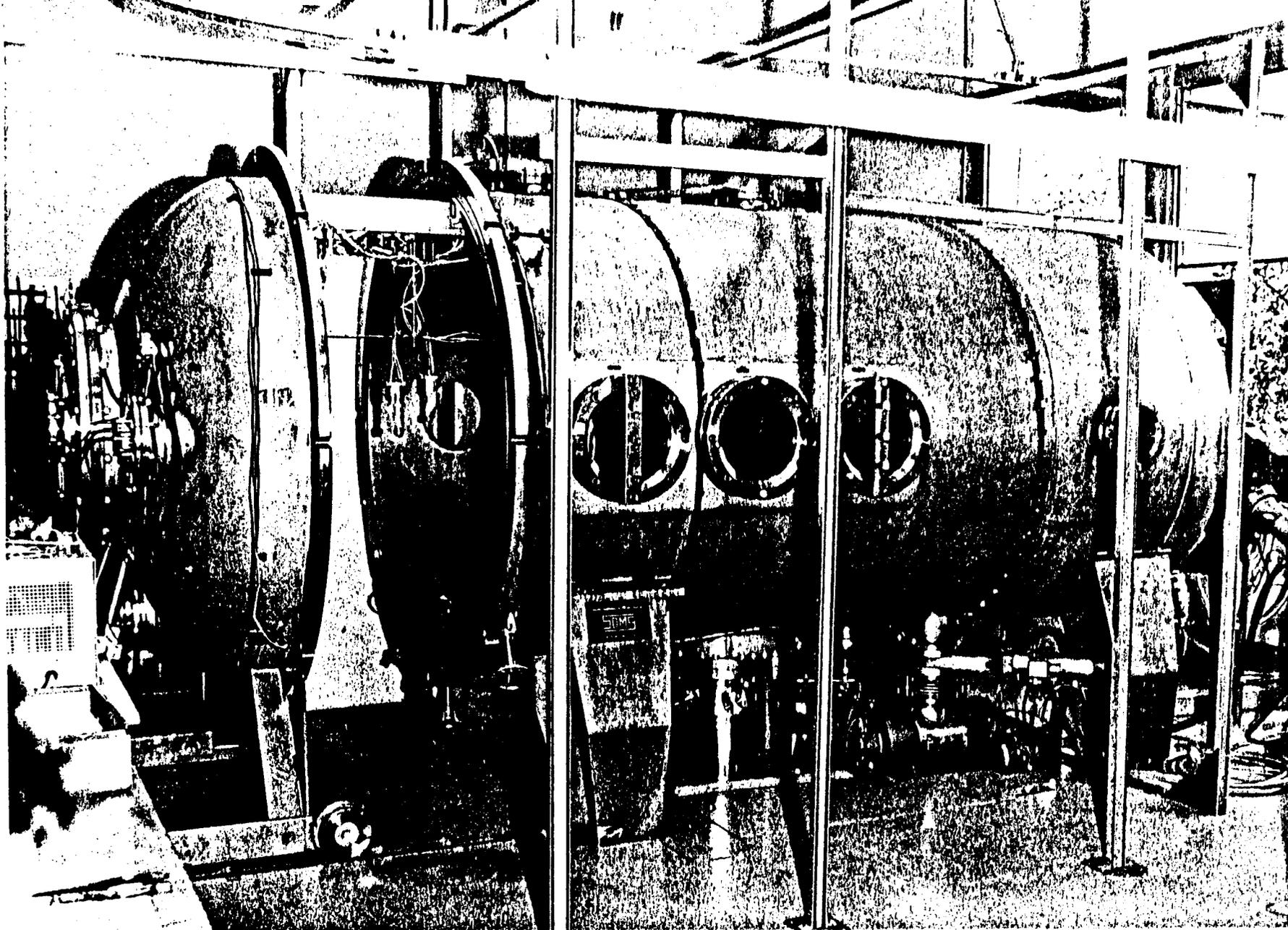
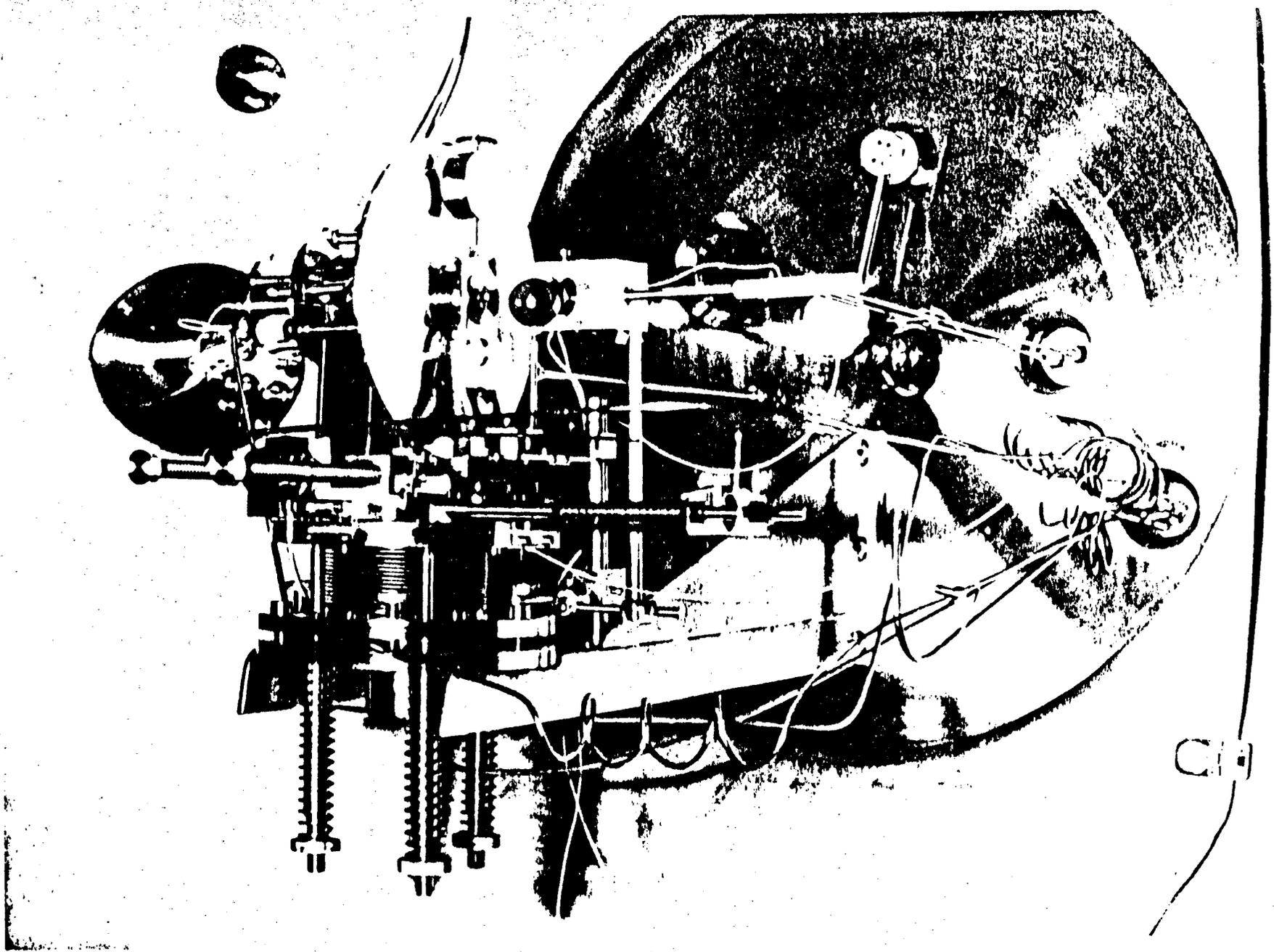


