

# Etude expérimentale et simulation des micro-plasmas générés dans des micro-cathodes creuses

Thierry Dufour

### ► To cite this version:

Thierry Dufour. Etude expérimentale et simulation des micro-plasmas générés dans des micro-cathodes creuses. Autre [cond-mat.other]. Université d'Orléans, 2009. Français. NNT: 2009ORLE2035. tel-00464710v2

### HAL Id: tel-00464710 https://theses.hal.science/tel-00464710v2

Submitted on 17 Mar 2010

**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.



**UNIVERSITÉ D'ORLÉANS** 



### ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES ET TECHNOLOGIES

LABORATOIRE GREMI

# THÈSE présentée par : Thierry DUFOUR

soutenue le : 27 Novembre 2009

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université d'Orléans** Discipline : Physique des Plasmas

# Etude expérimentale et simulation

# des micro-plasmas générés

dans des micro-cathodes creuses

#### THÈSE dirigée par :

M. Pierre RANSON M. Rémi DUSSART Professeur, GREMI, Université Orléans Maître de Conférences, GREMI, Université d'Orléans

RAPPORTEURS :

M. Antoine ROUSSEAU M. Vincent PUECH Directeur de Recherche, LPP, Ecole Polytechnique de Palaiseau Directeur de Recherche, LPGP, Université d'Orsay

#### JURY :

M. Jean-Marie CORMIER M. Rémi DUSSART Mme Léanne PITCHFORD M. Vincent PUECH M. Pierre RANSON M. Antoine ROUSSEAU M. Nader SADEGHI Professeur, GREMI, Université d'Orléans - Président du Jury Maître de Conférences, GREMI, Université d'Orléans Directeur de Recherche, Laplace, Université de Toulouse Directeur de Recherche, LPGP, Université d'Orsay Professeur, GREMI, Université d'Orléans Directeur de Recherche, LPP, Ecole Polytechnique, Palaiseau Directeur de Recherche, LSP, Université Joseph Fourier, Grenoble





### Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire margue l'introduction d'un nouvel axe de recherche au GREMI (Groupe de Recherche sur l'Energétique des Milieux Ionisés) à l'Université d'Orléans. Je tiens tout d'abord à remercier Jean-Michel POUVESLE pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire qu'il dirige. Je remercie aussi chaleureusement mes directeur et co-directeur de thèse Pierre RANSON et Rémi DUSSART, pour leur encadrement et la confiance qu'ils m'ont témoignée. Je les remercie tout particulièrement pour leur sympathie, leurs conseils et pour m'avoir permis de vivre cette thèse comme une belle aventure scientifique. Je remercie aussi toutes les personnes qui ont contribué à l'émergence de la manip' : Philippe LEFAUCHEUX notre ingénieur de recherche qui rayonne par son dynamisme et sa bonne humeur, ainsi que Guy COUDRAT, Sébastien DOZIAS, Bernard DUMAX, Jacky MATTHIAS pour leurs aides précieuses en mécanique, électronique, informatique et optique. J'adresse aussi tous mes remerciements au professeur Lawrence OVERZET de l'Université de Dallas (USA) avec qui j'ai eu la chance de partager des semaines d'expériences bien chargées tout en lui apprenant quelques mots de français ! Je remercie vivement nos secrétaires Sylvie JAUFFRION et Christophe DUBOIS pour leur disponibilité et l'aide appréciée qu'ils apportent aux doctorants. Je voudrais aussi remercier Anne-Lise THOMANN qui propose aux doctorants des ateliers de vulgarisation scientifique en milieu scolaire : c'est une belle initiative et j'ai été ravi d'y participer.

A présent, je souhaite adresser tous mes remerciements aux membres du jury, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux. Je remercie Jean-Marie CORMIER, Directeur de Recherche au GREMI, pour avoir accepté de présider ce jury ainsi que Vincent PUECH, Directeur de Recherche au LPGP d'Orsay et Antoine ROUSSEAU, Directeur de Recherche au LPP de Palaiseau, qui ont accepté d'être rapporteurs. Je remercie aussi Léanne PITCHFORD, Directrice de Recherche au laboratoire LAPLACE de Toulouse pour une collaboration que nous avons entreprise et qui m'a permis d'utiliser son code de simulation pour caractériser des micro-plasmas. Je remercie aussi Nader SADEGHI, Directeur de



Recherche au laboratoire LSP de Grenoble, membre du jury et avec qui j'ai eu la chance d'effectuer une collaboration courte mais très enrichissante en spectroscopie d'émission optique.

Cette thèse a aussi été rythmée par de nombreux moments conviviaux avec mes Camarades de l'équipe gravure/micro-plasmas. J'aimerais commencer par remercier Laurianne PICHON-BALMADIER avec qui j'ai commencé cette thèse ; l'année 2010 lui sera salutaire puisqu'elle accouchera d'une thèse puis bientôt d'une petite fille ; donc plein de bonheur en perspective ! Je remercie aussi Corinne DULUARD (Coco) pour sa gentillesse et qui aura su médiatiser le laboratoire par ses interventions répétées au JT de France 3. Merci aussi à Jérémy PEREIRA, pour sa bonne humeur communis*catric*e et à Houcine OUBENSAID, le Dr House de l'équipe. J'adresse tous mes encouragements à Thomas TILLOCHER et Mukesh KULSRESHATH qui prennent la suite de mes expériences (tenez moi au courant si vous obtenez des nano-plasmas !). Je n'oublie pas non plus Julien LADROUE (Chipsters), Hao JIANG et Vincent GIRAULT avec lesquels j'ai aussi partagé les fameuses réunions d'équipe du lundi matin, 8h<u>30</u>.

Je remercie aussi les thésards qui se sont succédés dans mon bureau : Ekaterina REZUGINA, Penyarat CHINDA, Alain LEUFROY (gourou évangélisateur d'Ubuntu) qui à force de diatribes antiwindowsiennes m'a converti à Linux et Lahib BALIKA qui travaille sa licence de bleaching G.R.T (tiens bon, tu vas l'avoir !). Je remercie aussi Eliane AMIN CHALHOUB, notre rayon de soleil libanais ainsi que son fidèle garde du corps, Larbi BEDRA, chargé de sa sécurité jusqu'à l'arrêt de tram. Je remercie aussi Gaétan WATTIEAUX et Moea LABOUR (désolé pour la recette sur les tartes) ainsi que Catherine DUPUIS et Graug NIASS pour nos matchs de volley. Je n'oublie pas non plus les footballeurs du premier étage : Emmanuel Le BOULBAR (Jean-Luc), Hermane MBITSI, Mohamed DARIF et Christophe BOGE. Merci aussi – plus succinctement mais avec autant d'affection – aux autres doctorants, postdoctorants et stagiaires : Hervé HIDALGO, Laurent MEYER, Kheira HAMEURLAINE, Khadija ARABI, Ibrahim CHIBOUB, Mathieu MOUGENOT, Edward ROMEIRO, Romain JOUSSOT, Jonathan BUISSON, Sujuan WU, Monali MANDRA ... Bonne continuation à toutes et à tous.

Je tiens également à mentionner des anciens doctorants du GREMI dont je garde un très bon souvenir : Marjorie CAVARROC (Marjo), Ratiba BENZERGA, Elise EL HAMAR, mais aussi Pascale PLANTIN et sa fameuse clef de contact. Une pensée nostalgique aussi pour toutes les autres personnes avec lesquelles j'avais l'habitude de prendre mes pauses du midi (avec parfois des sujets de conversation brûlants mais intéressants) : Maxime MIKIKIAN, Hervé RABAT, Vincent DOLIQUE, Amaël CAILLARD, Lénaïc COUEDEL, Binjie DONG, Clément ZAEPFFEL, Sébastien KOUASSI, Sylvain



TRICOT, ... Je souhaite également plein de courage aux nouvelles recrues du GREMI avec lesquelles j'ai déjà pu interagir et qui se sont lancées dans une belle aventure scientifique de trois ans : Vanessa SARRON, Pierre-Antoine CORMIER, Pierre AUDIER et Marc VANDAMME.

Enfin, j'aimerais remercier ma famille qui m'a soutenu durant ce travail de thèse, en particulier mes parents. Merci aussi à la joyeuse dream-team orléanaise : Grégory DESVIGNES le "Gentilhomme" expatrié à San Francisco pour étudier les pulsars, Matthieu POMMIER le french lover de Cachan, Stéphanie BEGUE dite l'*artiste* pour ses dépôts organiques de Rorschach, Jérôme GOSSANT qui manque à la Physique autant que Dereck manque au spectacle (!), Elodie MOTHIRON qui a rendu aux pichets leurs lettres de noblesse, Raphaël DIMIER (B.V.D.H.) le Pavarotti des ménagères de 18 à 30 ans, Régis LANSON de Group(or)ama, Céline BIZEUL la juge corrompue (!) des courses d'orientation. Merci aussi (et quand même) à Benoît, Olivier, Manu ; et une petite dédicace à Laetitia ROGER et Emilie FERRE pour qu'elles n'oublient pas la valeur de la constante de Lafouine : 97 µm !



Equipe Gravure/Micro-plasmas sur 3 ans de thèse : Pierre RANSON, Rémi DUSSART, Philippe LEFAUCHEUX, Lawrence OVERZET, Xavier MELLHAOUI, Thomas TILLOCHER, Corinne DULUARD, Laurianne PICHON, Thierry DUFOUR, Monali MANDRA, Houcine OUBENSAID, Hao JIANG, Jérémy Pereira, Vincent GIRAULT, Julien LADROUE, Mukesh KULSRESHATH

GREMI



9

# Table des matières

REMERCIEMENTS	5
TABLE DES MATIERES	9
INTRODUCTION GENERALE	13
1. INTRODUCTION AUX MICRO-DECHARGES	17
1.1. INTRODUCTION AUX PLASMAS	18
1.1.1. DEFINITION ET CARACTERISTIQUES DE L'ETAT PLASMA	
1.1.2. CLASSIFICATIONS DES PLASMAS	
1.1.3. DES MACRO-PLASMAS AUX MICRO-PLASMAS	
1.2. LES PRINCIPALES GEOMETRIES D'ECHANTILLONS	24
1.2.1. PANORAMA	
1.2.2. LA GEOMETRIE M.H.C	
1.2.3. LES MICRO-JETS.	
1.2.4. LA GEOMETRIE M.C.S.	28
1.2.5. LES CATHODES CREUSES FERMEES À PROFIL PYRAMIDAL	
1.2.7. LES D.D.D. OTLINDRIQUES	
1.3 INFLUENCE DES DIMENSIONS CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS	
1.3.1 MICRO-PLASMA : UNE DEFINITION ENCORE AMBIGUË	34
1.3.2. RAPPORT SURFACE/VOLUME	35
1.3.3. CONSEQUENCES DES DIMENSIONS SUBMILLIMETRIQUES DE LA DECHARGE	
1.4. APPLICATIONS TECHNOLOGIQUES	37
1.4.1. GENERALITES	
1.4.2. APPLICATIONS INDUSTRIELLES	
1.4.3. APPLICATIONS BIOMEDICALES	
1.4.4. APPLICATIONS ENVIRONNEMENTALES ET AEROSPATIALES	
2. MOYENS TECHNIQUES DEDIES A L'ETUDE DES MICRO-DECHARGES	49
2.1. PROCEDES DE FABRICATION DES ECHANTILLONS	50
2.1.1. ECHANTILLONS A GEOMETRIE DE MICRO-CATHODE CREUSE OUVERTE	50
2.1.2. ECHANTILLONS A GEOMETRIE DE MICRO-CATHODE CREUSE FERMEE	
2.2. DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL	56
2.2.1. PRESENTATION GENERALE	
2.2.2. L'ENCEINTE	
2.2.3. LE SYSTEME DE POMPAGE ET L'ARRIVEE DES GAZ	

GREMI!

2.2.4. LE SYSTEME ELECTRIQUE	59
2.2.5. LES PORTE-ECHANTILLONS	61
2.2.6. LE SYSTEME DE POSITIONNEMENT DU PORTE-ECHANTILLON	64
2.2.7. LE SYSTEME DE GRANDISSEMENT OPTIQUE	65
2.3. LES DIAGNOSTICS	68
2.3.1. MESURE DES GRANDEURS ELECTRIQUES	68
2.3.2. IMAGERIE PAR CAMERA ICCD	70
2.3.3. SPECTROMETRIE D'EMISSION OPTIQUE (S.E.O.)	73
2.3.4. MICROSCOPIE	77
2.4. CODE DE SIMULATION	79
2.4.1. PRESENTATION	79
2.4.2. EQUATIONS FONDAMENTALES DU MODELE TOTALEMENT FLUIDE	80
2.4.3. DETERMINATION DES COEFFICIENTS DE TRANSPORT ET DE REACTION	83
2.4.4. DOMAINE NUMERIQUE ET PARAMETRES DE CALCUL	86

#### 3. REGIMES DE FONCTIONNEMENT D'UNE MICROCATHODE CREUSE OUVERTE A UNE CAVITE 89

3.1. IDENTIFICATION DES REGIMES DE FONCTIONNEMENT D'UNE MACRO-DECHARGE A BASSE PRESSION ET D'UNE	00
MICRO-DECHARGE A HAUTE PRESSION	90
	90 00
3.1.2. INIURO-DECHARGES A HAUTE PRESSION	92
3. 1.3. LIMITES DE COMPARAISON ENTRE MAURO-DECHARGES ET MICRO-DECHARGES	90
3.2. REGIME DE PRE-GLAQUAGE	90
3.2.1. PROCESSUS EN VOLUME & PROCESSUS EN SURFACE	90
3.2.2. TEMPS DE CLAQUAGE	90
3.2.3. COURANT DE CLAQUAGE ET TENSION DE CLAQUAGE	90
3.3. PHENOMENE DE CLAQUAGE D'UNE MICRO-CATHODE CREUSE OUVERTE	97
3.4. I RANSITION ENTRE LE PHENOMENE DE CLAQUAGE ET LE REGIME LUMINESCENT NORMAL D'UNE MICRO-CATHOI	DE
CREUSE OUVERTE	99
3.4.1. ANALYSE DYNAMIQUE	99
3.4.2. ANALYSE STATIQUE - LE REGIME AUTO-IMPULSIONNEL	102
3.4.3. COMPARAISON DES DEUX ANALYSES	104
3.5. REGIME LUMINESCENT NORMAL D'UNE MICRO-CATHODE CREUSE OUVERTE	104
3.5.1. INFLUENCE DU DIAMETRE DE LA CAVITE	104
3.5.2. INFLUENCE DE LA DISTANCE INTER-ELECTRODES	108
3.5.3. INFLUENCE DE LA PRESSION SUR I_D ET V_D	110
3.5.4. INFLUENCE DE LA PRESSION SUR L'INTENSITE DE LA LUMIERE EMISE PAR LA CAVITE	112
3.5.5. INFLUENCE DE LA PRESSION SUR L'ETALEMENT DE LA MICRO-DECHARGE (SUR LA FACE CATHODIQUE)	114
3.5.6. INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LA DENSITE DE COURANT	118
3.5.7. INFLUENCE DU COURANT SUR LA TEMPERATURE DU GAZ	120
3.5.8. INFLUENCE DU COURANT SUR LA DENSITE ELECTRONIQUE	124
3.5. L'EFFET DE CATHODE CREUSE	134
3.5.1. COMPORTEMENT DES ELECTRONS DANS UNE CATHODE CREUSE	134
3.5.2. Theorie de l'effet pendulaire	135
3.5.3. CAS EXPERIMENTAL	137

#### 4. ETUDE DU REGIME LUMINESCENT ANORMAL D'UNE MICRO-CATHODE CREUSE OUVERTE A UNE CAVITE 139

4.1. PASSAGE DU REGIME LUMINESCENT NORMAL AU REGIME LUMINESCENT ANORMAL	140
4.2. INFLUENCE DE L'AIRE D'OUVERTURE DE LA COUCHE LIMITANTE SUR LES PARAMETRES PHYSIQUES DE LA MICRO	)-
DECHARGE	142
4.2.1. INFLUENCE SUR LA COURBE V-I	.142

GREMI!

4.2.2. INFLUENCE SUR LA TENSION DE LA MICRO-DECHARGE	149
4.2.3. INFLUENCE SUR LA TEMPERATURE DU GAZ	151
4.2.4. INFLUENCE SUR LES DENSITES DES ESPECES CHARGEES	155
4.3. INFLUENCE DE L'EPAISSEUR DE LA COUCHE LIMITANTE SUR LES PROPRIETES PHYSIQUES DE LA MICRO-DECI	HARGE
	159
4.3.1. INFLUENCE SUR LA COURBE V-I SIMULEE	159
4.3.2. INFLUENCE SUR LA TENSION DE LA MICRO-DECHARGE	160
4.3.3. INFLUENCE SUR LA TEMPERATURE DU GAZ	162
4.3.4. INFLUENCE SUR LES DENSITES DES ESPECES CHARGEES	163
4.4. INFLUENCE DE LA PRESSION SUR LES PARAMETRES PHYSIQUES DE LA MICRO-DECHARGE, EN LIMITANT	
SPATIALEMENT LA SURFACE CATHODIQUE	165
4.4.1. INFLUENCE SUR LA COURBE V-I EXPERIMENTALE	165
4.4.2. INFLUENCE SUR LA TEMPERATURE DU GAZ	167
4.4.3. INFLUENCE SUR L'EMISSION DANS LE DOMAINE VISIBLE	169
4.5. LE PHENOMENE D'HYSTERESIS	170
4.5.1. PRESENTATION	170
4.5.2. INFLUENCE DE LA PRESSION	172

4.5.2. INFLUENCE DE LA PRESSION	172
4.5.3. INFLUENCE DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE DU GAZ	
4.5.4. INFLUENCE DE LA TAILLE DE L'ECHANTILLON	
4.5.5. INFLUENCE DES PORTE-ECHANTILLONS	

#### 5. ALLUMAGE DE CAVITES EN PARALLELE

5.1. INTRODUCTION	182
5.1.1. ALMAGE EN PARALLELE PAR LIMITATION DE LA SURFACE CATHODIQUE EXTERIEURE	182
5.1.2. DETERMINATION DU COURANT DANS CHAQUE CAVITE D'UN ECHANTILLON A PLUSIEURS CAVITES	183
5.2. PROCESSUS D'ALLUMAGE EN PARALLELE – CAS D'UNE OUVERTURE COLLECTIVE	185
5.2.1. PRESENTATION DE L'EXPERIENCE	185
5.2.2. SURFACE CATHODIQUE LIMITEE PAR UNE OUVERTURE COLLECTIVE	185
5.2.3. SURFACE CATHODIQUE EXTERIEURE NON LIMITEE	191
5.3. PROCESSUS D'ALLUMAGE EN PARALLELE – CAS D'UNE OUVERTURE A COMPARTIMENTS	193
5.3.1. CONDITIONS EXPERIMENTALES	193
5.3.2. ANALYSE DE LA PREMIERE MONTEE DE LA DEUXIEME COURBE V-I : ALLUMAGE DE LA PREMIERE CAVITE	195
5.3.3. ANALYSE DE LA DEUXIEME MONTEE DE LA DEUXIEME COURBE V-I : ALLUMAGE DE LA DEUXIEME CAVITE	196
5.3.4. ANALYSE DES AUTRES MONTEES PUIS DE LA DESCENTE (DEUXIEME COURBE V-I)	196
5.4. INFLUENCE DE LA PRESSION ET DE L'ETAT DE SURFACE SUR LE MECANISME D'ALLUMAGE PAR ETALEMENT	197
5.5. ALLUMAGE D'UNE MATRICE DE MICRO-CATHODES CREUSES FERMEES	199
CONCLUSION GENERALE & PERSPECTIVES	201
BIBLIOGRAPHIE	205

ANNEXES

GREMI!



## Introduction générale

Les micro-décharges constituent un nouvel axe de recherche de la physique des plasmas froids. Leur étude est apparue au milieu des années 1990 aux Etats-Unis et s'est considérablement développée à travers le monde depuis ces trois dernières années. Même si, à l'heure actuelle, les micro-plasmas font l'objet d'une recherche principalement fondamentale, leurs applications technologiques promettent d'être aussi nombreuses que variées.

Ce travail de thèse marque l'introduction de la thématique des micro-plasmas au GREMI (Groupe de Recherche sur l'Energétique des Milieux Ionisés) et a pour objectif d'analyser les mécanismes physiques régissant leur fonctionnement, dans le cas d'une géométrie de micro-cathode creuse ouverte. La compréhension de ces mécanismes repose sur la complémentarité essentielle qui lie le travail expérimental au travail de simulation. Celle-ci prend en effet toute son importance dans la mesure où nos diagnostics expérimentaux sont confrontés à des limitations spatiales imposées par les dimensions sub-millimétriques des micro-décharges que nous générons.

Ce travail de thèse est avant tout le fruit d'un véritable travail d'équipe, d'échanges et de collaborations avec d'autres partenaires scientifiques. Grâce à Lawrence J. Overzet et son équipe, nous avons bénéficié des moyens technologiques de l'Université de Dallas pour fabriquer des échantillons à géométrie de micro-cathode creuse. Dans le cadre d'une collaboration avec Leanne Pitchford du laboratoire Laplace (LAboratoire PLAsma et Conversion d'Energie) de Toulouse, nous avons simulé plusieurs expériences de micro-décharges grâce au logiciel GDSim, ce qui nous a permis d'avoir connaissance de paramètres physiques clefs (répartition spatiale du champ électrique, température électronique, densités des espèces chargées, etc.). Enfin, dans le cadre d'une I.T.C. (Incitation aux Transferts de Compétences) nous avons mené une campagne de mesures au L.S.P. (Laboratoire de Spectrométrie Physique) de Grenoble, avec Nader Sadeghi. Ces expériences nous ont permis de



mesurer par spectrométrie d'émission optique à haute résolution, la température du gaz de microdécharges ainsi que leur densité électronique.

Ce travail de thèse est articulé en cinq chapitres.

Le premier chapitre est consacré à un état de l'art des micro-décharges. Nous commençons par situer la place qu'occupent les micro-décharges dans la Science des Plasmas. Nous insistons sur deux caractéristiques fondamentales des échantillons utilisés pour générer les micro-décharges : leurs géométries, dont la diversité permettra de comprendre leur influence sur les propriétés physiques des micro-plasmas et leurs dimensions. Nous clôturerons ce chapitre sur l'extraordinaire diversité des applications que les micro-plasmas offrent aujourd'hui et promettent demain.

Le **deuxième chapitre** développe l'ensemble des moyens technologiques dédiés à l'étude des micro-décharges. Nous y décrivons les procédés de fabrication des échantillons à géométrie de cathode creuse ouverte et fermée. Puis nous présentons le dispositif expérimental du GREMI ainsi que les diagnostics (électrique, optique et spectroscopique) utilisés pour caractériser nos échantillons. Enfin, nous présentons le code de simulation employé pour compléter nos études expérimentales.

Le troisième chapitre a pour objectif d'analyser les mécanismes physiques qui caractérisent les régimes de fonctionnement des décharges générées dans la géométrie de micro-cathode creuse ouverte. Dans un premier temps, nous commençons par comparer les propriétés de ces microdécharges à celles des macro-décharges à basse pression, générées par un courant continu entre deux électrodes planes parallèles. Puis, nous développons les propriétés physiques de chaque régime de fonctionnement de la micro-décharge. La partie dédiée à l'étude du régime luminescent normal fera l'objet d'une analyse approfondie ; nous y détaillerons les mécanismes physiques mis en jeu en mesurant et reliant les grandeurs physiques macroscopiques et microscopiques que nous avons mesurées (champ électrique, température du gaz, température électronique et densités des espèces). Nous y comparerons également nos résultats expérimentaux (caractéristiques électriques, optiques et spectroscopiques) à ceux obtenus par simulation.

Dans le **quatrième chapitre** nous démontrons par l'expérience et la simulation qu'il est possible de faire fonctionner une micro-cathode creuse ouverte en régime luminescent anormal à condition de limiter spatialement sa surface cathodique extérieure. Pour cela, nous verrons qu'il est nécessaire de recouvrir la cathode par une couche diélectrique, caractérisée par deux paramètres : son aire d'ouverture et son épaisseur. Nous analyserons en détails l'influence exercée par cette couche diélectrique sur les propriétés physiques de la micro-décharge (potentiel, températures, densités des espèces chargées), puis nous étudierons en quelles proportions la pression du gaz modifie les



propriétés électriques de la micro-décharge, mais aussi la température du gaz et son émission lumineuse dans le domaine visible. Nous fournirons également des éléments d'explication sur l'existence d'un phénomène d'hystérésis qui apparaît dès lors que la cathode est spatialement limitée.

Le cinquième chapitre porte sur l'étude de l'allumage de micro-décharges fonctionnant en parallèle. Pour cela, nous préciserons la condition *sine qua non* à l'allumage simultané de plusieurs micro-décharges ainsi qu'une méthode permettant de mesurer le courant dans chacune de ces cavités. Nous expliquerons les mécanismes d'allumage en parallèle, ainsi que le rôle joué par l'ouverture de la couche limitante sur les modifications des propriétés électriques des micro-décharges. Enfin, nous évoquerons l'influence de la pression ainsi que le rôle joué par un paramètre qui prend toute son importance dans l'allumage en parallèle : l'état de la surface cathodique extérieure.



Première micro-décharge du GREMI (24/03/2006).





# Chapitre 1 Introduction aux micro-décharges

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter un nouvel axe de recherche de la physique des plasmas froids : les micro-plasmas. Par soucis de clarté, nous commencerons dans une première partie par rappeler la définition du plasma ainsi que ses principales caractéristiques. Nous ferons également un bref rappel historique pour expliquer comment et pourquoi les micro-plasmas sont apparus et connaissent aujourd'hui un si fort engouement à l'échelle internationale. Les deux parties suivantes seront consacrées à deux caractéristiques fondamentales des échantillons : leurs géométries, dont la diversité permettra de comprendre leur influence sur les propriétés physiques des micro-plasmas ; et leurs dimensions. Enfin, nous pourrons clore ce chapitre sur l'extraordinaire diversité des applications que les micro-plasmas offrent aujourd'hui et promettent demain.



### 1.1. Introduction aux plasmas

#### 1.1.1. Définition et caractéristiques de l'état plasma

Tout élément de l'Univers peut exister sous forme de quatre états de la matière : solide, liquide, gazeux et plasma ; ce dernier correspondant à l'état de la matière le plus désordonné. Le plasma se présente sous la forme d'un gaz partiellement ou totalement ionisé, constitué d'espèces neutres (atomes, molécules) et d'espèces chargées (ions, électrons) {*Lie-05*}. A titre d'exemples, nous pouvons citer d'une part les plasmas dits **naturels** comme les nébuleuses, la couronne solaire, les flammes, les aurores, les éclairs ; et d'autre part les plasmas de laboratoire dits **industriels** comme les plasmas de gravure, les réacteurs à fusion, les néons, les propulseurs, les torches, les plasmas pour implantation ionique, etc.

Tous ces plasmas ont en commun les quatre grandes caractéristiques suivantes :

- Tout d'abord, le plasma est soumis à la condition de quasi-neutralité électrique, qui en termes de densités se traduit par l'égalité  $n_e = n_i$  (en l'absence d'ions négatifs). Même si la densité des particules neutres est supérieure à celle des espèces chargées, celles-ci jouent un rôle prépondérant.

 Dans un plasma, chaque type de particules ne se déplace pas à la même vitesse. Quand le plasma atteint un équilibre thermodynamique, toutes les vitesses et les énergies de ses particules obéissent à des distributions de type Maxwell-Boltzmann.

- Les plasmas sont dominés par deux types de collisions {*Del-94*} : d'une part les **collisions élastiques** pour lesquelles l'énergie cinétique totale est conservée (avant et après collision) ; d'autre part les **collisions inélastiques** pour lesquelles l'énergie cinétique totale des deux particules est inférieure après collision (au bénéfice d'une partie transférée à l'énergie interne de la particule-cible). Ces collisions entre particules neutres, peuvent entraîner la création de particules chargées. Si cette création est obtenue à partir de particules neutres dans leur état fondamental, on parle d'**ionisation directe** ; si elles se trouvent dans un état déjà excité on parle alors d'**ionisation par étapes** : c'est le cas des métastables dont la densité est importante en raison de leur longue durée de vie.

Dans un gaz non ionisé, les particules exercent les unes sur les autres des forces de Van Der Waals.
 En ionisant le gaz, ces forces s'exercent toujours mais la présence de particules chargées entraîne



l'apparition de nouvelles forces : les **forces coulombiennes**. Contrairement aux forces de Van Der Waals, elles s'exercent sur de grandes distances, induisant un comportement collectif. Ces forces s'intensifient quand un déséquilibre vient rompre la condition de neutralité électrique : elles sont une spécificité de l'état plasma {*Rax-05*}.

#### 1.1.2. Classifications des plasmas

Comme nous l'avons rappelé, les plasmas ont en commun quatre grandes caractéristiques qui les différentient des trois autres états de la matière. Les plasmas possèdent également d'autres propriétés physico-chimiques intrinsèques qui peuvent s'exprimer différemment selon la géométrie des échantillons, la variété des conditions expérimentales et la complexité des réactions mises en jeu. A partir de ces propriétés intrinsèques, il est possible d'établir des classifications pour séparer ces différents types de plasmas.

En ce qui concerne les micro-plasmas, notre attention s'est portée sur trois classifications que nous allons détailler : la première est la classification selon la température des espèces. La deuxième est une loi d'échelle basée sur le critère pression×distance. La troisième propose une approche en termes d'applications technologiques à partir des densités des espèces neutres et chargées.

#### Classification des plasmas selon la température

Les plasmas peuvent être séparés en deux grandes familles : les **plasmas chauds** et les **plasmas froids** {*Del-94*}. Les plasmas chauds sont à l'équilibre thermodynamique (ou en sont proches), c'est-à-dire que les espèces neutres comme les espèces chargées sont caractérisées par une seule température, exprimée par l'égalité :  $T_g \approx T_i \approx T_e$ , et inférieure à environ 10<sup>4</sup> K. Au contraire, dans les plasmas froids, les ions n'ont pas atteint d'équilibre thermodynamique. Leur température reste équivalente à celle des neutres (comprise entre 300K et 2500 K) alors que celle des électrons leur est très supérieure (environ 10<sup>4</sup>-10<sup>5</sup> K soit une dizaine d'électron-volts).

#### ■ Classification des plasmas selon la loi d'échelle Pression×Distance

Cette loi d'échelle résulte du produit de deux paramètres : la pression (p) du plasma et la distance de claquage (d). Ainsi, on distingue d'une part les plasmas régis par la **physique de Townsend** pour  $p \times d < 500$  Torr.cm et les plasmas régis par la **physique des streamers** pour

JREN i

lesquels  $p \times d > 500$  Torr.cm. Les micro-plasmas suivent la physique de Townsend qui présente une stabilité remarquable dans les gaz rares (principalement l'hélium, le néon, l'argon) pour des valeurs comprises entre 1 et 10 Torr.cm *{Foe-05}*. Par conséquent, la création de plasmas stables à pression atmosphérique nécessite des dimensions de claquage d'environ 100 µm, ce qui est de l'ordre de grandeur des dimensions de nos échantillons.

La figure **1.1.** est un graphique faisant intervenir les deux paramètres de cette loi d'échelle : la pression en abscisse et la distance de claquage en ordonnée. On peut alors y placer la condition de stabilité que nous venons d'évoquer, représentée par l'espace délimité entre les deux courbes à 1 Torr.cm et 10 Torr.cm. De plus, en tenant compte des dimensions caractéristiques de nos cavités, représentées par les deux droites horizontales à 250 µm et 500 µm, il est possible de délimiter une zone de stabilité, représentée par la zone grisée au centre de la figure.



Figure 1.1 – Graphique illustrant la condition de stabilité imposée par le critère Pression×Distance

Cette figure montre clairement la possibilité de générer des plasmas stables sur des dimensions inférieures à celles de nos micro-décharges, à condition toutefois d'augmenter la pression, comme l'exige la loi de Paschen.

GREMI

#### Classification des plasmas en termes d'applications technologiques

Becker propose une classification des plasmas dont les applications microélectroniques sont représentées par des champs placés dans un espace en trois dimensions {*Bec-06*}. Cet espace, représenté dans la figure **1.2.** prend en considération la dimension caractéristique de la décharge, la densité de gaz et la densité des espèces chargées. Comme nous pouvons le voir, chaque technologie possède un champ de propriétés physiques qui lui sont spécifiques, permettant ainsi de distinguer les P.D.P. (Plasma Display Pannel), les μT.A.S. (micro Total Analysis Systems), les M.E.M.S. (MicroelectroMechanical Systems), les sources E.U.V. (Extrême U.V.) et enfin les micro-décharges. Ces dernières sont caractérisées par des densités de l'ordre de 10<sup>20</sup> cm<sup>-3</sup> pour les espèces neutres et de 10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup> pour les espèces chargées.

De par sa position sur cette figure, il est intéressant de relever que les micro-plasmas se situent à l'intersection des applications technologiques que nous venons de citer, et d'applications physiques encore inexplorées, telles que les nano-plasmas, les plasmas de type fluide super-critique et les plasmas hyper-denses.



Figure 1.2 – Dimensions caractéristiques, densité de gaz et densité plasma, relatives aux technologies de la microélectronique. Source : K. H. Becker {Bec-06}.

#### 1.1.3. Des macro-plasmas aux micro-plasmas

Certaines des propriétés spécifiques à l'état plasma sont connues depuis très longtemps. Ainsi, Faraday est le premier physicien à s'être intéressé à ce "comportement particulier" des gaz ionisés et à publier ses observations dans une série de trois ouvrages en 1839, 1844 et 1855 *{Far-39}*. A cette époque, on ne parle pas encore de plasma, ce terme ayant été introduit par Langmuir en 1926 *{Lan-26}*. En 1889, Friedrich Paschen s'intéresse au phénomène de claquage d'un gaz entre deux électrodes parallèles. Il énonce alors une loi qui établit la dépendance de la tension de claquage en fonction du produit de deux paramètres : la pression et la distance inter-électrodes. Cette loi établit également que pour un produit constant "pression×distance", le claquage du plasma peut avoir lieu dans deux configurations différentes :

- Soit à faible pression sur une grande distance.

- Soit à forte pression sur une courte distance.

Cette loi est donc très importante car elle témoigne que déjà à cette époque, il était possible d'envisager l'existence des micro-plasmas, en les générant sur de très courtes distances et à pression élevée. Cependant, pour des raisons purement technologiques, les décharges sont générées sur des dimensions d'une dizaine de centimètres et pour de faibles pressions : ainsi la décharge occupe uniformément tout le tube en matériau isolant (souvent en verre) dans lequel elle est générée. Les expériences sont également menées pour des tensions de claquage basses puisqu'à cette époque les sources haute tension ne sont pas développées. Plus tard, au début du XXe siècle, apparaît pour l'éclairage le tube "néon", qui fonctionne pour une pression de quelques centaines de Pascals et sur une dimension caractéristique de plusieurs dizaines de centimètres.