FIGURE IV.5 : Le caisson à plasma



**FIGURE IV.6** : Vue d'ensemble du V.E.S.P. à l'intérieur du caisson à plasma

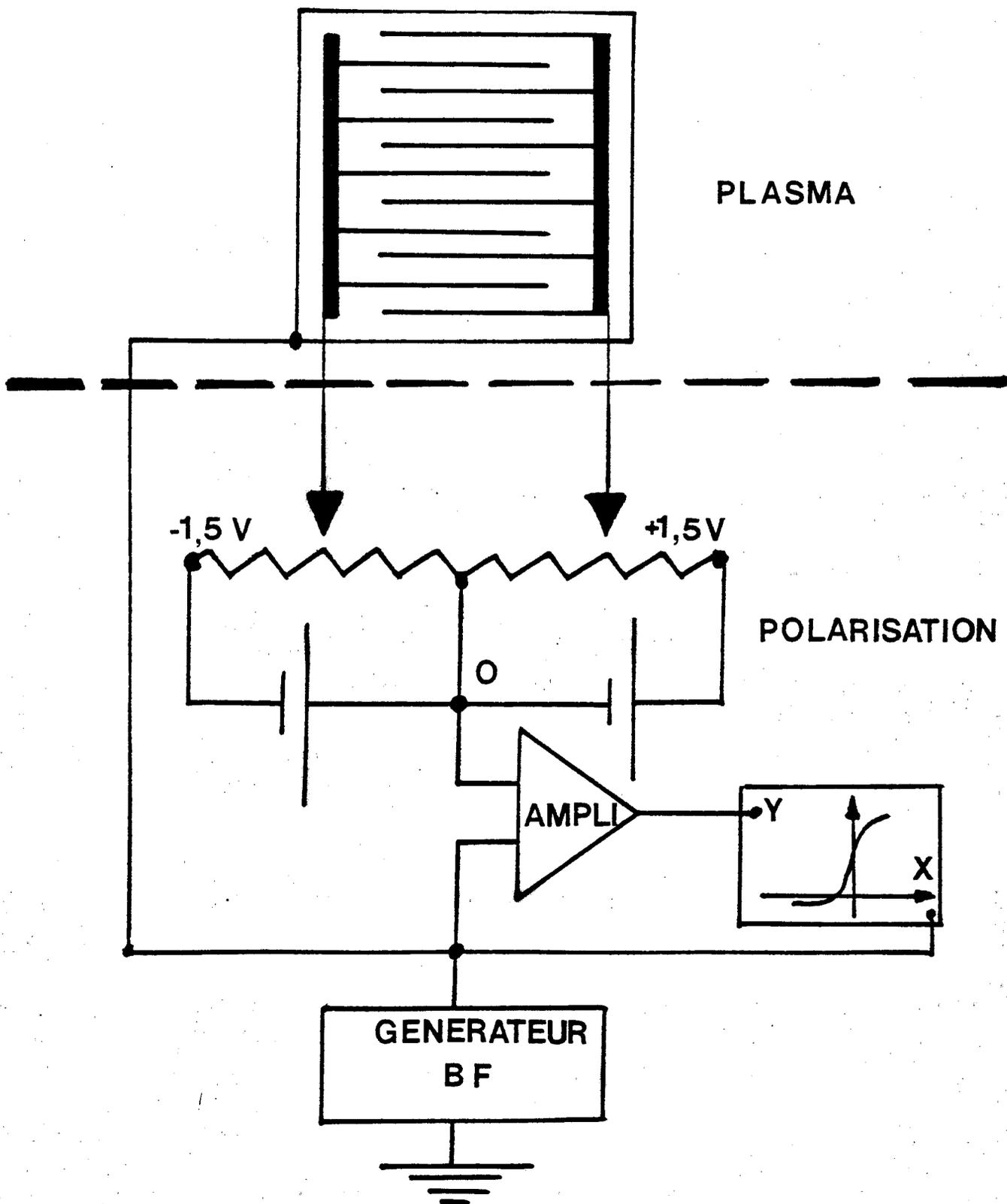


FIGURE IV.7 : Circuit de polarisation et de mesure de la sonde à peignes.

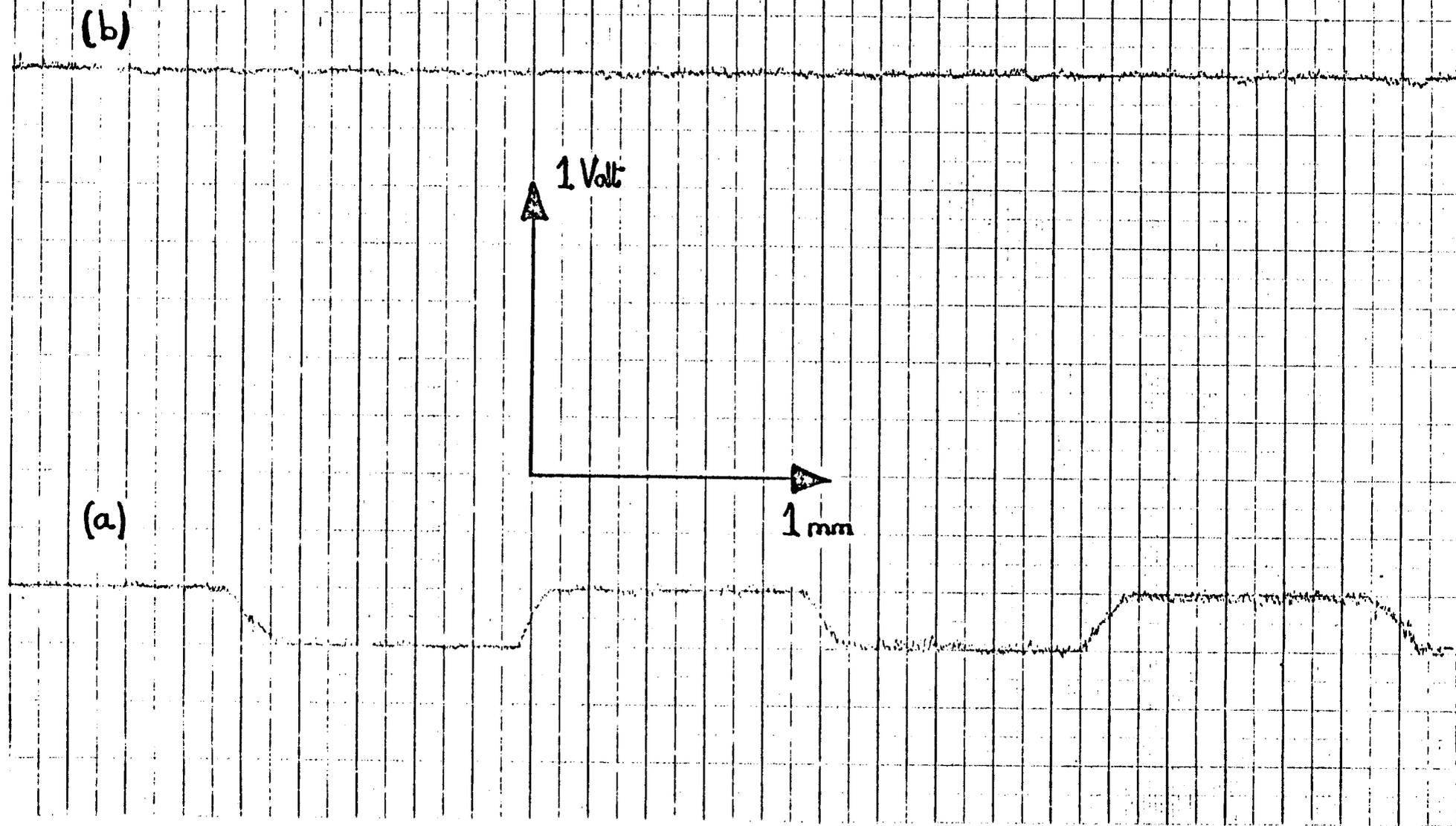


FIGURE IV.8. : Variations du potentiel de surface d'une sonde à peignes non polarisée et recouverte d'une couche d'or