Ce bref rappel historique permet de mieux comprendre en quoi les progrès dans la physique des plasmas ont été tributaires des technologies de leur époque, et plus précisément de l'évolution des technologies du vide, des sources électriques et des matériaux. Le verrou technologique qui a bloqué l'émergence des micro-plasmas est incontestablement la technologie des matériaux, qui pendant longtemps n'a pas permis de créer de structure électrode/diélectrique/électrode sur des dimensions submillimétriques. Il faudra attendre le début des années 1960, pour que la technologie des matériaux s'oriente vers une logique de miniaturisation. L'exemple le plus pertinent est la loi empirique de Moore, exprimée en 1965, qui répond à cette logique par la réduction en taille des transistors intégrés aux microprocesseurs. La physique des plasmas tire un bénéfice incontestable de cette course à la miniaturisation mais c'est seulement à partir du début des années 1990, qu'apparaîtront les premières microdécharges. "Officiellement" la première micro-décharge a été obtenue en 1996 par Schoenbach



dans une géométrie de type micro-cathode creuse (MHC). Il aura donc fallu attendre plus d'un siècle

pour que la loi de Paschen soit expérimentalement vérifiée sur des dimensions submillimétriques ...

Aujourd'hui, l'étude des micro-plasmas se situe à l'intersection de trois grandes disciplines *[lwm-07]*, comme l'illustre la figure **1.3.** :

- La science des plasmas, qui s'intéresse à ses propriétés physico-chimiques.

- L'optoélectronique, qui s'intéresse à l'étude des composants électroniques émettant ou interagissant avec la lumière.

- La science des matériaux, qui s'intéresse à la fabrication des échantillons pour y confiner des microdécharges.



Figure 1.3 – Les trois grandes disciplines à l'intersection desquelles se situent les micro-plasmas.

### 1.2. Les principales géométries d'échantillons

La cavité d'un échantillon est caractérisée par sa taille et sa géométrie. Ces deux critères peuvent avoir une grande influence sur les paramètres physiques du plasma, comme sur la température du gaz *{Kus-04}* ou sur la température électronique.

#### 1.2.1. Panorama

Même s'il en existe bien davantage, notamment sous des formes hybrides *{Kog-07, Bec\*-06, Shi-06}*, nous pouvons distinguer neuf géométries d'échantillons, représentées dans les figures **1.4.** et **1.5.** Nous proposons de les classer en deux catégories :

- D'une part les géométries à cathode pleine dont la surface exposée au plasma est totalement plane, sans aspérité. C'est le cas de la géométrie C.B.L. (Cathode Boundary Layer) présentée en figure 1.4.b.
- D'autre part les géométries à cathode creuse, pour lesquelles une cavité a été creusée dans la cathode : le plasma est alors exposé à une surface tridimensionnelle. Cette surface peut alors provoquer un effet de cathode creuse qui fera l'objet d'une discussion dans le chapitre 3. Parmi ces cathodes creuses, on peut distinguer deux sous-catégories :

Les cathodes creuses dites ouvertes, qui peuvent être traversées par un flux de gaz. Elles peuvent être à section circulaire ou rectangulaire, respectivement représentées dans les figures 1.5.a. et 1.5.b. Les géométries "micro-jet" et c-DBD (Décharge à barrière diélectrique cylindrique) sont respectivement représentées dans les figures 1.5.c. et 1.5.d.

- les cathodes creuses dites **fermées**, où le plasma est obligatoirement confiné. Nous pouvons distinguer les configurations à section circulaire, à section carrée et à profil pyramidal respectivement représentées dans les figures **1.5.e.**, **1.5.f.** et **1.5.g.** 



Figure 1.4 – Géométries à cathodes pleines. (a) Section rectangulaire, (b) Section circulaire.



Figure 1.5 – Géométries à cathodes creuses ouvertes et fermées. (a) ouverte à section circulaire, (b) ouverte à section rectangulaire, (c) ouverte de type micro-jet, (d) ouverte de type DBD cylindrique, (e) fermée à section circulaire, (f) fermée à section carrée, (g) fermée à profil pyramidal.

Sur ces figures, les proportions ne sont volontairement pas respectées pour représenter explicitement toutes les dimensions caractéristiques de chaque cavité (diamètre, profondeur, largeur, ...). A présent, nous allons nous intéresser, cas par cas, aux géométries les plus répandues, à savoir les M.H.C. (Micro-Hollow Cathode), les C.B.L. (Cathode Boundary Layer), les pyramides inversées et les micro-jets.

#### 1.2.2. La géométrie M.H.C

La M.H.C. (*Micro-Hollow Cathode*) est un échantillon présentant une structure sandwich électrode/diélectrique/électrode, à travers laquelle est réalisée une cavité cylindrique, soit ouverte (obtenue par procédé laser ou par gravure chimique) soit fermée (obtenue par gravure chimique). Les procédés de fabrication des M.H.C. sont bien maîtrisés pour des cavités de diamètre supérieur à 200

GREMI /

μm. Le procédé de fabrication ainsi que les dimensions précises de nos échantillons sont détaillés au chapitre 2 ; à titre indicatif nous indiquons sommairement ces dimensions en figure **1.5.a.** 

Aujourd'hui, il existe des procédés de micro-perçage {*Ede-06*} permettant d'obtenir des diamètres de cavité d'environ 13 µm mais ce type de techniques créé des poussières et une rugosité sur tout le contour circulaire de la cavité qui viennent altérer la qualité de l'état de surface. A ce jour, les plus petits diamètres obtenus dans cette géométrie sont de 30 µm {*Par-02*} pour les M.H.C. ouvertes et de 10 µm {*Par-04*} pour les M.H.C. fermées.

Nous verrons dans le chapitre 3 que l'effet de cathode creuse ne peut quasiment pas apparaître dans nos micro-décharges.

#### 1.2.3. Les micro-jets

La géométrie "micro-jet" peut être déclinée en plusieurs configurations, dont la plus connue est la C.P.E. (*Capilary Plasma Electrode*). La cathode se présente alors sous la forme d'un tube capillaire de diamètre interne 800 µm, à travers lequel est injecté un gaz. Elle est alimentée par une tension alternative, dont la fréquence contrôle deux modes de fonctionnement : pour des fréquences inférieures à quelques kHz, la décharge est luminescente et diffuse comme une D.B.D. classique ; puis à partir d'une fréquence de quelques kHz, la C.P.E. passe en mode de fonctionnement "jet", dans lequel elle émet un jet de plasma de forte densité. Kunhardt et Becker s'intéressent au fonctionnement en parallèle de plusieurs C.P.E. pour l'injection de gaz dans un espace confiné, comme le présente la figure **1.6.** Dans le cas où ces jets fonctionnent en parallèle et, s'ils sont assez proches les uns des autres, ils peuvent se recouvrir pour ne former plus qu'une décharge uniforme {*Bec-05*}.



Figure 1.6 – Représentation transversale du réacteur FT-CPE, avec des électrodes capillaires creuses. Source : Becker et al. {Bec-05}.

26

Une autre configuration de micro-jet qu'il est opportun de mentionner, est celle développée par deux physiciens japonais de l'université d'Osaka : K. Kitano et S. Hamaguchi *{Kit-07}*. Cette configuration, représentée en figure **1.7.**, est constituée d'un tube diélectrique, au travers duquel circule un flux d'hélium. L'embouchure du tube est entourée par une cathode creuse à section circulaire, alimentée en alternatif à haute tension. Le micro-jet de plasma est émis par la cathode sur une distance de plusieurs centimètres tout en conservant un diamètre caractéristique d'environ 100 µm, comme on peut le constater sur la figure **1.8.** Par ailleurs, l'observation à l'aide d'une caméra ICCD (Intensified Charge Coupled Device) a révélé une autre caractéristique originale de ce jet : il est constitué de petites "balles" de plasma, propulsées à la vitesse de 10 km/s alors que le jet d'hélium est injecté en amont à la vitesse de 1 m/s.





Figure 1.8 – Jet plasma émis par un tube en verre. Pour comparaison, un cheveu, de diamètre 100 μm, est placé à côté. Source : Kitano et al {*Kit-07*}.

Ce système existe sous une forme plus élaborée, mise au point par T. Yokoyama et al. de l'Université de Tokyo *{Yok-05}*, qui a orienté ce jet vers une grille polarisée en anode et placée à une distance de 200 µm. Cette configuration permet ainsi de traiter des poudres ou des gouttes de liquides placées sur la grille. Le plasma, alimenté en courant continu, fonctionne en régime luminescent normal avec une structure identifiée (lueur cathodique, espace sombre de Faraday, colonne positive), particulièrement visible en figure **1.9.e.** Par ailleurs, les figures **1.9.a.** à **1.9.e.** illustrent qu'un étirement linéaire de la distance inter-électrodes se traduit sur la structure du plasma par une augmentation linéaire de la colonne positive alors que ses autres zones restent inchangées.





Figure 1.9 – Photo du jet plasma s'étendant de la cathode creuse à l'anode plan. La distance inter-électrodes varie de 100µm à 500 µm par pas de 100 µm des photos (a) à (e). Source : Yokoyama et al {*Yok-05*}.

#### 1.2.4. La géométrie M.C.S.



Figure 1.10 – Représentation transversale de la géométrie M.H.C.

La géométrie M.C.S. (*Micro Cathode Sustained*) se situe à l'intersection des deux géométries qui viennent d'être présentées (M.H.C. et micro-jet). Comme le montre la figure **1.10.**, cet échantillon est constitué d'une M.H.C. ouverte, dont une face est polarisée négativement (cathode) et l'autre est mise à la masse ; puis une autre électrode (placée à quelques millimètres) est polarisée positivement pour jouer le rôle d'anode : c'est l'**électrode de polarisation**.

Le rôle de l'électrode de polarisation est de créer un champ électrique faible mais suffisant pour renforcer le champ électrique qui règne dans la zone "A", localisée sur la figure **1.10.** Ainsi, contrairement à une géométrie M.H.C. où les électrons sont majoritairement piégés dans cette zone *{Pet-02, Ars-97}*, ce champ électrique additionnel leur permet de s'échapper de la cavité et donc d'étirer



le plasma pour former une plume qui va jusqu'à atteindre l'électrode de polarisation. Cette plume de plasma, générée à partir de quelques mA, est stable, luminescente et présente des densités électroniques comprises entre 10<sup>12</sup>-10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup> dans l'air et à pression atmosphérique *{Sta-99}*.

#### 1.2.5. Les cathodes creuses fermées à profil pyramidal

Ces échantillons ont été inventés par S. J. Park et G. Eden en 2000 et ont fait l'objet de nombreuses publications {*Par-01, Par\*-02, Che-02, Ost-05, Par\*01, Par-05, Kus-04*}. Il s'agît d'une structure possédant une cathode en silicium, un diélectrique en polyimide et une anode en nickel, obtenue suivant un mode opératoire bien précis.

Tout d'abord, le profil pyramidal de la cavité est obtenu par procédé de gravure humide anisotrope sur une plaque p-Si (100). La photo de la figure **1.11.a.**, obtenue par un microscope électronique à balayage, représente une coupe transversale de cette cavité ayant une base de 50×50  $\mu$ m<sup>2</sup> et une profondeur de 35  $\mu$ m. Puis, par C.V.D. sont successivement déposées les couches en Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (épaisseur 2-4  $\mu$ m) et en polyimide (épaisseur 10  $\mu$ m). Ensuite, une couche de nickel est déposée par évaporation (épaisseur 150 nm) sur toute la surface extérieure de la cavité. Enfin, la cavité et la surface extérieure apparente sont recouvertes par une dernière couche de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. La figure **1.11.b.**, qui est un agrandissement local de la figure **1.11.a.**, illustre cette structure multi-couches.



Figure 1.11 – Coupe transversale d'une cavité à profil pyramidal. La photo de droite est un agrandissement de la photo de gauche (zone encerclée en blanc) pour localiser la superposition des différentes couches. Source : J. G. Eden {*Ede-06*}.



Cette géométrie présente l'avantage de fonctionner en régime luminescent anormal et donc d'assurer un fonctionnement stable dans de nombreux gaz pour des pressions montant jusqu'à 1200 Torr. De plus, son procédé de fabrication a une excellente reproductibilité, ce qui induit un excellent état de surface : paramètre clef de l'allumage en parallèle. Toutes les cavités de la matrice étant identiques *{Ede-06, Was-07},* l'émission est quasi-uniforme sur toute la matrice, comme on peut le constater sur la figure **1.12.** où 2500 cavités fonctionnent simultanément.



Figure 1.12 – Matrice de micro-cavités, de section 50×50µm<sup>2</sup> fonctionnant dans le néon à 800 mbar et pour une tension alternative de fréquence 20 kHz. Source : J. Waskönig *{Was-07}*.

#### 1.2.6. La géométrie C.B.L.

La géométrie C.B.L. (*Cathode Boundary Layer*) est une structure sandwich anode/diélectrique/cathode. Une cavité cylindrique est creusée dans l'anode et le diélectrique, mais pas dans la cathode. Son diamètre peut atteindre 5 mm et sa hauteur varie entre 100 et 500 µm. Comme l'indique sa représentation (figure **1.4.b.**), la cathode est parfaitement plane et n'autorise donc aucun effet de cathode creuse. Il ne faut pas confondre cette géométrie avec celle de la figure **1.5.e.** où la cathode est effectivement creuse.

La géométrie C.B.L. présente deux régimes de fonctionnement. Le premier est caractérisé par une décharge structurée en trois zones (chute anodique, lueur négative et chute cathodique) et sans colonne positive. Le deuxième régime est caractérisé par la formation de décharges filamentaires autoorganisées en motifs. La figure **1.13.** montre clairement la dépendance du phénomène d'autoorganisation en fonction de la pression et du courant de décharge. Ce régime singulier est obtenu dans des conditions très particulières (gaz xénon pur à 99,999%, pression inférieure à 200 Torr, cathode en molybdène ou en tungstène et des densités de courant inférieures à 50 mA/cm<sup>2</sup>) {*Tak-06*}.





Figure 1.13 – Influence de la pression et du courant sur le phénomène d'auto-organisation du régime filamentaire, pour une C.B.L. de diamètre 750 µm. Source : Takano et al {*Tak-06*}.

La filamentation est un mécanisme complexe qui n'est pas encore totalement expliqué. Il est directement lié à l'augmentation du nombre d'électrons secondaires, en partie due au chauffage du gaz. Ce chauffage entraîne une diminution de la densité des neutres et donc une augmentation du champ électrique réduit, lequel génère alors davantage d'instabilités.

D'après Takano et al {*Tak-06*}, l'auto-organisation résulte d'un double équilibre entre forces de natures différentes :

- Chaque filament possède une chute cathodique présentant une charge positive, laquelle exerce des forces répulsives sur les autres filaments. Le premier équilibre résulte donc des forces répulsives qu'exercent ces charges positives les unes sur les autres.

- Le deuxième équilibre s'exerce entre les forces répulsives de ces charges positives, avec les forces électrostatiques des charges surfaciques de la couche diélectrique.

#### 1.2.7. Les D.B.D. cylindriques

Cette géométrie a été créée par M. Laroussi {Lar-99} et est constituée de deux électrodes annulaires entourant un tube diélectrique en alumine, de diamètre intérieur 3 mm et extérieur 6 mm. Ces électrodes sont en cuivre et distantes l'une de l'autre de 2,5 mm, comme nous l'avons représenté en figure **1.14.** Le plasma est généré à l'intérieur du tube, dans la zone inter-électrodes. Cette

GREMI



Figure 1.14 – Représentation d'une c-DB.D.

#### 1.2.8. Géométries optimisées pour un allumage en parallèle

Certaines géométries sont mieux adaptées que d'autres pour assurer un fonctionnement stable et simultané de plusieurs micro-décharges. Cela est particulièrement vérifié pour la géométrie "microcathode creuse à profil pyramidal" dans laquelle plusieurs milliers de cavités en parallèle peuvent être allumées uniformément. Dans cette logique, P. Von Allmen optimise en 2003 une autre géométrie *{All-03, Ede-03, All\*-03}*, sur laquelle G. Eden s'était penché deux ans auparavant *{Voj-01}* et représentée en figure **1.15.** Il s'agît d'une structure céramique multi-couches épaisse de 1,6 mm. Au niveau de la quatrième couche est pratiquée une cavité où sont placées les deux électrodes, dont l'une est reliée à une résistance de 225 k $\Omega$  (type CMS). Chaque cavité possède son propre ballastage ce qui assure un fonctionnement de la matrice en régime anormal. Il en résulte un fonctionnement stable, comme le montre la figure **1.16.** où toutes les cavités de la matrice 13×13 sont allumées.





Figure 1.16 – Fonctionnement d'une matrice de 13×13 cavités, dans la géométrie de Von Allmen. Source : Von Allmen et al {*All-03*}

Figure 1.15 – Représentation transversale de la géométrie de Von Allmen. Source : Von Allmen et al {*All-03*}

L'allumage de cavités en parallèle peut aussi être obtenu à partir de géométries M.H.C.. Dans le cas des micro-cathodes creuses ouvertes, la meilleure solution consiste à limiter spatialement la surface cathodique extérieure de l'échantillon {*Duf-08*}, comme nous le verrons dans le chapitre 5. Dans le cas des micro-cathodes creuses fermées, une piste intéressante serait de fabriquer ces électrodes en silicium : l'une dopée P, l'autre dopée N, comme le montre la figure **1.17.** La couche diélectrique (oxyde) constituerait alors la couche intrinsèque (I) de la jonction P.I.N. ainsi formée. En polarisant cette jonction en sens inverse, il deviendrait possible de jouer sur la recombinaison des espèces chargées dans la zone de déplétion et donc de faire varier l'épaisseur de cette zone. Par conséquent, la capacité de la jonction pourrait être fixée au mieux pour optimiser les performances de l'allumage en parallèle des micro-décharges {*Ede-03*}.



Figure 1.17 – Géométrie de M.H.C fermée à électrodes en silicium. Source : Eden et al {Ede-03}.

Une dernière géométrie qui mérite d'être citée, a été inventée en 2004 par O.Sakai et al. de l'Université de Kyoto {*Sak-05, Tac-05*}. Il s'agît de la **C.M.D.B.D.** (*Coaxial-hollow Micro Dielectric Barrier Discharge*) : une géométrie constituée de deux grilles métalliques, enrobées d'une gaine diélectrique,

superposées l'une sur l'autre. La matrice ainsi constituée possède une surface de 5×5 cm<sup>2</sup> et autorise un fonctionnement de 700 cavités en parallèle, représentées sur la photo de la figure **1.18**. Les cavités présentent des sections rectangulaires 200  $\mu$ m × 1650  $\mu$ m. Encore une fois, les densités électroniques typiques varient entre 10<sup>12</sup> et 10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup> à pression atmosphérique. Le principal avantage de cette géométrie est que son émission est globalement très uniforme sur toute la matrice.



Figure 1.18 – Fonctionnement dans l'hélium pour un flux=3,3 slm et une tension d'alimentation de 750V (AC, f=10 kHz). Source : Sakai et al {Sak-05}.

### 1.3. Influence des dimensions caractéristiques des échantillons

#### 1.3.1. Micro-plasma : une définition encore ambiguë

Il est convenu de définir un micro-plasma comme un plasma dont la distance de claquage est inférieure à 1 mm. C'est cette définition qui a notamment été retenue lors de la réunion "micro-plasmas" du 04/06/2009 à Paris, qui regroupait la communauté française travaillant sur ce sujet.

Cependant, il faut bien avoir conscience que cette définition peut être problématique dans le cas des géométries "micro-jet". Pour illustrer notre propos, nous nous référons à une géométrie "micro-jet" classique, comme celle étudiée par Alexander Fridman *{Fri-05}* et dans laquelle le claquage s'effectue entre l'extrémité basse du tube cathodique et l'anode plan. Si cette distance inter-électrodes est de 0,1 mm, comme c'est le cas dans la figure **1.19.**, alors il est effectivement question de micro-plasma. En revanche, si cette distance est de 3 mm, comme c'est le cas dans la figure **1.19.d.**, en vertu

de la définition basée sur le critère de claquage, le plasma formé n'est plus un micro-plasma, bien que son diamètre effectif soit d'une centaine de microns ...



Figure 1.19 – Photos d'une décharge luminescente à pression atmosphérique, pour une géométrie "micro-jet". Les distances inter-électrodes sont indiquées en haut de chaque image. Source : Fridman et al *{Fri-05}*.

Dès lors, il est légitime de se demander s'il ne vaudrait pas mieux définir un micro-plasma comme un plasma, dont une seule de ses dimensions caractéristiques, si elle est sub-millimétrique, suffit à le qualifier comme tel, indépendamment de sa distance de claquage...

#### 1.3.2. Rapport surface/volume

Le rapport surface/volume d'un plasma est un paramètre clef car selon qu'il est déterminé pour un micro-plasma ou un macro-plasma, sa valeur est très différente. Pour bien apprécier cette différence, on peut considérer deux géométries cylindriques avec pour dimensions typiques un rayon de 10 cm et une hauteur de 20 cm pour le macro-plasma et un rayon de 100 µm et une hauteur de 300 µm pour le micro-plasma. On obtient alors respectivement un rapport Surface/Volume de 0,02 mm<sup>-1</sup> et de 20 mm<sup>-1</sup>, comme le montre le tableau **1.1.** En d'autres termes, le rapport surface/volume est 1000 fois plus grand pour un micro-plasma que pour un macro-plasma. Dès lors, les parois des cavités cyindriques auront une influence non négligeable sur la température du gaz. Même si la pression est plus importante dans les micro-plasmas, la conductivité thermique d'un gaz reste toujours largement inférieure à celle d'un matériau et par conséquent, les échanges de chaleur entre la micro-décharge et le milieu extérieur seront plus importants : la température du gaz sera donc réduite.


Tableau 1.1 – Hypothèse d'une cavité cylindrique

#### 1.3.3. Conséquences des dimensions submillimétriques de la décharge

Comme nous l'avons vu précédemment à la figure **1.1.**, il est tout à fait possible de générer des plasmas stables sur des dimensions inférieures à celles de nos échantillons, à condition toutefois d'augmenter la pression, comme l'exige la loi de Paschen. Cette augmentation de la pression aura pour conséquence de réduire les libres parcours moyens et de favoriser les collisions binaires et à trois corps. Malgré cela, il est légitime de s'interroger sur l'éventualité d'une limite physique en deçà de laquelle il deviendrait très difficile de générer des plasmas. Une limite qui semble s'imposer est celle associée à la longueur de Debye électronique.

Cette longueur est définie par  $\lambda_{\rm D} = \sqrt{\frac{\epsilon_0 \cdot k_{\rm B} \cdot T_{\rm e}}{q_{\rm e}^2 \cdot n_{\rm e}}}$ , où  $\epsilon$  est la permittivité diélectrique du milieu,

T<sub>e</sub> la température électronique (en K), q<sub>e</sub> la charge d'un électron et n<sub>e</sub> la densité électronique. Pour déterminer approximativement  $\lambda_D$ , nous pouvons considérer une température électronique moyenne de 1 eV. Par ailleurs, selon la géométrie de la cavité et les conditions de fonctionnement, les densités électroniques sont typiquement comprises entre  $10^{13}$  et  $10^{16}$  cm<sup>-3</sup>. Nous obtenons donc une longueur de Debye comprise entre 0,2 et 2 µm. En posant  $\lambda_D \approx 1\mu m$ , la prédominance de la neutralité électrique ne serait plus vérifiée pour une cavité de dimension caractéristique 10 µm ; le gaz serait donc ionisé, mais sans être à l'état de plasma.

Par ailleurs, conformément à la logique de miniaturisation, l'apparition des nano-décharges, devra se confronter non seulement au non-respect de cette condition de quasi-neutralité mais aussi à des effets quantiques pouvant entraîner une rupture de cette loi d'échelle.



## 1.4. Applications technologiques

#### 1.4.1. Généralités

La recherche fondamentale sur les micro-plasmas est récente puisqu'elle a débuté au milieu des années 1990 pour officiellement se concrétiser en 1996 avec les travaux de Schoenbach et al *{Sch-96}*. Cette recherche fondamentale ouvre la voie à de nouvelles applications technologiques concrètes et variées ; que ce soit dans le domaine industriel (gravure, dépôts, sources d'énergie, sources de rayonnement V.U.V.) comme dans le domaine biomédical (décontamination, soins dentaires, cancérologie), dans le domaine environnemental (décontamination atmosphérique) ou dans le domaine aérospatial (accélération aérodynamique, furtivité).

La technologie des micro-plasmas offre un intérêt certain pour la recherche industrielle notamment parce que la taille des plasmas générés est sub-millimétrique, ce qui permet de miniaturiser de nombreux procédés déjà existants. De plus, le coût de fonctionnement des micro-plasmas est réduit car ils fonctionnent à faible puissance et leur stabilité à pression atmosphérique ne nécessite pas de système de pompage.

#### 1.4.2. Applications industrielles

# ■ De la micro-gravure avec masque à basse pression vers la micro-gravure sans masque à haute pression

La gravure plasma est devenue une technique incontournable dans la fabrication des microsystèmes. C'est une alternative aux procédés humides, particulièrement adaptée pour les structurations profondes du silicium, de la silice et des polymères (vitesse d'attaque supérieure et meilleur contrôle des profils). A ce titre, la gravure profonde du silicium par plasma réactif, étudiée au GREMI, a déjà fait l'objet de plusieurs thèses {*Mel-06, Til-06, Dul-09*}. Cette même gravure peut aussi être utilisée dans la fabrication de cavités submillimétriques pour des applications micro-plasmas.

Ainsi, en 2003, R. M. Sankaran et K. P. Giapis du C.I.T. (California Institute of Technology) mettent au point un procédé de micro-gravure du silicium par chimie fluorocarbonée {*San-03*}. Le gaz de gravure est un mélange Ar/CF<sub>4</sub> (75%/25%) ou Ar/SF<sub>6</sub> (75%/25%) à 20 Torr. Une plaque de silicium (n Si-100) est recouverte par un masque constitué de deux fines couches : l'une en polyimide et l'autre



en cuivre. Ce masque possède neuf trous (de diamètre 200 µm et espacés de 400 µm) pour laisser passer le gaz de gravure qui va creuser des cavités dans la plaque en silicium. Le schéma de la figure **1.20.** illustre, pour un seul trou du masque, la superposition de ces couches. Il s'agît d'une géométrie M.H.C. fermée, identique à celle représentée précédemment en figure **1.4.a.** lci, la plaque en silicium joue le rôle de cathode et les deux couches du masque (polyimide et cuivre) les rôles de diélectrique et d'anode. Le choix de ces deux matériaux est orienté par leur résistance à la chimie fluorocarbonée. La photo M.E.B. de la figure **1.20.** montre qu'au final ce procédé a permis la gravure de neuf cavités dans la plaque de silicium, de diamètres 130 µm.



Figure 1.20 – Coupe transversale d'un élément du masque mise en contact avec la plaque en silicium. Image MEB d'un substrat en Si après gravure à travers un masque à 9 cavités. Source : R. M. Sankaran et al {San-06}.

Trois années plus tard, Takuya Ideno et Takanori Ichiki, deux chercheurs de l'université de Tokyo, publient un article dans lequel ils exposent un prototype de machine destinée à la micro-gravure sans masque et capable de travailler à pression atmosphérique. Cette machine, le S.M.P.J. (*Scanning Micro-Plasma Jet*) est non plus basée sur une géométrie M.H.C. mais sur une géométrie micro-jet *{Ide-06}*. Il possède une tuyère qui émet un micro-jet de plasma SF<sub>6</sub> sur la plaque de silicium à graver. Ce micro-jet est capable de graver des motifs de diamètre 300  $\mu$ m, sur une profondeur qui dépend de paramètres à optimiser. A ce jour, cette profondeur maximale de gravure est de 300  $\mu$ m, obtenue pour un débit volumique de SF<sub>6</sub> fixé à 150 sccm et une distance tuyère-plaque de 2 mm.

Un autre avantage du système est que la tuyère peut se déplacer dans un plan perpendiculaire à la plaque, à une vitesse de balayage contrôlée numériquement par des moteurs pas à pas. Il est ainsi possible de graver avec une grande précision des motifs aussi complexes que ceux représentés dans la figure **1.21**.

GREMî 🖊



Figure 1.21 – (a) Dessin du motif à reproduire et (b) motif gravé par le S.M.P.J. Source : T. Ideno et al {Ide-06}.

#### Piles à combustibles

Les batteries utilisées dans les portables (téléphones, P.D.A., appareils photos numériques, etc.) présentent des inconvénients : leurs poids, leurs prix, la nécessité de les recharger fréquemment, leur consommation toujours plus grande en énergie et des problèmes environnementaux une fois qu'elles sont arrivées en fin de vie. Les sources de puissance conventionnelles comme les batteries ionlithium ne pourront pas fournir les densités d'énergies nécessaires aux futures applications.

Pour remplacer ces sources de puissance, l'alternative qui se dessine reposerait sur l'utilisation de petites piles à combustibles. Pour des raisons de sécurité, le dihydrogène (H<sub>2</sub>) ne peut pas être stocké, même sur des volumes infimes. Les M.H.C. sont donc étudiées comme sources de production de H<sub>2</sub> *in situ*, à partir de combustibles tels que l'ammoniac (NH<sub>3</sub>) ou le méthane (CH<sub>4</sub>). L'échantillon, représenté en figure **1.22.**, est un prototype qui serait constitué de plusieurs M.H.C. ouvertes, mises les unes à la suite des autres pour étendre la plume plasma. Ainsi, le temps d'exposition du combustible dans le plasma serait plus long, assurant une conversion complète de l'ammoniac en dihydrogène {*Qiu-04*}. Actuellement, l'efficacité de cette conversion est d'environ 20% (notamment parce qu'une seule M.H.C. est utilisée dans un mélange à 10% NH<sub>3</sub> et 90% d'argon).



Figure 1.22 – Représentation transversale d'un prototype basé sur une succession de M.H.C. alignées, permettant la production de H<sub>2</sub> dans une pile à combustible. Source : H. Qiu et al {*Qiu-04*}.



#### Sources de rayonnement UV & VUV

Dans un plasma d'hélium (plus généralement de gaz rare), il existe deux principaux processus conduisant à la formation de molécules excimères He<sub>2</sub><sup>\*</sup> : un **processus collisionnel direct** basé sur l'excitation électronique des métastables He<sup>\*</sup> et un **processus collisionnel indirect** basé sur un enchaînement de réactions (ionisation simple par collision électronique, création d'un ion moléculaire et recombinaison dissociative).



Depuis plusieurs dizaines d'années, les décharges silencieuses de type D.B.D. sont largement utilisées pour générer des excimères de gaz rares, qui émettent un rayonnement intense dans les V-U.V. ou X-U.V. selon la nature du gaz rare *{Kog-90}*. Avec l'arrivée des micro-plasmas, une nouvelle géométrie d'échantillon s'est imposée : les M.H.C. qui, par rapport à une décharge silencieuse classique, présentent deux avantages :

Elle fonctionne à des tensions de décharge plus faibles, en assurant une ionisation tout aussi efficace.
Conformément à la condition de stabilité sur la loi d'échelle : 1 ≺ p×d ≺ 10Torr.cm, une microdécharge doit fonctionner à des pressions élevées. Comme une pression élevée favorise les réactions à trois corps, ces deux processus sont plus importants que dans une macro-décharge fonctionnant à basse pression. Par conséquent, une M.H.C. émet plus d'excimères et son rayonnement V-U.V./X-U.V. est donc plus intense {*Sch-03*}.



Par spectrométrie d'émission optique, Kurunczi et al. {*Kur-01*} ont mesuré l'émission excimère  $He_2^*$  d'une M.H.C.D. fonctionnant dans l'hélium pur, à 600 Torr. Ils obtiennent le spectre de la figure **1.23.**, à partir duquel l'émission des excimères d'hélium ( $He_2^*$ ) se situe dans le domaine des X-U.V. (10-100 nm), avec un continuum étroit situé entre 58 nm et 64 nm et un autre situé entre 64 nm et 100 nm.



Figure 1.23 – Spectre de l'émission excimère d'hélium dans l'E.U.V. à 600 Torr pour une M.H.C de diamètre 200 µm. Source : P. Kurunczi et al {*Kur-01*}.

Des études similaires ont été menées dans le xénon. Ce gaz est particulièrement intéressant puisqu'il intervient dans la technologie des écrans plasma (P.D.P.), où les scintillateurs absorbent le rayonnement UV du xénon pour ré-émettre dans le visible. Les études par spectrométrie d'émission optique de Schoenbach et al. ont montré l'existence de deux continuums de Xe<sup>\*</sup><sub>2</sub>, centrés sur 160 nm et 173 nm {*Sch-00*}. Comme on peut le constater en figure **1.24.a.**, le 1<sup>er</sup> continuum augmente clairement en fonction de la pression. Cette étude est complémentaire à celle de Biborosch et al qui se sont intéressés à des pressions plus élevées (cf. figure **1.24.b.**) {*Bib-05*}.







Figure 1.24 – Spectres de l'émission excimère E-UV du xénon dans pour différentes pressions. (a) Source : K. H. Schoenbach et al {*Sch-00*}, (b) Source : L.-D. Biborosch et al {*Bib-05*}.

#### Diverses applications

En chimie, les M.H.C. peuvent servir de micro-réacteurs pour réaliser des réactions chimiques endothermiques, notamment pour la décomposition de l'ammoniac en N<sub>2</sub> et H<sub>2</sub> et du CO<sub>2</sub> en CO et O<sub>2</sub> *{Hsu-05}*. Les micro-décharges sont également étudiées comme sources ioniques miniatures des spectromètres de masse ou comme détecteurs miniatures placées en sortie d'une colonne de chromatographie en phase gazeuse. Par cette technique, Herring et al. parviennent à détecter des concentrations infimes de polluants (10 ng de polluant placée dans 1 µL de gaz porteur) *{Bec\*-06}*.

#### 1.4.3. Applications biomédicales

#### Electro-chirurgie

La PME californienne *PEAK Surgical*, spécialisée dans la fabrication et la distribution de matériel chirurgical, a mis au point un scalpel dont la lame tranchante est remplacée par un fil métallique de diamètre 25 µm. La photo de la figure **1.25.a.** montre une entaille pratiquée à l'aide de ce scalpel sur un tissu humain *ex vivo*. Ce fil, alimenté par une tension RF (0,1-4 MHz), forme une électrode qui, au contact du tissu, génère un micro-plasma {*Pal-08*}. Le micro-plasma agit en plusieurs étapes :

- Le chauffage local à une centaine de degrés Celsius, la vaporisation puis l'ionisation de l'eau contenue dans la zone tissulaire en contact avec la lame-électrode.

- La vaporisation puis la scission du tissu.



Figure 1.25 – (a) Réalisation d'une entaille sur tissu humain avec le scalpel micro-plasma. (b) Vue transversale de l'entaille au microscope optique. Source : D. Palanker et al *{Pal-08}*.

La profondeur de pénétration dans le tissu est déterminée par la géométrie du champ électrique appliqué, qui dépend lui-même de la taille et de la forme de l'électrode. Ce scalpel permet ainsi de réaliser des entailles plus fines et plus profondes que celles obtenues avec un scalpel classique. De plus, comme l'indique clairement la photo de la figure **1.25.b.**, la peau n'est brûlée que très superficiellement, sur une épaisseur inférieure à 25 µm (zone en noir). Quant au rayon d'action de la zone de diffusion thermique, il est déterminé par la durée des impulsions.

#### Soins dentaires

Une carie endommage la structure de la dent en atteignant d'abord l'émail. Si des soins ne sont pas rapidement apportés, une cavité se creuse, atteignant successivement la dentine, la pulpe dentaire, le nerf et le desmodonte (tissu entourant la racine de la dent). Pour soigner la carie, il faut obturer la cavité en déposant un amalgame dentaire, mais il faut au préalable nettoyer et stériliser les tissus que la carie a infectés. Cette étape s'effectue normalement par des techniques mécaniques ou au laser, ce qui a pour principal inconvénient de créer un fort chauffage local au point d'entraîner une destruction



- Le plasma (mélange air-He) génère de nombreux radicaux, qui jouent un rôle de décontamination bactériologique.

- Son fonctionnement génère un micro-plasma à température ambiante, (avec un maximum de 26°C au bout de 100s), ce qui n'endommage pas les tissus sains.

- Contrairement au laser, le plasma peut accéder aux cavités très petites et irrégulières.

Ce système de traitement dentaire se présente sous la forme d'un appareil portable {*Sla-04*}, constitué d'une aiguille en tungstène de 0,3 mm de diamètre, placée le long de l'axe central d'un tube en Perspex<sup>®</sup>, de diamètre intérieur 4 mm (cf. figure **1.26**.). Le plasma est généré dans un mélange airhélium, l'hélium permettant ici d'allumer le plasma à plus faible tension. Une tension RF de 13,56 MHz est appliquée à l'aiguille.



Figure 1.26 – Système de traitement dentaire à micro-plasma RF. Source : R. E. J. Sladek et al {Sla-04}.

#### Cultures cellulaires et bactériologie

En plus de son usage dans le domaine dentaire, l'aiguille plasma de Stoffels et al. peut être utilisée en biologie pour séparer un agrégat de cellules du reste d'une culture cellulaire, sans endommager les cellules au contact du micro-plasma *{Kie-04}*.

Les micro-plasmas sont aussi pressentis pour avoir un rôle important à jouer en bactériologie, notamment pour stériliser des bio-films. La stérilisation correspond au temps nécessaire pour qu'il ne reste plus qu'1 ppm de bactéries survivantes après traitement. Les bio-films sont des réseaux complexes de bactéries se structurant sur des surfaces.

Les mécanismes de stérilisation des bactéries font l'objet de travaux de recherche menés depuis l'an 2000 à l'Université de Montréal, par S. Moreau et M. Moisan, qui s'intéressent plus précisément à la stérilisation par plasma froid N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> de bactéries de souche *Bacillus subtilis {Mor-00}*.

GREMi 🖊

L'avantage du plasma froid, par rapport à des techniques plus classiques comme le recours à des produits chimiques (EtO, CICO<sub>2</sub>), est que les matériaux sur lesquels se trouvent ces bactéries sont décontaminés sans générer de sous-produits chimiques potentiellement néfastes à l'environnement. Le processus de stérilisation, détaillé dans les références *{Lar-04, Mor-00}*, dure une quarantaine de minutes.

#### Perspectives

La miniaturisation des plasmas permet d'imaginer des applications dans lesquelles des entités biologiques seraient traitées au cas par cas. Par exemple, avec les micro-plasmas que nous avons étudiés au GREMI, nous pourrions d'ores et déjà imaginer des applications de traitement sur des cellules eucaryotes qui, comme le montre la figure **1.27.**, ont des dimensions comprises entre 200 µm et 1 mm. La zone hachurée correspond aux dimensions caractéristiques de nos microdécharges. Puis, dans l'avenir, l'avènement des nano-plasmas pourrait ouvrir le champ à des applications encore plus pointues, notamment en virologie.





#### 1.4.4. Applications environnementales et aérospatiales

#### ■ Technologie A.L.S.

La N.A.S.A. (National Aeronautics & Space Administration) et l'E.S.A. (Agence Spatiale Européenne) s'investissent de plus en plus dans le développement des systèmes A.L.S. (Advanced Life Support). Ces systèmes sont créés en prenant en compte toutes les contraintes imposées par un espace confiné lors de voyages de longue durée (cabines d'avions, aéronefs, stations spatiales). Les micro-plasmas offrent des solutions d'avenir pour ces systèmes en assurant des fonctions aussi diverses que vitales : purifier une eau déjà utilisée, régénérer de l'oxygène, capturer des polluants atmosphériques {Bec-05, Bec\*-06}.



#### Destruction de polluants

Les plasmas froids sont utilisés depuis plus de 20 ans dans la destruction de polluants comme les NO<sub>x</sub>, les SO<sub>x</sub> et les C.O.V. (composés organiques volatils qui émettent des vapeurs à température ambiante, comme le méthane). Koutsospyros et al. s'intéressent à ces problèmes de dépollution, notamment à travers une expérience dont l'objectif est de traiter de l'air pollué à des concentrations de benzène comprises entre 200 et 2000 ppm *{Bec-05}*. Comme l'indique la figure **1.28**., ce gaz traverse l'enceinte en circulation forcée, à un débit d'environ 5 litres/min, et est traité par une trentaine de micro-décharges capillaires. Selon la densité de puissance injectée dans le plasma, la destruction de ces C.O.V. peut atteindre une efficacité de 90%, comme en atteste la courbe de la figure **1.29**. (triangles blancs). Le seul inconvénient est la création de deux sous produits (CO et CO<sub>2</sub>) qui demandent encore à être maîtrisés.



Figure 1.28 – Réacteur CrossFlow-C.P.E. Source : K. Becker {Bec-05}.

Figure 1.29 – Efficacité de destruction du Benzène. Source : K. Becker {Bec-05}.

#### Accélération aérodynamique

Technologiquement, il est possible de recouvrir les ailes et le fuselage d'un avion par un plasma luminescent uniforme à pression atmosphérique, et ce à un coût énergétique réduit. Pour ce faire, des matrices de micro-cavités (analogues à celles que nous avons décrit précédemment) sont intégrées au fuselage pour générer des "surfaces-plasma", alimentées par des tensions RF à très basse fréquence (3-10 kHz). Le plasma ionise l'air situé dans la couche limite du fuselage et a pour effet de créer une accélération aérodynamique *{Rot-02}*. La figure **1.30.** représente un élément unitaire de la matrice : il est constitué de deux électrodes engainées d'un diélectrique et séparées d'une distance de 2 à 5 mm.



Le plasma formé dans la couche limite présente une structure analogue à celle des décharges classiques à basse pression (espace sombre cathodique, lueur négative, espace sombre de Faraday, colonne positive).



Figure 1.30 – Représentation d'un élément unitaire de la matrice, assurant le contrôle du flux électrodynamique. Source : J. R. Roth *{Rot-02}*.

Compte tenu de ces dimensions, il ne s'agît pas vraiment de micro-plasmas. Cependant, l'utilisation de ces derniers présenterait deux avantages : une meilleure intégration au fuselage grâce à leurs dimensions plus réduites et une meilleure interaction entre le plasma et la couche limite. Plus précisément, les micro-cathodes creuses ouvertes constitueraient une géométrie particulièrement bien adaptée, à condition de plaquer leurs faces "anode" à la masse du fuselage et de polariser en "cathode" leurs faces exposées à la couche limite. De plus, les densités électroniques mesurées dans les cavités actuelles sont de l'ordre de 1.10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup> *{Rot-02}*, valeurs similaires à celles qui peuvent être obtenues dans les géométries M.H.C.

#### Technologie furtive

Dans sa nécessité d'adaptation permanente à la technologie radar, la technologie furtive pourrait s'intéresser aux micro-plasmas ; ces derniers offrant une solution complémentaire à celles déjà existantes (architecture sans angle droit, revêtements magnétiques, etc.) *{Rou-07}*.

En effet, pour détecter un avion, le radar doit émettre des ondes de longueurs plus petites que la taille de l'appareil. Ainsi, les radars assurant le contrôle du trafic aérien civil, émettent dans le domaine des très hautes fréquences (50-330 MHz) et peuvent donc détecter des dimensions de l'ordre du mètre (0,9-6 m). En revanche, la plupart des radars militaires embarqués ou de défense aérienne fonctionnent sur des hyperfréquences (1-30 GHz), qui leur permettent de détecter des objets volants de seulement quelques centimètres carrés {*Yue-01*}.



Pour réduire la surface détectable d'un avion, celui-ci doit absorber au maximum les ondes radar qui l'atteignent. L'utilisation de micro-plasmas alimentés en radio-fréquence présente deux avantages.

- Leur arrangement en matrices permet de recouvrir les parties les plus réfléchissantes du fuselage (ailettes des réacteurs, prises d'air, stabilisateurs).

- Conformément à la relation  $f_p = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{n_i e^2}{m_i \epsilon}}$  {*Lie-05*}, la nécessité d'avoir une fréquence supérieure à la

trentaine de GHz est compatible avec les densités ioniques mesurées dans les micro-plasmas (de l'ordre de 10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup>).



# Chapitre 2

# Moyens techniques dédiés à l'étude des micro-décharges

Dans ce chapitre, nous détaillons l'ensemble des moyens technologiques qui ont été mis en ceuvre pour caractériser nos micro-décharges. Dans une première section, nous commençons par décrire les procédés de fabrication des échantillons à géométrie de cathode creuse ouverte et fermée. Puis, les deux sections suivantes sont consacrées au dispositif expérimental du GREMI ainsi qu'aux diagnostics (électrique, optique et spectroscopique) utilisés pour caractériser nos échantillons. Enfin, la dernière section explique le fonctionnement du code de simulation utilisé pour compléter nos études expérimentales.



# 2.1. Procédés de fabrication des échantillons

#### 2.1.1. Echantillons à géométrie de micro-cathode creuse ouverte

#### Descriptif du procédé de fabrication

Cette géométrie d'échantillon est constituée d'une structure électrode/diélectrique/électrode que nous souhaitons réaliser avec les matériaux respectifs : Nickel/Alumine/Nickel. Ce procédé de fabrication s'effectue en une quinzaine d'étapes, utilisant plusieurs techniques telles que le dépôt électrolytique, le procédé d'enduction centrifuge, la photolithographie et la pulvérisation magnétron. Au final, une cavité sera percée à travers ce sandwich, par procédé laser.

La **première étape** consiste à introduire une plaque d'alumine, de diamètre 89 mm (3,5 pouces) dans un four à 90°C pendant une douzaine d'heures. Ce chauffage permet de nettoyer en profondeur la surface poreuse de la plaque et d'enlever les molécules d'eau adsorbées. Le saut de cette étape favoriserait l'effritement de la couche de nickel à déposer ensuite par-dessus. La **seconde étape** a pour objectif de déposer un film de résine photo-sensible (référence S-1813) par procédé d'enduction centrifuge. Plus précisément, il s'agît d'une résine positive, qui ne résistera pas à l'étape de l'insolation. Pour déposer une épaisseur de 1,3 µm, il est préconisé de choisir une vitesse de rotation de 3000 tours/min pendant 60s. Au cours de la **troisième étape**, un recuit est effectué à 115°C pendant 60s.



Figure 2.1 – Etapes de fabrication 1, 2 et 3.

Bien que nous souhaitions réaliser une structure sandwich dans laquelle la couche de nickel joue le rôle d'électrode, il n'est pas envisageable de la déposer directement sur l'alumine car l'adhérence de ces deux matériaux est médiocre. Il faut donc au préalable réaliser une étape



intermédiaire, la **quatrième étape**, qui consiste à déposer par pulvérisation magnétron deux couches d'accroche très fines entre le nickel et l'alumine : l'une en chrome l'autre en cuivre. La couche en chrome assure une bonne adhérence du cuivre sur l'alumine ; la couche en cuivre assure une bonne adhérence du nickel sur le chrome. L'épaisseur totale des deux couches d'accroche est de 600 Å. La **cinquième étape** est une préparation à l'étape d'insolation : la double couche d'accroche est enduite par une couche de résine photo-sensible (S-1813) en utilisant le même procédé d'enduction centrifuge précédent. Puis, un recuit est effectué au cours de la **sixième étape**, à 115°C pendant 60 s.



Figure 2.2 – Etapes de fabrication 4, 5 et 6.

La **septième étape** consiste à placer un masque en SiO<sub>2</sub> sur la plaque en alumine. Les motifs de ce masque ont été créés au préalable sur le logiciel Lasi-7 et correspondent aux surfaces des futurs micro-cathodes creuses. L'alignement du masque se fait en utilisant un appareil d'alignement : le Quintel Mask Aligner Q4000-6. A ce stade, l'insolation lithographique du masque par rayonnement UV peut avoir lieu.

Après cette exposition, vient le développement (**huitième étape**) au cours duquel la résine qui a été exposée au rayonnement UV est enlevée avec un produit chimique (le MF-319) puis nettoyée sous un filet d'eau dé-ionisée et séchée à l'azote.



Figure 2.3 – Etapes de fabrication 7 et 8 : insolation et développement.



Seule la résine non exposée est restée et forme un masque, dont les motifs vont servir de "moules" pour y déposer le nickel. C'est la **neuvième étape** qui fait appel à la technique de dépôt électrolytique du nickel. Cette étape nécessite 6 heures de dépôt et un courant de 30 mA, pour obtenir au final une épaisseur d'environ 5,5µm de nickel. La **dixième étape** a pour but de nettoyer la plaque avec de l'eau dé-ionisée et à la sécher à l'azote. Cette face reste toujours partiellement protégée par une couche de résine S-1813. Après avoir effectué plusieurs dépôts sur une face de la plaque, il faut à présent faire de même pour l'autre face de la plaque : c'est la **onzième étape**. Tout d'abord, la résine de la face inférieure est enlevée avec de l'acétone et de l'isopropanol. Puis le procédé (étape 4 à étape 10) lui est appliqué. Au final, les deux faces doivent posséder les mêmes dépôts de couches.



Figure 2.4 – Etapes de fabrication 9 et 11.

Au cours de la **douzième étape**, la résine des faces inférieure et supérieure est enlevée avec de l'acétone et de l'isopropanol. Puis, la **treizième étape** consiste à graver les deux couches Cu/Cr. Le cuivre est gravé en quelques secondes avec une solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en quantités respectives 8;75:3,75, dilué dans 150mL d'eau dé-ionisée. Le chrome est enlevé par une solution de gravure du chrome (CR-9S), pendant quelques secondes. Au final, il ne reste plus de couches d'accroches entre les motifs.



Figure 2.5 – Etapes de fabrication 12 et 13.

La **quatorzième étape** correspond au nettoyage de la plaquette avec de l'acétone, une solution d'I.P.A. puis avec de l'eau déionisée et la **quinzième** étape consiste à percer les cavités dans les motifs, par procédé laser.

#### Générations d'échantillons

Ces échantillons ont été élaborés par Monali Mandra dans le cadre d'une collaboration entre le GREMI et l'Université de Dallas (Etats-Unis). Plusieurs générations d'échantillons ont ainsi vu le jour, en essayant d'optimiser à chaque fois leur géométrie et le procédé de fabrication. En tout et pour tout, nos études expérimentales ont été menées sur trois générations d'échantillons.

Les échantillons de première génération présentent un inconvénient majeur : l'application d'une tension de part et d'autre de leurs électrodes entraîne la formation d'arcs électriques sur les parois latérales de l'échantillon, comme le montre la figure **2.6.** Pour éviter que ces arcs court-circuitent la micro-décharge, nous isolons avec de la colle époxy toute la tranche de l'échantillon, comme le présente la photo **2.7.** 



Figure 2.6 – Formation d'arcs pour un échantillon de première génération, sans époxy.



Figure 2.7 – Photo d'une micro-cathode creuse ouverte de 1<sup>ère</sup> génération.

Les échantillons de deuxième génération n'ont plus de problèmes d'arc car la surface de la couche diélectrique est légèrement plus grande que la surface des électrodes, comme le montre la photo **2.8.a.** Les échantillons de troisième génération présentent la même géométrie que ceux de deuxième génération mais ont une aire quatre fois plus grande, comme le montre la photo **2.8.b.** 

GREMî 🖊



Figure 2.8 – Photos d'échantillons à une cavité (a) de deuxième génération et (b) de troisième génération.

#### 2.1.2. Echantillons à géométrie de micro-cathode creuse fermée

Le procédé de fabrication de ces échantillons fait appel aux mêmes technologies mises en ceuvre dans la création des micro-cathodes creuses ouvertes. La **première étape** consiste à nettoyer le substrat en silicium puis à l'oxyder thermiquement au cours de la **deuxième étape**. Par procédé d'enduction centrifuge, nous déposons alors un film de résine photo-sensible (**étape 3**) sur la surface supérieure afin de la protéger du bombardement par les radicaux HF au cours de la **quatrième étape**. Ce bombardement permet de détruire la couche d'oxyde thermique sur les faces non protégées du substrat. Puis, lors de la **cinquième étape**, le film de résine est enlevé et on accroît l'épaisseur de la couche de SiO<sub>2</sub> par P.E.C.V.D. (Plasma Enchanced Chemical Vapor Deposition). Lors de la **sixième étape**, une fine couche d'accroche de chrome et de cuivre est déposée par pulvérisation magnétron afin d'assurer un bon contact avec la couche de nickel qui sera déposée par la suite. Au cours de la **septième étape**, la face supérieure du substrat est recouverte par un masque lithographique, dont le design est représenté à la figure **2.9.** Par le même procédé d'électro-déposition décrit précédemment, le nickel est déposé dans les motifs ouverts du masque (**étape 8**). Puis (**étape 9**), le film photo-résistif est enlevé par traitement chimique et les zones non insolées de la couche d'accroche sont retirées par gravure humide. Dans son état actuel, la cavité de l'échantillon n'est formée que sur les épaisseurs des

couches de nickel et d'accroche. Or, la gravure doit se faire plus en profondeur pour atteindre la couche de SiO<sub>2</sub> et la couche de silicium. Pour cela, toujours avec le procédé d'enduction centrifuge, un second masque est positionné au-dessus de la couche de nickel, tel que cela est représenté à la **dixième étape** de la figure [**XXX**]. Puis, au cours de la **onzième étape**, l'oxyde de silicium et le silicium sont gravés en profondeur et au final (**étape 12**), un contact ohmique est déposé sur la face arrière de l'échantillon.



Figure 2.9 – Masque dédié à l'étape de lithographie, créé avec le graticiel Lasi.

GREMI



Figure 2.10 – Etapes de fabrication des micro-cathodes creuses fermées.

# 2.2. Description du dispositif expérimental

#### 2.2.1. Présentation générale

Une photo du dispositif expérimental est représentée dans la figure **2.11.** Il est principalement constitué des systèmes suivants : une enceinte, un système de pompage et d'arrivée de gaz, une alimentation à haute tension continue, un système de positionnement de l'échantillon, un système de grandissement optique pour l'imagerie et un spectromètre d'émission optique commandé depuis un ordinateur.



Figure 2.11 – Vue d'ensemble du dispositif expérimental.

#### 2.2.2. L'enceinte

L'enceinte, représentée dans la figure **2.12.** possède une géométrie cylindrique de petite taille, avec un diamètre interne de 14 cm pour une hauteur de 11 cm. Ses parois possèdent huit ouvertures circulaires (six de diamètre 40 mm et deux de diamètre 22 mm) pour adapter les brides suivantes :



- Trois brides à hublot.

- Une bride à connecteurs électriques BNC pour assurer l'alimentation de la micro-décharge.

- Une bride à connecteur électrique, pour alimenter une diode électro-luminescente blanche assurant un éclairage *in situ*.

- Une bride adaptée au système d'arrivée de gaz.
- Une bride adaptée au système de positionnement du porte-échantillon.
- Une bride adaptée au système de grandissement optique.

L'étanchéité entre chaque bride et les parois de l'enceinte est réalisée par des joints en fluorocarbone (F.P.M.) soit à section torique, soit à section rectangulaire, selon que la bride présente respectivement une gorge droite ou une gorge en couteau. La partie inférieure de l'enceinte est constituée d'un socle à fond plat relié au système de pompage et sa partie supérieure est simplement recouverte d'un couvercle à visser. Son étanchéité avec l'enceinte est assurée par un joint torique en fluorocarbone, de diamètre interne 140 mm. A l'intérieur de l'enceinte se trouve le porte-échantillon maintenant la micro-cathode creuse.



Figure 2.12 – Enceinte et matériel rattaché.

GREMI /

#### 2.2.3. Le système de pompage et l'arrivée des gaz

Le vide primaire est obtenu par une pompe à palettes Leybold-Heraus équipée d'un filtre pour éviter toute remontée d'huile dans l'enceinte. Ce système de pompage permet d'évacuer l'air à pression atmosphérique pour atteindre un vide typique de l'ordre de 10<sup>-2</sup> Torr. Une fois ce vide obtenu, il suffit de fermer la vanne d'isolation placée entre l'enceinte et le système de pompage.

Le système d'arrivée de gaz est basique : il est constitué de deux bouteilles de gaz : l'hélium et l'argon. La pression en sortie de ces bouteilles est réglée par leurs manomètres respectifs à 2 bars. Puis, les gaz sont amenés par des tuyaux en rilsan<sup>®</sup>, raccordés à deux vannes d'arrêt : l'une pour l'injection d'hélium, l'autre pour l'injection d'argon. Ces deux vannes sont ensuite reliées par un tube en "T" qui débouche sur une vanne de réglage fin à pointeau, reliée à l'enceinte. Ce système permet d'injecter un seul gaz ou un mélange de deux gaz, contrôlé par mesures de pressions partielles. L'injection de gaz est mesurée en pression par une jauge Baratron MKS 622A (précision de lecture de 0,25%). Cette jauge, placée verticalement dans la partie supérieure de l'enceinte, permet de travailler sur un intervalle en pression allant de 1 Torr à 1000 Torr. Par conséquent, nos micro-décharges seront étudiées avec cette limite supérieure de 1000 Torr. Pour ce qui est de la limite inférieure, elle se situe aux alentours de 80 Torr car en dessous, nous sommes confrontés non plus à des limitations matérielles mais à des problèmes purement physiques, avec notamment la formation d'arcs incontrôlables qui court-circuitent la micro-décharge dans la cavité et aussi des instabilités de la microdécharge. Ces perturbations physiques sont dues au non respect de la condition sur la loi d'échelle p×d=1-10 Torr.cm. Nous nous limitons donc à une étude sur l'intervalle 80-1000 Torr. Par ailleurs, il est important de signaler que toutes les expériences ont été réalisées à pression fixée et sans écoulement de gaz.

Enfin, pour travailler dans des conditions de propreté optimales, nous effectuons une purge de l'enceinte avant toute expérience. L'hélium en bouteille possède les taux d'impuretés maximum suivants (pour une pression normalisée à 10 bar):  $[O_2] = 0,1ppm$ , [CO] = 0,1ppm,  $[CO_2] = 0,1ppm$ ,  $[CO_2] = 0,1ppm$ ,  $[C_1H_m] = 0,1ppm$ ,  $[H_2] = 0,1ppm$ ,  $[H_2O] = 0,5ppm$ .

GREMI

#### 2.2.4. Le système électrique

#### Schéma d'ensemble

Le système électrique, schématisé dans la figure **2.13.** est principalement constitué d'un générateur de fonctions, d'une alimentation haute tension DC et de deux boîtiers électriques placés de part et d'autre de la micro-décharge et que nous décrivons ci-après. Les connexions électriques sont réalisées avec des câbles BNC à haute tension ou à basse tension, selon qu'ils sont placés en amont ou en aval de la micro-décharge. La tension et le courant de décharge sont mesurés respectivement à l'aide d'un oscilloscope de marque Tektronix (modèle TDS-3014B) via une sonde haute tension (×100) au nœud C et une sonde de tension (×10) au nœud D.



Figure 2.13 – Schéma électrique équivalent du dispositif expérimental.

L'alimentation électrique

GREMI /

Dans la littérature {*Bec\*-06*}, les tensions de fonctionnement DC des micro-plasmas se situent généralement aux alentours de 200V à 300 V, c'est-à-dire à des tensions proches du secteur (220 V). Cependant, leur fonctionnement nécessite une alimentation haute tension pour deux raisons : (i) selon la nature du gaz et la pression dans l'enceinte, la loi de Paschen impose des potentiels de claquage élevés qui peuvent atteindre le millier de volts ; (ii) la limitation de la surface cathodique d'une MHC entraîne un fonctionnement en régime anormal luminescent, avec des tensions de décharge pouvant monter jusqu'à 700V. Nous utilisons donc une alimentation haute tension DC, de marque Technix (modèle : SR-2.5-R-300). Elle peut fournir jusqu'à 100 mA et 2500V et sa polarité est réversible. Elle peut aussi être contrôlée à distance par l'intermédiaire d'un générateur de fonction qu'on adapte via un circuit électrique. Ce contrôle à distance s'est avéré très utile pour l'étude de phénomènes physiques en fonction du temps, comme l'hystérésis que nous traitons dans le chapitre 4.

Toutefois, cette alimentation électrique présente deux limitations à nos expériences.

(i) La première est qu'elle ne permet pas un contrôle précis sur les faibles valeurs du courant (de l'ordre de 1 mA), et donc une étude rigoureuse du régime auto-impulsionnel. Dans ce cas de figure, nous utilisons une autre alimentation électrique, fabriquée au GREMI, limitée à 7,5 mA et à 850 V, qui offre un meilleur contrôle sur le courant délivré. Son principe de fonctionnement repose sur la mise en série de deux doubleurs de Schenkel permettant d'amplifier la tension du secteur par un facteur 4.

(ii) La deuxième limitation vient du fait que l'alimentation est à découpage, régulant donc périodiquement la tension qu'elle délivre. Or, cette régulation génère une composante AC dans le signal délivré, infime certes (inférieure à 2 V), mais qui peut venir perturber les mesures. Pour éliminer cette composante AC, le signal de sortie est lissé par une capacité haute tension de 1 μF, placée dans le boîtier électrique "Entrée".

#### Le générateur de fonctions

Le générateur de fonctions, de marque Escort (modèle EGC 3230), permet de commander à distance l'alimentation haute tension, en lui imposant une tension de consigne, de forme triangulaire. Nous avons fixé l'amplitude de ce signal entre 0V et 5V. Compte tenu du coefficient d'amplification de l'alimentation haute tension, à savoir 250, cela revient à imposer des rampes en tension variant entre 0V et 1250 V. Par ailleurs, nous pouvons choisir la période de ce signal de consigne sur un intervalle allant de 500 ns à 40 s. Cependant, comme l'alimentation électrique possède un temps de réponse évalué à 300 ms selon le fabricant, nous choisirons d'imposer des périodes comprises entre 300 ms et 40 s, pour l'étude des phénomènes dynamiques.



#### Boîtier "Entrée", en amont de la micro-décharge

Le boîtier en amont possède un jeu de plusieurs résistances (22 k $\Omega$ , 39 k $\Omega$ , 470 k $\Omega$  et 1 M $\Omega$ ) pour limiter le courant de décharge (résistance de ballast). Le boîtier possède également une capacité de 1  $\mu$ F, placée entre la masse et le potentiel de l'alimentation haute tension (nœud B) dont le rôle va consister à supprimer la composante alternative de l'alimentation, même si elle semble déjà négligeable.

#### Boîtier "Sortie", en aval de la micro-décharge

Ce boîtier ne contient qu'une simple résistance (R<sub>5</sub>) de 1 k $\Omega$ , placée en aval de la microdécharge. Le montage électrique étant en série, le courant qui traverse cette résistance correspond bien au courant de décharge. La tension à ses bornes résulte de la différence entre le potentiel du nœud D avec la masse de l'enceinte (nœud E). Le potentiel du nœud D est mesuré à l'oscilloscope par une sonde en tension (×10). Par simple application de la loi d'Ohm, on obtient ainsi la valeur de ce courant de décharge, noté l<sub>d</sub>. La tension de la micro-décharge, notée V<sub>d</sub>, est obtenue par la différence des potentiels aux nœuds C et D : V<sub>d</sub> = V<sub>c</sub> - V<sub>D</sub>.

#### 2.2.5. Les porte-échantillons

Au cours de cette thèse nous avons mis au point plusieurs prototypes de porte-échantillons et au final, nous en avons retenu deux. Il faut bien comprendre que le porte-échantillon doit jouer plusieurs rôles : sa fabrication exige donc un cahier des charges contraignant.

Tout d'abord, il a pour fonction de maintenir la M.H.C. au centre de l'enceinte, sans que cette position soit déstabilisée au cours du temps. Ainsi, les vibrations occasionnées par la pompe primaire lors de la mise sous vide ou le réglage du système de positionnement, ne doivent pas changer la position de la M.H.C sur son porte-échantillon. Ce critère de stabilité est particulièrement important pour une étude cinétique par spectrométrie d'émission optique ou pour observer avec la caméra ICCD l'évolution temporelle de micro-décharges en parallèle. Enfin, il est important que le porte-échantillon ne maintienne pas trop fortement l'échantillon : la faible ductilité de sa couche d'alumine le rend facilement cassable, d'autant plus que son épaisseur n'est que de 250 µm.



La qualité du contact électrique entre le porte-échantillon et les électrodes de l'échantillon joue un rôle déterminant sur la qualité des courbes V-I, particulièrement pour les basses pressions (c'est-àdire inférieures à environ 250 Torr). En effet, plus la pression est faible, plus la micro-décharge sort de la cavité pour s'étendre sur la surface cathodique extérieure et être attirée par toute surface métallique, aussi infime soit-elle. Par conséquent, il ne faut pas que l'électrode du porte-échantillon ait une trop grande aire apparente, au risque de voir se former des micro-arcs qui court-circuitent la tension de décharge. Ce contact peut donc être assuré par une pointe métallique, présentant le plus petit diamètre possible. De temps en temps, on ponce son extrémité avec du papier de verre car une fine couche d'oxyde se forme sous la pointe et altère la qualité du contact électrique.

Les matériaux composant le porte-échantillon doivent pouvoir résister à des contraintes thermiques élevées (de l'ordre de 500°C) car la température du gaz peut monter jusqu'à 800°C pour de forts courants de décharge lorsque la surface cathodique est limitée. Deux matériaux sont à notre disposition : pour les électrodes on choisit du duralumin (alliage d'aluminium et de cuivre, noté AU4G) et pour le diélectrique on choisit du Macor qui est une vitrocéramique très dure, mais usinable avec des outils en carbure de tungstène.

La surface de contact entre la M.H.C. et le porte-échantillon entre également en ligne de compte : plus cette surface sera grande et plus elle évacuera la chaleur de la micro-décharge. En effet, la conductivité thermique des gaz est largement inférieure à celles des matériaux : dans les conditions normales de température et de pression, elle est de 0,151W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour l'hélium, alors qu'elle est de 1,46W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour le Macor et de 46W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> pour l'alumine.

Au cours de cette thèse, deux porte-échantillons respectant les contraintes précédentes ont été fabriqués : le porte-échantillon annulaire et le porte-échantillon à butée.

Le porte-échantillon annulaire est constitué de 3 principaux éléments, représentés dans la figure **2.14**. Les éléments sont fixés les uns au dessus des autres par des **vis en nylon** pour prévenir d'éventuels courts-circuits. L'élément principal est une pièce métallique à symétrie cylindrique, de grand diamètre 36 mm, utilisée comme **électrode polarisée**. Elle pourra jouer le rôle d'anode ou de cathode, puisque la polarité de l'alimentation électrique est réversible. Par dessus cette électrode est vissé un anneau en Macor (**Anneau 1**) sur lequel est ensuite placée la M.H.C. Puis, un deuxième anneau en Macor (**Anneau 2**) vient s'ajuster au dessus du premier pour prendre en étau la M.H.C.

Le contact électrique entre la face inférieure de la MHC et l'électrode polarisée est assuré par une pointe métallique, de diamètre 1 mm, non représentée sur cette figure. Le contact électrique entre

GREMI

la face supérieure de la MHC et le porte-échantillon est obtenu grâce à une électrode-pointe soudée sur une lamelle en laiton, fixée sur l'anneau 2 par une vis en nylon. Cette électrode est alors portée au potentiel de la masse. Une fois ces trois éléments fixés, il suffit d'emboîter le porte-échantillon sur le tube en alumine, solidaire du système de positionnement décrit ci-après.



Figure 2.14 – Représentation du porte-échantillon annulaire.

Le porte-échantillon à butée présente une géométrie plus simple que celle du précédent, comme le montre la figure **2.15.** La MHC est maintenue "en étau" entre une **butée** et une **pointe montée sur ressort**, tous deux métalliques pour assurer les connexions électriques. Ces deux éléments sont vissés sur un **socle** en Macor, de diamètre 15 mm, lui-même vissé sur le **support en forme de "L"**, solidaire du **tube en alumine** et donc du système de positionnement décrit ci-après.





Figure 2.15 – Représentation du porte-échantillon à butée.

#### 2.2.6. Le système de positionnement du porte-échantillon

Ce système a été mis au point pour centrer précisément la micro-décharge par rapport au foyer objet du système de grandissement optique. Il est constitué de trois platines de déplacement micrométrique, fixées les unes aux autres sur un support vissé sur le plan de travail, comme le montre la figure **2.16.** Les deux premières platines permettent un déplacement suivant les axe X et Y et la troisième platine un déplacement angulaire autour de l'axe X. Ces trois degrés de liberté s'appliquent à un tube en alumine, au bout duquel est emboîté le porte échantillon. Ce tube offre au porte-échantillon un quatrième degré de liberté : une translation suivant l'axe Z. Mais compte tenu du système de grandissement optique décrit ci-après, ce déplacement est peu utile dans la mesure où nous souhaitons que l'échantillon occupe une position centrale dans l'enceinte, notamment pour l'observer depuis le hublot de contrôle "A". Au lieu de cela, on préférera déplacer le tube optique suivant l'axe Z.