a) de faible épaisseur (  $e < 1000 \text{ \AA}$  )

b) de forte épaisseur (  $e > 1000 \text{ \AA}$  )

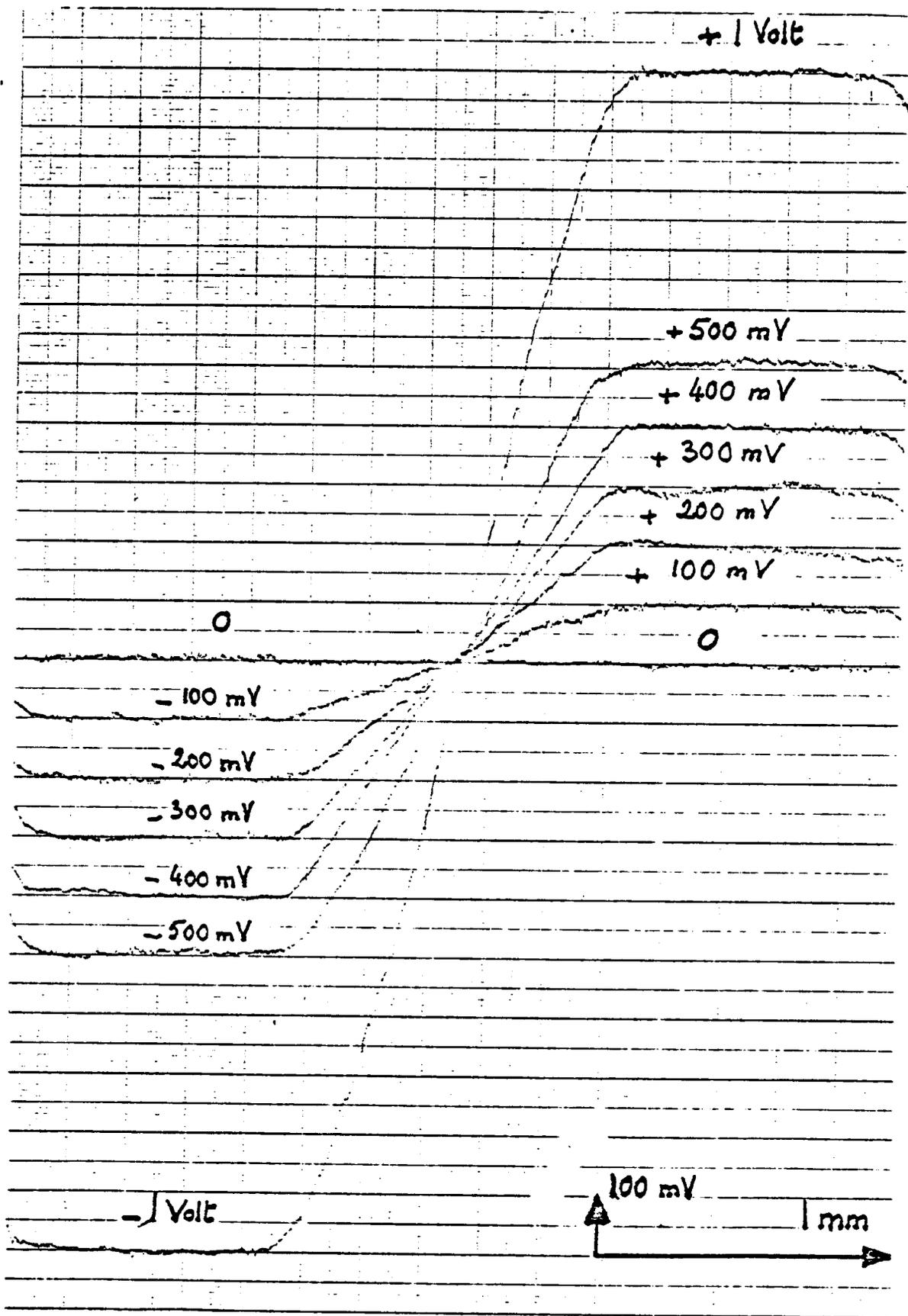
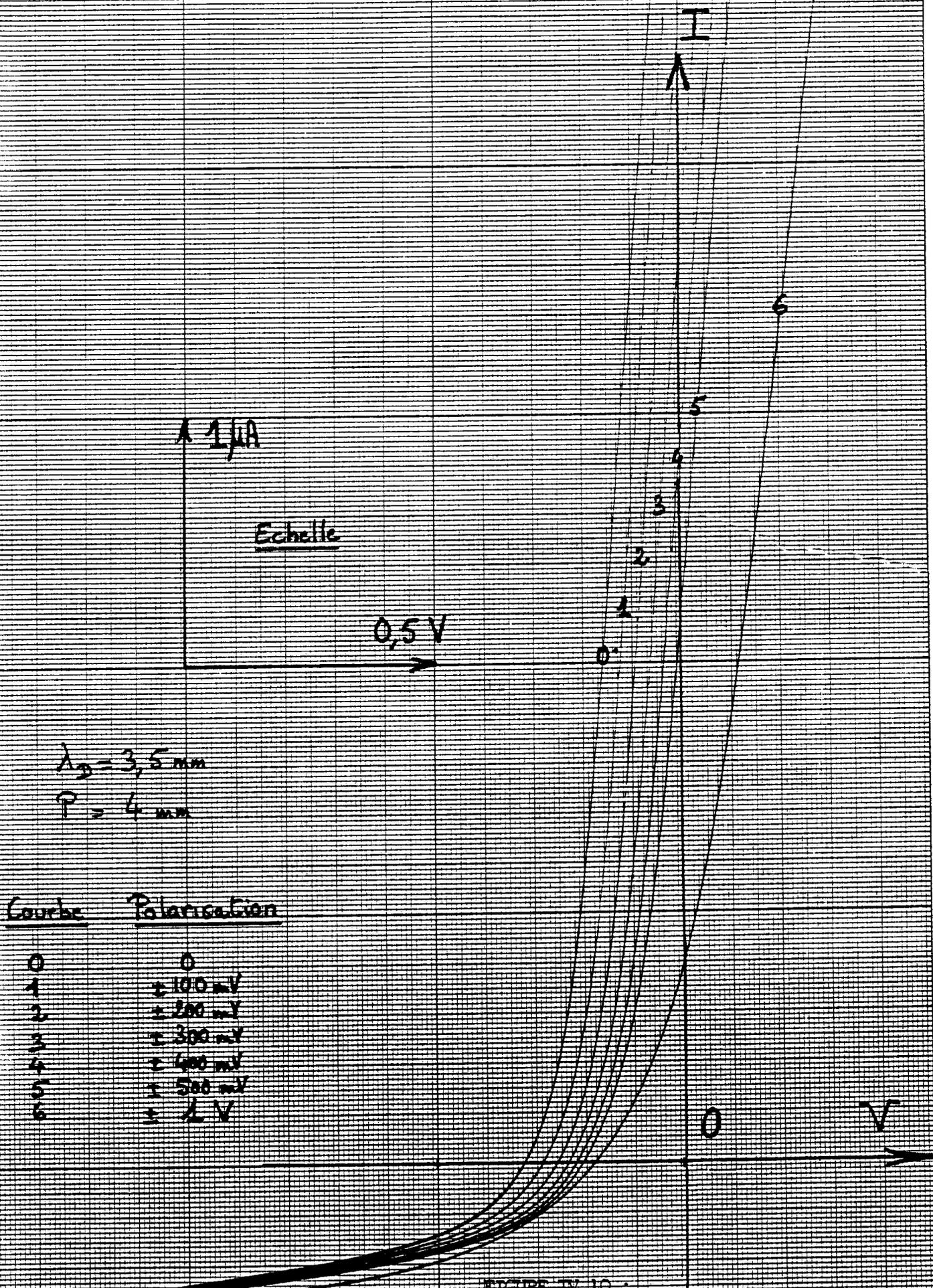