Figure 2.16 – Représentation du système de positionnement du porte-échantillon

Ce tube en alumine est fixé par une de ses extrémités au système de positionnement. L'autre extrémité, donc située dans l'enceinte, est libre de se déplacer selon les degrés de liberté décrits précédemment. Le tube est en grande partie contenu dans un soufflet métallique, dont l'une des extrémités est fixée au système de positionnement et l'autre à une bride rattachée à l'enceinte. Ainsi, le tube en alumine (de diamètre extérieur 10 mm) peut se déplacer librement dans le soufflet métallique (de diamètre interne 50 mm).

#### 2.2.7. Le système de grandissement optique

#### Description du système

La caractérisation par imagerie des micro-décharges est effectuée à l'aide d'une caméra ICCD. Cependant, de par sa taille submillimétrique, une micro-décharge forme une image qui ne recouvre que quelques centaines de pixels du capteur de la caméra, alors que ce même capteur possède une matrice de 512×512 pixels (soit plus de 200 000 pixels disponibles). Pour agrandir la taille de l'image, nous adaptons une **lentille convergente** plan-convexe à l'extrémité d'un **tube optique**. En translatant ce tube par rapport à la MHC, le grandissement de l'image sera obtenu quand la micro-décharge sera





placée dans le plan focal objet de la lentille. C'est l'étape de focalisation, à l'issue de laquelle les rayons sortiront parallèles de la lentille. Comme nous l'avons déjà mentionné, la focalisation n'est pas réalisée par le système de positionnement : la position de la MHC devant rester fixe.

Pour assurer le glissement du tube par rapport à la MHC, nous avons fabriqué une pièce intermédiaire creuse : le **caisson**, à l'intérieur de laquelle le tube vient coulisser. Il est adapté à une bride de **l'enceinte** comme le montre la figure **2.17**. L'extrémité du caisson située dans l'enceinte se termine par un hublot en verre, de 2 mm d'épaisseur.



Figure 2.17 – Coupe transversale du système de grandissement optique.

#### Focale de la lentille convergente

Le choix de la focale doit tenir compte de trois paramètres :

- La frontale, distance séparant la lentille et la face observée de l'échantillon.
- Le grandissement, défini par le rapport de la taille de l'image sur la taille de l'objet.
- Le tirage optique, distance entre la lentille et le capteur-plan de la caméra ICCD.

La translation du tube optique dans son caisson est limitée quand la lentille du tube butte contre le hublot du caisson. La lentille est alors la plus proche possible de la M.H.C. et cette distance qui les sépare correspond à la **frontale minimale**. Elle vaut environ 5 mm : 2 mm correspondant à l'épaisseur du verre et 3 mm du gaz pour que l'échantillon ne soit pas plaqué contre le hublot. La focale de la lentille doit donc être supérieure à 5 mm. Si tel n'est pas le cas, l'image se formera entre le centre optique et le foyer objet de la lentille : elle sera alors virtuelle.

On souhaite avoir une image agrandie de la décharge quand elle se forme dans la cavité et quand elle s'étale sur la surface cathodique extérieure. Il faut donc considérer deux distances caractéristiques : le diamètre de la cavité (typiquement 250  $\mu$ m) et le diamètre d'étalement de la microdécharge sur la surface cathodique (typiquement 2 mm). La surface d'exposition du capteur de la caméra étant d'environ 12,4×12,4 mm<sup>2</sup>, cela revient à obtenir :

- Un grandissement maximal pour l'observation de la cavité :  $\Gamma_{max}^{cav} = \frac{12.4 \text{ mm}}{250 \, \mu \text{m}} \approx 50$ .

- Un grandissement minimal pour l'observation de l'étalement :  $\Gamma_{min}^{\text{étal}} = \frac{12,4 \text{ mm}}{2 \text{ mm}} \approx 6$ .

Pour qu'une même lentille fournisse ces deux grandissements, il faut jouer sur le tirage optique ce qui revient à déplacer la caméra ICCD sur son banc optique. Le tirage optique, pourra varier entre 150 mm et 600 mm, cette valeur maximale étant limitée par la longueur du banc optique. On peut alors déterminer la focale d'après la relation  $f = \frac{t_{opt}}{T}$ , comme nous l'avons fait dans le tableau **2.1**.

		Grandissement de la cavité (50)	Grandissement de l'étalement (6)
Tirage	150 mm	$f = \frac{150}{50} = 3 \text{mm}$	$f = \frac{150}{6} = 25 \text{mm}$
optique	600 mm	$f = \frac{600}{50} = 12 mm$	$f = \frac{600}{6} = 100 \text{mm}$

Tableau 2.1. Détermination de la focale du système de grandissement optique.

Compte tenu de ces valeurs, il est judicieux de choisir une focale comprise entre 12 mm et 25 mm, soit 20 mm. Ainsi, nous pourrons observer la cavité pour un tirage optique de 600 mm et l'étalement de la micro-décharge pour un tirage optique de 150 mm.



#### Aberrations géométriques de la lentille

Des aberrations géométriques peuvent apparaître quand des rayons parallèles qui ne sont pas dans l'axe optique de la lentille, ne convergent pas tous en un même point sur le plan focal : on parle alors d'aberrations sphériques. Des aberrations de coma peuvent aussi apparaître quand les rayons qui passent sur les bords de la lentille sont focalisés plus loin ou plus près de l'axe optique que ceux passant au centre de la lentille, comme le montre la figure **2.18**.

Dans notre cas, ces aberrations géométriques sont faibles car on peut se placer dans l'approximation de Gauss. En effet, le point d'incidence est proche de l'axe optique et les angles d'incidence des rayons sont faibles.



Figure 2.18 – Aberration sphérique et aberration de Coma.

### 2.3. Les diagnostics

#### 2.3.1. Mesure des grandeurs électriques

Les grandeurs électriques mesurées sont les potentiels en amont et en aval de la microdécharge. Ils sont respectivement mesurés par une sonde haute tension (×100) et une sonde de tension (×10), à l'aide d'un oscilloscope de marque Tektronix (modèle TDS-3014B). La figure **2.19.** présente les trois potentiels mesurés pour chaque expérience : CH<sub>1</sub> correspond à la rampe en tension, imposée par le générateur de fonctions, CH<sub>2</sub> correspond au potentiel amont de la micro-décharge et CH<sub>3</sub> au potentiel en aval. Le courant de décharge est obtenu en divisant CH3 par la valeur de la résistance de sortie (1 k $\Omega$ ) et la tension de décharge est obtenue par V<sub>d</sub> = CH<sub>2</sub> - CH<sub>3</sub>.

Sur cette figure, entre 1,2 s et 3,8 s, la tension en amont augmente mais pas la tension en aval, ce qui signifie qu'aucun courant ne traverse encore la cavité de l'échantillon et qu'il n'y a donc pas de



plasma. A l'instant t=3,8s, la tension en amont a atteint un maximum qui correspond au potentiel de claquage et donc à l'apparition du plasma. Cela est vérifié par la tension en aval qui représente le courant de décharge. De 3,8 s à 10,5 s la tension de commande augmente linéairement. C'est aussi le cas pour l<sub>d</sub> mais pas pour V<sub>d</sub> qui reste à peu près constant, ce qui est caractéristique d'un régime luminescent normal. Entre 10,5 s et 20,5 s la tension de commande décroît linéairement. Le courant de décharge suit cette tendance pour s'annuler à l'instant t=19s ; instant à partir duquel V<sub>d</sub> va commencer à décroître.



Figure 2.19 – Oscillogrammes des tensions de commande, amont et aval ainsi que du courant de décharge et de la tension de décharge. Cas d'un échantillon à une cavité, dans l'hélium à 750 Torr.

GREMI /

#### 2.3.2. Imagerie par caméra ICCD

#### Caractéristiques de la caméra

Pour faire de l'imagerie, nous utilisons une caméra CCD intensifiée (ICCD), de marque Princeton Instruments/Acton, de modèle PI-MAX:512. Son capteur de dimension 12,4×12,4 mm<sup>2</sup> est composé d'une matrice de 512×512 pixels, chaque pixel ayant une surface de 19×19 µm<sup>2</sup>. Le détecteur est refroidi par effet Peltier à -20°C, sans circulation d'eau. L'intensité lumineuse reçue par chaque pixel est codée sur 16 bits, ce qui correspond à une gamme de 65536 nuances de gris possibles. Afin d'avoir des images qui utilisent le plus largement cette gamme de nuances de gris, on peut soit augmenter le nombre d'accumulations par image, soit utiliser la fonction d'intensification de la caméra. Celle-ci s'avérera particulièrement utile pour les études cinétiques lors desquelles on alimente la M.H.C. par une rampe en tension. On ne peut pas accumuler trop d'acquisitions, sinon chacune d'elle se fait à un instant différent, donc à une tension différente et l'image résultant de ces acquisitions correspondrait au final à une plage de tensions et non à une tension précise. Comme l'illustre la figure **2.20.**, pour une rampe d'alimentation en courant qui dure typiquement une quinzaine de secondes (courbe noire), les images sont prises à une fréquence d'échantillonnage d'environ 3 s et pour des temps d'acquisition de 5 ms (courbe rouge).



Figure 2.20 – Temps d'acquisition = 5 ms, période de la rampe : 35 secondes, échantillonage : 3,3 s.

GREMI



Figure 2.21 – Coupe transversale du tube sous vide d'une caméra ICCD.

L'intensification est obtenue grâce à un tube sous vide à l'intérieur duquel se trouvent une **photocathode**, une **galette de micro-canaux** et un **écran phosphorescent**, représentés dans la figure **2.21**. Les photons émis par la micro-décharge atteignent la photocathode, constituée d'un matériau semi-conducteur. Par effet photo-électrique, chaque photon excite un électron de la bande de valence, lequel migre vers la bande de conduction, et est émis par la photocathode pour être ensuite accéléré sur une distance de 500 µm par une tension de 200 V. Puis, il pénètre dans un des micro-canaux. Chaque canal étant soumis à la même tension, avec un potentiel d'entrée nul et un potentiel en sortie compris entre 600 et 900 V. Une fois entré dans le micro-canal, l'électron percute la paroi de nombreuses fois, chaque collision entraînant l'émission de plusieurs électrons qui frappent à leur tour la paroi et provoquent l'émission d'autres électrons : ce phénomène est une amplification en cascade, représentée dans la figure **2.22.** A sa sortie, le paquet d'électrons résultant est focalisé par une tension de 5 kV sur un écran en phosphore. Le phosphore permet de convertir l'énergie cinétique des électrons en photons visibles.



Figure 2.22 – Amplification en cascade des électrons le dans un micro-canal.

71
### Contrôle de la caméra ICCD

La caméra ICCD est commandée à distance par un contrôleur de marque Roper Scientific (modèle ST-133) à l'aide du logiciel WinSpec/32. Ce contrôleur a pour rôle de convertir les données analogiques fournies par la caméra ICCD, en données numériques qu'on peut ensuite exploiter à l'aide d'un logiciel de traitement d'images.

Ce contrôleur possède plusieurs options, dont les suivantes :

- Il contrôle l'intensification de la caméra par l'intermédiaire du paramètre "gain".

- Il sert de source d'alimentation à la caméra ICCD.

- Il assure un transfert des données vers l'ordinateur, à une vitesse pouvant atteindre 10<sup>6</sup> pixels/s.

- Il possède un module intégré PTG (Programmable Timing Generator) alloué à la gestion du temps (temps d'exposition, temps de pause, signaux de déclenchement, etc.). Ce module permet de travailler en mode séquentiel ou en mode continu (ce qui sera notre cas). En mode séquentiel, les temps d'acquisition (gate width) et les temps de pause (gate delay) sont programmés pour évoluer linéairement ou exponentiellement au cours de l'expérience. En mode continu, ces temps sont fixés.

Pour certaines expériences, il est intéressant de prendre une séquence d'images les unes à la suite des autres, par exemple pour observer le comportement de plusieurs micro-décharges en parallèle quand on augmente progressivement la tension d'alimentation. Pour cela, le générateur de fonctions doit envoyer un signal de déclenchement TTL à l'entrée *Ext. Trigger In* du contrôleur. L'amplitude de ce signal est de 5 V et sa fréquence est paramétrable à partir du générateur de fonctions. Si l'expérience en question est étudiée sur une durée de 40 s, on peut choisir un temps de pause (gate delay) de 2 secondes, ce qui reviendra à imposer une pause de deux secondes entre chaque prise d'image. Le temps d'exposition (gate width), lui, est paramétré à partir du logiciel WinSpec/32 et est dans ce cas fixé à 25µs.

GREMI

### 2.3.3. Spectrométrie d'émission optique (S.E.O.)

### Principe physique

Le plasma est composé d'atomes et de molécules (à l'état fondamental ou dans un état excité), mais aussi d'ions et d'électrons. La désexcitation radiative d'une espèce excitée (X<sub>i</sub>) en une espèce moins excitée (X<sub>j</sub>), produit un photon d'énergie  $hv_{ij}$ , conformément au processus :  $X_i \rightarrow X_j + hv_{ij}$ . Ce photon émis possède sa propre fréquence  $v_{ij}$ , qui correspond à la transition d'un niveau i vers un niveau j, et se manifeste sous la forme d'une raie spectrale. Cette raie possède aussi une intensité caractéristique ( $I_{ij}^m$ ) qui pour un plasma optiquement mince, dépend de la densité de l'espèce au niveau i (n<sub>i</sub>), de la probabilité de transition (A<sub>ij</sub>) et de la transmission de l'appareillage (K<sup>exp</sup>) {*Ran-87*} :

$$I_{ii}^m \propto K^{exp} A_{ii} n_i$$

La technique de S.E.O. consiste à procéder à la mesure de l'intensité de cette raie, pour remonter à l'identification des espèces X et X\*. Le principal avantage de ce diagnostic très utilisé est qu'il est non perturbateur et facile à mettre en œuvre.

### Dispositif du GREMI

La lumière émise par la micro-décharge est focalisée par une lentille plan-convexe, de focale 50 mm. Les rayons émergents, parallèles, sont transportés par une fibre optique, jusqu'à la fente d'entrée du monochromateur. L'épaisseur de cette fente est calibrée sur 50 µm et la position de la fibre par rapport à cette fente est optimisée pour maximiser l'intensité lumineuse transmise.

Toutefois, un tel dispositif engendre deux limitations :

- La fibre optique est multi-brins, chaque brin ayant un diamètre de 200 µm qui correspond pratiquement aux diamètres de nos cavités. On ne peut donc pas espérer une résolution spatiale de la micro-décharge.

- Le rayonnement émis par la micro-décharge n'est pas correctement transmis dans l'ultraviolet car avant d'atteindre le monochromateur, elle traverse le hublot de l'enceinte et la lentille de focalisation qui sont tous deux en verre. Nos expériences sont donc limitées sur une gamme de longueurs d'ondes comprises entre 4000 Å et 9500 Å.

GREMI /

Le spectromètre est composé d'un monochromateur et d'une caméra CCD ; l'ensemble étant piloté par ordinateur à l'aide du logiciel ANDOR MCD.

### Le monochromateur

Le monochromateur, de marque TRIAX 550, possède trois caractéristiques : une focale globale de 550 mm, un grandissement unitaire et une configuration de type Czerny-Turner, représentée dans la figure **2.23.** Les rayons issus de la fente d'entrée sont dirigés vers le **miroir de collimation** qui les réfléchit et les focalise vers l'un des trois **réseaux**, fixés sur une **tourelle** rotative motorisée :

- Un réseau de 150 traits/mm, optimisé à 5000 Å.
- Un réseau de 1200 traits/mm, optimisé à 6300 Å.
- Un réseau de 2400 traits/mm, optimisé à 3300 Å.

Le réseau optique, quel qu'il soit, disperse chaque rayon en fonction de sa longueur d'onde, vers le **miroir de focalisation**. Ce miroir, comme le précédent, est concave et a une surface asphérique permettant de corriger les aberrations géométriques, notamment l'astigmatisme. Le rôle de ce miroir est de dévier et focaliser les faisceaux monochromatiques vers la fente de sortie du monochromateur, où est placé la caméra CCD. Celle-ci reçoit une image de la fente d'entrée pour chaque longueur d'onde.



Figure 2.23 – Montage de Czerny-Turner.

GREMI /

### Détection par caméra CCD

La caméra CCD, de marque ANDOR (modèle DU 440), est employée pour comptabiliser les photons recueillis à la sortie du monochromateur pour chaque longueur d'onde de la plage étudiée. Elle fournit ainsi à l'ordinateur l'intensité émise pour chaque longueur d'onde, permettant de construire le spectre de raies d'émission optique.

Le capteur de la caméra CCD est constitué d'une matrice possédant horizontalement 2048 pixels et verticalement 512 pixels. Verticalement, cette matrice récupère une résolution spatiale suivant la hauteur de la fente, et horizontalement elle détecte la dispersion de la lumière. Les spectres étant obtenus sur la matrice de la caméra CCD, leurs positions en pixels, doivent être converties aux longueurs d'ondes adéquates. Cette calibration a été réalisée à l'aide d'une lampe à vapeur de mercure pour les longueurs d'onde suivantes : 3650,15 Å, 4046, 56 Å et 5460,74 Å.

### Traitement des raies spectrales

La caméra CCD et le monochromateur sont gérés par ordinateur avec le logiciel Andor MCD qui permet de remplir les fonctionnalités suivantes :

- Refroidissement de la caméra CCD par effet Pelletier ( $-30^{\circ}$ C), pour réduire le rapport signal sur bruit des spectres enregistrés.

- Choix du réseau et de la longueur d'onde autour de laquelle on souhaite acquérir un spectre.

- Soustraction d'un background au spectre enregistré sans plasma avant le début des expériences.
- Plusieurs modes d'acquisitions de spectres.

Les modes d'acquisition sur un domaine spectral sont les suivants :

- Le balayage unique (Single Scan) qui ne dépend que d'un paramètre : le temps d'exposition de la caméra CCD.

- Le balayage en temps réel (Real Time) qui dépend du temps d'exposition et du temps de pause (durée entre deux temps d'exposition).

- Le balayage par accumulation (Accumulate) : le domaine spectral est balayé plusieurs fois pour obtenir un spectre moyenné, avec un niveau de bruit davantage réduit. Ce mode dépend d'un troisième paramètre : le nombre d'accumulations.

- Le balayage en séries cinétiques (Kinetic Series) : l'acquisition de spectres se fait à intervalles de temps réguliers.

GREMI /

### Limitations du spectromètre

Par rapport aux expériences qu'on souhaite réaliser, ce spectromètre possède deux limitations :

- Une limitation spectrale car sa focale est trop petite (550 mm).

- Une limitation temporelle sur le temps d'acquisition qui ne peut pas être inférieur à 5 µs (dans le cas d'un déclenchement en externe). Une étude résolue en temps du régime auto-impulsionnel est donc compromise dans la mesure où une impulsion dure environ 1 µs, comme le montre la figure **2.24**.



Figure 2.24 – Durée d'une impulsion du régime auto-impulsionnel dans l'hélium à 750 Torr et fenêtre d'acquisition du spectromètre déclenché en externe (mode cinétique).

### Spectromètres du L.S.P.

Dans le cadre d'une campagne de mesures au L.S.P (Laboratoire de Spectrométrie Physique), ce dispositif expérimental a été transporté à Grenoble. Des mesures spectroscopiques à hautes résolutions spatiale et spectrale ont été réalisées avec les deux spectromètres suivants.

Le premier, muni d'un monochromateur HR1000, possède une focale de 1m. Cette valeur est un bon compromis sur les résolutions spatiale et spectrale des raies ro-vibrationnelles du second système positif de l'azote. Ce spectromètre permet d'étudier la bande du premier système négatif de l'azote (1-), correspondant à la transition de l'ion moléculaire  $N_2^+(B^2\Sigma_u^+ \rightarrow X^2\Sigma_g^+)$ , sur un intervalle compris entre 325 et 585 nm {*Esl-05*} et la bande moléculaire du deuxième système positif de l'azote, correspondant à la transition  $N_2(C_3\Pi_u \rightarrow B_3\Pi_g)$  sur un intervalle compris entre 280 et 500 nm. Il est alors possible de remonter à la température rotationnelle, donc à la température du gaz. Il permet aussi d'obtenir une résolution spatiale d'une dizaine de micromètres dans la cavité. Le deuxième spectromètre possède un monochromateur SOPRA, avec une focale de 2m (les longueurs d'onde peuvent interférer de manière constructive sur trois ordres de diffraction du réseau à 1200 traits/mm). L'épaisseur de la fente d'entrée du monochromateur est fixée à 50  $\mu$ m. On obtient ainsi une excellente résolution spectrale permettant de mesurer l'élargissement d'une raie avec précision, comme c'est le cas de la raie H<sub>β</sub> à partir de laquelle on peut remonter à la densité électronique.

### 2.3.4. Microscopie

### Microscopie optique

Nous utilisons un microscope optique, de marque Olympus (modèle B202) de grossissement global (×100) ou (×200). Le grossissement de l'oculaire est de (×10) et celui de l'objectif est de (×10) ou (× 20). L'échantillon à observer est placé sur une platine dont le déplacement par vis micrométrique est motorisé par un contrôleur de marque Burleigh (modèle 7000).

Le microscope permet de déterminer les diamètres des cavités des échantillons avec une précision d'environ 10 µm. Il permet aussi de se faire une idée de l'état de surface avant et après la décharge, et donc de se faire une idée du vieillissement de l'échantillon.

### Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)

Nous utilisons un microscope électronique à balayage de marque Cambridge Instruments (modèle S360) pour observer le profil des micro-cathodes creuses fermées, dont nous avons rappelé les étapes de fabrication dans la première section de ce chapitre.

Le fonctionnement de ce microscope est basé sur l'émission d'électrons produits par un filament de tungstène parcouru par un courant d'environ 2,5 A, qui sont ensuite accélérés dans la colonne par une tension généralement fixée à 20 kV. Des lentilles électromagnétiques et des bobines focalisent le faisceau et permettent son balayage à la surface de l'échantillon. Ces électrons qui irradient la surface de l'échantillon pénètrent profondément dans le matériau et affectent un volume appelé **poire d'interaction**. Le volume de cette poire dépend du numéro atomique moyen de l'échantillon et de l'énergie des électrons incidents. Dans ce volume d'interaction, les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux **phénomènes secondaires** :



- Réémission d'électrons et de photons
- Absorption d'électrons
- Courants induits
- Potentiels électriques
- Élévation de température locale
- Vibration du réseau

La figure **2.25.** illustre l'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. De part leurs faibles énergies, seuls les électrons secondaires émis proche de la surface (< 10 nm) peuvent s'échapper de l'échantillon et être recueillis par le détecteur, de type Everhart-Thornley. Ces électrons sont accélérés puis focalisés sur un scintillateur qui les convertit en photons, dont le nombre est amplifié par un photo-multiplicateur. Au final, nous obtenons des images de haute résolution ( $\approx$  10 nm avec notre appareillage), comme en atteste la figure **2.26.** qui correspond à la fabrication d'une cavité de diamètre 500 µm dans le silicium.



Figure 2.25 – Phénomènes secondaires créés par le faisceau incident d'électrons.



Figure 2.26 – Microcavité en silicium, de diamètre 500 µm.



### 2.4. Code de simulation

### 2.4.1. Présentation

#### L'équation de Boltzmann

Dans la théorie cinétique des fluides, à chaque espèce de particules (électrons, ions ou neutres) est associée une fonction de distribution des vitesses. Cette fonction, notée  $f(\vec{r}, \vec{v}, t)$ , dépend de 7 variables : trois pour la décrire dans l'espace des positions ( $\vec{r}$ ), trois pour l'espace des vitesses ( $\vec{v}$ ) et une pour le temps (t). Par définition, cette fonction est normalisée sur l'espace des vitesses à la densité locale des particules  $n(\vec{r},t)$ . Cette normalisation s'écrit :  $\int_{\vec{v}} f(\vec{r},\vec{v},t).d\vec{v} = n(\vec{r},t)$  et conduit à l'équation de Boltzmann :

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \vec{v}.\vec{\nabla}_{r}.f(\vec{r},\vec{v},t) + \frac{\vec{F}_{ext}}{m}\vec{\nabla}_{v}.f(\vec{r},\vec{v},t) = C[f]$$

Où  $\vec{F}_{ext}$  représente l'ensemble des forces extérieures appliquées aux particules de même espèce (Force de Lorentz, force d'accélération, etc) et où C[f] représente le terme collisionnel. Si le plasma est non-collisionnel, alors ce terme est nul et la FDEE correspondante est alors maxwellienne {*Lie-05*}. Comme ce n'est pas le cas dans nos micro-décharges, il faut tenir compte des collisions élastiques qui dévient la trajectoire des électrons et font entrer et sortir des électrons du volume élémentaire de l'espace des phases ainsi que les collisions inélastiques qui en plus peuvent changer le nombre d'électrons et le rayonnement. Par conséquent, C[f] n'est pas nul et s'écrit :

$$C[f] = \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)_{\substack{\text{Collisions} \\ \text{élastiques}}} + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)_{\substack{\text{Collisions} \\ \text{inélastiques}}} + \left(\frac{\partial f}{\partial t}\right)_{\text{Rayonnement}}$$

### Les moments de Boltzmann

Pour les micro-plasmas, la description du transport des espèces chargées nécessite la conservation de trois paramètres (densité, quantité de mouvement et énergie). Ces conservations sont exprimées par les trois premiers moments de Boltzmann, lesquels sont obtenus en multipliant l'équation de Boltzmann par une fonction, puis en intégrant l'ensemble sur l'espace des vitesses. Le tableau suivant résume l'équation et les caractéristiques de chaque moment.

Moment	Fonction	Ordre	Equation
1er	Constante : 1	0	Conservation des particules $\frac{\partial n}{\partial t} + \vec{\nabla}(n\vec{v}) = S - L , S \text{ et } L \text{ étant les termes source / perte.}$
2ème	Vitesse : v	1	Conservation de la quantité de mouvement $mn\left[\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v}.\vec{\nabla})\vec{v}\right] = qn.(\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B}) - \vec{\nabla}.\Pi + f _{coll}$
3ème	Energie : $\frac{1}{2}$ mv <sup>2</sup>	2	$\begin{split} & \text{Conservation de l'énergie.} \\ & \frac{\partial}{\partial t} \big( n_e . \epsilon_e \big) + \vec{\nabla} . \Gamma_{\epsilon, e} + \frac{2}{3} n_e \epsilon_e \vec{\nabla} . \vec{v} + \vec{\nabla} \vec{q} = S_{\epsilon, e} \; . \end{split}$

### Deux approches de modélisation

La modélisation des micro-plasmas peut être effectuée suivant deux approches, qui diffèrent par la manière de calculer les termes sources des électrons et des ions. La première est une approche hybride (fluide et Monte-Carlo) qui utilise les deux premiers moments de Boltzmann, ainsi qu'une simulation de type Monte-Carlo pour déterminer le terme source de l'ionisation. La deuxième approche est totalement fluide : elle utilise les trois premiers moments de Boltzmann. Dans cette approche, le dernier moment permet de déterminer le terme source de l'énergie des électrons et le taux d'ionisation dépend de l'énergie moyenne de ces électrons. Nous avons choisi d'utiliser cette approche fluide car même si elle est moins précise que la première, elle est plus rapide et permet de dégager des tendances. La simulation s'effectue avec le logiciel GDSim (Glow Discharge SIMulation), développé par J.P. Bœuf et L. Pitchford du laboratoire Laplace à Toulouse *{Boe-95}*. Le code de simulation fait donc appel aux trois moments dont nous venons d'écrire les équations ; lesquelles sont légèrement transformées moyennant certaines hypothèses de calcul.

### 2.4.2. Equations fondamentales du modèle totalement fluide

### Premier moment de Boltzmann : conservation des particules

Dans l'expression du moment  $\frac{\partial n}{\partial t} + \vec{\nabla}(n\vec{v}) = S - L$ , les termes de source (S) et de perte (L) correspondent respectivement aux collisions créant et détruisant des particules. Souvent, S est dû à

l'ionisation par des collisions électron-neutre et peut s'écrire  $S = v_{iz} . n_e$ , où  $v_{iz}$  est la fréquence d'ionisation. Le terme de perte (L) est souvent dû à la recombinaison qui est négligeable ici (L=0) car nous travaillons à faible pression (100 Torr). Le moment appliqué à chaque espèce chargée fournit le système suivant :

$$\begin{cases} \frac{\partial n_{e}}{\partial t} + \vec{\nabla} \left( \vec{\Gamma}_{e} \right) = S_{e} \\ \frac{\partial n_{i}}{\partial t} + \vec{\nabla} \left( \vec{\Gamma}_{i} \right) = S_{i} \end{cases}$$

où n<sub>e</sub> et n<sub>i</sub> sont respectivement les densités électronique et ionique,  $\vec{\Gamma}_e = n_e \cdot \vec{v}_e$  et  $\vec{\Gamma}_i = n_i \cdot \vec{v}_i$  leurs flux respectifs, S<sub>e</sub> et S<sub>i</sub> leurs termes sources respectifs.

### Deuxième moment de Boltzmann : conservation de la quantité de mouvement

Généralement, cette équation est approximée par les équations de dérive-diffusion. Les flux des électrons et des ions s'écrivent alors :

$$\begin{cases} \vec{\Gamma}_{e} = -n_{e}\mu_{e}\vec{E} - D_{e}\vec{\nabla}n_{e} \\ \vec{\Gamma}_{i} = +n_{i}\mu_{i}\vec{E} - D_{i}\vec{\nabla}n_{i} \end{cases}$$

où  $\mu_e$  et  $\mu_i$  sont les mobilités électronique et ionique ;  $D_e$  et  $D_i$  sont les coefficients de diffusion électronique et ionique. Plus généralement, ces paramètres sont appelés coefficients de transports.

### Troisième moment de l'équation de Boltzmann : conservation de l'énergie

La conservation de l'énergie est régie par l'équation :

$$\frac{\partial}{\partial t} (n_{e} . \varepsilon_{e}) + \vec{\nabla} . \Gamma_{\varepsilon, e} + \frac{2}{3} n_{e} \varepsilon_{e} \vec{\nabla} . \vec{v} + \vec{\nabla} \vec{q} = S_{\varepsilon, e}$$

où  $\varepsilon_{e}$  est l'énergie moyenne des électrons,  $n_{e} \cdot \varepsilon_{e}$  la densité d'énergie thermique (J/m<sup>3</sup>),  $\Gamma_{\varepsilon,e}$  le flux d'énergie thermique macroscopique des électrons (W/m<sup>2</sup>),  $\frac{2}{3}n_{e}\varepsilon_{e}\vec{\nabla}\cdot\vec{v}$  le chauffage ou refroidissement du fluide selon la compression où l'expansion de son volume (W/m<sup>3</sup>),  $\vec{q}$  le flux du chaleur (W/m<sup>2</sup>) qui donne le flux d'énergie thermique microscopique et S<sub> $\varepsilon,e$ </sub> le terme source de l'énergie des électrons, regroupant l'ensemble des processus collisionnels modifiant la densité d'énergie thermique.

En faisant l'hypothèse qu'il n'y a pas de flux de chaleur et que le fluide ne chauffe/refroidit pas, le moment se simplifie sous la forme suivante :  $\frac{\partial}{\partial t}(n_e \epsilon_e) + \vec{\nabla} \Gamma_{\epsilon,e} = S_{\epsilon,e}$ . Dans le modèle, le flux  $\Gamma_{\epsilon,e}$  est

81

défini par 
$$\vec{\nabla}\Gamma_{\epsilon,e} = -\frac{5}{3}n_e\epsilon_e\mu_e\vec{E} - \frac{5}{3}D_e\vec{\nabla}(n_e\epsilon_e)$$
 et le terme source s'écrit  $S_{\epsilon,e} = -e\Gamma_e\vec{E} - n_eL$ , en

tenant compte des gains énergétiques dû au chauffage des électrons par le champ électrique et des pertes énergétiques dues aux collisions.

### Equation de Poisson

L'équation de Poisson est utilisée pour coupler les moments des électrons et des ions :

$$\Delta V = -\frac{e}{\epsilon_0} . (n_i - n_e)$$

où V exprime la différence de potentiel entre les électrodes et  $\varepsilon_0$  est la constante de permittivité du vide.

### Equation de chaleur (pour le gaz)

Le chauffage du gaz résulte d'un chauffage ionique (processus dominant) et d'un chauffage électronique (processus négligeable). La température du gaz est obtenue à partir de l'équation de chaleur :  $\frac{\partial(\rho c_v T_g)}{\partial t} - \vec{\nabla}\kappa\vec{\nabla}T_g = H$ , où H est la puissance fournie par les électrons et les ions du plasma pour chauffer le gaz.

Au cours de collisions élastiques et d'échange de charges, les ions et les espèces neutres rapides déposent leur énergie à la fois sur la cathode et dans la gaine où le gaz est chauffé. Calculer le chauffage du gaz nécessite une simulation Monte-Carlo des ions et des neutres rapides créés lors des collisions ion-neutre dans la gaine. Ce calcul complexe peut être évité en définissant un nouveau paramètre :  $F = \frac{P_1}{P_1 + P_2}$ , où P<sub>1</sub> est la puissance absorbée par les ions et qui, par des collisions ion/neutre, chauffe le gaz et P<sub>2</sub> est la puissance absorbée par les ions, leur permettant d'atteindre la cathode. D'après I. Revel et al {Rev-00}, il est montré que dans le cas d'une décharge luminescente fonctionnant dans l'argon, les ions de la gaine cathodique déposent directement 75% de leur énergie à la cathode. Nous supposons que ce ratio est conservé dans le cas de l'hélium et fixons F à 25%. En d'autres termes, nous considérons que 25% de l'énergie des ions est dissipée dans le gaz lors des

. . .

GREMI

collisions et que 75% est dissipée sur la surface cathodique extérieure.

### 2.4.3. Détermination des coefficients de transport et de réaction

Les équations du modèle totalement fluide font appel aux coefficients de transport et de réaction des électrons et des ions : ils constituent les données nécessaires à entrer dans le modèle avant de l'utiliser.

### Détermination des coefficients de transport pour les électrons

A partir des sections efficaces de collisions, l'équation de Boltzmann fournit une fonction de distribution énergétique des électrons (FDEE.). Cette FDEE permet de calculer les coefficients de transport et de réaction *{Hag-05}*. Dans nos micro-déchages, la FDEE est non maxwellienne. Par conséquent, à chaque valeur de champ réduit (E/n ou E/p) correspond une seule FDEE et donc des coefficients de transport et de réaction qui lui sont spécifiques. Comme la simulation d'une courbe V-l est obtenue sur un intervalle continu de champs réduits, il faut déterminer la continuité de chaque coefficient (de transport et de réaction) sur cet intervalle. Pour ce faire, nous procédons en deux temps :

(i) A l'aide du graticiel Bolsig+, développé par Hagelaar et Pitchford, nous générons un champ réduit quadratique sur l'intervalle 0,100-1050 Td pour 60 itérations. A chacune de ces itérations, Bolsig+ résout l'équation de Boltzmann pour calculer la FDEE puis ses coefficients. Parmi les coefficients que nécessite GDSim, il y a l'énergie moyenne des électrons ( $\varepsilon_e$ ), la mobilité réduite électronique (p.µ<sub>réd,e</sub>) et le coefficient d'ionisation ( $\alpha$ /p) ; chacune de ces grandeurs étant respectivement représentée sur les figures 2.27.a, 2.27.b, 2.28.a et 2.28.b.

(ii) Tous ces coefficients sont tabulés en fonction du champ réduit dans un fichier (GasPar) qui constitue les données d'entrée du logiciel GDSim. Sur l'intervalle 0,100-1050 Td, chaque coefficient est défini par 60 valeurs ; les valeurs intermédiaires étant tout simplement interpolées par GDSim.

GREMI



Figure 2.27 – (a) Fonction de distribution représentée pour 6 valeurs de champ réduit (et non 60 pour des raisons de lisibilité) (b) Energie moyenne des électrons en fonction du champ réduit dans l'hélium pur.



Figure 2.28 – (a) Mobilité électronique réduite des électrons et (b) coefficient d'ionisation des électrons en fonction du champ réduit dans l'hélium pur.

Ces coefficients dépendent de l'énergie moyenne qui est déterminée dans le modèle fluide par l'équation correspondant au troisième moment. Par ailleurs, la relation entre l'énergie moyenne et le champ réduit (E/n) est supposée être la même que dans le cas où le champ électrique est supposé constant et uniforme.

Les termes de sources et de pertes en électrons ou en ions, résultent de différents processus de création et de destruction comme l'ionisation, le détachement, l'attachement et la recombinaison. Dans le modèle, nous utilisons de l'hélium pur. Nous faisons l'hypothèse que la plupart de l'ionisation

GREMI /

s'effectue directement par impact électronique sur des atomes à l'état fondamental {Lee-07} et nous considérons comme négligeables les réactions métastables. En effet, la recombinaison et l'ionisation par étapes peuvent être négligés dans la chute cathodique car dans cette zone :

- Le transport des ions vers la cathode est plus rapide que la recombinaison.

- L'énergie moyenne des électrons rapides favorise l'ionisation directe alors que les densités de métastables sont relativement faibles.

Par conséquent :  $S_e = S_i = k_i n_e n$ , où n est la densité des neutres et où  $k_i$  est le coefficient d'ionisation par impact électronique des atomes d'hélium, défini par la relation :  $k_i = \alpha . \mu_e . \frac{E}{n}$ , où  $\alpha$  est le coefficient d'ionisation et  $\mu_e$  la mobilité électronique.

### Détermination des coefficients de transport pour les ions

A l'inverse des électrons, il est possible d'appliquer aux ions l'approximation de champ local (L.F.A.), qui fournit directement la fonction de distribution énergétique des ions en fonction du champ réduit. Les coefficients de transport peuvent alors être pris dans la littérature. C'est le cas comme de la mobilité des ions He<sup>+</sup> dans un gaz d'hélium, (He<sup>+</sup> - He. H.W. Ellis et al., Atomic Data & Nucl Data Tab, 17,177 (1976)) représentée dans la figure **2.29**.



Figure 2.29 – Mobilité ionique réduite des ions He<sup>+</sup> en fonction du champ réduit dans l'hélium pur.

### 2.4.4. Domaine numérique et paramètres de calcul

La micro-décharge est simulée sur un plan en deux dimensions dont l'axe z correspond à l' axe de révolution et l'axe r au rayon d'un système de coordonnées cylindriques, présenté en figure **2.30**. Le domaine numérique est caractérisé par des dimensions de 4 mm suivant l'axe z et de 2,5 mm suivant l'axe r et par une grille de 120 nœuds suivant l'axe z et de 90 nœuds suivant l'axe r. Ces nœuds sont répartis de manière non uniforme, le maillage étant très resserré dans les zones où les gaines du plasma sont sensées se former. Les limites du domaine numérique sont recouvertes par une couche diélectrique pour éviter les problèmes de divergence de champ électrique.



4 mm (120 nœuds)

Figure 2.30 - (a) Symétrie cylindrique du domaine numérique. (b) Présentation des couches constituant la microcathode creuse ouverte.

En simulation, le tracé des courbes V-I nécessite de faire varier le courant de décharge à l'aide d'un circuit électrique. Ce circuit est très simple puisqu'il est juste constitué d'une alimentation électrique continue qui délivre une tension de 600 V à une résistance variable placée en série avec la microdécharge.



Figure 2.31 - Système électrique

Les paramètres de calcul suivant sont pris en compte pour la simulation de nos microdécharges :

GREY i

- Densité électronique initiale : 1.10<sup>7</sup> cm<sup>-3</sup>.
- Conductivité thermique de l'hélium : 0,14 W/m/K (20°C).
- F=25%.
- Coefficient d'émission électronique secondaire : 0,3.
- Section efficace des espèces neutres : 20  $Å^2$ .
- Coefficient d'accommodation : 0,5.
- Pression : 100 Torr.
- Gaz : hélium.
- Température de surface des matériaux : 300K.

GREYI /



### Chapitre 3

# Régimes de fonctionnement d'une microcathode creuse ouverte à une cavité

Dans ce chapitre, nous analysons les mécanismes physiques qui caractérisent les régimes de fonctionnement des décharges générées dans la géométrie de micro-cathode creuse ouverte. Dans une première partie, nous commençons par comparer les propriétés de ces micro-décharges à celles des macro-décharges à basse pression, générées par un courant continu entre deux électrodes planes parallèles. Puis, chacune des parties suivantes sera consacrée à un régime de fonctionnement de la micro-décharge. La partie dédiée à l'étude du régime luminescent normal fera l'objet d'une analyse approfondie ; nous y détaillerons les mécanismes physiques mis en jeu en mesurant et reliant les grandeurs physiques macroscopiques et microscopiques que nous avons mesurées (champ électrique, température du gaz, température électronique et densités des espèces). Nous y comparerons également nos résultats expérimentaux (caractéristiques électriques, optiques et spectroscopiques) à ceux obtenus par simulation.



# 3.1. Identification des régimes de fonctionnement d'une macrodécharge à basse pression et d'une micro-décharge à haute pression

### 3.1.1. Macro-décharges à basse pression

### Courbe V-I expérimentale

Une macro-décharge à basse pression, alimentée par un courant continu croissant, présente trois phases de fonctionnement successives : la **phase sombre**, la **phase luminescente** et la **phase d'arc**. Chaque phase est elle-même divisée en plusieurs régimes facilement identifiables à partir du tracé de la courbe V-I que nous avons représentée dans la figure **3.1**.



Figure 3.1 – Caractéristique courant-tension d'une macro-décharge basse pression, dans une géométrie où les électrodes forment deux plans parallèles.

90

La phase sombre possède deux régimes de fonctionnement non-autonomes : le régime d'ionisation résiduelle qui correspond à une simple collecte des charges déjà présentes dans le gaz puis le régime de Townsend dans lequel des réactions d'ionisation par impact électronique génèrent une multiplication des électrons et des ions ainsi que de l'émission secondaire à la cathode. Ces réactions, encadrées par les processus de Townsend, sont à l'origine d'une croissance de type exponentiel du courant en fonction de la tension.

La transition entre la phase sombre et la phase luminescente est électriquement instable ; elle marque le passage d'un état où les densités de charges sont négligeables à un autre où elles deviennent suffisamment importantes pour modifier la structure du champ électrique, conformément à la relation de Laplace. Cette transition laisse place à la phase luminescente qui se manifeste par une forte émissivité dans les domaines visible et ultraviolet. Caractérisée par un fonctionnement à haute tension et à bas courant, elle est décomposable en deux régimes : le premier est qualifié de **normal** et le second d'anormal.

Après une courte transition, et pour des valeurs de courant élevées (> 1 A), la phase d'arc apparaît, au cours de laquelle l'émission secondaire au niveau de la cathode est remplacée par l'émission thermoïonique. Cette phase est décomposable en deux régimes : un régime **non thermique** dans lequel la tension chute progressivement alors que le courant augmente, puis un **régime thermique** caractérisé par une faible tension (< 100 V) et par l'existence d'un équilibre thermodynamique local entre le gaz neutre et le plasma *{Rax-05}*.

### Structure d'une macro-décharge à basse pression en régime luminescent normal

En régime luminescent normal, la décharge est structurée en une succession de couches sombres et lumineuses, représentées dans la figure **3.2**. De la cathode vers l'anode, se succèdent :

- La chute cathodique, caractérisée par un champ électrique intense puisque la plupart de la tension appliquée aux bornes des électrodes est localisée dans cette région. Elle est constituée de l'espace sombre d'Aston, de la gaine cathodique et de l'espace sombre d'Hittorf. Ces trois premières zones ne sont visibles qu'à faible pression *{Pen-02}*.

- La lueur négative.

- L'espace sombre de Faraday.

- La colonne positive (région à champ électrique faible), si la distance inter-électrodes est suffisamment grande.

- La zone anodique, comprenant la lueur anodique et l'espace sombre anodique.

GREMI



Figure 3.2 – Structure d'une macro-décharge à basse pression générée entre deux plans parallèles, et fonctionnant en régime luminescent normal.

Si la distance inter-électrodes diminue à pression constante, la colonne positive se rétrécit puis finit par disparaître, alors que les dimensions des autres zones restent inchangées. Si la pression augmente pour une distance inter-électrodes fixée, toutes les zones lumineuses et sombres s'affinent et se déplacent vers la cathode.

### 3.1.2. Micro-décharges à haute pression

### Courbe V-I expérimentale

La figure **3.3.a.** est un oscillogramme représentant l'évolution temporelle du courant (l<sub>d</sub>) et de la tension (V<sub>d</sub>) dans le cas d'une micro-décharge générée dans une micro-cathode creuse ouverte (de diamètre 240 µm et d'épaisseur 250 µm) fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr. A partir de cet oscillogramme, il est possible de tracer la tension en fonction du courant, comme le montre la figure **3.3.b.** Cette courbe V-I, contrairement à celle d'une macro-décharge basse pression, ne laisse apparaître qu'une seule phase de fonctionnement : la phase luminescente, avec son régime normal et la possibilité d'obtenir un régime anormal sous certaines conditions que nous développerons par la suite. La phase de décharge sombre est réduite au simple phénomène de claquage et le régime d'arc n'est jamais atteint car les cavités de nos échantillons ne peuvent pas supporter les puissances volumiques qu'exigerait cette phase ; à titre indicatif, nos échantillons se brisent dès un courant de 40 mA (soit une puissance d'environ 7 W).



Entre les points A et B, la tension augmente linéairement alors que le courant mesuré reste nul. Cela signifie d'une part que le plasma n'est pas encore formé, et d'autre part qu'il nous est impossible de mettre en évidence le régime de Townsend à cause des limitations techniques de notre système d'acquisition et de notre alimentation électrique. Le plasma n'apparaît qu'au point B correspondant au phénomène de claguage. La zone située entre les points B et C margue une transition entre le phénomène de claquage et le début du régime normal. Dans cette zone, la micro-décharge peut se mettre à osciller à une fréquence stable si l'alimentation est limitée en courant : il s'agît du régime autoimpulsionnel, étudié par Rousseau et al {Rou-06}, {Aub-07}. Entre les points C et D, la tension de la micro-décharge reste constante pour une augmentation linéaire du courant : il s'agît du régime luminescent normal. Le régime luminescent anormal devient accessible si pour des courants plus élevés, la surface cathodique est spatialement limitée. Ce n'est pas le cas ici mais l'étude du régime anormal fera l'objet du chapitre 4. Le point D correspond au courant maximum fourni à la microdécharge par l'alimentation. Entre les points D et E, le signal de consigne impose à la micro-décharge une rampe de courant linéairement décroissante en fonction du temps. La micro-décharge continue de fonctionner en régime normal jusqu'à ce que le courant devienne trop faible pour l'auto-entretenir. Cet événement se traduit au point E par l'annulation du courant, puis entre les points E et F, par une chute progressive de la tension de décharge à travers le condensateur du circuit électrique.



Figure 3.3 – (a) Courbe V-I et (b) oscillogramme d'une micro-cathode creuse à une cavité, de diamètre 240 µm et d'épaisseur 250 µm, fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr.

93 GREMI

### Courbe V-I simulée

A l'aide du logiciel GDSim, il est possible de simuler la courbe V-I de l'expérience précédente en considérant les mêmes conditions de travail :

- La micro-décharge fonctionne dans l'hélium à une pression de 100 Torr.

- La micro-cavité creuse ouverte possède une cavité de diamètre 260 µm et de hauteur 250 µm.

Un paramètre qui influence grandement la tension simulée est le coefficient d'émission électronique secondaire ( $\gamma_{se}$ ). Comme nous ne pouvons pas déterminer expérimentalement la valeur de ce coefficient, nous simulons plusieurs courbes V-I, chacune caractérisée par son propre coefficient d'émission électronique secondaire. Ainsi, il est possible de réaliser un ajustement (fit) entre la courbe V-I expérimentale et la courbe V-I simulée qui se superpose le mieux. La figure **3.4.** représente la courbe expérimentale de la figure **3.3.a.** ainsi que trois courbes V-I simulées, chacune caractérisée par son propre coefficient d'émission électronique secondaire :  $\gamma_{se}$ =0,20, 0,25 et 0,30. Le meilleur ajustement est obtenu pour  $\gamma_{se}$ =0,30. En effet, la simulation du régime luminescent normal est caractérisée par une tension d'environ 190 V contre 180 V dans le cas expérimental ; cette différence de 10 V est suffisamment faible pour que nous puissions valider la valeur de  $\gamma_{se}$  à 0,30.

Par ailleurs, il est important de rappeler que chaque point simulé correspond à une solution stationnaire : chaque point est tracé après un délai d'environ 5 µs correspondant au temps nécessaire à la formation et la stabilisation des gaines cathodiques. C'est la raison pour laquelle la tension de claquage n'apparaît dans aucune courbe simulée puisqu'il s'agît d'un phénomène purement transitoire.



Figure 3.4 – Courbe expérimentale et courbes simulées dans l'hélium à 100 Torr pour trois coefficients d'émission électronique secondaire (0,20, 0,25 et 0,30). Cas d'une cavité de diamètre 260 µm et de hauteur 250 µm.

### 3.1.3. Limites de comparaison entre macro-décharges et micro-décharges

Dans la phase luminescente, les courbes V-I de nos micro-décharges sont superposables à celles des macro-décharges à basse pression. Cependant, ces similitudes ne doivent pas nous faire perdre de vue qu'à l'échelle microscopique les mécanismes mis en jeu sont différents : ainsi, d'après les travaux de Kurunczi et al *{Kur-01}* et de Schoenbach et al *{Sch-00}*, l'émission excimère mesurée par spectrométrie d'émission optique indique que des réactions à trois corps ont lieu à haute pression alors qu'elles n'existent pas à basse pression. Par ailleurs, à basse pression la production d'électrons secondaires est principalement due au bombardement ionique de la surface cathodique, alors qu'à haute pression ce mécanisme est complété par un bombardement des métastables et des photons *{Eic-93}*. Enfin, la géométrie même de la micro-cathode creuse diffère de la géométrie des électrodes plans parallèles et peut être à l'origine de phénomènes spécifiques, comme l'effet de cathode creuse ou le régime auto-impulsionnel

### 3.2. Régime de pré-claquage

### 3.2.1. Processus en volume & Processus en surface

Le phénomène de claquage correspond à l'ionisation du gaz. Ce changement d'état est induit par des processus en volume et en surface. Les processus en volume sont décrits par le coefficient d'ionisation  $\alpha$  (premier coefficient de Townsend) qui représente le phénomène d'**avalanche électronique** dans le gaz, c'est-à-dire le nombre d'ionisations qu'un électron germe peut provoquer sur une unité de longueur et dans la direction du champ électrique. Il est fonction du champ réduit E/p {*Rax-05*}. Les processus en surface, principalement à l'interface gaz-cathode, sont décrits par le coefficient d'émission électronique secondaire  $\gamma_{se}$  (deuxième coefficient de Townsend). Ce coefficient représente le nombre d'électrons secondaires libérés par toute particule incidente frappant la surface (cathodique). Parmi ces particules incidentes, il y a principalement des ions, mais aussi des atomes rapides, des métastables et des photons. Le flux d'électrons secondaires est donc donné par la relation :  $\Gamma_{se} = \gamma_i \cdot \Gamma_i + \gamma_m \cdot \Gamma_m + \gamma_p \cdot \Gamma_p$ , où  $\gamma_i$ ,  $\gamma_m$  et  $\gamma_p$  correspondent aux contributions respectives des ions, des métastables et des photons, et où  $\Gamma_i$ ,  $\Gamma_m$  et  $\Gamma_p$  correspondent aux flux incidents de ces mêmes



espèces. Ce coefficient d'émission électronique secondaire dépend du matériau de la cathode, de la nature du gaz et du champ réduit.

### 3.2.2. Temps de claquage

Le temps de claquage résulte de l'addition de deux temps :

- Le premier temps correspond à la durée nécessaire pour qu'apparaisse le premier électron primaire (l'électron "germe"), susceptible de se multiplier par avalanche électronique. Ce temps dépend fortement de la géométrie et de la taille de l'échantillon, ainsi que des conditions expérimentales. Ainsi, à pression fixée, plus la distance inter-électrodes sera courte, plus ce temps sera long. Il est généralement compris entre 10 µs et 1 ms. {*Pen-02, page 4*}

- Le deuxième temps correspond à la durée nécessaire pour que le courant de décharge se forme d'une électrode à l'autre ; ce temps étant habituellement compris entre 10 ns et 100 µs. {*Pen-02, page 4*}

### 3.2.3. Courant de claquage et tension de claquage

Dans une géométrie où les électrodes forment deux plans parallèles, le courant de Townsend est défini par la relation :  $I_{Town} = I_0 \cdot \frac{e^{\alpha d}}{1 - \gamma_{se} \cdot (e^{\alpha d} - 1)}$ , où  $I_0$  est le courant d'électrons généré principalement par effet photo-électrique. Dès que la condition  $\alpha d = ln \left(1 + \frac{1}{\gamma_{se}}\right)$  est satisfaite, alors la micro-décharge peut s'auto-entretenir. Le courant de Townsend augmente alors très fortement par rapport à la tension, jusqu'à ce que le potentiel de claquage soit atteint {*Lie-05*}.

Ce potentiel de claquage dépend de plusieurs paramètres : le produit "pression×distance", le matériau de la cathode, la nature du gaz et la géométrie du système. Il est donné par la relation :

$$V_{K} = \frac{B.p.d}{ln(A.p.d) - ln\left[ln\left(1 + \frac{1}{\gamma_{se}}\right)\right]}$$

où p est la pression, d la distance inter-électrodes, A et B sont deux constantes spécifiques à la nature du gaz et  $\gamma_{se}$  le second coefficient de Townsend. Cette relation permet de tracer la courbe de Paschen, qui exprime la dépendance du potentiel du claquage en fonction de la loi d'échelle "pression×distance". Cependant, nous allons voir que cette relation ne s'applique pas à notre géométrie de micro-cathode creuse.



## 3.3. Phénomène de claquage d'une micro-cathode creuse ouverte

Dans une géométrie classique, le phénomène de claquage s'opère sur la distance interélectrodes ( $\ell$ ). Nous souhaitons vérifier s'il en est de même dans la micro-cathode creuse et si le diamètre de la cavité n'exerce pas une influence. Pour ce faire, nous testons dans l'hélium deux échantillons qui ne diffèrent que par leurs distances inter-électrodes :  $\ell = 270 \,\mu\text{m}$  pour le premier et  $\ell = 530 \,\mu\text{m}$  pour le deuxième. Ces deux cavités ayant des diamètres de 215  $\mu\text{m}$ , cela revient à étudier des cavités sont les rapports d'aspect sont respectivement proches de 1:1 et 1:2. Puis, pour chaque échantillon, nous mesurons plusieurs potentiels de claquage sur un intervalle de pressions (ici entre 50 Torr et 700 Torr) afin de tracer sa courbe de Paschen. Pour chaque échantillon, les potentiels de claquage sont présentés dans la figure **3.5.** en fonction de la loi d'échelle p× $\ell$ . Dans les deux cas, il y a superposition des deux courbes de Paschen. La branche de gauche est caractérisée par des tensions qui chutent d'environ 400 V à 290 V sur l'intervalle 2-7 Torr.cm, alors que la branche de droite voit ses tensions augmenter d'environ 290 V à 400 V sur l'intervalle 7-25 Torr.cm. Indépendamment de ces ordres de grandeur, la superposition des deux courbes justifie à elle seule que la distance de claquage est la distance inter-électrodes.



Figure 3.5 – (a) Courbe de Paschen d'une micro-cathode creuse ouverte fonctionnant dans l'hélium et (b) distances caractéristiques des échantillons.

Si tel avait été le cas, certaines zones des deux courbes ne se recouvriraient pas.

Pour vérifier que le diamètre de la cavité n'a pas d'impact sur le phénomène de claquage, nous considérons cette fois-ci dans l'azote un seul échantillon dont la cavité cylindrique possède les dimensions caractéristiques indiquées dans la figure **3.6.** : un diamètre de 190 µm sur la face supérieure, un diamètre de 90 µm sur la face inférieure et une distance inter-électrodes de 400 µm. Dans un premier temps, nous polarisons en cathode la face supérieure (D=190 µm) et dans un second temps, la face inférieure (D=90 µm). Dans chacun des deux cas, nous mesurons alors plusieurs potentiels de claquage sur un intervalle de pressions compris entre 20 Torr et 400 Torr. Toujours en considérant comme distance de claquage la distance inter-électrodes, les deux courbes de Paschen sont tracées dans la figure **3.6.** Les potentiels de claquage sont globalement plus élevés que ceux obtenus à la figure **3.5.** à cause de la nature du gaz (azote). La superposition des deux courbes est satisfaisante sur tout le domaine étudié, indiguant que le diamètre n'a pas d'influence sur le claquage.



Figure 3.6 – (a) Courbe de Paschen d'une micro-cathode creuse ouverte fonctionnant dans l'argon et (b) distances caractéristiques de l'échantillon.

Les minima de Paschen des graphiques **3.5.** et **3.6.** sont à comparer à ceux que l'on trouve dans la littérature pour des décharges générées entre électrodes planes. Dans le cas de l'hélium et de l'azote, le tableau **3.1.** indique que les critères  $(p.\ell)_{min}$  sont assez proches les uns des autres, indépendamment de la géométrie. En revanche dans l'hélium, nous mesurons un potentiel de claquage minimum de 290 V alors que dans une géométrie à plans parallèles ce potentiel chute à 180 V. D'une manière plus générale, les potentiels de claquage mesurés dans nos micro-décharges sont plus élevés

que ceux obtenus à partir d'une géométrie classique à plans parallèles. L'hypothèse la plus plausible pouvant expliquer ces différences de tensions de claquages, est que dans le cas d'une micro-cathode creuse, le coefficient d'émission électronique secondaire ( $\gamma_{se}$ ) est plus élevé que dans le cas d'une géométrie classique où les électrodes forment des plans parallèles. En effet, nous savons que le rapport surface-volume d'une micro-cathode creuse est très important et par conséquent les processus en surface (représentés par  $\gamma_{se}$ ) aussi.

	Hélium	Azote
Micro-décharges (GREMI)	7 Torr.cm 290 V	1,5 Torr.cm 500 V
Décharges plans à basse pression <i>{Lie-05}</i>	5 Torr.cm 180 V	1 Torr.cm 320 V

Tableau 3.1 – Comparaison des minima de Paschen dans l'hélium et l'argon.

# 3.4. Transition entre le phénomène de claquage et le régime luminescent normal d'une micro-cathode creuse ouverte

Cette transition peut faire l'objet d'une double approche avec d'une part une **analyse dynamique** dans laquelle la micro-décharge est alimentée par une rampe de courant linéairement croissante, et d'autre part une **analyse statique** dans laquelle la micro-décharge est alimentée par un très faible courant permettant d'atteindre un régime spécifique de cette transition : le régime autoimpulsionnel.

### 3.4.1. Analyse dynamique

La transition entre le phénomène de claquage et le régime luminescent normal correspond à un processus au cours duquel les ions s'accumulent près de la cathode, leur mobilité étant plus faible que celle des électrons. Cette charge d'espace déforme le champ électrique initialement uniforme, en un champ fortement non uniforme. Comme nous pouvons le constater à partir des images de la figure **3.7.** obtenues en simulation, cette distorsion du champ électrique n'est pas instantanée. Dans le cas d'une micro-décharge générée dans l'hélium pour une pression de 100 Torr, ce champ électrique est encore purement géométrique à l'instant t=207 ns. A partir de l'instant t=1 µs, il commence véritablement à se déformer, et à l'instant t=2 µs il s'approche de l'état stationnaire. Le champ électrique n'atteint cet état stationnaire qu'au bout d'une **durée de stabilisation**, évaluée à plusieurs micro-secondes. Il est alors



fortement non uniforme et la plupart de la tension appliquée se concentre sur une courte distance près de la cathode : la **gaine cathodique** (ou espace sombre cathodique).



Figure 3.7 – Formation du champ électrique dans la cavité d'une micro-cathode creuse ouverte fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr, aux instants : (a) 207 ns, (b) 1 µs, (c) 2 µs. Les potentiels sont exprimés en volts.

Il est possible de quantifier cette **durée de stabilisation** en mesurant à l'oscilloscope le temps nécessaire pour que le courant et la tension de la micro-décharge atteignent le régime luminescent normal. Le graphique de la figure **3.8.a.** représente l'évolution de I<sub>d</sub> et V<sub>d</sub>, tracés en fonction du temps, à 750 Torr, dans l'hélium. Pour mieux visualiser l'allure des signaux immédiatement après le phénomène de claquage, le graphique **3.8.b.** est un agrandissement temporel de la zone grisée du premier graphique. Nous pouvons alors distinguer trois zones : la zone de pré-claquage (entre les points A et B), la zone de transition (entre les points B et C) et la zone du régime luminescent normal (entre les points C et D).



2009

GREYī∥

Figure 3.8 – Oscillogramme des courant et tension de décharge à 750 Torr dans l'hélium. (a) Présentation sur une fenêtre temporelle de 10 s et (b) agrandissement sur une fenêtre temporelle de 15 µs. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 180 µm et de hauteur 520 µm.

Dans la zone de pré-claquage, le courant est nul mais la tension alimentant l'échantillon augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 700 V : le potentiel de claquage. Certaines équipes *{Sch-97}, {Che-02},* utilisant une même géométrie de micro-cathode creuse, mesurent cette tension mais aussi un très faible courant, permettant ainsi de justifier l'existence d'un régime de pré-claquage. D'après Bœuf et al *{Boe-05},* ce régime est en fait un régime anormal (et non un régime de Townsend) dans lequel la micro-décharge peut rester confinée dans l'espace cathodique interne sans s'étendre sur la surface cathodique extérieure. Expérimentalement, nous ne pouvons pas mesurer ce courant à partir de nos échantillons car l'épaisseur de nos cathodes est d'environ 8 µm, alors que ce régime est observé pour des cathodes ayant une épaisseur de plusieurs centaines de microns.

Dans la zone de transition, le courant initialement nul atteint en moins de 300 ns une valeur d'environ 40 mA pour se stabiliser au bout de quelques micro-secondes à 8,6 mA. Simultanément, la tension passe de sa valeur de claquage (700 V) à 280 V : valeur caractéristique du régime luminescent normal. En considérant l'évolution du courant en fonction du temps dans la figure **3.8.b.**, nous estimons la durée de stabilisation de la micro-décharge à 5 µs. A l'échelle microscopique, cela signifie que le champ électrique et les gaines cathodiques se stabilisent également au bout de 5 µs.

Par ailleurs, cette durée de stabilisation dépend légèrement de la pression. En effet, en traçant les évolutions temporelles du courant et de la tension pour plusieurs pressions (par exemple 100 Torr, 250 Torr et 750 Torr), nous obtenons en figure **3.9.a.** un temps de stabilisation légèrement plus court pour la plus forte pression. Cette tendance s'apprécie mieux pour le courant de la figure **3.9.b.**, où nous constatons que la durée de stabilisation passe de 5 µs pour une pression de 100 Torr à 4 µs pour une pression de 750 Torr.





cylindrique de diamètre 180 µm et de hauteur 500 µm.

La transition entre le régime de Townsend et le régime luminescent peut également être le siège d'un régime de fonctionnement propre à la géométrie de micro-cathode creuse ouverte : le régime auto-impulsionnel.

### 3.4.2. Analyse statique - Le régime auto-impulsionnel

Ce régime apparaît si la micro-décharge est alimentée par un faible courant continu ( $I_{DC}$ ), typiquement inférieur à 2 mA. Comme l'indique la figure **3.3.a.**, ce courant est mesuré à travers la résistance ballast de 39 k $\Omega$ , située en amont de la micro-cavité creuse ouverte. Pour cette valeur de courant, on observe une succession de claquages et d'extinctions de la micro-décharge, selon une fréquence très stable {*Hsu-03*}, permettant ainsi de générer un courant auto-impulsionnel ( $I_{imp}$ ). Sur une courbe V-I, considérons par exemple celle de la figure **3.3.b.**, ce phénomène apparaît dans la zone située entre le potentiel de claquage (point B) et le potentiel auto-entretenu pour la plus faible valeur de courant (point C). Même si la droite reliant ces deux points possède une pente négative, l'absence de points intermédiaires ne nous autorise pas à parler de résistance différentielle négative.

Pour bien comprendre le comportement du courant et de la tension dans ce régime, la figure **3.10.b.** illustre leurs variations en fonction du temps. Au point A, la tension augmente jusqu'à atteindre le potentiel de claquage, situé au point B. Le courant qui était nul jusqu'alors, apparaît brusquement (point B) pour atteindre une valeur maximale de 22 mA au bout d'environ 400 ns au point C. Par analogie avec un circuit électrique RC, cette durée de 400 ns correspond au temps nécessaire pour que les charges accumulées sur la surface cathodique du condensateur (= échantillon) atteignent la surface anodique. Ce bref transfert de charges créé un fort courant de décharge, dont le pic atteint 22 mA.



Entre les points B et C, la décharge jusqu'alors confinée dans la cavité s'étend progressivement sur la surface cathodique extérieure. Mais simultanément à ce phénomène, la tension est trop faible pour auto-entretenir une valeur si élevée du courant. Le courant s'effondre puis s'annule en 2 µs (entre les points C et D). Entre ces deux points, la micro-décharge se contracte jusqu'à se confiner dans la cavité de la micro-cathode. Des images obtenues par caméra ICCD illustrant ce phénomène, sont présentées dans les travaux de Aubert, Puech et Rousseau {*Aub-07*}. Le circuit électrique équivalent de la micro-décharge fonctionnant en régime auto-impulsionnel est représenté en figure **3.10.a.** 

Cette succession de claquages et d'extinctions est caractérisée par une fréquence très stable, en l'occurrence de 95 kHz dans la figure **3.10.b.** Cette fréquence auto-impulsionnelle dépend du courant de charge mesuré à travers la résistance ballast, c'est-à-dire du courant I<sub>DC</sub>. En effet, la figure **3.10.c.** indique que pour une pression de 750 Torr, la fréquence auto-impulsionnelle est une fonction affine du courant, sur un intervalle de valeurs compris entre 0,2 mA et 2 mA.



### 3.4.3. Comparaison des deux analyses

La transition entre le phénomène de claquage et le début du régime luminescent normal, peut être étudiée de manière dynamique ou de manière statique. L'analyse dynamique nous montre que l'établissement de la micro-décharge commence par une impulsion de courant (figure **3.9.b.**) du même type que celles obtenues en régime auto-impulsionnel. En effet, dans un cas comme dans l'autre, ces impulsions de courant ont les mêmes temps caractéristiques.

- Dans l'analyse dynamique, le courant alimentant l'échantillon est assez élevé pour permettre la mise en place d'un régime continu. Il y a suffisamment de charges pour maintenir la micro-décharge.

- Dans l'analyse statique, le courant d'alimentation n'est pas assez élevé pour alimenter en charge la petite capacité équivalente de l'échantillon. La micro-décharge peut alors s'éteindre juste après l'impulsion.

## 3.5. Régime luminescent normal d'une micro-cathode creuse ouverte

### 3.5.1. Influence du diamètre de la cavité

### Courbe V-I expérimentale

L'influence du diamètre de la cavité sur les propriétés physiques de la micro-décharge, peut être expérimentalement démontrée en utilisant deux échantillons qui ne diffèrent que par les diamètres de leurs cavités : l'un mesurant 80  $\mu$ m et l'autre 180  $\mu$ m. Dans des conditions expérimentales rigoureusement identiques (500 Torr, hélium, même rampe de tension d'alimentation), nous mesurons leur courant et tension de décharge, dont nous obtenons les tracés représentés dans la figure **3.11.** Pour la courbe correspondant au diamètre de 180  $\mu$ m, la ligne reliant le potentiel de claquage (point A) au courant minimum d'auto-entretien (point B) est la droite de charge du montage électrique ; sa pente est égale à la valeur de la résistance ballast (39 k $\Omega$ ). On retrouve également cette même valeur pour la courbe correspondant au diamètre de 80  $\mu$ m. Les points C et D correspondent à la même tension maximale délivrée aux échantillons par la rampe d'alimentation. Encore une fois, la droite passant par



les points C et D est la droite de charge du montage électrique. Au point C nous mesurons  $I_d=21$  mA et  $V_d=410$  V alors qu'au point D nous mesurons  $I_d=23$  mA,  $V_d=360$  V. Il apparaît clairement qu'en réduisant le diamètre de la cavité, la tension de décharge diminue et le courant de décharge augmente.



Figure 3.11 – Courbes V-I de deux échantillons de diamètres respectifs 80 µm et 180 µm, dans 500 Torr d'hélium.

### Mécanisme expliquant la hausse de courant et la baisse de tension pour une réduction du diamètre de la cavité

Le courant (I<sub>d</sub>) est lié au diamètre de la cavité (D<sub>cav</sub>) par la densité de courant (J<sub>d</sub>) qui s'exprime sous la forme :  $J_d = I_d / \left( \frac{\pi D_{cav}^2}{4} \right)$ . A l'aide de cette relation et en reprenant les valeurs maximales du courant aux points C et D de la figure **3.11.**, on trouve une densité de courant de 4,7 A/mm<sup>2</sup> pour la cavité de diamètre 180 µm et de 825 mA/mm<sup>2</sup> pour la cavité de diamètre 80 µm. Ces résultats peuvent être exprimés en termes de rapports :  $\frac{J_d|_{180\mu m}}{J_d|_{80\mu m}} \approx 5,69$  et  $\frac{D|_{180\mu m}}{D|_{80\mu m}} \approx 2,25$ , ce qui signifie en première approximation que diviser le diamètre par 2 revient à multiplier la densité de courant par 6. Par ailleurs, cette élévation de la densité de courant peut s'interpréter comme une élévation de la densité

électronique puisque  $J_{d,e} = n_e q_e v_e$  où  $n_e$  est la densité électronique et  $v_e$  est la vitesse des électrons.