FIGURE IV. 9. : Variations du potentiel de surface d'une sonde à peignes en fonction des polarisations appliquées sur les peignes



$\lambda_p = 3,5 \text{ mm}$   
 $P = 4 \text{ mm}$

<u>Courbe</u>	<u>Polarisation</u>
0	0
1	$\pm 100 \text{ mV}$
2	$\pm 200 \text{ mV}$
3	$\pm 300 \text{ mV}$
4	$\pm 400 \text{ mV}$
5	$\pm 500 \text{ mV}$
6	$\pm 1 V$

FIGURE IV.10 :

Influence de la polarisation sur la caractéristique courant/tension d'une sonde à peignes polarisée

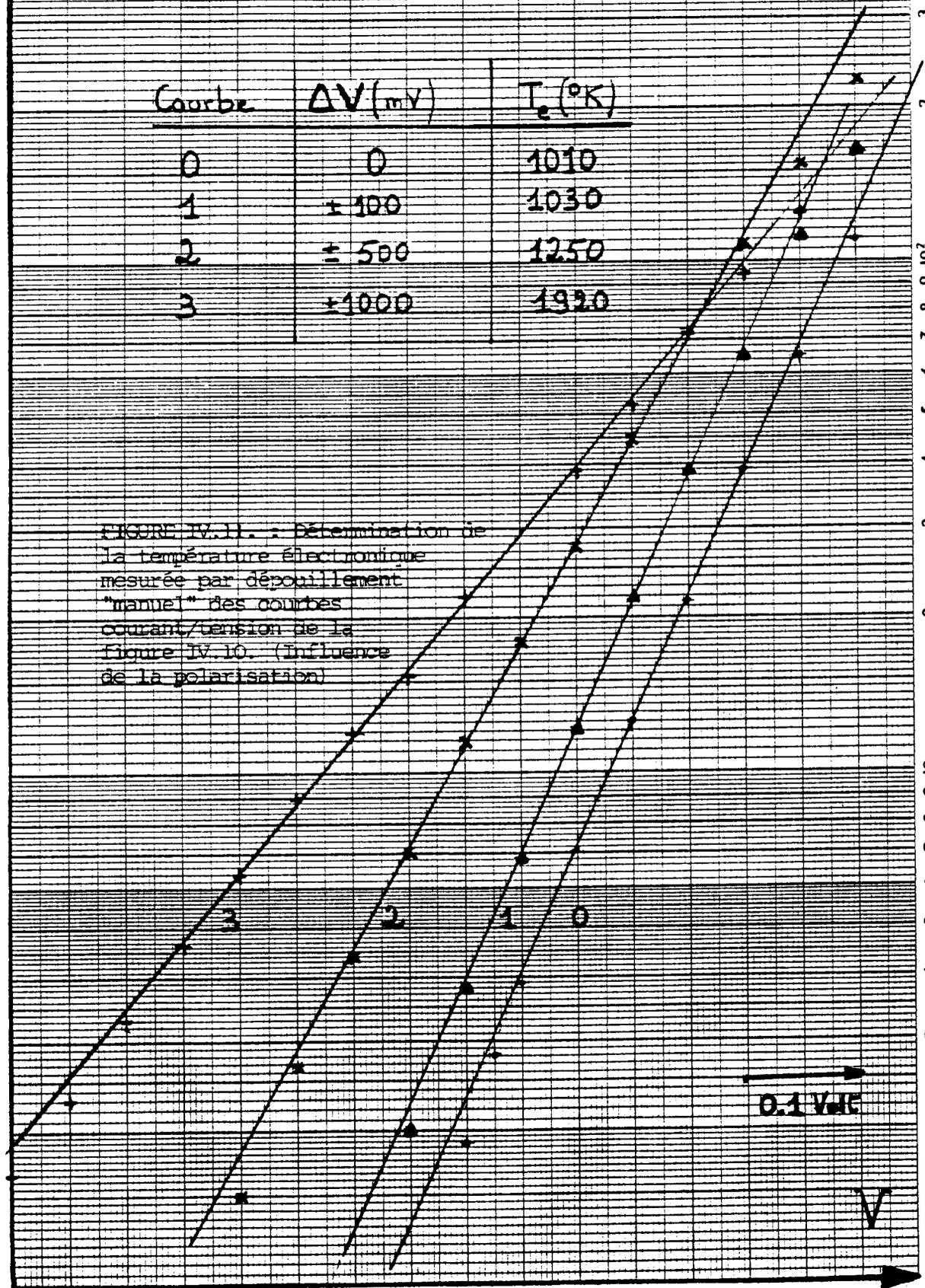
$\log I_e$

$\lambda_p = 3,5 \text{ mm}$

$\rho = 2 \text{ mm}$

Courbe	$\Delta V$ (mV)	$T_e$ (°K)
0	0	1010
1	$\pm 100$	1030
2	$\pm 500$	1250
3	$\pm 1000$	1920

FIGURE IV.11. - Détermination de la température électronique mesurée par dépouillement "manuel" des courbes courant/tension de la figure IV.10. (Influence de la polarisation)



Fréquence Plasma :  $f_p = 5,85 \text{ MHz}$

Température électronique :  $T_e = 1030 \pm 30 \text{ °K}$

Longueur de Debye :  $\lambda_D = 3,5 \text{ mm}$

Période de la sonde :  $P = 2 \text{ mm}$

Polarisation (mV)	Température Moyenne (°K)	Ecart Type (°K)
0	1060	$\pm 23$
$\pm 100$	1082	$\pm 24$
$\pm 200$	1098	$\pm 15$
$\pm 300$	1149	$\pm 18$
$\pm 400$	1199	$\pm 18$
$\pm 500$	1300	$\pm 31$
$\pm 600$	1400	$\pm 20$
$\pm 700$	1528	$\pm 24$
$\pm 800$	1688	$\pm 15$
$\pm 900$	1845	$\pm 22$
$\pm 1000$	2000	$\pm 26$
$\pm 1500$	2951	$\pm 34$