Si on fait varier le diamètre de la cavité en maintenant constante la puissance d'alimentation de la micro-décharge, alors son point de fonctionnement doit de se déplacer sur la droite de charge. Or nous venons de voir que réduire le diamètre entraîne une augmentation du courant de décharge. Par

conséquent, pour que ce point de fonctionnement continue à appartenir à la droite de charge, la tension doit nécessairement diminuer, expliquant ainsi la baisse de tension mesurée en figure **3.11.** pour une réduction du diamètre.

### Variation de l'épaisseur de la gaine cathodique en fonction du diamètre de la cavité

La baisse de tension qui apparaît suite à une réduction du diamètre de la cavité, peut trouver son explication dans la loi de Child-Langmuir collisionnelle {*Lie-05*}. Cette loi fait intervenir l'équation de mobilité qui relie le champ électrique à la vitesse des ions :  $v_i(x) = \mu_i E(x)$ . La mobilité des ions ( $\mu_i$ ) dépend de la mobilité réduite ( $\mu_{i0}$ ) qui elle-même dépend du champ réduit (E/p). Nous avons :

$$\mu_i \propto \frac{1}{p} \left( \frac{E}{p} \right)^{\beta} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \beta = 0 \text{ quand } \mu_{i0} \text{ est constante} \\ \beta = -1/2 \text{ quand } \mu_{i0} \text{ décroît} \end{cases}$$

Compte tenu des valeurs du champ réduit dans la gaine et de l'intervalle de pressions sur lequel nous travaillons, il faut considérer le cas pour lequel  $\beta = -\frac{1}{2}$ . La loi de Child Langmuir collisionnelle exprime la tension de gaine sous la forme  $V_s = \frac{3}{5} \left(\frac{3}{2} \cdot \frac{J_d \sqrt{p}}{k\epsilon_0}\right)^{2/3} \cdot s^{5/3}$ , où  $J_d$  correspond à la densité de courant, k est une constante et p est la pression. A partir de cette loi, nous pouvons en déduire une loi d'échelle :  $V_s \propto J^{2/3} \cdot p^{1/3} \cdot s^{5/3}$ . En tenant compte du fait que  $J_d = n_e q_e \mu_e E$  et que  $\mu_e = \mu_{e0} \frac{p_0}{p}$ , cette loi d'échelle peut aussi s'exprimer sous la forme :  $V_s \propto \frac{n_e^2 \cdot s^3}{p}$ , en faisant intervenir la pression (p), la densité électronique ( $n_e$ ) et l'épaisseur de la gaine (s).

Cette loi s'applique moyennant le respect de plusieurs hypothèses. La première est que le courant alimentant la micro-décharge soit continu, ce qui correspond à notre cas. La deuxième hypothèse est qu'à l'interface plasma-gaine, la condition  $n_e = n_i = n_s$  soit respectée. Cette condition est vérifiée si on se réfère aux profils des densités d'espèces chargées présentés dans la figure **3.12.** ; profils que nous avons simulés dans le plan à mi-épaisseur de la cathode. Enfin, la dernière hypothèse est que la décharge s'applique dans une géométrie où les électrodes planes sont parallèles. Notre géométrie étant à cathode creuse ouverte, cette dernière hypothèse ne semble *a priori* pas vérifiée. Cependant, comme l'indique la figure **3.13.** obtenue par simulation, la composante axiale du champ électrique est négligeable par rapport à sa composante radiale : la tension est inférieure de 30 V sur



toute la longueur de la cavité (250 μm), contre 200 V sur un rayon de seulement 130 μm. Nous pouvons donc considérer le point A comme une anode flottante.



Figure 3.12 – (a) Représentation du plan situé à mi-épaisseur de la couche cathodique, et dans lequel (b) les profils du potentiel et des densités sont tracés pour un courant de 20 mA, dans 100 Torr d'hélium.





Figure 3.13 – Coupe transversale d'une cavité d diamètre 260µm, dans laquelle la micro-décharge est simulée dans l'hélium, pour 100 Torr. Le point A indique l'anode flottante de la cavité.
D'après les simulations de Petrov et al *{Pet-02}*, une réduction<sup>1</sup> du diamètre de la cavité entraîne une augmentation de la densité électronique. Parallèlement à ces simulations, nos expériences indiquent qu'à pression constante, une réduction du diamètre de la cavité entraîne une baisse de la tension de décharge. Or une baisse de la tension de décharge est équivalente à une baisse de la tension de gaine. Par conséquent, en reliant les résultats de Petrov aux nôtres, nous pouvons en déduire que si le diamètre diminue, alors V<sub>s</sub> diminue et n<sub>e</sub> augmente. En vertu de la loi d'échelle de Child-Langmuir, la baisse de V<sub>d</sub> ne peut alors être attribuée qu'à une diminution de l'épaisseur de la gaine cathodique (s). Le mécanisme est représenté dans la figure **3.14**.



Figure 3.14 – Mécanisme expliquant l'influence du diamètre de la cavité sur l'épaisseur de la gaine cathodique à pression constante.

#### 3.5.2. Influence de la distance inter-électrodes

Les courbes de Paschen précédentes ont montré l'importance du rôle joué par la distance interélectrodes sur le phénomène de claquage. Cette même distance exerce aussi une influence sur la tension de décharge en régime luminescent normal. Pour le démontrer, il suffit de considérer deux échantillons : le premier possède un diamètre de 125  $\mu$ m et une distance inter-électrodes de 250  $\mu$ m ; le deuxième possède un diamètre de 175  $\mu$ m (à défaut d'en avoir un identique au premier), et une distance inter-électrodes de 500  $\mu$ m. Leur principale différence est donc leur distance inter-électrodes

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> En simulation, Petrov fixe le critère p.D à une valeur constante de 2 Torr.cm et considère qu'augmenter la pression revient à diminuer le diamètre, conformément à la loi d'échelle correspondante.



qui varie du simple au double. Ces deux échantillons sont testés dans des conditions expérimentales identiques : dans l'hélium pour une pression de 400 Torr et avec une rampe d'alimentation croissante puis décroissante. Les courbes V-I de ces deux échantillons sont représentées dans la figure **3.15.a.** Pour une distance inter-électrodes de 250  $\mu$ m, nous mesurons une tension de 162 V. Cette tension correspond à la différence de potentiel entre les deux électrodes et non à la différence de potentiel de part et d'autre de la micro-décharge. Pour accéder à cette tension le long de l'axe central de la cavité, que nous notons V<sub>AΩ</sub>, nous nous référons à la simulation de la figure **3.13.**, où entre les points A et Ω, la tension simulée est de V<sub>AΩ</sub>≈12 V, ce qui correspond à un champ électrique axial de 480 V/cm.

D'après la figure **3.15.b.** obtenue par simulation, il est raisonnable de faire l'hypothèse selon laquelle le champ électrique axial varie linéairement entre les deux électrodes, pour des courants supérieurs à 2 mA. Par conséquent, pour un échantillon dont la distance inter-électrodes est à présent de 500  $\mu$ m, cela revient à avoir une tension de part et d'autre de la micro-décharge de V<sub>AQ</sub>=480V/cm\*500 $\mu$ m=24 V.

Pour une épaisseur de 250  $\mu$ m, V<sub>A $\Omega$ </sub>=12 V et pour une épaisseur de 500  $\mu$ m, V<sub>A $\Omega$ </sub>=24 V, soit une différence de 12 V quand la distance inter-électrodes double. En s'intéressant au régime luminescent normal des deux courbes V-I de la figure **3.15.a.**, on retrouve cette différence de 12 V entre la tension à t=500  $\mu$ m (soit 172 V) et la tension à t=250  $\mu$ m (soit 162 V).

Par conséquent, en doublant la distance inter-électrodes, le champ électrique axial reste inchangé mais la tension  $V_{A\Omega}$  est doublée.



Figure 3.15 – (a) Courbes V-I pour deux échantillons différant par leurs distance inter-électrodes (250 μm et500 μm), dans 400 torr d'hélium. (b) Profil transversal simulé de la tension le long de l'axe central de la cavité.

GREMI

109

#### 3.5.3. Influence de la pression sur ld et Vd

Nous avons étudié l'influence de la pression sur un intervalle allant de 100 Torr à 1000 Torr, dans l'hélium, pour un échantillon dont la cavité a un diamètre de 180  $\mu$ m et une épaisseur de 325  $\mu$ m. Cet échantillon est alimenté par une rampe croissante puis décroissante, de période totale 20 s et d'amplitude maximale 1250 V. La figure **3.16.** montre l'évolution du régime luminescent de la microdécharge en fonction de la pression. La droite grise en pointillés représente la droite de charge, c'est-àdire l'ensemble des points obtenus quand la tension alimentant la micro-décharge est maximale (soit 1250 V). Sa pente correspond à la résistance ballast du circuit électrique, soit 39 k $\Omega$ . Le long de cette droite, nous mesurons à 100 Torr un courant de 24,5 mA pour une tension de 280 V et à 1000 Torr un courant de 21 mA pour une tension de 410 V. D'une manière plus générale, cette droite indique que pour une même tension d'alimentation, plus la pression augmente et plus la tension de décharge augmente alors que le courant de décharge diminue.



Figure 3.16 – Influence de la pression sur les courbes V-I d'un même échantillon, dans l'hélium. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 180 µm et de hauteur 325 µm.

Pour mieux visualiser ce phénomène, nous représentons dans la figure **3.17.** les valeurs des couples  $(I_d, V_d)_{MAX}$ , tracés en fonction de la pression. Il est alors clair que  $I_{d,MAX}$  diminue alors que  $V_{d,MAX}$  augmente sur un intervalle allant de 100 Torr à 800 Torr. Au-delà, ces deux paramètres ne dépendent quasiment plus de la pression.

110



Figure 3.17 – Valeurs maximales du courant et de la tension de décharge exprimés en fonction de la pression. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 180 µm et de hauteur 325 µm.

#### Mécanisme expliquant la baisse du courant de décharge pour une augmentation de pression

Quand la pression augmente, l'étalement de la micro-décharge sur la surface cathodique extérieure réduit en taille, privant ainsi la micro-décharge d'un apport supplémentaire en électrons secondaires. La conséquence immédiate est donc une baisse de courant qui sur l'intervalle 100 Torr-800 Torr, passe de 24,9 mA à 20,9 mA.

### Mécanisme expliquant l'augmentation de la tension de décharge pour une augmentation de pression

D'après nos résultats de la figure **3.37.** la variation de la densité électronique en fonction de la pression varie en  $n_e \propto p^{2/3}$ . La loi d'échelle de Child-Langmuir que nous avons établie sous sa forme collisionnelle  $V_S \propto \frac{n_e^2 \cdot s^3}{p}$  peut alors s'écrire :  $V_S \propto p^{1/3} \cdot s^3$ . En considérant les points A et B de coordonnées respectives (100 Torr ; 273 V) et (700 Torr ; 336 V), il est possible d'exprimer le rapport des lois d'échelles sous la forme suivante :  $\frac{336}{273} \propto \left(\frac{700}{100}\right)^{1/3} \cdot \left(\frac{s_2}{s_1}\right)^3$ , qui aboutit à la relation  $s_2 = 0.86 \cdot s_1$ , où  $s_1$  est l'épaisseur de la gaine à 100 Torr et  $s_2$  à 700 Torr. En d'autres termes, en multipliant la pression par un facteur 7, l'épaisseur de la gaine diminue de 14%, expliquant pourquoi sur la figure **3.17.** la tension augmente en fonction de la pression.

#### 3.5.4. Influence de la pression sur l'intensité de la lumière émise par la cavité

En phase luminescente, les plasmas émettent habituellement dans les domaines du visible et de l'ultraviolet. Nous pouvons explorer le domaine du visible avec la caméra ICCD. Plus précisément, nous mesurons l'émission visible de la micro-décharge sur la face anodique de l'échantillon, et non sur la face cathodique, pour s'affranchir de l'étalement de plasma. Ainsi, l'émission visible est déterminée sur une aire constante  $A = \frac{\pi . D_{cav}^2}{4}$  et mesurée en fonction du courant pour une série de cinq valeurs de pressions, comme l'indique la figure **3.18**. A pression constante, une augmentation du courant renforce le degré d'ionisation de la micro-décharge et se traduit alors par une augmentation de l'émission visible. Par exemple, à 750 Torr, l'émission visible est de 1.10<sup>7</sup> u.a. à 5 mA et passe à 3,6.10<sup>7</sup> u.a. à 25 mA. A courant constant, une augmentation de la pression entraîne une réduction de l'émission visible de la micro-décharge. Ainsi, pour un courant fixé par exemple à 15 mA, cette émission visible est de 4,5.10<sup>7</sup> u.a. à 250 Torr alors qu'elle chute à 1,9.10<sup>7</sup> u.a. à 1000 Torr.





Ces mesures obtenues par caméra ICCD sont confirmées par d'autres mesures obtenues par spectrométrie d'émission optique sur trois raies d'émission de l'hélium : deux raies triplet centrées sur 3888 Å et 5875 Å ; une raie singulet centrée sur 5015 Å. La figure **3.19.** représente l'intensité de ces raies en fonction de la pression, sur un intervalle allant de 100 Torr à 750 Torr. Les tendances

dégagées par spectrométrie d'émission optique sont en accord avec les observations obtenues par caméra ICCD et l'interprétation est donc la même : l'émission visible diminue quand la pression augmente. Par ailleurs, nous remarquons que l'intensité de la raie à 5015 Å diminue beaucoup plus en fonction de la pression que les deux autres raies. La raison pouvant expliquer cette différence vient du fait que cette raie, qui est singulet, présente un schéma d'excitation différent des deux autres raies triplets. A titre d'information, l'annexe **A** présente les sections efficaces d'excitation électronique de ces raies singulet et triplet.



Figure 3.19 – (a) Enregistrements des raies d'émission à 3888,65 Å, 5015,68 Å et 5875,62 Å 5875 Å pour l<sub>d</sub>=10 mA et différentes pressions dans l'hélium. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 135 µm et de hauteur 250 µm.

Ceci étant, il faut rappeler qu'une des spécificités fondamentales des micro-décharges est qu'à pression élevée, les réactions à trois corps deviennent importantes, principalement à travers le processus d'émission excimère. Nous ne sommes pas en mesure de quantifier cette émission excimère car elle a lieu dans le domaine du V.U.V., mais d'autres équipes s'y sont employées. C'est le cas de Biborosch et al qui utilisent la même géométrie que la nôtre *{Bib-05}*, mais un autre gaz rare : le xénon. Leurs résultats, que nous rappelons dans la figure **3.20.** indiquent qu'une augmentation de la pression se traduit par une émission excimère plus intense sur un domaine de longueurs d'onde compris entre 1550 Å et 1800 Å. Il y a une complémentarité entre ces résultats et les nôtres : plus la pression augmente, plus l'émission visible diminue au profit d'une émission plus intense dans le domaine V.U.V. Nous constatons donc simplement un effet de compensation entre les domaines V.U.V. et visible, sans pour autant affirmer que l'émission totale de la micro-décharge est constante.



A pression élevée, nos micro-décharges sont donc le siège d'une émission excimère intense. Comme la formation d'excimères d'hélium nécessite une énergie minimale d'environ 20 eV (à partir de l'état fondamental), cela signifie qu'il existe un nombre non négligeable d'électrons d'énergie supérieure à 20 eV. Par conséquent, les électrons de la micro-décharge sont régis par une fonction de distribution énergétique non maxwellienne.



Figure 3.20 – Intensité lumineuse émise par une micro-décharge de diamètre 200 μm, fonctionnant dans le xénon à 4 mA, sur le domaine spectral 1500-1900 Å, observée côté anode. Source : L.-D. Biborosch et al *{Bib-05}*.

## 3.5.5. <u>Influence de la pression sur l'étalement de la micro-décharge (sur la face</u> cathodique)

Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, plus la pression diminue et plus la microdécharge s'étend sur la surface cathodique extérieure. A l'aide de la caméra ICCD, il est possible de visualiser ce phénomène, en observant l'échantillon soit sur la tranche, soit directement sur la face cathodique.

#### Observation sur la tranche de l'échantillon

Nous observons transversalement l'étalement plasma d'une micro-cathode creuse dans l'hélium, pour une pression suffisamment faible (200 Torr) et des courants suffisamment élevés afin de bien visualiser l'expansion de la micro-décharge. La figure **3.21.** présente trois photos obtenues par caméra ICCD, chacune correspondant à une valeur de courant spécifique (14 mA, 18 mA et 24 mA).

GREMI /

Sur la première photo, nous avons indiqué la face cathodique et la face anodique de l'échantillon ainsi que les zones identifiables de la micro-décharge : la **colonne positive** principalement confinée dans la cavité, la **gaine cathodique** qui correspond à la zone sombre située au dessus de la surface cathodique, et la **lueur négative** située au dessus de la gaine cathodique et dont les zones les plus lumineuses sont celles qui sont les plus proches de la cavité. Comme le montrent ces trois photos, plus le courant de décharge augmente et plus l'émission visible de la lueur négative s'intensifie. L'émission visible de la lueur négative s'intensifie. L'émission visible de la lueur négative s'intensifie.

le courant de décharge augmente et plus l'émission visible de la lueur négative s'intensifie, l'épaisseur de la gaine restant fixée à environ 90 µm. Cette étude transversale est délicate à mettre en œuvre dans la mesure où il faut focaliser la caméra ICCD par rapport au centre de la cavité. La difficulté vient du fait qu'en observant transversalement l'échantillon, aucun élément matériel de l'échantillon ne peut servir de repère pour situer (par observation transversale) le centre de la cavité, ni même la cavité... Par ailleurs, les incertitudes de mesures étant difficilement quantifiables, nous ne pouvons accorder qu'une valeur qualitative à ces observations. En revanche, l'observation directe sur la face cathodique est plus simple à mettre en œuvre et permet d'exploiter des informations guantifiables et intéressantes.



Figure 3.21 – Images obtenues par caméra ICCD d'une micro-cathode creuse ouverte fonctionnant dans l'hélium et observée sur sa tranche pour (a) 14 mA, (b) 18 mA et (c) 24 mA. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 243 µm et de hauteur 250 µm.



#### Observation sur la face cathodique de l'échantillon

A l'aide de la caméra ICCD, nous pouvons observer l'étalement de la microdécharge afin d'exprimer son aire, en fonction du courant et pour différentes valeurs de pression. Ces mesures, effectuées dans l'hélium et dans l'argon, sont respectivement présentées dans les graphiques **3.22.a**. et **3.22.b**.



Figure 3.22 – Evolution de l'aire de l'étalement de la micro-décharge sur la surface cathodique extérieure en fonction du courant et pour différentes pressions, dans le cas de l'hélium (a) et de l'argon (b). Etude réalisée à partir d'un échantillon dont la cavité cylindrique présente un diamètre de 240 µm.

Dans le cas de l'hélium, nous considérons trois pressions (et non quatre comme dans le cas de l'argon car à 325 Torr, l'aire de l'étalement est si grande qu'elle dépasse le champ d'observation de la caméra). Ce graphique montre nettement qu'une augmentation linéaire du courant entraîne une augmentation proportionnelle de l'étalement de la micro-décharge et donc de la gaine cathodique. Par exemple, pour la courbe à 1000 Torr, à 2 mA il recouvre une surface de 0,4 mm<sup>2</sup>, alors qu'à 20 mA il passe à 3 mm<sup>2</sup>. Par ailleurs, la pression exerce aussi une influence sur l'aire de l'étalement. Ainsi, en passant de 1000 Torr à 500 Torr, la surface recouverte par le plasma est globalement triplée, indépendamment des valeurs du courant. Les mesures effectuées dans l'argon (cf. le graphique **3.22.b.**) viennent confirmer ces tendances et apportent une nouvelle information : pour un même courant de décharge et une même pression, l'étalement de plasma dans l'argon occupe une aire environ deux fois plus petite que dans l'hélium.



Si l'observation sur la tranche rend difficile l'obtention d'une image nette et la quantification des incertitudes, il est en tout autrement pour l'observation sur la face cathodique : la focalisation est effectuée avec précision et les incertitudes sur l'aire de l'étalement sont quantifiées à partir d'un critère que nous appelons **seuil**.

L'aire de l'étalement est déterminée en sélectionnant tous les pixels dont l'intensité lumineuse est supérieure au seuil, puis en effectuant la somme de ces intensités. Le seuil a pour rôle de s'affranchir des pixels bruités, c'est-à-dire des pixels dont l'intensité lumineuse n'est pas représentative de l'étalement. Trois cas peuvent être envisagés :

- Si le seuil est évalué correctement, le bruit n'est pas comptabilisé dans le calcul de l'aire. Celle-ci est alors correctement évaluée.

- Si le seuil est sous-évalué, des pixels bruités sont comptabilisés dans le calcul, et l'aire de l'étalement devient alors supérieure à ce qu'elle est réellement.

- Si le seuil est surévalué, les pixels bruités ne sont pas comptabilisés mais certains pixels représentatifs de l'étalement ne sont pas pris en compte, au motif que leur intensité lumineuse est inférieure à ce seuil. L'aire est alors sous-évaluée.

Pour déterminer avec précision la valeur du seuil, il suffit d'en définir une cinquantaine, dont les valeurs sont comprises entre les valeurs minimale et maximale de l'intensité lumineuse. En se référant à l'image de la figure **3.23.**, qui représente un étalement de plasma pour I<sub>d</sub>=8 mA, dans l'hélium à 325 Torr, cela revient à définir une cinquantaine de seuils sur un intervalle compris entre 20 u.a. et 2000 u.a. Puis, pour chaque seuil, nous sommons tout pixel ayant une intensité lumineuse supérieure à la valeur de ce seuil. Par exemple, la courbe de la figure **3.23.** indique que l'image contient 50000 pixels dont les intensités lumineuses sont chacune supérieure à un seuil de 200 u.a.

Cette courbe fait apparaître un plateau entre 200 et 600 u.a. Tout seuil inférieur à 200 u.a. aura pour effet de surévaluer l'aire de l'étalement et tout seuil supérieur à 600 u.a. aura pour effet de sousévaluer cette même aire. Toutes les images qui encadrent le graphique représentent le même étalement d'une micro-décharge et la surface verte qui le recouvre représente l'ensemble des pixels comptabilisés pour déterminer son aire en fonction du seuil choisi. Les seuils fixés à 200 u.a. et 600 u.a. représentent donc les incertitudes maximale et minimale sur la détermination de la surface de l'étalement ; elles sont représentées sur les deux graphes de la figure **3.22.** par les tirets gris horizontaux.

GREMI /



Figure 3.23 – Evaluation de l'aire de l'étalement d'une micro-décharge fonctionnant dans l'argon à 8 mA pour une pression de 325 Torr. L'échantillon, possédant une cavité de diamètre 240 µm, est observé par la caméra ICCD sur sa face cathodique. La zone verte indique les pixels comptabilisés pour déterminer l'aire de l'étalement à partir du critère "seuil".

#### 3.5.6. Influence de la pression sur la densité de courant

En plaçant un système de coordonnées polaires  $(r,\theta)$  sur la surface cathodique extérieure, l'origine de ce repère étant située au centre de la cavité, la figure **3.23**. montre que l'émission visible de l'étalement ne diminue pas à mesure que r ou  $\theta$  augmentent. L'étalement possède effectivement des zones plus ou moins lumineuses mais réparties de manière aléatoire et qui globalement se compensent. L'émission visible de l'étalement est donc suffisamment uniforme pour considérer justifier l'hypothèse selon laquelle la densité de courant l'est aussi :  $J_d(r, \theta) \approx J_d$ . A partir des valeurs de courant ( $I_d$ ) et des aires d'étalement ( $A_{étal}$ ) et conformément à la relation  $J_d = \frac{I_d}{A_{dual}}$ , il est possible

d'exprimer les variations de la densité de courant en fonction du courant, sur une gamme de pressions, telles que nous les avons représentées pour l'hélium dans la figure **3.24.a.** et pour l'argon dans la figure **3.24.b.** 



Figure 3.24 – Variations de la densité de courant sur la surface cathodique extérieure de la micro-décharge en fonction du courant d'alimentation pour différentes pressions, (a) dans l'hélium et (b) dans l'argon. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 240 µm.

Dans l'hélium, la courbe à 500 Torr est très légèrement croissante, avec une densité de courant allant de 1,7 mA/mm<sup>2</sup> à 2,1 mA/mm<sup>2</sup> pour des courants compris entre 2 mA et 22 mA. Les deux autres courbes présentent des pentes légèrement plus élevées mais avec des incertitudes plus grandes : la courbe à 750 Torr possède des densités de courant variant entre 3,8 mA/mm<sup>2</sup> et 4,7 mA/mm<sup>2</sup> et la courbe à 1000 Torr des densités comprises entre 5,5 mA/mm<sup>2</sup> et 6,9 mA/mm<sup>2</sup>. Par conséquent, pour une pression fixée, une forte hausse du courant s'accompagne d'une légère hausse de la densité de courant et de ce fait d'une légère hausse de la densité électronique. L'élévation de ces deux grandeurs physiques, apparaît aussi quand la pression augmente à courant fixé, ce qui est conforme aux simulations de Petrov {*Pet-02*}.

D'après la figure **3.24.b.**, les densités de courant sont deux fois plus élevées dans l'argon que dans l'hélium puisque, comme nous l'avons expliqué précédemment, pour un même courant de décharge l'étalement dans l'argon couvre une surface deux fois plus petite que dans l'hélium. Dans l'argon, pour chaque pression, la densité de courant est constante quelque soient les valeurs du courant (sauf pour 1000 Torr et un courant élevé). En revanche à courant fixé, les variations de la densité de courant en fonction de la pression sont tout aussi importantes dans l'argon que dans l'hélium. Pour mieux visualiser ces variations, il est commode de représenter l'évolution de la densité de courant en fonction de la pression pour un courant moyen fixé à environ 12 mA, comme l'illustre le graphique **3.25**.



Cette figure montre qu'indépendamment de la nature du gaz, la densité de courant augmente quand la pression augmente, avec des densités environ deux fois plus grandes dans l'argon que dans l'hélium.



Figure 3.25 – Variations de la densité de courant en fonction de la pression dans l'argon et l'hélium, pour un courant de 12 mA. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 240 µm.

#### 3.5.7. Influence du courant sur la température du gaz

#### Méthode de détermination expérimentale

La température du gaz "hélium" est déterminée en mesurant la température rotationnelle (T<sub>rot</sub>) de l'azote présent à l'état de traces dans l'enceinte. D'après {*Lau-03*}, T<sub>rot</sub> est proche de la température du gaz car la relaxation rotationnelle est rapide pour des pressions élevées (de l'ordre de la pression atmosphérique). Plus précisément, nous déterminons la température rotationnelle de l'azote en analysant la structure spatiale de deux bandes rovibrationnelles du second système positif et qui se manifestent lors de la transition C  ${}^{3}\Pi_{u} \rightarrow B {}^{3}\Pi_{g}$ . Ces deux bandes, représentées dans la figure **3.26**., sont les suivantes :

- La bande dont la tête se situe à 3755,4 Å, entre les niveaux vibrationnels v=1 et v'=3.

- La bande dont la tête se situe à 3804,9 Å, entre les niveaux vibrationnels v=0 et v'=2.



Figure 3.26 – Observation des raies 1.3 et 0.2 des traces d'azote présentes dans 100 Torr d'hélium, pour un courant de 15 mA. La fente d'entrée du spectromètre est de 50 µm et l'échantillon est observé sur sa face anodique.

Sur cette figure, l'axe x correspond au phénomène de dispersion de la lumière émise par la microdécharge en termes de longueurs d'ondes, l'axe y à la résolution spatiale de la microdécharge et l'axe z à l'intensité lumineuse émise. La ligne en tirets blancs référencée (A) représente le plan de coupe (xOz) dans lequel sont contenues les deux bandes moléculaires au centre de la cavité. Puis, une translation de ce plan vers les y croissants (ou décroissants) revient à considérer les profils des bandes moléculaires d'azote pour différentes positions radiales dans la cavité. Par exemple, la ligne en tirets référencée (B) indique la température du gaz pour une position située à mi-rayon de la cavité. La figure **3.27.** représente



Figure 3.27 – Observation de la cavité sur la face anodique de l'échantillon, dans l'hélium à 100 Torr pour un courant de 15 mA et une longueur d'onde centrée sur 5875 Å.

creuse est observée du côté anode : le plan (A) correspond au centre de la cavité et le plan (B) à un cercle centré autour de (A). Quel que soit le plan de coupe, il est possible de tracer le profil des deux bandes, c'est-à-dire leur intensité lumineuse émise en fonction des longueurs d'ondes, telles que cela a été représenté en figure **3.28.a.** Puis, à l'aide d'un programme développé au L.S.P. par N. Sadeghi, nous déterminons la température du gaz en ajustant les deux profils des bandes expérimentales (1.3 et 0.2) à deux profils de bandes simulées qui dépendent de plusieurs paramètres (niveaux vibrationnels, niveau rotationnel maximum, domaine spectral, populations des niveaux rotationnels, largeur à mi-hauteur). A titre d'exemple, la figure **3.28.b.** représente un ajustement entre le profil expérimental et le





Figure 3.28 – (a) Profils des bandes rovibrationnelles 1,3 et 0,2 de l'azote et (b) Réalisation d'un fit sur le profil expérimental de la bande 1,3 pour remonter à la température du gaz.

#### Température du gaz au centre de la cavité

Grâce à la méthode que nous venons de décrire, il est possible de remonter à la température du gaz au centre de la cavité et d'étudier son évolution en fonction du courant, sur un intervalle de pressions compris entre 100 Torr et 1000 Torr. Le graphique de la figure **3.29.a.** résume ces résultats, chaque point de mesure étant encadré par une incertitude de ±20 K. Globalement, sur l'intervalle de courant que nous avons étudié, chaque courbe isobare présente la même allure : une croissance linéaire, avec par exemple à pression atmosphérique, des températures comprises entre 430 K à 2 mA et 800 K à 22 mA. Par ailleurs, cette croissance linéaire est caractérisée par une pente d'autant plus prononcée que la pression augmente. Ainsi, cette pente est de 19 K/mA à 100 Torr, contre 29 K/mA à 1000 Torr. En d'autres termes, sur un même intervalle de courants, la croissance linéaire de la température sera d'autant plus forte que la pression sera élevée, puisque simultanément la micro-décharge est davantage confinée dans la cavité.

2009





Figure 3.29 – Variations de la température du gaz au centre de la cavité exprimée en fonction du courant alimentant la micro-décharge pour différentes pressions. La cavité possède un diamètre de 190 µm et une hauteur de 250 µm.

#### Comparaison expérience-simulation

Comme l'indique le graphique de la figure **3.30.**, dans des conditions expérimentales identiques (hélium, 100 Torr), il y a une divergence entre les températures obtenues expérimentalement et celles simulées pour les courants de décharge croissants. Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette divergence. Tout d'abord la conductivité thermique des électrodes en nickel a été fixée à 1 W/cm/K en simulation, alors qu'elle est en réalité de 0,9 W/cm/K. De plus, comme nous l'avons expliqué au chapitre 2, l'équation de la chaleur prise en compte par le code est de la forme  $\frac{\partial (\rho c_v T_g)}{\partial t} - \vec{\nabla} \kappa \vec{\nabla} T_g = H$ . Par conséquent, la conductivité thermique du gaz ( $\kappa$ ) est considérée comme constante alors qu'en réalité elle varie sensiblement en fonction de la température comme l'indique le tableau **3.2.** :

Gaz	Température	
	300 K	800 K
Hélium	0,150 W/m/K	0,307 W/m/K
Argon	0,018 W/m/K	0,036 W/m/K

Tableau 3.2. Valeurs des conductivités thermiques de l'hélium et de l'argon à 300 K et 800 K.

La conductivité thermique restant constante et faible, plus le courant augmente et plus le chauffage du gaz est sous-évalué et la température simulée aussi. Il faudrait donc inclure la conductivité thermique dans le gradient relatif à la température du gaz sous la forme  $\vec{\nabla}[T_g.\kappa(T_g)]$  au lieu de  $\kappa\vec{\nabla}T_g$ . Enfin, ces différences de température peuvent aussi être expliquées par le fait qu'en simulation, la température de

la cathode a été fixée à 300 K pour chaque valeur de courant, alors qu'expérimentalement, le chauffage de l'échantillon est d'autant plus intense que le courant est élevé.



Figure 3.30 – Comparaison entre les températures de gaz obtenues expérimentalement et par simulation, dans l'hélium, à 100 Torr. Le diamètre de la cavité est de 190 µm expérimentalement et de 260 µm en simulation.

#### 3.5.8. Influence du courant sur la densité électronique

#### Introduction

La densité électronique d'une micro-décharge est quantifiable à partir de l'élargissement des raies spectrales causé par effet Stark. Très souvent, la raie spectrale analysée est la raie H<sub> $\beta$ </sub> car cette raie ne subit quasiment aucune auto-absorption et son élargissement Stark est très fort *{Luq-03}*. Dans notre cas, il n'est pas nécessaire de rajouter une faible quantité d'hydrogène au gaz étudié car notre système de pompage limite la qualité du vide à environ 10<sup>-2</sup> Torr : il reste donc toujours des atomes d'hydrogène provenant de la dissociation de la vapeur d'eau contenue dans l'air. Pour avoir un ordre d'idée, la proportion d'hydrogène par rapport à l'hélium contenue dans l'enceinte est inférieure à 100 ppm pour une pression de 100 Torr. De plus, nous utilisons un spectromètre d'émission optique à très grande focale (spectromètre de marque SOPRA, dont les caractéristiques ont été données au chapitre 2). La fente d'entrée est réglée sur une largeur de 25 µm et l'observation de la micro-cathode creuse ouverte s'effectue du côté anode.

#### Structure de la raie H<sub>β</sub> et élargissements

Idéalement, un atome absorbe ou émet de la lumière sur une seule longueur d'onde ; la manifestation expérimentale de cette transition est une raie infiniment fine. En réalité, cette transition s'effectue sur une bande de longueurs d'ondes, attribuant à la raie deux caractéristiques :

- Un **profil de Voigt (V)**, qui correspond au produit de convolution d'une fonction gaussienne (G) et d'une fonction lorentzienne (L) de même sommet.