TABLEAU IV.12 : Températures électroniques moyennes

et écarts types mesurés par une sonde à peignes polarisée

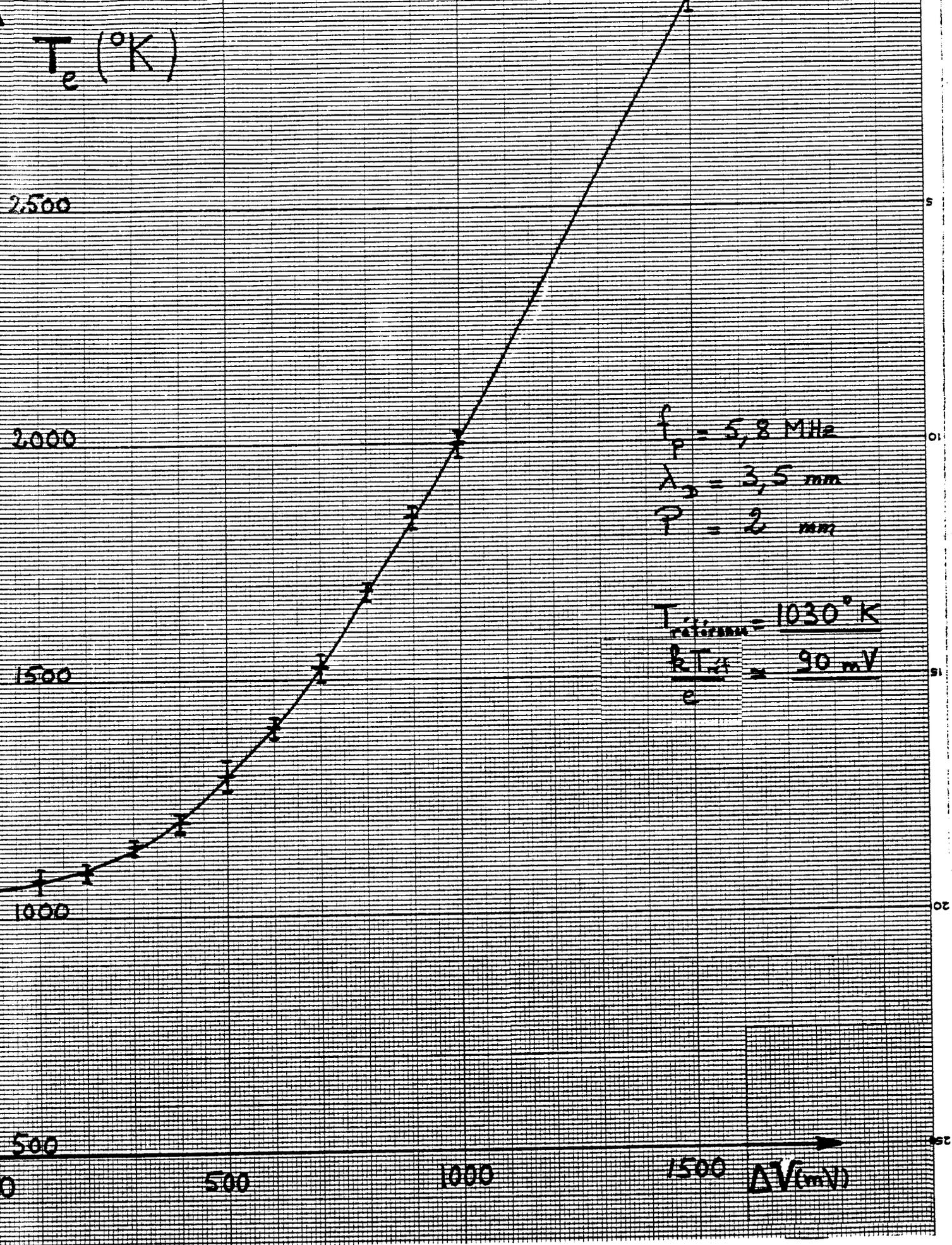


FIGURE IV.13 :

Variation de la température électronique mesurée par une sonde à peignes en fonction de la polarisation

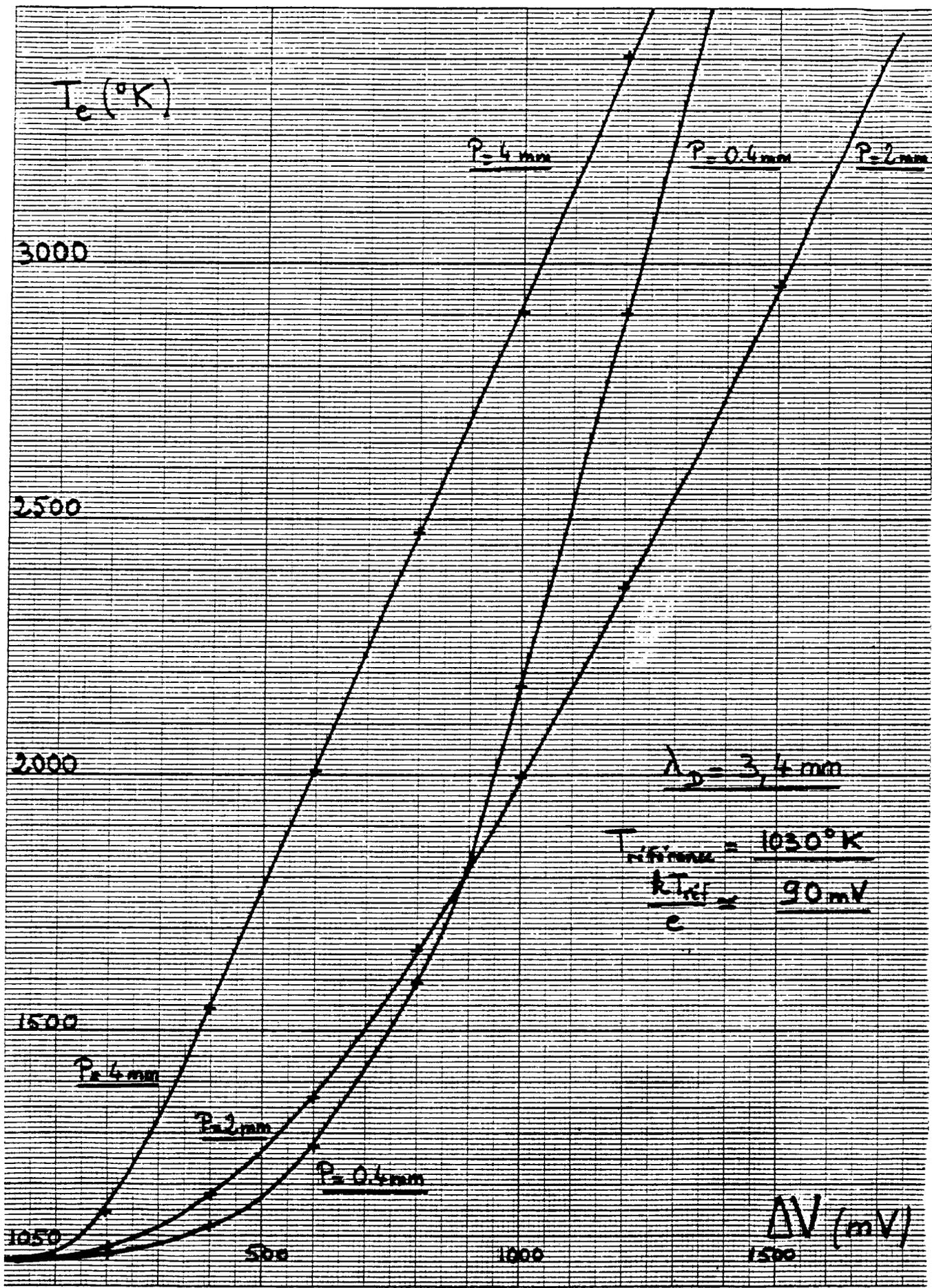


FIGURE IV.14 :

Variation en fonction de la polarisation de la température électronique mesurée dans un même plasma par 3 sondes à peignes de périodes différentes

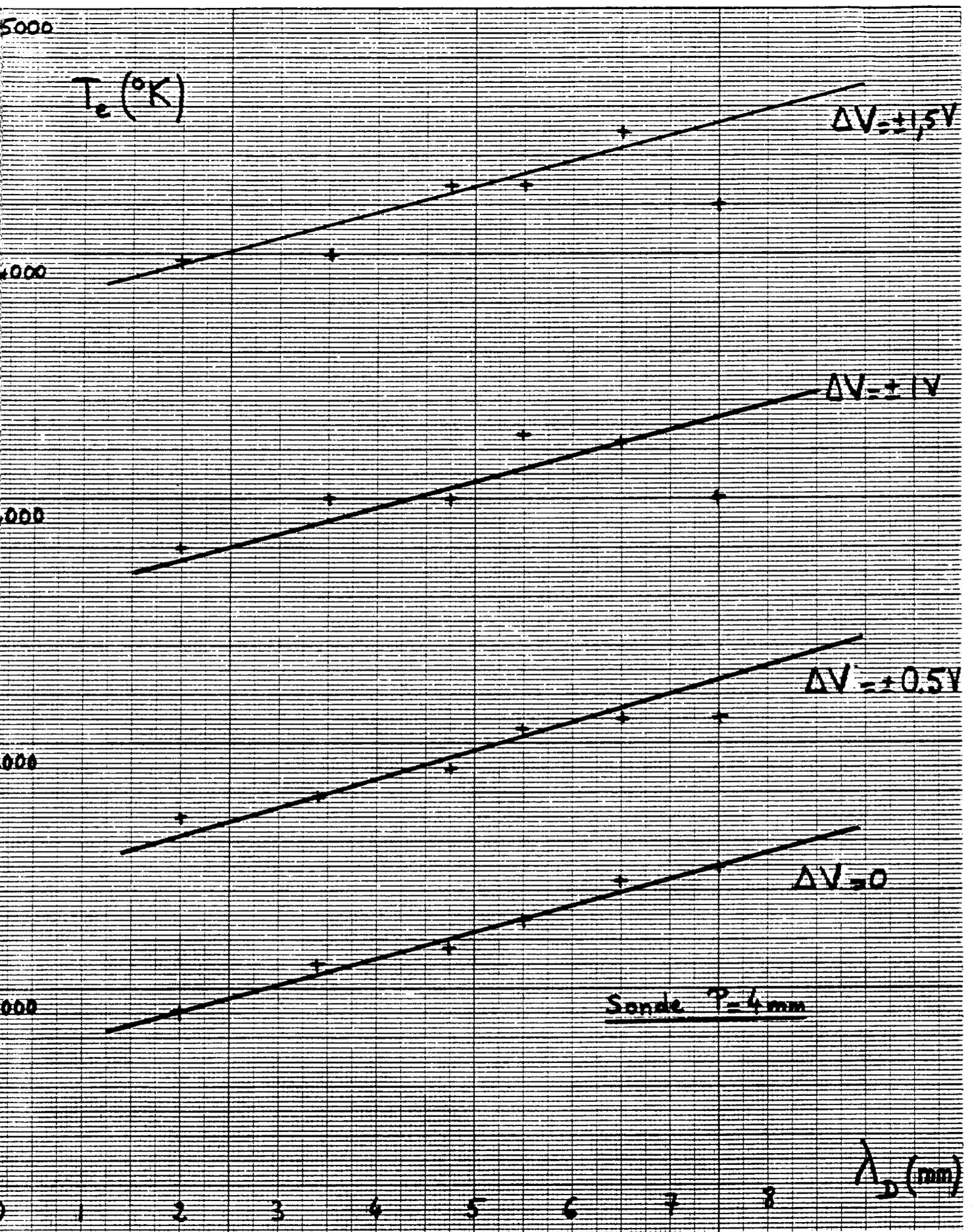


FIGURE IV.15. :

Influence de la longueur de Debye sur la mesure de la température électronique par une sonde à peignes au pas de 1 mm ( $P = 4\text{ mm}$ ) polarisée à 0,  $\pm 0,5$ ,  $\pm 1$  et  $\pm 1,5$  Volt.

H min	Temps T <sub>e</sub> (°K)	f <sub>p</sub> (KHz)	Nombre de mesures	Température Moyenne (°K)	Ecart type (°K)
17 50	J2	+1210, +3533,	5	1214	25
17 50	J2	+1215, +3539,			
17 50	J2	+1199, +3542,			
17 50	J2	+1225, +3542,			
17 50	J2	+1184, +3545,			
17 50	J2	+1200, +3543,	10	1225	22
17 50	J2	+1200, +3537,			
17 51	J2	+1200, +3537,			
17 51	J2	+1200, +3537,			
17 51	J2	+1200, +3537,			
17 52	J2	+1184, +3552,	15	1224	25
17 52	J2	+1192, +3553,			
17 52	J2	+1255, +3552,			
17 53	J2	+1200, +3551,			
17 53	J2	+1255, +3552,			
17 53	J2	+1272, +3552,	20	1230	25
17 53	J2	+1200, +3556,			
17 54	J2	+1237, +3551,			
17 54	J2	+1243, +3551,			
17 54	J2	+1242, +3555,			
17 54	J2	+1200, +3559,	25	1231	24
17 54	J2	+1200, +3559,			
17 55	J2	+1205, +3545,			
17 55	J2	+1200, +3546,			
17 55	J2	+1217, +3545,			
17 56	J2	+1205, +3556,	30	1231	23
17 56	J2	+1225, +3559,			
17 56	J2	+1219, +3559,			
17 57	J2	+1253, +3549,			

FIGURE IV.16.

Evolution statistique de la valeur moyenne et de l'écart-type dans une série de mesures de la température électronique effectuées par le T 2000.

\*

ANNEXESURVEILLANCE DU PLASMA EN TEMPS REEL  
PAR LE CALCULATEUR ASSOCIE AU CAISSON1) PRINCIPE

La caractérisation d'un plasma de simulation peut s'effectuer par le dépouillement de la courbe I(V) de réponse d'une sonde de Langmuir à une tension de balayage linéaire. Les principaux paramètres : potentiel plasma, température et densité électroniques s'obtiennent par des calculs de dérivation.

Le traitement classique manuel, outre qu'il est fastidieux et dépendant de l'opérateur, interdit par sa durée de l'ordre de 15 minutes, de suivre une évolution à l'échelle de la minute, et à fortiori, d'intégrer les fluctuations expérimentales aléatoires.

2) MATERIEL UTILISE

Un ordinateur Télémécanique T 2000, à vocation de conduite de processus, assure la centralisation de commandes et des mesures.