- Une **largeur**, définie par rapport à la mi-hauteur du sommet de la raie, notée w<sub>total</sub>. Cette largeur est influencée par cinq facteurs : l'élargissement naturel ( $w_N$ ), l'élargissement Doppler ( $w_D$ ), l'élargissement par effet Van der Waals ( $w_W$ ), l'élargissement par effet Stark ( $w_S$ ) et l'élargissement dû à la fonction d'appareil ( $w_A$ ) {*Don-05*}. La relation unifiant ces élargissements est donnée par :

$$V(w_{total}) = G(w_G) \otimes L(w_L) \quad \text{avec} \quad \begin{cases} w_G = \sqrt{w_A^2 + w_D^2} \\ w_L = w_W + w_S + w_N \end{cases}$$

A présent nous allons définir et quantifier au cas par cas chacun de ces élargissements, exprimés en angströms, afin de pouvoir isoler ceux qui sont négligeables.

#### Elargissement naturel

Cet élargissement est une conséquence du principe d'incertitude de Heisenberg appliqué aux états énergétiques initial et final de la transition. A partir de la relation  $w_N = \frac{\lambda_{u\ell}^2}{4\pi c} \left(\sum_{n < u} A_{un} + \sum_{n < \ell} A_{\ell n}\right)$  faisant intervenir le premier coefficient d'Einstein (A) entre les niveaux supérieur (u) et inférieur ( $\ell$ ) de la raie H<sub>B</sub>, nous obtenons une largeur naturelle de l'ordre de 1,5.10<sup>-5</sup>Å.

#### Elargissement dû à la fonction d'appareil

Cet élargissement ne dépend que de l'épaisseur des fentes du monochromateur et de la dispersion du système de diffraction, qui est proche d'une fonction gaussienne *{Luq-03}*. Nous l'évaluons à partir d'une raie du mercure (5460 Å) qui, de par sa nature, n'est principalement soumise qu'à son élargissement naturel et à celui de la fonction d'appareil. Nous trouvons alors une valeur

#### Elargissement de Van der Waals

Cet élargissement est directement lié à la pression du gaz : plus elle est élevée, plus il y a d'atomes et de molécules susceptibles d'entrer en collisions et donc d'échanger leur énergie. Cela provoque un étalement des niveaux énergétiques et se traduit par un élargissement de Van der Waals, bien que restant négligeable par rapport à l'élargissement Stark. Sa détermination est complexe mais pour avoir un ordre de grandeur, nous pouvons nous référer à la publication de Christophe Laux et al *{Lau-03}* dans laquelle il compare les ordres de grandeurs des différents élargissements d'une raie H<sub>β</sub> en fonction de la densité électronique dans le cas de l'air à pression atmosphérique. Comme le montre la figure **3.33.**, cet élargissement est totalement négligeable par rapport aux autres, pour des densités électroniques s'étalant de 10<sup>13</sup> à 10<sup>16</sup> cm<sup>-3</sup>.



Figure 3.31 – Elargissements du profil de raie H<sub>β</sub> en fonction de la densité électronique, dans l'air à 750 Torr, à l'équilibre thermodynamique local. Source : C.O. Laux et al {Lau-03}.



Cet élargissement se manifeste dans la fonction gaussienne du profil de raie H<sub>β</sub> et est obtenu par la relation  $w_D = 7,16.10^{-7}$ . $\lambda_0 \cdot \sqrt{\frac{T_g [K]}{M_{mol} [g.mol^{-1}]}}$  où  $T_g$  correspond à la température du gaz,  $\lambda_0$  est la

longueur d'onde centrale de la raie étudiée et M<sub>mol</sub> est la masse molaire des ions perturbateurs, en l'occurrence He<sup>+</sup>. A température fixée, cet élargissement est d'autant plus important que les espèces sont légères, ce qui est notre cas puisque les atomes d'hydrogène ont une masse molaire très faible (1 g.mol<sup>-1</sup>). A l'aide de cette relation et des températures du gaz que nous avons déterminé dans la section précédente, il est possible de quantifier cet élargissement Doppler. Nous l'avons tracé dans la figure **3.32.** en fonction du courant de décharge et pour trois pressions : 100 Torr, 400 Torr et 750 Torr. A pression fixée, il est clair que cet élargissement est d'autant plus grand que le courant de décharge augmente puisque la température du gaz augmente conjointement. A courant fixé, cet élargissement est d'autant plus grand que la pression augmente car, comme nous l'avons mentionné dans la section précédente, la température du gaz augmente avec la pression.



Figure 3.32 – Elargissement Doppler du profil de la raie H<sub>β</sub> en fonction du courant de décharge dans l'hélium pour 100, 400, 750 Torr.

GREMI /

#### > Principe physique

Cet élargissement est causé par des interactions coulombiennes entre les atomes émetteurs (les atomes d'hydrogène) et les espèces chargées du plasma. Derrière ce phénomène d'élargissement par effet Stark se cachent deux composantes : une majoritaire, attribuée à l'impact des électrons et donnant au profil lorentzien une nature symétrique ; une minoritaire, attribuée à l'impact des ions et donnant au profil lorentzien une nature asymétrique {*Don-05*}. Le profil de la fonction lorentzienne

correspond à la somme de ces deux composantes et s'écrit :  $j(\lambda) = \frac{1}{\pi} \cdot \int_{0}^{\infty} \frac{W_R(\beta) d\beta}{1 + \left[\frac{\lambda - \lambda_0 - d}{w} - \alpha\beta^2\right]^2}$ , où

 $W_R(\beta)$  représente la fonction de distribution des micro-champs électriques s'exerçant entre les électrons et les ions, où  $\lambda_0$  est la longueur d'onde centrale du profil (soit 4861 Å) et d est le décalage causé par la composante majoritaire de l'effet Stark, c'est-à-dire celle relative à l'impact électronique *{Don-05}*. L'élargissement Stark dépend peu de la température du gaz et est la principale cause de l'élargissement du profil de la raie H<sub>β</sub>.

#### > Quantification de l'élargissement Stark par l'analyse des ailes de la raie $H_{\beta}$

Compte tenu des ordres de grandeurs des élargissements précédents (rappelés dans le tableau **3.3**.), la relation définissant la valeur de l'élargissement total du profil de la raie devient :

$$W_{total} = W_G \otimes W_I = W_D + W_S$$
.

Nature de l'élargissement	Quantification
Naturel	1,5.10 <sup>–₅</sup> Å
Fonction d'appareil	3,88.10-² Å
Doppler	6.10 <sup>_2</sup> -1.10 <sup>_1</sup> Å
Van Der Waals	Négligeable

Tableau 3.3 – Elargissements de H<sub>B</sub>.

L'élargissement Doppler est associé à la fonction gaussienne du profil de la raie et influence donc principalement sa partie centrale alors que l'élargissement Stark est associé à la fonction lorentzienne du profil de  $H_{\beta}$  et influence donc principalement ses ailes. Par conséquent, pour remonter à l'élargissement Stark (et donc à la densité électronique) il n'est pas nécessaire de réaliser un ajustement sur tout le profil de la raie. Il est possible de négliger sa partie centrale pour ne réaliser qu'un fit lorentzien sur les ailes de son profil {*Zik-02*}. Cette méthode s'avère nécessaire quand, par effet Stark, un minimum local d'émission apparaît dans la partie centrale de la raie, similaire à celui que nous obtenons dans la figure **3.33.** Les explications concernant l'existence de ce creux n'entrent pas dans le cadre de cette thèse ; néanmoins des éléments de réponse plus détaillés sont fournis dans les

publications suivantes : {*Rou-04*}, {*Wie-63*}, {*Aco-01*}. Nous pouvons tout de même préciser que ce creux est plus prononcé dans l'hélium que dans l'argon car l'hélium étant plus calori-porteur, sa température de gaz est globalement plus faible, et donc l'effet Doppler y moins intense.

Pour bien comprendre la manière selon laquelle nos fits sont réalisés, nous présentons à titre d'exemple dans la figure **3.34.**, le profil d'une raie  $H_{\beta}$  (courbe en vert) pour un courant de 25 mA à 100 Torr dans l'hélium. Le fit lorentzien (courbe en rouge) n'est réalisé qu'à partir des ailes (courbe en noir) du profil. L'incertitude liée à l'utilisation de cette méthode est d'environ 3 pixels sur le profil de la raie soit 0,0291 Å.



Figure 3.33 – Raie  $H_{\beta}$  dans l'hélium, 100 Torr pour un courant de 25 mA. La zone centrale noire correspond à un "creux" du profil de la raie.



Figure 3.34 – Profil de la raie  $H_{\beta}$  (courbe noire) à 25 mA dans 100 Torr d'hélium. Le fit (courbe verte) est réalisé à partir des ailes (courbe rouge) du profil de raie.

Le profil et la largeur de cette raie varient en fonction des valeurs du courant et de la pression. Pour quantifier l'influence du courant, nous étudions le cas d'une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à une pression constante de 100 Torr. Le profil de la raie  $H_{\beta}$  correspondant à ces conditions expérimentales est représenté dans la figure **3.35.** pour des valeurs de courant allant de 2 mA à 25 mA. Une augmentation de courant a deux conséquences :

- Un élargissement de w<sub>total</sub> par effet Stark. En effet, plus le courant augmente et plus la température du gaz augmente, et conformément à la relation  $p = nk_BT_g = 100$  Torr, la densité des neutres diminue au bénéfice de la densité des espèces chargées. Cela se manifeste par une augmentation de l'élargissement Stark au détriment de l'élargissement de Van der Waals.

- Une augmentation de l'amplitude du "creux" car l'élargissement Doppler n'exerce une réelle influence qu'aux faibles valeurs de courant. La figure **3.35.** montre bien qu'à 2 mA, le creux n'est plus visible.



Figure 3.35 – Profil de la raie H<sub>B</sub> dans l'hélium à 100 Torr pour des courants de décharge variant entre 2 et 25 mA.

L'élargissement Stark varie en fonction du courant, mais aussi en fonction de la pression comme l'illustre la figure **3.36.** pour trois valeurs de pressions : 100 Torr, 400 Torr et 750 Torr. A n'importe quelle valeur du courant, nous constatons que plus la pression augmente et plus cet élargissement augmente. Pour un courant de 10 mA, nous obtenons des élargissements Stark de 0,38 Å, 0,72 Å et 0,83 Å aux pressions respectives de 100 Torr, 400 Torr et 750 Torr. Physiquement, cela signifie que les ions de la micro-décharge créent des micro-champs électriques plus intenses.



Figure 3.36 – Elargissement Stark de la raie Hβ pour des courants variant entre 2 et 24 mA pour 100, 400 et 750 Torr.

GREMî 🖊

#### Détermination de la densité électronique

La relation permettant de remonter à la densité électronique est rappelée dans les travaux de Zikic et al {Zik-02} sous la forme :  $n_e = 10^{16} \cdot \left(\frac{w_s}{4,7333}\right)^{1,49}$ , où l'élargissement Stark de la raie  $H_\beta$  (ws) est exprimé en angströms et la densité électronique ( $n_e$ ) en cm<sup>-3</sup>. Les variations de la densité électronique en fonction du courant et de la pression sont régies par les mêmes mécanismes énoncés à propos de l'élargissement Stark, et représentées dans la figure **3.37**. Nous définissons les incertitudes sur la densité électronique à partir de la relation  $\Delta n_e = 1,49.n_e \times \left(\frac{\Delta w_s}{w_s}\right)$  en prenant  $\Delta w_s = 3$  pixels = 0,0582 Å.



Figure 3.37 – Variations de la densité électronique en fonction du courant pour 100, 400 et 750 Torr d'hélium. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 190 µm et de hauteur 250 µm.

GREMî 🖊

#### Comparaison expérience-simulation

Expérimentalement, la densité électronique est mesurée le long de l'axe central de la cavité et en simulation nous calculons sa moyenne le long d'une colonne intégrée sur toute l'épaisseur de l'échantillon et sur un diamètre de 40 µm que nous avons représentée dans la figure **3.38**. En expérience comme en simulation, l'échantillon est placé dans 100 Torr d'hélium. Cependant, l'échantillon réel et l'échantillon simulé n'ont pas les mêmes diamètres, le premier mesurant 180 µm et le second 260 µm. Même si les conditions ne sont pas tout à fait identiques, la confrontation des résultats obtenus par l'expérience et la simulation apporte de nouvelles informations, telles qu'elles sont illustrées sur la figure **3.39**., qui exprime les variations de la densité électronique en fonction du courant. Les



Figure 3.38 – Schématisation de la colonne intégrée sur toute l'épaisseur de l'échantillon pour moyenner  $n_{e}$ .

deux courbes sont des droites qui présentent la même pente (10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup>.mA<sup>-1</sup>), validant ainsi l'hypothèse selon laguelle le processus physique dominant est bien l'ionisation directe par impact électronique. Cependant, entre 2 mA et 25 mA un décalage vertical sépare ces deux courbes : la densité expérimentale est trois fois plus élevée que la densité simulée. Cette différence vient essentiellement du fait que les cavités ont des diamètres différents. En effet, nous avons expliqué dans la section 3.5.1., et nous rappelons dans le tableau 3.4. que réduire le diamètre d'un facteur 2,25 revient à multiplier par 5,6 la densité de courant. A partir de cette constatation expérimentale, il est raisonnable d'émettre l'hypothèse selon laquelle la densité électronique est aussi multipliée par ce facteur 5,6. A présent, en reconsidérant la comparaison expérience-simulation de cette section, nous calculons un rapport de diamètres égal à 1,44 et un rapport des densités électroniques égal à 3, comme nous l'avons indiqué dans le tableau 3.4. La conclusion est identique à celle que nous avions dégagée dans la section 3.5.1. : plus le diamètre diminue, plus la densité électronique diminue aussi, expliquant cette différence entre l'expérience et la simulation. Par ailleurs, en simulation la cavité est considérée comme étant un cylindre parfait, alors qu'expérimentalement ce n'est pas le cas puisque les parois internes de la cavité ne sont pas parfaitement droites (le diamètre du contour cathodique interne est de 180 µm alors que le diamètre du contour anodique interne est de 130 µm).

GREY !!

La courbe simulée du graphique interne à la figure **3.39.** indique qu'il est possible de quantifier la densité électronique pour des très faibles valeurs de courant. Dans ce cas, l'image **3.40.a.** montre que pour un courant de 90  $\mu$ A, la micro-décharge est uniquement située dans la zone diélectrique interne de l'échantillon et plus précisément sur l'axe central de la cavité, avec une valeur maximale de  $5.10^{11}$  cm<sup>-3</sup>. A titre de comparaison, la figure **3.40.b.** montre que pour un courant élevé (20 mA), non seulement la densité électronique présente des valeurs importantes dans toute la cavité, mais aussi audelà de la zone cathodique interne ; ces valeurs s'élevant jusqu'à 1,8.10<sup>14</sup> cm<sup>-3</sup>.

Résultats de la section 3.5.1.	Résultats de la section 3.5.8.
$\frac{D\big _{_{180\mu m}}}{D\big _{_{80\mu m}}}\approx 2,25$	$\frac{D\big _{260\mu m}}{D\big\ _{180\mu m}}\approx1{,}44$
$\frac{\left.J_{d}\right _{180\mu m}}{\left.J_{d}\right _{80\mu m}}\approx5{,}69$	$\frac{\left. n_{e} \right _{260 \mu m}}{\left. n_{e} \right _{180 \mu m}} \approx 3$

Tableau 3.4 – Comparaison des rapports de diamètres et de densités de courant/électronique, à travers deux expériences réalisées dans l'hélium.







Figure 3.40 – Simulations de la densité électronique (en cm<sup>-3</sup>) d'une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr, pour (a) l<sub>d</sub>=0,09 mA et (b) l<sub>d</sub>=20 mA. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 260 μm.

### 3.5. L'effet de cathode creuse

#### 3.5.1. Comportement des électrons dans une cathode creuse

La cinétique des électrons régit la plupart des propriétés de la micro-décharge, qu'elle soit creuse ou non {*Ars-98*}. En régime normal luminescent, nous pouvons distinguer deux groupes d'électrons :

 Les rapides, animés d'une énergie cinétique supérieure au premier potentiel d'excitation des particules de gaz. Ils ionisent et excitent les espèces neutres.

- Les lents, parmi lesquels il faut distinguer deux sous-groupes :

- Les électrons froids, de densité élevée mais à température électronique faible (<1 eV). Ils assurent la quasi-neutralité du plasma et ne transportent pas de courant. Ils se dirigent axialement vers l'anode mais n'ont pas assez d'énergie cinétique pour vaincre le potentiel de l'anode et s'échapper. Les électrons sont alors piégés dans la cavité dans l'espace interne diélectrique, où ils forment une zone de charge d'espace.

- Les électrons intermédiaires, dont la densité est très inférieure à celle des lents :

 $n_e^{int} \approx (10^{-4} - 10^{-2}) n_e^{froids}$ . Leur énergie moyenne est élevée, aux alentours de  $\frac{\epsilon_e^*}{2}$ , où  $\epsilon_e^*$  est le premier potentiel d'excitation des espèces neutres. La température de ces électrons intermédiaires est donc très supérieure à la température électronique des électrons lents ( $\epsilon_{cin}^{int} \approx \frac{\epsilon_e^*}{2} >> T_e$ ). Ils se dirigent axialement vers l'anode et ont suffisamment d'énergie cinétique pou vaincre le potentiel de l'anode et s'échapper *{Ars-98}*.



#### 3.5.2. Théorie de l'effet pendulaire

La cavité d'une micro-cathode creuse se partage en trois espaces que nous avons déjà présenté : les espaces internes cathodique, diélectrique et anodique, que nous reprécisons en figure **3.43.a.** Dans l'espace interne cathodique, nous savons que le plasma se structure en deux régions concentriques, représentées sur la figure **3.43.b.** : la lueur négative (sans champ électrique radial) entourée de la chute cathodique (animée d'un champ électrique radial centripète).



Figure 3.43 – (a) Espaces internes d'une cavité observée transversalement et (b) principe de l'effet de cathode creuse.



Figure 3.44 – Illustration du libre parcours moyen d'un électron pendulaire entre gaines cathodiques opposées.

Le bombardement ionique de la surface cathodique extérieure créé des électrons secondaires, que nous avons symboliquement représentés par un électron situé à la position (1) sur la figure 3.43.b. Cet électron est accéléré par le champ électrique (2) de la chute cathodique. A la sortie de la chute, toute son énergie potentielle a été convertie en énergie cinétique (soit e.V<sub>d</sub>), comme le représente la figure 3.44.a. L'électron peut alors traverser la colonne positive pour entrer en collision avec les espèces qui y sont présentes (3). Son énergie étant encore suffisamment élevée, il pénètre en profondeur dans la chute cathodique opposée jusqu'à ce que son énergie cinétique s'annule (4). Alors, le champ électrique centripète accélère l'électron dans l'autre sens qui, une fois sorti de la chute cathodique, se retrouve à nouveau dans la lueur normale pour remplir son rôle d'agent ionisant (5). Il peut ainsi effectuer plusieurs trajets dans la cavité (6,7), bien que son énergie totale diminue à chaque aller-retour, comme l'illustre la figure 3.44.a,b,c. Par ailleurs, chaque fois qu'il entre dans une chute cathodique, l'électron rapide peut créer d'autres électrons rapides, créant ainsi une ionisation supplémentaire. Grâce à l'effet de cathode creuse, davantage d'ions viennent bombarder la cathode et donc augmenter la production d'électrons secondaires. L'effet de cathode creuse peut donc se résumer à un confinement électrostatique des électrons rapides, forcés à osciller entre chutes cathodiques opposées {Kol-95}.

La figure **3.45.**, issue des travaux de Arslanbekov et al {*Ars-98*}, exprime les variations de densité de courant en fonction de la pression dans le cas d'une macro-cathode creuse (de diamètre 1 cm). Pour des pressions suffisamment faibles, cet effet se manifeste macroscopiquement par des densités de courant *anormalement* élevées, formant un plateau entre 1 et 3 Torr.cm.



Figure 3.45 – Densité de courant en fonction de la pression d'hélium dans une cathode creuse. Les données expérimentales sont représentées sans effet (carrés) ou avec effet (cercles) de cathode creuse. La ligne continue correspond au cas simulé de l'effet de cathode creuse.

GREMî 🖊

#### 3.5.3. Cas expérimental

En comparant nos résultats expérimentaux de la figure **3.25.** à ceux de cette figure, nous ne détectons pas de plateau aux basses pressions, donc pas d'effet de cathode creuse dans notre géométrie. L'absence de cet effet n'est pas très surprenant car, en se plaçant à une faible pression, par exemple 100 Torr, l'augmentation du courant alimentant la micro-décharge entraîne obligatoirement son étalement sur la surface cathodique extérieure, permettant à la densité de courant de garder une valeur constante, comme nous l'avons expliqué précédemment dans la figure **3.24.** et conformément à la

relation  $J_d = \frac{I_d}{A_{dtal}}$ . Or, pour forcer la micro-décharge à entrer dans un mode de fonctionnement faisant

intervenir l'effet de cathode creuse, il faut que la densité de courant atteigne une valeur critique. D'après la relation précédente, cette valeur peut être obtenue en fixant l'étalement de la micro-décharge sur une petite aire (A<sub>étal</sub>). Nous pouvons envisager le confinement de la micro-décharge de deux manières :

- Soit en augmentant l'épaisseur de la cathode. Cependant, d'après Kushner et al {Kus-05}, même avec des épaisseurs de cathode de 200 µm, il est impossible d'observer un effet de cathode creuse dans l'argon à 250 Torr. Il faudrait alors étudier cet effet à des pressions inférieures ou augmenter davantage l'épaisseur de la cathode.

- Soit en limitant spatialement la surface cathodique extérieure.

Cette dernière hypothèse permet de se placer dans les conditions favorables à l'obtention de l'effet de cathode creuse et nous allons aborder cet aspect de limitation spatiale dans le chapitre suivant.

### 3.6. Conclusion partielle

Dans ce chapitre, nous avons démontré expérimentalement que le phénomène de claquage ne subissait pas l'influence du diamètre de la cavité : seule compte la distance inter-électrodes. Les potentiels de claquage obtenus présentent des valeurs supérieures à celles des macro-décharges générées entre des électrodes parallèles. Nous pensons que ces différences de potentiels de claquage sont attribuables aux dimensions et à la géométrie de nos micro-cathodes creuses. En effet, leur rapport surface-volume est bien plus élevé que ceux des macro-décharges et par conséquent les processus en surface (représentés par  $\gamma_{se}$ ) sont bien plus grands.

Nous avons également étudié l'allumage d'un micro-plasma en l'alimentant par une rampe de courant linéairement croissante : juste après le phénomène de claquage, nous enregistrons un pic de

courant qui possède les mêmes caractéristiques que les pics du régime auto-impulsionnel. Ce régime correspond bien à une suite de tentatives d'amorçage avortées pour atteindre le régime luminescent normal.

Ce dernier régime est caractérisé par un étalement de la micro-décharge sur la surface cathodique extérieure ; l'aire de cet étalement augmentant proportionnellement avec le courant. La densité de courant augmente très légèrement en fonction de ce même courant et augmente clairement en fonction de la pression. Nous montrons également qu'à courant fixé, cette augmentation de pression tend à confiner la micro-décharge dans sa cavité. De ce fait, le rapport surface-volume diminue et la micro-décharge perd moins de chaleur vers le milieu extérieur, ce qui se traduit directement par une augmentation de la température du gaz.



## Chapitre 4

# Etude du régime luminescent anormal d'une micro-cathode creuse ouverte à une cavité

Dans la première section de ce chapitre, nous montrons qu'une micro-cathode creuse ouverte peut fonctionner en régime luminescent anormal à condition de limiter spatialement sa surface cathodique extérieure. Pour cela, nous déposons au-dessus de la cathode une couche diélectrique, caractérisée par deux paramètres : son aire d'ouverture et son épaisseur. Les deux sections suivantes seront consacrées à l'influence exercée par cette couche diélectrique sur les propriétés physiques de la micro-décharge (potentiel, températures, densités des espèces chargées). Ensuite, nous étudierons dans une quatrième section en quelles proportions la pression du gaz modifie les propriétés électriques de la micro-décharge, mais aussi la température du gaz et son émission lumineuse dans le domaine visible. Enfin, dans une cinquième et dernière section, nous fournirons des éléments d'explication sur l'existence d'un phénomène d'hystérésis qui apparaît dès lors que la cathode est spatialement limitée.



## 4.1. Passage du régime luminescent normal au régime luminescent anormal

Comme nous l'avons expliqué en début de chapitre 3, les macro-décharges à basse pression alimentées en courant continu présentent une phase luminescente, composée de deux régimes : le régime normal et le régime anormal. Pour des considérations purement géométriques, les microcathodes creuses ouvertes que nous avons étudiées jusqu'à maintenant ne peuvent pas fonctionner en régime luminescent anormal. En effet, une fois le processus de claquage terminé, la tension reste constante pour n'importe quelle valeur du courant. Cette tension constante résulte d'un équilibre qui s'opère entre le courant et l'étalement de la micro-décharge sur la surface cathodique extérieure. En augmentant le courant, l'aire de l'étalement augmente proportionnellement, et ce afin de maintenir constante la densité de courant. Pour rompre cet équilibre, d'après la relation  $J_d = \frac{I_d}{A_{dtal}}$ , nous proposons donc de forcer la micro-décharge à ne s'étaler que sur une aire limitée de la surface cathodique extérieure. Ainsi, le rapport entre la surface cathodique extérieure et l'aire  $\frac{\pi D_{cav}^2}{4}$  de la cavité passera d'une valeur supérieure à 1000 (sans limitation spatiale) à environ 90 (pour une surface cathodique extérieure limitée à 4 mm<sup>2</sup>). A titre indicatif, le tableau **4.1.** reprend ces ordres de grandeurs en considérant une surface cathodique extérieure de 64 mm<sup>2</sup> dans le premier cas et de 4 mm<sup>2</sup> dans le second cas.

	Rapport entre l'aire de la surface cathodique extérieure et l'aire supérieure de la cavité
Sans limitation spatiale	$\frac{A_{SCE}}{A_{cav}} \approx \frac{8 \times 8 \text{mm}^2}{\pi \times 0.14 \text{mm}^2} \approx 1400$
Avec limitation spatiale	$\frac{A_{SCE}}{A_{cav}} \approx \frac{2 \times 2mm^2}{\pi \times 0.12mm^2} \approx 90$

Tableau 4.1. Evaluation de l'aire limitée et non limitée de la surface cathodique extérieure d'un échantillon.



La limitation spatiale de la surface cathodique extérieure peut être obtenue en la recouvrant d'une couche diélectrique, à l'exception de la zone située autour de la cavité. Cette couche supplémentaire, que nous appelons **couche limitante**, modifie la structure même de la micro-cathode creuse et donc ses propriétés. Dorénavant nous ferons bien la distinction entre la **surface cathodique extérieure totale**, telle qu'elle apparaît sur la figure **4.1.a.**, et la **surface cathodique extérieure réduite** dont l'aire correspond à l'**ouverture** dans la couche limitante, telle qu'elle est représentée sur la figure **4.1.b.** 



Figure 4.1 – (a) Micro-cathode creuse ouverte sans limitation spatiale de sa surface cathodique extérieure et (b) Micro-cathode creuse ouverte, recouverte d'une couche limitante.

Concrètement, la couche limitante doit pouvoir résister à des températures élevées sans se détériorer et être facilement usinable pour y créer une ouverture. Le matériau que nous choisissons est le Kapton qui se présente sous la forme d'un film adhésif, d'épaisseur 60 µm. L'ouverture peut être à section soit circulaire, soit carrée. Dans le premier cas, l'ouverture est obtenue à l'aide d'une microperceuse, le plus petit foret ayant un diamètre de 500 µm. Dans le deuxième cas, l'ouverture est réalisée par découpe au scalpel. Ainsi, il est possible de réaliser des ouvertures avec des aires aussi petites que 0,7×0,7 mm<sup>2</sup>. Une fois l'ouverture usinée dans la couche limitante, il suffit de la faire adhérer sur la surface cathodique extérieure, en faisant coïncider autant que se faire se peut le centre de son ouverture avec le centre de la cavité de l'échantillon.



## 4.2. Influence de l'aire d'ouverture de la couche limitante sur les paramètres physiques de la micro-décharge

#### 4.2.1. Influence sur la courbe V-I

#### Courbe V-I expérimentale

Pour bien comprendre le rôle joué par l'aire de l'ouverture sur les caractéristiques électriques de la micro-décharge, nous proposons de tracer les courbes V-I d'un même échantillon, utilisé pour cinq ouvertures d'aires différentes. La première correspond au cas où aucune couche limitante n'est déposée sur la surface cathodique extérieure (soit une aire de 64 mm<sup>2</sup>) ; les quatre autres aires sont obtenues à l'aide d'une couche limitante d'aires 4,91 mm<sup>2</sup>, 1,77 mm<sup>2</sup>, 0,56 mm<sup>2</sup> et 0,28 mm<sup>2</sup> (chaque couche ayant une épaisseur de 60 µm). L'échantillon possède une cavité de diamètre 243 µm, d'épaisseur 250 µm. Il est alimenté par une rampe de courant linéairement croissante puis décroissante et fonctionne dans l'hélium pour une pression de 750 Torr. Les cinq courbes V-I sont représentées dans la figure **4.2**.



Figure 4.2 – Courbes V-I d'une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 750 Torr. Chaque courbe V-I correspond à une aire d'ouverture précise (0,28 mm<sup>2</sup>, 0,56 mm<sup>2</sup>, 1,77 mm<sup>2</sup>, 4,91 mm<sup>2</sup> et 64 mm<sup>2</sup>). La cavité cylindrique de l'échantillon présente un diamètre de 243 µm et une hauteur de 250 µm.

GREMI

Quand la surface cathodique extérieure n'est pas recouverte d'une couche limitante (cas  $S_L=64$  mm<sup>2</sup>), nous retrouvons la courbe V-I typique d'une micro-cathode creuse ouverte, dont la phase luminescente n'est caractérisée que par un régime normal. Il en est de même pour une ouverture d'aire 4,91 mm<sup>2</sup> : la couche limitante n'a pas d'influence sur les propriétés électriques de la courbe V-I car l'étalement de la micro-décharge n'atteint pas les parois du diélectrique. En revanche, pour une aire de 1,77 mm<sup>2</sup>, la phase luminescente peut se décomposer en deux régimes : le régime normal suivi du régime anormal. Pour les valeurs croissantes de la rampe d'alimentation en courant, ce dernier régime apparaît sur l'intervalle compris entre 14 mA et 19,2 mA. Cette dernière valeur n'est pas une limitation imposée par la géométrie de la micro-cathode, mais une limitation correspondant à la valeur maximale du courant fourni par la rampe d'alimentation. Puis, une fois ce maximum atteint, l'alimentation fournit une rampe de courant linéairement décroissante. De ce fait, le courant de la micro-décharge diminue et sa tension aussi. Le régime luminescent anormal de cette courbe V-I associe à chaque valeur de courant, deux valeurs de tensions : une de valeur faible, attribuée à la rampe montante et une de valeur élevée, attribuée à la rampe descendante. Il s'agît d'un phénomène d'hystérésis que nous analysons en détail dans la section **4.5.** de ce chapitre.

La courbe correspondant à une ouverture de 0,56 mm<sup>2</sup>, voit son régime luminescent anormal apparaître entre 9 mA et 17 mA alors qu'il apparaît entre 4 mA et 15 mA pour une ouverture de de 0,28 mm<sup>2</sup>. Par conséquent et d'une manière plus générale, nous pouvons conclure qu'en réduisant l'aire de l'ouverture, le domaine d'existence du régime luminescent normal diminue au bénéfice de celui du régime luminescent anormal.

#### Comparaison des courbes V-l expérimentale et simulée

En expérience comme en simulation, nous nous plaçons dans l'hélium à une pression de 100 Torr pour étudier un échantillon possédant une couche limitante d'épaisseur 60  $\mu$ m et dont le diamètre d'ouverture est de 1 mm. Les courbes V-I expérimentale et simulées sont représentées dans la figure **4.3.**, uniquement dans le cas où la micro-décharge est alimentée par une rampe de courant linéairement croissante. De ce fait, nous ne sommes pas amenés à analyser le phénomène d'hystérésis que nous avons évoqué précédemment, non pas pour l'éluder mais parce qu'il nécessite d'être considéré dans son ensemble (cf. section **4.5.**). La courbe expérimentale est caractérisée par l'absence de régime luminescent normal car, conformément aux résultats de la figure **4.2.**, l'aire de l'ouverture est suffisamment petite pour que la micro-décharge ne fonctionne qu'en régime anormal juste après le phénomène de claquage. Chaque courbe simulée est caractérisée par son propre coefficient d'émission électronique secondaire ( $\gamma_{se}$ =0,20,  $\gamma_{se}$ =0,25 et  $\gamma_{se}$ =0,30). La courbe simulée dont l'ajustement est le plus


proche de la courbe expérimentale est celle possédant un coefficient  $\gamma_{se}=0,20$ . Toutefois, cette valeur n'est qu'approximative dans la mesure où, comme nous l'avons mentionné au chapitre 2, toutes nos simulations reposent sur l'hypothèse que le coefficient F est égal à 25%. Nous rappelons que ce coefficient correspond à un rapport de deux puissances : la puissance utile des ions pour chauffer le gaz, par la puissance totale absorbée par ces ions. Indépendamment de l'incertitude qui peut reposer sur la valeur de ce coefficient, l'accord entre l'expérience et la simulation est très satisfaisante et le régime luminescent anormal que nous n'obtenions pas sans limitation de la surface cathodique extérieure (cf. courbes V-I simulées du chapitre 3) est désormais accessible.



Figure 4.3 – Courbes V-I expérimentale et simulées pour une surface cathodique limitée (D∟=1 mm, t∟=60 µm), dans l'hélium à 100 Torr. Les courbes simulées se différentient par le 2<sup>nd</sup> coefficient de Townsend (0,20, 0,25 et 0,30). Le diamètre de la cavité cylindrique est de 243 µm expérimentalement et de 260 µm en simulation.

#### Informations supplémentaires apportées par la simulation

Grâce au logiciel GDSim développé par L. Pitchford et J.-P. Bœuf *{Boe-95}*, nous avons pu simuler des expériences que nous n'avons pas pu mettre en œuvre, notamment lorsqu'il s'agît de limiter la surface cathodique extérieure par une couche limitante dont l'ouverture a un diamètre de seulement 500 µm. De plus ces simulations fournissent des informations précieuses pour mieux comprendre le fonctionnement du régime luminescent anormal. Cette étude est menée en considérant quatre cas :

- Surface cathodique extérieure sans couche limitante.
- Surface cathodique extérieure avec couche limitante : D<sub>L</sub>=1 mm et t<sub>L</sub>=60 μm.
- Surface cathodique extérieure avec couche limitante :  $D_L$ =0,5 mm et  $t_L$ =60  $\mu$ m.
- Surface cathodique extérieure avec couche limitante : DL=1 mm et tL= 1 mm.