Les principaux périphériques qui peuvent être mis en oeuvre dans cette expérience sont :

1 - Un téléimprimeur, permettant l'introduction ou la modification de paramètres d'une part ; la liste instantanée ou périodique de résultats d'autre part.

2 - Une console graphique avec sa reprographie associée permettant le tracé instantané des diverses courbes prévues.

---

\*

Je remercie P. GILLE qui a mis au point le programme de calcul utilisé et a bien voulu me communiquer cet extrait de sa note interne C.R.P.E. à paraître.

3 - Un pupitre de contrôle assurant d'une part l'affichage numérique permanent de 3 paramètres sélectionnés, d'autre part le déclenchement et l'arrêt des diverses expériences programmées et de leurs fonctions associées au moyen de 24 boutons poussoirs.

4 - Un dérouleur de bande magnétique pouvant assurer un enregistrement massif de données en vue d'un traitement différé sur le même ordinateur ou sur un autre.

5 - Un cadenceur programmable permettant le calcul du temps et le cadencement des mesures.

6 - Une chaîne de mesure analogique dont le convertisseur analogique - numérique peut échantillonner des tensions dans la gamme  $\pm 10$  Volts sur 14 bits, soit une précision absolue théorique de l'ordre du millivolt.

Cette chaîne comprend deux niveaux :

+ le bas niveau, comportant un intégrateur pour 50 Hz, dispose de 30 voies, échantillonnables au rythme de 27 voies/seconde, habituellement réservées aux données à caractère technologique (pressions, température,...).

+ le haut niveau permet une cadence de 6400 voies/seconde et dispose de 7 voies utilisées pour les mesures scientifiques rapides.

7 - Des sorties analogiques, dans la gamme  $\pm 10$  Volts avec une résolution de 10 bits, soit 20 mV. Ces sorties peuvent être utilisées pour un pilotage en tension de forme quelconque ou aussi pour une visualisation externe (table traçante, oscilloscope).

8 - Des entrées-sorties Tout ou Rien permettant le raccordement d'appareils programmables digitaux (fréquence-mètre, synthétiseur de fréquence, etc...).

### 3) MONTAGE EXPERIMENTAL

Pour la réalisation d'une caractéristique  $I(V)$  le calculateur génère par une sortie analogique la tension de balayage triangulaire par valeurs discrètes. Tous les paramètres de cette dent de scie sont accessibles par programme : seuil, amplitude, durée et cadence d'échantillonnage.

Un montage électronique lisse et transpose cette tension pour attaquer directement la sonde de Langmuir.

Le courant recueilli est envoyé sur la chaîne de mesure par l'intermédiaire d'un amplificateur d'isolement qui découple les masses du calculateur et du caisson.

La tension de balayage effective est également mesurée par le calculateur pour plus de précision.

Une seconde voie de sortie analogique renvoie la valeur du courant échantillonné sur un oscilloscope ou sur une table traçante, selon la vitesse.

L'expérimentateur dispose donc simultanément des grandeurs électriques  $I$  et  $V$  réelles et celles connues par le calculateur.

### 4) PROGRAMMES DE CALCUL

En dehors des programmes généraux de gestion des divers périphériques, l'expérience nécessite une séquence de traitement spécifique à partir de la double table de valeurs ( $I, V$ ) mesurées pour une courbe de sonde.

1 - Recherche du potentiel flottant  $V_f$  tel que  $I = 0$ . Ce point peut être inexistant si le courant est purement électronique et non ionique.

2 - Recherche du potentiel plasma  $V_p$  tel que  $I'' = \frac{d^2 I}{dV^2} = 0$  qui correspond à  $I'$  maximum, ce qui doit être vérifié afin d'éviter de rencontrer un point satisfaisant accidentellement  $I'' = 0$ , en particulier dans le début de la courbe, qui est la partie la plus perturbée.

3 - Calcul de l'asymptote par un point  $(V_A, I_A)$  et sa pente  $I'_A$ . Ce point est choisi arbitrairement assez près de l'origine mais cependant assez éloigné pour éviter la zone perturbée.

4 - Recherche de la zone exponentielle telle que  $L'' = \frac{d^2}{dV^2} \text{Log} (I - A) \approx 0$  où  $A$  est l'ordonnée de l'asymptote :

$$A = I_A + I'_A \cdot V$$

En principe  $L' = \text{constante}$  et l'on retient comme zone utile celle qui autour d'un point tel que  $L'' = 0$  maintient  $L'$  constant à 10 % près. Cette recherche doit s'effectuer à rebours à partir de  $V_p$ .

5 - Calcul de la température et de la densité électroniques là où  $L'' = 0$

$$T_e = K_1 \frac{dV}{d\text{Log} (I - A)} \quad N_e = K_2 \frac{I_p}{T_e}$$

Ces valeurs peuvent être confrontées à celles obtenues par mesure de fréquence directe :

$$N_f = K_3 F_p^2 \quad T_f = K_4 \frac{I_p^2}{N_e}$$

Tous ces algorithmes ont été programmés en langage Assembleur T 2000, pour le traitement en temps réel ainsi qu'en Fortran pour un traitement différé sur ordinateur scientifique.

##### 5) METHODE NUMERIQUE

Tous les calculs d'interpolation et de dérivation se font de façon très simple dans un sous-programme basé sur une application du lissage par polynôme au sens des moindres carrés.

En chaque point expérimental  $(x, y)$  on définit un polynôme réalisant le meilleur ajustement par rapport aux mesures voisines. Les coefficients du polynôme se calculent alors tout simplement par combinaison linéaire des ordonnées expérimentales.

Par exemple, la parabole  $z = a_0 + a_1x + a_2x^2$  réalisant l'ajustement de 5 ordonnées  $(y_{-2}, y_{-1}, y_0, y_1, y_2)$ , correspondant à des abscisses équidistantes, se détermine par

$$a_0 = \frac{1}{35} [17 y_0 + 12 (y_1 + y_{-1}) - 3 (y_2 + y_{-2})]$$

$$a_1 = \frac{1}{10} [ (y_1 - y_{-1}) + 2 (y_2 - y_{-2}) ]$$

$$a_2 = \frac{1}{14} [ -2 y_0 - (y_1 + y_{-1}) + 2 (y_2 + y_{-2}) ]$$

et l'on obtient immédiatement :

- .  $z(0) = a_0$  valeur lissée (ou corrigée)
- .  $z'(0) = a_1$  dérivée première au point considéré
- .  $z''(0) = 2 a_2$  dérivée seconde

Ces formules sont évidemment en défaut pour les points extrêmes de la table.

## 6) PRECISION DES RESULTATS

Les données mesurées sont entachées de bruits divers qui enlèvent beaucoup de signification à un résultat isolé.

Dans le cas de la température électronique, les valeurs de  $I$  utilisées correspondent au coude de la courbe et sont donc faibles (de l'ordre de 100 mV), et ne sont déterminées qu'à quelques mV près (limitation de la chaîne de mesure). Un premier remède est d'amplifier par exemple par 5 ou 10 la tension représentant  $I$ , ce qui laisse inchangé la fonction  $L' = \frac{d}{dV} \text{Log}(I - A)$  et donc  $T_e$ , tout en améliorant sa précision relative. Par contre toute la partie haute de la courbe, y compris  $V_p$ , va saturer la chaîne de mesure.

Une seconde amélioration plus efficace consiste à obtenir un effet statistique sur la valeur de grandeurs calculées telle que  $T_e$ . En répétant la mesure 30 à 50 fois et en observant simplement le comportement de la moyenne et de l'écart-type de cette grandeur on obtient une valeur significative du phénomène observé et de tous les effets perturbateurs.

Ceci n'est réalisable que parce que la durée totale de la série n'excède pas le temps de stabilité du plasma observé.

Réciproquement, cette méthode permet de suivre une évolution lente et de mettre en évidence des fluctuations plus faibles que l'erreur moyenne.

#### 7) PARAMETRES EXPERIMENTAUX

Le tension de balayage et les mesures sur les 2 voies I, V utilisent le même nombre de points, typiquement 200, dont 100 pour la seule montée et 100 pour le retour.

La tension de balayage peut avoir une amplitude de 2 à 5 Volts donc des incréments de tensions de 20 à 50 mV.

La cadence d'échantillonnage est au plus 2000 points (I, V) par seconde, soit 500  $\mu$ s par point, et la courbe totale en 100 ms. Cependant le cas le plus utilisé a été 20 p/s soit 50 ms/p donc la courbe en 10 s, ce qui permet de mieux neutraliser les parasites 50 Hz.

### BIBLIOGRAPHIE

1. MOTT SMITH, H.M. and LANGMUIR, I. Phys. Rev. 28 , 727 (1926).
2. VAN BERKEL, W.P.J., Physica 5, 230 (1938).
3. ANDERSON, T.A. Phil. Mag. 38, 179 (1947).
4. WEHNER, G. and MEDICUS, G. J. Appl. Phys. 23, 1035 (1952).
5. WAYMOUTH, J.F., J. Appl. Phys. , 30, 1404 (1959).
6. HIRAO, K. and OYAMA, K., J. Geomag. Geoelectr. 24 , 415 (1972).
7. SMITH, D., Planet Space Sci. 20 , 1717 (1972).
8. THOMAS, T.L. and BATTLE, E.L. , J. Appl. Phys. 41, 3428 (1970).
9. BUNTING, W.D. and HEIKKILA, W.J. , J. Appl. Phys. 41 , 2263 (1970).
10. HERRING, C. and NICHOLS, M.H., Rev. Mod. Phys. 21, 185 (1949).
11. KNAPP, A.G., Surface Sci. 34, 289 (1973).
12. BECKER, J.A., Rev. Mod. Phys. 7 , 110 (1935).
13. GOMER, R., J. Chem. Phys. 21, 1869 (1953).
14. TOPPING, J., Proc. Roy. Soc. London, A 114, 67 (1927).
15. MILLER, A.R., Proc. Cambridge Phil. Soc. 42, 242 (1946).
16. MIGNOLLET, J.C.P., Discussions Faraday Soc. 51, 457 (1965).
17. RICHARDSON, O.W., Phil. Mag., 28, 633 (1914).
18. FOWLER, R.H., Phys. Rev., 38, 45 (1931).
19. FOWLER, R.H. and NORDHEIM, L.W., Proc. Roy. Soc. A119, 173 (1928)
20. LORD KELVIN, Phil. Mag., 46, 82 (1898).
21. ZISMAN, W.A., Rev. Sci. Instr. , 3 , 367 (1932).
22. ANDERSON, P.A., Phys. Rev., 47 , 958 (1935).
23. HAAS, G.A. and THOMAS, R.E. Surface Sci., 4 , 64 (1966).
24. GUITTARD, C., Thèse d'Etat, LYON (1966).

25. BEGHIN, C., BERTHELIER, J.J., RENARD, C., Space Research 16, 1976, (à paraître).
26. BERTHELIER, J.J., GODARD, R. and ILLIANO, J.M., Conf. on Surfaces, Vacuum and Space, LIEGE (1971).
27. ILLIANO, J.M., Note Interne GRI/NTP/131 (1974).
28. FITTON, B., PAGE, D.E., PEDERSEN, E. and TRENDELENBURG, E.A. ELDO/ESRO Sci. Techn. Rev., 3, 321 (1971).
29. LANG, F.M., MAGNIER, P., SELLA, C. et TRILLIAT, J.J. C.R., 254, 4114 (1962).
30. HORTON, W.S., Proc. 5<sup>th</sup> Conf. on Carbon, Pergamon Press, 2, 233 (1961).
31. HENNIG, G.R., Z. Elektrochem, 66, 629 (1962).
32. HERPIN, A. Les Carbones I, Masson (PARIS), 211 (1965).
33. MULLIKEN, R.S., Phys. Rev., 74, 736 (1948)
34. YOUNG, D.A., Carbon, 6, 135 (1968)
35. BEDKER, J.A., BECKER, L.J. and BRANDES, R.G. J.A.P. 32, 411 (1961).
36. PANTEL, R., BUJOR, M. and BARDOLLE, J. Surface Sci. 1976 (à paraître).
37. DESPLAT, J.L. Thèse d'Etat, ORSAY (1974).
38. BLOTT, B.H. and LEE, T.J. J. Phys. E, 2, 785 (1969).
39. D'ARCY, R.J. and SURPLICE, N.A. J. Phys. D, 3, 482 (1970).
40. BARBAUX, Y., BONNELLE, J.P. et BEAUFILS, J.P., J. Chim. Phys. 73, 25 (1976)
41. LAYDEVANT, L.F., Thèse d'Etat, LYON (1973).
42. VASSOILLE, R., Thèse d'Etat, LYON (1972).
43. DUPUY, J., Thèse d'Etat, LYON (1976).
44. SARGOOD, A.J., JOWETT, C.W. and HOPKINS, B.J. Surface Sci. 32, 343 (1970).
45. GULBRANSEN, E.A. and ANDREW, K.F., Ind. Eng. Chem., 44, 1034 (1952).
46. BONNETAIN, L., DUVAL, X. et LETORT, M. C.R., 246, 105 (1957).
47. BONNETAIN, L. J. Chim. Phys. 58, 34 (1961).
48. BRACE, L.H. and THEIS, R.F., Radio Sci., 8, 341 (1973).
49. MEDICUS, G., J. Appl. Phys. 37, 215 (1966).

50. SEVIN, B. Note Interne, GRI/NTP/60 (1970).
51. PARROT, M., Thèse 3ème cycle, ORLEANS (1975).
52. ARNAL, Y., *Le Vide*, 157, 81, (1972).
53. CHARPENEL, M. et PIGACHE, D. Note Technique ONERA, 202 (1972).
54. STOREY, L.R.O., ILLIANO, J.M., ARNAL, Y. et GILLE, P., Note Interne, GRI/NTP/102 (1972).
55. GILLE, P., Note Interne C.R.P.E. (à paraître)
56. DEBRIE, R., ARNAL, Y. and ILLIANO, J.M., *Phys. Letters*, 56A2, 96 (1976)
57. CHASSERIAUX, J.M., DEBRIE, R. and RENARD, C., *J. Plasma Phys.*, 8, 231 (1972)
58. RENARD, C., *ELDO/ESRO Scient. and Tech. Rev.* 4, 309 (1972)

**CRPE**  
*Centre de Recherches  
en Physique de l'Environnement  
terrestre et planétaire*

*Avenue de la Recherche scientifique  
45045 ORLEANS CEDEX*

**Département PCE**  
*Physique et Chimie  
de l'Environnement*

*Avenue de la Recherche scientifique  
45045 ORLEANS CEDEX*

**Département ETE**  
*Etudes par Télédétection  
de l'Environnement*

*CNET - 38-40 rue du général Leclerc  
92131 ISSY-LES-MOULINEAUX*