GREMI

Les courbes V-I simulées correspondant à ces quatre cas sont représentées dans la figure 4.4.a. où le courant varie sur une échelle linéaire et 4.4.b. où le courant est représenté sur une échelle logarithmique. Quand la surface cathodique extérieure n'est pas limitée (courbe à triangles inversés), la tension de décharge est à peu près constante sur l'intervalle 0,01-20 mA, ce qui est caractéristique du régime luminescent normal que nous observons expérimentalement. En recouvrant la surface cathodique extérieure par une couche limitante dont l'ouverture a un diamètre  $D_L=1$  mm (courbe aux carrés noirs), la tension passe à 270 V et en réduisant davantage le diamètre de l'ouverture à  $D_L=500$ µm (courbe aux cercles pleins), elle passe à 500 V. Par conséquent, à courant fixé, plus l'aire d'ouverture est petite et plus la tension augmente. En d'autres termes, plus le diamètre d'ouverture sera petit et plus la pente de la courbe sera forte. Cela signifie que le diamètre de l'ouverture contrôle la pente de la courbe V-I et donc les propriétés physiques du régime luminescent anormal. La figure 4.4.a. indique aussi que pour un même diamètre d'ouverture, faire varier l'épaisseur de la couche limitante (60 µm ou 1 mm) a très peu d'influence sur la pente et donc sur les propriétés électriques de la micro-



Figure 4.4 – Courbes V-I simulées pour différents diamètres d'ouverture de la couche limitante, dans l'hélium à 100 Torr. (a) échelle linéaire et (b) échelle logarithmique. Dans tous les cas, le diamètre de la cavité est de 260 µm.

#### Eléments de théorie

Nous avons vérifié expérimentalement et par simulation qu'en limitant spatialement la surface cathodique extérieure, la micro-décharge accède au régime luminescent anormal. A présent, nous proposons de fournir une explication de ce mécanisme. Dans le chapitre 3 nous expliquons qu'en ne limitant pas la surface cathodique extérieure, la densité de courant se définit par la relation  $J_d = \frac{I_d}{A_{\acute{e}tal}}$ .

Cette relation repose sur l'hypothèse que la densité de courant est uniforme, ce que nous avons pu vérifier expérimentalement. Dans ce chapitre, l'étalement étant limité par l'ouverture de la couche limitante, la relation précédente s'écrit sous la forme :  $J_d = \frac{I_d}{A_{\acute{e}tal}}$  avec  $A_{\acute{e}tal} = \frac{\pi . D_L^2}{4} - \frac{\pi . D_{cav}^2}{4}$  pour ne tenir compte que de la surface cathodique exposée au bombardement ionique. Sur la surface cathodique extérieure, la densité de courant (J<sub>d</sub>) résulte d'une composante ionique (J<sub>i</sub>) et d'une composante issue de l'émission électronique secondaire (J<sub>se</sub>), transformant la relation précédente sous

la forme  $I_d = A_{\acute{e}tal} (J_i + J_{se})$  ou encore :

$$I_{d} = A_{\acute{e}tal}.e.n_{i}v_{i}.(1+\gamma_{se}) \quad [1]$$

où e est la charge élémentaire de l'électron, n<sub>i</sub> la densité ionique, v<sub>i</sub> la vitesse des ions et  $\gamma_{se}$  le deuxième coefficient de Townsend. D'après la figure **3.12.b.**, nous rappelons que sur toute l'épaisseur de la gaine, la densité ionique apparaît quasiment constante et que la densité électronique est négligeable. D'après le chapitre 6 du livre de Lieberman & Lichtenberg, cette gaine peut alors être qualifiée de "matricielle" et son épaisseur s'exprime sous la forme que Kushner utilise également dans ses simulations {*Kus-04*}:

$$s = \sqrt{\frac{2.\epsilon_0.V_s}{e.n_i}} \ [2]$$

où  $\varepsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide, V<sub>s</sub> la tension de la gaine, e la charge de l'électron et n<sub>i</sub> la densité des ions ; toutes ces grandeurs étant exprimées dans le Système International. Par ailleurs, compte tenu de la pression à laquelle nous travaillons (100 Torr), nous pouvons considérer le cas d'une gaine collisionnelle dont l'épaisseur s'exprime par la relation suivante (d'après le chapitre 14 du livre de Liebermann et Lichtenberg, p549) :

$$s = \frac{2\mu_i}{v_i} V_s$$
 [3]

où  $\mu_i$  est la mobilité des ions,  $V_s$  la tension de la gaine et  $v_i$  la vitesse des ions. La relation [2] peut s'écrire sous la forme  $e.n_i = \frac{2 \cdot \epsilon_0 \cdot V_s}{s^2}$  et à partir de la relation [3], la vitesse des ions s'exprime de la manière suivante :  $v_i = \frac{2\mu_i}{s} \cdot V_s$ . En injectant ces deux nouvelles équations dans la relation [1], celle-ci s'écrit :  $I_d = A_{\acute{e}tal} \cdot \left(\frac{2\epsilon_0 V_s}{s^2}\right) \cdot \left(\mu_i \frac{2V_s}{s}\right) \cdot (1 + \gamma_{se})$ ; relation à partir de laquelle nous pouvons exprimer la tension et l'épaisseur de la gaine cathodique :



146

$$V_{s} = \sqrt{\frac{I_{d}.s^{3}}{(4.\varepsilon_{0}.\mu_{i}.A_{\acute{e}tal}).(1+\gamma_{se})}}$$
[4]  
$$s = \left[\frac{V_{S}^{2}}{I_{d}}.(4.\varepsilon_{0}.\mu_{i}.A_{\acute{e}tal}).(1+\gamma_{se})\right]^{1/3}$$
[5]

Pour vérifier la validité de cette théorie, nous proposons de déterminer par exemple l'épaisseur de la gaine (s) à partir de l'équation [5]. Pour cela, il nous faut connaître les grandeurs physiques auxquelles cette relation fait appel ; nous choisissons donc celles obtenues par la simulation. Nous considérons le cas de l'hélium à une pression de 100 Torr, avec un échantillon recouvert d'une couche limitante dont le diamètre d'ouverture est de 1 mm. Comme le représente la figure **4.5.a.**, nous nous intéressons au profil de la tension le long d'une coupe transversale de l'échantillon, plus précisément sur un cylindre de rayon 280 µm, perpendiculaire à la surface cathodique extérieure. Pour plusieurs valeurs de courant, la figure **4.5.b.** représente le profil en tension de la micro-décharge suivant cette coupe. Pour chaque valeur de courant, la figure fait donc apparaître à la fois la tension de la micro-décharge et la tension de la gaine. Par exemple, comme nous l'avons représenté dans la figure, à un courant de 4,90 mA correspondent une tension de gaine de 170 V et une tension de fonctionnement de 210 V.



Figure 4.5 – (a) Représentation de la coupe transversale cylindrique, de rayon 280 μm. (b) Profil transversal simulé de la tension d'une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr. La surface cathodique extérieure est caractérisée par D<sub>L</sub>=1 mm et t<sub>L</sub>=60 μm ; la cavité cylindrique possède un diamètre de 260 μm.

GREYi /

A partir de cette figure, nous pouvons donc associer à chaque valeur de courant la tension de la gaine (V<sub>s</sub>) et son épaisseur (s). Par ailleurs, la simulation est effectuée pour  $\gamma_{se}$ =0,3. Il reste à déterminer la mobilité ionique qui dépend du champ réduit régnant dans la gaine (E<sub>s</sub>). En se référant à la figure **2.29.** nous obtenons une valeur précise de la mobilité des ions pour chaque valeur de champ réduit et donc de courant. Toutes ces grandeurs sont résumées dans le tableau **4.2.** Utilisées dans la relation [5], elles permettent d'exprimer l'épaisseur de la gaine cathodique en fonction du courant. Dans la figure **4.6.** nous les avons représentées ainsi que les valeurs obtenues par la simulation. Dans les deux cas, l'épaisseur de la gaine présente la même allure décroissante pour un courant allant de 2 mA à 12 mA. Les valeurs obtenues par la relation [5] sont légèrement surestimées, peut-être parce que cette relation ne tient pas compte de la géométrie de l'échantillon ; mais globalement l'accord entre les deux approches est satisfaisant.

l <sub>d</sub> (A)	V <sub>d</sub> (V)	Vs (V)	s (µm)	A <sub>étal</sub> (m²)	Es (V/m)	μ <sub>i</sub> (m²/V/s)	γse	s (µm)
2,11.10 <sup>-3</sup>	178	130	90		2076923	0,003		86,26
4,9.10 <sup>-3</sup>	208	170	70		2615384	0,0028		76,12
7,28.10 <sup>_3</sup>	238	196	60	7,32.10 <sup>-7</sup>	3015384	0,00255	0,3	71,10
10,96.10 <sup>-3</sup>	271	238	56		3661538	0,0024		69,20
12,16.10 <sup>-3</sup>	283	250	55		3846153	0,0023		68,10

Tableau 4.2 – Tableau récapitulatif des grandeurs physiques simulées. Seules les valeurs de l<sub>d</sub>, V<sub>s</sub>, μ<sub>i</sub>, A<sub>étal</sub> et γ<sub>se</sub> sont utilisées dans la relation [5] pour calculer l'épaisseur de la gaine cathodique.



Figure 4.6 – Comparaison entre l'épaisseur de la gaine cathodique obtenue par simulation et celle calculée par la relation [5], à 100 Torr, dans l'hélium, pour une cavité cylindrique de diamètre 260 µm.

148

L'aire de l'ouverture ayant une influence sur les courbes V-I, donc sur les propriétés électriques du régime luminescent anormal, nous proposons de quantifier cette influence sur la gaine cathodique de la micro-décharge à travers les images (a), (b) et (c) de la figure **4.7.** Ces images sont obtenues pour un courant de 5 mA et correspondent respectivement au cas où il n'y a pas de couche limitante puis aux cas où la surface cathodique extérieure est recouverte d'une couche limitante de diamètre D<sub>L</sub> =1 mm (et  $t_L=60 \ \mu m$ ) et au cas où D<sub>L</sub>=500  $\mu m$  (et  $t_L=60 \ \mu m$ ). Ces trois images montrent qu'en réduisant davantage le diamètre d'ouverture, les tensions de gaine deviennent plus élevées sur la surface cathodique extérieure et les potentiels suivant l'axe principal de la cavité augmentent tout en conservant une composante axiale du champ électrique à peu près identique.





Figure 4.7 – Tensions de décharge à 5 mA pour une même épaisseur de couche limitante de 60  $\mu$ m. 3 cas sont considérés : (a) pas de limitation spatiale, (b) D<sub>L</sub>=1mm et (c) D<sub>L</sub>=500  $\mu$ m. Dans les trois cas, le diamètre de la cavité cylindrique est le même et vaut 260  $\mu$ m, l'épaisseur de l'échantillon étant de 250  $\mu$ m.

Afin de mieux visualiser ces tendances, nous considérons pour chaque image de la figure **4.7**. le profil des potentiels dans le plan situé à mi-épaisseur de la cathode, représenté en figure **4.8.a**. Nous obtenons ainsi trois profils de potentiels que nous traçons sur la figure **4.8.b**. Ces profils transversaux nous permettent de quantifier les valeurs des tensions de gaines, à savoir 160 V, 185 V et 330 V pour les cas respectifs suivants : sans limitation, avec une limitation de diamètre D<sub>L</sub>=1 mm puis une limitation

de diamètre  $D_L=500 \ \mu$ m. Par ailleurs, il est important de préciser que l'épaisseur des gaines cathodiques dépend de la limitation spatiale. Même si ce graphique ne permet pas de les quantifier avec précision, il apparaît qu'en réduisant davantage l'ouverture de la couche limitante, l'épaisseur de la gaine augmente. Pour bien visualiser (et quantifier) cette tendance, on se référera au graphique **4.15**. représentant les profils radiaux des densités électronique et ionique.



Figure 4.8 – (a) Plan de coupe transversal le long duquel est tracé le profil en tension de la micro-décharge dans le cas où DL=500 μm. (b) Représentation des profils en tension des cas non limité et limités à DL=1 mm puis DL=500 μm.

La figure **4.9.** représente l'évolution du potentiel de la micro-décharge le long de l'axe central de la cavité pour les trois cas de limitation que nous traitons. Plus le diamètre d'ouverture diminue et plus les valeurs de potentiel le long de cet axe augmentent tout en conservant à peu près la même pente. De ce fait, la composante axiale du champ électrique change peu, puisque sur une même épaisseur de cavité (260  $\mu$ m), nous mesurons une différence de potentiel de 10,5 V, 13,8 V et 15,1 V pour les cas respectifs suivants : sans limitation, limitation avec D<sub>L</sub>=1 mm et limitation avec D<sub>L</sub>=500  $\mu$ m.



Figure 4.9 – Profil transversal du potentiel suivant l'axe central de la cavité pour trois cas : sans limitation, avec limitation ( $D_L$ =1 mm et  $D_L$ = 500 µm). Hélium, 100 Torr, 5 mA,  $D_{CAV}$ =260 µm.



En conclusion, réduire l'aire d'ouverture revient à augmenter la tension de la gaine cathodique ainsi que son épaisseur. La différence de potentiel sur la distance inter-électrodes le long de l'axe principal de la cavité, n'est quasiment pas affectée par cette limitation spatiale (elle ne diminue que très légèrement).

#### 4.2.3. Influence sur la température du gaz

#### Détermination par spectrométrie d'émission optique

Nous proposons d'analyser les variations de la température du gaz en fonction du courant alimentant la micro-décharge puis d'étudier la répartition spatiale de la température du gaz dans la cavité pour un courant donné. La méthode utilisée consiste à analyser les bandes 1.3 et 0.2 du second système positif de l'azote, comme nous l'avons déjà mentionné au chapitre 3. L'observation s'effectue sur la face anode de la micro-cathode creuse ouverte, de diamètre 190 µm et de hauteur 250 µm.

Les quatre graphiques de la figure **4.10.** représentent la température du gaz en fonction du courant d'alimentation ; chaque graphique étant associé à une pression : 100 Torr, 400 Torr, 750 Torr et 1000 Torr. Pour chaque pression, nous comparons deux cas : le premier sans limitation spatiale et le second avec limitation spatiale (ouverture possédant une aire de  $2 \times 2 \text{ mm}^2$ ). Plusieurs remarques sont à formuler :

- A pression fixée, une augmentation linéaire du courant se traduit par une augmentation presque linéaire de la température du gaz (indépendamment de la limitation cathodique).

- A courant fixé, plus la pression augmente et plus la température du gaz augmente. Par exemple, si nous considérons un courant de 6 mA dans le cas où la surface cathodique extérieure est limitée, la température du gaz passe de 470 K pour une pression de 100 Torr à 630 K pour une pression de 1000 Torr.

- L'écart en température des cas avec ou sans limitation est relativement faible. Globalement, les courbes correspondant aux cathodes limitées enregistrent une température moyenne supérieure de 20 K par rapport aux courbes des cathodes non limitées. Cet écart est en moyenne maintenu pour n'importe quelle valeur de pression et de courant. Par ailleurs, comme les incertitudes sur les mesures de température sont de 20 K, cet écart pourrait être considéré comme non significatif puisque sa valeur est la même que celle des incertitudes. Toutefois, aussi faible que soit cette différence de température,



elle a un sens physique car les mesures en température tout comme l'analyse des spectres, ont été réalisées de manière volontairement aléatoire. Pour mesurer une différence en température plus grande, d'autres expériences pourront être menées en réduisant davantage l'aire de l'ouverture, à l'image de l'expérience présentée dans l'annexe **B** (expérience au cours de laquelle la micro-décharge est générée dans de l'hélium contenant 3 % d'azote).



Figure 4.10 – Variations de la température du gaz mesurée au centre de la cavité, exprimées en fonction du courant alimentant la micro-décharge pour (a) 100, (b) 400, (c) 750 et (d) 1000 Torr dans l'hélium. L'échantillon testé possède une cavité cylindrique de diamètre 190 µm.

Comme nous l'avons déjà mentionné, cette augmentation d'environ 20 K en température s'applique aux quatre pressions que nous avons étudiées. Aussi est-il maintenant opportun de se demander si l'élévation en température concerne la micro-décharge dans son ensemble ou si certaines de ses zones s'échauffent plus que d'autres. Il est possible de répondre à cette question en étudiant par spectrométrie d'émission optique la résolution spatiale des profils des bandes 1.3 et 0.2 de l'azote le long d'un diamètre de la cavité. Nous présentons le profil radial de la température du gaz dans la figure

152

GREMI

**4.11.** pour une pression de 750 Torr et un courant de 8 mA en considérant trois cas : sans couche limitante (soit une aire de 8×8 mm<sup>2</sup>), avec une couche limitante d'ouverture 2×2 mm<sup>2</sup> et une couche limitante d'ouverture 1×1 mm<sup>2</sup>. Quelle que soit la limitation spatiale, la température maximale est toujours de 650 K et est localisée au centre de la cavité. Puis, elle diminue radialement jusqu'à atteindre la paroi de la cavité. Ce profil radial peut être décomposé en deux zones : une zone située entre 0 µm et 50 µm caractérisée par un gradient thermique élevé, et une zone située entre 50 µm et 95 µm caractérisée par un gradient thermique faible. Par ailleurs, plus le diamètre d'ouverture est petit et plus la température mesurée dans la zone comprise entre 50 µm et 95 µm est élevée. Ainsi, pour un rayon de 92 µm, elle est de 512 K dans le cas non limité et de 550 K dans le cas où D<sub>L</sub>=1 mm. Par conséquent, l'élévation de 20 K que nous évoquions lors de l'étude de la température en fonction du courant, est attribuable à un échauffement de la micro-décharge situé dans cette zone comprise entre 50 µm et 95 µm. Cela revient à considérer qu'en diminuant l'aire de l'ouverture, c'est-à-dire en diminuant la surface bombardée par les ions, la gaine cathodique devient plus chaude.



Figure 4.11 – Profil radial de la température du gaz, dans l'hélium à 750 Torr pour un courant de 8 mA. La micro-décharge est observée du côté anode et est générée dans une cavité de diamètre 190 μm.

#### Détermination par simulation

La simulation permet d'affiner notre étude expérimentale : en plus de travailler sur une ouverture de diamètre  $D_L=1$  mm, il est aussi possible de traiter le cas à  $D_L=500$  µm. La figure **4.12**. présente trois profils en température correspondant aux trois cas : non limité, limité à  $D_L=1$  mm et limité à  $D_L=500$  µm, pour des valeurs de courant du même ordre de grandeur (respectivement 8 mA, 5 mA et

7



Figure 4.12 – Température du gaz à 5 mA (a) sans limitation spatiale de la cathode, (b) D<sub>L</sub>=1mm et (c) D<sub>L</sub>=500μm. Dans les trois cas, l'épaisseur de la couche limitante est la même (t<sub>L</sub>=60μm). Hélium, 100 Torr, D<sub>CAV</sub>=260 μm.

L'influence de l'aire d'ouverture sur la température du gaz dépend également du courant fourni à la micro-décharge. Nous traçons sur la figure **4.13.** les variations de la température maximale du gaz en fonction du courant, toujours en considérant les trois cas précédents. Pour les faibles valeurs de courant (inférieures à 1 mA), la température du gaz est d'environ 300 K, indépendamment de la limitation en surface de la cathode puisque l'étalement de la micro-décharge n'atteint pas encore les parois diélectriques de la couche limitante. Puis, plus le courant augmente et plus les écarts en température s'accentuent entre les trois cas considérés. Il devient d'autant plus facile d'atteindre des températures élevées que le diamètre d'ouverture diminue. Par exemple, une température de 700 K est atteinte à 5 mA pour  $D_L=500 \ \mu m$  alors qu'il faut 11,5 mA (soit un courant deux fois plus fort) pour atteindre la même température avec  $D_L=1 \ mm$ . Quant au cas sans limitation spatiale, il semble impossible d'accéder à des valeurs de température si élevées.



Figure 4.13 – Simulation de la température du gaz en fonction du courant (hélium, 100 Torr, γ<sub>se</sub>=0,30, D<sub>CAV</sub>=260 μm).

En conclusion, l'expérience comme la simulation montrent qu'à courant fixé, la température du gaz augmente d'autant plus qu'on limite spatialement la surface cathodique extérieure. A 100 Torr, les températures maximales sont localisées sur la surface cathodique exposée au bombardement ionique alors qu'à pression atmosphérique, elle est située le long de l'axe central de la cavité.

#### 4.2.4. Influence sur les densités des espèces chargées

La figure **4.14.** représente les profils de densités des espèces chargées pour une ouverture de diamètre 1 mm (images a et c) et une ouverture de diamètre 500  $\mu$ m (images b et d). Pour mieux visualiser les évolutions spatiales de ces densités :

- La figure **4.15.** représente leurs valeurs dans le plan de coupe A (perpendiculaire à l'axe principal de la cavité et situé à mi-épaisseur de la couche limitante).

- La figure **4.16.** indique les valeurs de ces densités dans le plan de coupe B (perpendiculaire à la surface cathodique extérieure et situé à 190 µm du centre de la cavité).

Les conditions expérimentales sont identiques à celles de la section précédente : nous travaillons dans l'hélium pour une pression de 100 Torr et la micro-décharge est alimentée par un courant de 5 mA.





Figure 4.14 – (a) Densité électronique pour D<sub>L</sub>=1 mm ; (b) densité électronique pour D<sub>L</sub>=500 μm ; (c) densité ionique pour D<sub>L</sub>=1 mm ; (d) densité ionique pour D<sub>L</sub>= 500 μm. Chaque cas est considéré dans l'hélium à 100 Torr, I<sub>d</sub>=5 mA, pour un même échantillon dont la cavité a un diamètre de 260 μm et une hauteur de 250 μm.

#### Analyse des densités des espèces chargées dans le plan A

D'après la figure **4.15.**, pour une ouverture de diamètre  $D_L=1$  mm, les densités électronique et ionique sont maximales au centre de la cavité avec une même valeur de  $5.10^{13}$  cm<sup>-3</sup>. Pour un rayon compris entre 0 et 73 µm, ces densités diminuent progressivement mais restent égales ce qui signifie que la condition de neutralité électrique, spécificité de l'état plasma, est respectée. Dans la gaine cathodique, située entre 73 µm et 130 µm (soit une épaisseur de 57 µm), la densité électronique chute brutalement sur trois décades pour atteindre une valeur de 1,5.10<sup>9</sup> cm<sup>-3</sup> sur la paroi de la cavité. A l'inverse, la densité ionique dans la gaine cathodique ne chute que sur moins d'une décade et devient constante entre 90 µm et 130 µm pour une valeur d'environ  $5.10^{12}$  cm<sup>-3</sup>.

Pour une limitation à  $D_L=0.5$  mm, la même figure indique que la zone de plasma et de pré-gaine se situent maintenant entre 0 et 63 µm ; la gaine est donc plus épaisse que dans le cas précédent et vaut 67 µm. Les densités des espèces chargées deviennent uniformes dès 90 µm pour la densité ionique avec la valeur de 4.10<sup>12</sup> cm<sup>-3</sup> ; et dès 110 µm pour la densité électronique avec de toute façon des valeurs négligeables par rapport à celles de la densité ionique.



Figure 4.15 – Profil spatiaux des densités des espèces chargées suivant le rayon de la cavité situé dans le plan à mi-épaisseur de la couche limitante, pour deux cas : D<sub>L</sub>=0,5 mm et D<sub>L</sub>=1 mm. Simulation réalisée dans l'hélium à 100 Torr pour l<sub>d</sub>=5mA.

En conclusion, indépendamment de la limitation spatiale de la cathode (D<sub>L</sub>=1 mm et D<sub>L</sub>=0,5 mm), la gaine cathodique présente les mêmes chutes de densités électronique et ionique. En revanche, la gaine est d'autant plus épaisse que l'aire d'ouverture est petite.

#### Analyse des densités des espèces chargées dans le plan B

Après nous être intéressés au comportement des densités des espèces chargées dans la cavité, il faut à présent étudier leur comportement sur la surface cathodique extérieure. La figure **4.16.a.** montre le plan de coupe suivant lequel nous étudions les densités d'espèces chargées, et rappelle que l'épaisseur de la couche limitante vaut 60  $\mu$ m (entre 3040  $\mu$ m et 3100  $\mu$ m). La figure **4.16.b.**, montre que pour D<sub>L</sub>=1 mm les densités des espèces chargées augmentent linéairement entre. 5.10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup> et 4.10<sup>12</sup> cm<sup>-3</sup> dans la zone située entre 2400  $\mu$ m et 3030  $\mu$ m. Puis, entre 3030  $\mu$ m et 3100  $\mu$ m, la densité électronique chute brutalement atteignant la valeur de 3.10<sup>9</sup> cm<sup>-3</sup> et la densité ionique ne



157

légèrement plus élevées, et ce sur tout le plan de coupe B. Les densités d'espèces chargées dans la gaine sont donc plus importantes pour  $D_L=0,5$  mm que pour  $D_L=1$  mm. Cette légère différence est attribuée à une zone locale de forte densité, visible sur les figures **4.14.b** et **4.14.d.**, et qui se forme localement au-dessus de la gaine cathodique, à la fois située sur la surface cathodique extérieure et sur la couche limitante.

Compte tenu des ordres de grandeurs que nous avons pu dégager, il est raisonnable de supposer que dans la gaine, la densité ionique est constante et que la densité électronique est négligeable. L'épaisseur de la gaine est donc donnée par la relation que nous avons établie dans la

section **4.2.1.**:  $s = \sqrt{\frac{2V_s \cdot \varepsilon_0}{q \cdot n_l}}$ . Par ailleurs, la figure **4.16.b.** montre qu'une réduction du diamètre

d'ouverture s'accompagne d'une légère réduction de l'épaisseur de la gaine.





Figure 4.16 – (a) Représentation du plan de coupe B et des zones 1 et 2. (b) Simulation des profils des densités des espèces chargées pour D<sub>L</sub>=1 mm et D<sub>L</sub>=0,5 mm. Simulation réalisée dans l'hélium à 100 Torr pour I<sub>d</sub>=5 mA.

En conclusion, réduire spatialement l'aire d'ouverture aura des incidences différentes sur la gaine, selon que nous considérons sa partie située dans le plan A ou dans le plan B :

- Dans le plan A, la densité des espèces chargées reste inchangée mais l'épaisseur de gaine augmente.

Epaisseur de la

 Dans le plan B, cette réduction spatiale de l'aire d'ouverture entraîne l'apparition d'une zone de charge d'espace qui a deux conséquences sur la gaine cathodique : une légère réduction de son épaisseur et des densités d'espèces chargées plus élevées.

# 4.3. Influence de l'épaisseur de la couche limitante sur les propriétés physiques de la micro-décharge

#### 4.3.1. Influence sur la courbe V-I simulée

Nous avons fait varier l'épaisseur de la couche limitante par simulation, afin de quantifier son impact sur les caractéristiques électriques de la micro-décharge. Nous comparons deux ouvertures de même diamètre  $D_L=1$  mm, mais possédant deux épaisseurs différentes :  $t_L=60$  µm (correspondant à notre cas expérimental) et  $t_L=1$  mm ; le rapport des épaisseurs est donc de 16. D'après la figure **4.17.**, la courbe V-I correspondant au cas  $t_L=60$  µm présente une tension qui augmente presque linéairement, avec des valeurs comprises entre 150 V et 285 V. La courbe V-I correspondant au cas où  $t_L=1$ mm présente la même tendance avec toutefois des valeurs légèrement supérieures (d'environ 20 V) sur le même intervalle de courants considéré. Le fait d'avoir multiplié par 16 l'épaisseur de la couche limitante a donc une légère influence sur la courbe V-I. Pour comprendre cette influence, il nous faut analyser les paramètres physiques de la micro-décharge, en commençant tout d'abord par le champ électrique.



Figure 4.17 – Courbes V-I d'une microdécharge fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr, pour deux épaisseurs de couche limitante (t∟=1 mm et t∟=60 µm) et un même diamètre d'ouverture (D∟=1 mm). La cavité cylindrique possède un diamètre de 260 µm et une hauteur de 250 µm.

#### 4.3.2. Influence sur la tension de la micro-décharge

L'absence de charges électriques libres et mobiles et l'absence de molécules polaires dans la couche limitante diélectrique suffisent à justifier le caractère non divergent du champ électrique qui le parcourt, conformément à la loi de Maxwell-Gauss ( $\vec{\nabla}.\vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon} = 0$ ). En revanche, cette divergence n'est pas nulle dans l'hélium en raison de la présence des espèces chargées. Par conséquent, les lignes de champ et donc les équipotentielles, sont davantage resserrées dans le diélectrique que dans le gaz, telles qu'on peut le voir dans la figure **4.18.a.** (où t<sub>L</sub>=60 µm) ou mieux encore dans la figure **4.18.b.** (où t<sub>L</sub>=1 mm).

L'espace numérique étant identique dans les deux cas simulés, augmenter l'épaisseur de la couche limitante (sur l'image **4.18.b.**) revient à confiner davantage l'étalement de la micro-décharge et donc à augmenter son rapport surface-volume. Par conséquent, les potentiels imposés par les conditions limites de la couche limitante exercent une plus grande influence sur les charges libres situées dans la zone d'expansion de la micro-décharge. Or, la divergence du champ électrique étant plus faible dans la couche limitante diélectrique que dans le gaz, augmenter l'épaisseur de cette couche revient à imposer des équipotentielles de faible valeur tout autour de la zone d'expansion. En conséquence, les équipotentielles du gaz se resserrent davantage ce qui, conformément à la relation  $\vec{E} = -\vec{\nabla}V$ , revient à intensifier le champ électrique. En d'autres termes, pour une même puissance d'alimentation fournie à la micro-décharge, augmenter l'épaisseur de la couche limitante permet de légèrement intensifier le champ électrique de la micro-décharge.

GREMI



Figure 4.18 – Simulation des profils transversaux de la tension (V) pour une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr, pour un courant de 11 mA. Deux cas : Limitations : (a) D<sub>L</sub>=1mm & t<sub>L</sub>=60 µm (b) D<sub>L</sub>=1mm & t<sub>L</sub>=1 mm.

Cette légère intensification du champ électrique s'observe mieux à partir des graphiques (a) et (b) de la figure **4.19.** correspondant d'une part au profil des potentiels dans la cavité le long de l'axe central et d'autre part au profil des potentiels sur un rayon de la cavité situé dans le plan à mi-épaisseur de la cathode. D'après la figure **4.19.a.**, une différence de potentiel de 10 V est enregistrée le long de l'axe central de la cavité, entre les deux électrodes et d'après la figure **4.19.b.**, on retrouve cette même tension sur un rayon compris entre 0 et 90 µm.



Figure 4.19 – (a) Profil transversal de la cavité suivant le plan A et (b) profil radial de la cavité dans le plan situé à miépaisseur de la cathode. Simulations dans l'hélium à 100 Torr pour un courant de 11 mA.

#### 4.3.3. Influence sur la température du gaz

Dans la section **4.2.**, nous démontrons que plus le diamètre de l'ouverture est petit et plus la température du gaz est élevée. A présent, en considérant un diamètre d'ouverture fixé à 1 mm, nous souhaitons voir si l'épaisseur du diélectrique a un impact sur la température du gaz. Pour cela, nous considérons à nouveau les deux épaisseurs de couches limitantes précédentes : 60 µm et 1 mm.



Figure 4.20 – Simulation de la température du gaz en fonction du courant (hélium, 100 Torr, γ<sub>se</sub>=0,30), pour une cavité cylindrique de diamètre 260μm et une hauteur de 250 μm.

La figure **4.20.** représente l'évolution de cette température simulée en fonction du courant. Pour les faibles valeurs de courant ( $\leq 2$  mA), la température du gaz vaut 300 K à 1 mA et environ 325 K à 2 mA, indépendamment de la valeur de t<sub>L</sub>. L'épaisseur de la couche limitante n'a donc aucune influence appréciable. En revanche, pour des valeurs de courant supérieures à 2 mA, les deux courbes divergent et ce d'autant plus que le courant augmente. Par exemple à 11 mA, la température du gaz est de 630 K dans le cas où t<sub>L</sub>=60 µm et de 440 K dans le cas où t<sub>L</sub>=1 mm. D'une manière plus générale, il apparaît que la température du gaz est d'autant plus faible que l'épaisseur de la couche limitante est grande.

Pour comprendre ce phénomène, il faut se reporter aux images de la figure **4.21**., obtenues par simulation à un courant de 11 mA. La première image correspond au cas sans limitation, la deuxième au cas où  $t_{L}$ =60 µm, la troisième au cas où  $t_{L}$ =1 mm. Les températures du gaz sont quasiment

identiques dans les cas (1) et (3) avec des valeurs globalement inférieures à 450 K, alors que les températures du cas (2) s'élèvent jusqu'à 650 K. Dans le cas (1), la micro-décharge peut évacuer une grande partie de sa chaleur car, d'une part, la surface de contact entre l'électrode en nickel et l'étalement de la micro-décharge est grande ; et d'autre part, le nickel a un coefficient de conductivité thermique élevé (26 W/m/K). Dans les cas (2) et (3), la micro-décharge ne peut pas s'étaler sur la surface cathodique extérieure. Leur température de gaz devrait donc être aussi élevées l'une que l'autre. Mais il n'en est rien car à l'inverse du cas (2), l'étalement de plasma dans le cas (3) est en contact avec la couche limitante sur une plus grande surface, ce qui lui permet de transférer plus efficacement sa chaleur, puisque le coefficient de conductivité thermique de la couche limitante est plus élevé que celui du gaz.





Par ailleurs, une dernière remarque qu'il est opportun de mentionner ici est que plus la couche limitante sera épaisse et plus la densité des espèces neutres sera élevée, puisqu'à pression constante (en l'occurrence 100 Torr), une diminution de la température du gaz entraîne une augmentation de la densité des espèces neutres, conformément à la loi des gaz parfaits ( $p = n.k_B.T_a$ ).

#### 4.3.4. Influence sur les densités des espèces chargées

Si l'épaisseur de la couche limitante a une influence sur la température du gaz et donc sur la densité des espèces neutres comme nous venons de l'évoquer, elle a aussi un véritable impact sur les densités des espèces chargées. Pour le démontrer nous considérons une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à une pression de 100 Torr, alimentée par un courant continu de 5 mA. Dans la figure

respectivement les densités électronique et ionique pour une limitation spatiale caractérisée par  $D_L=1$  mm et  $t_L=1$  mm. Deux informations principales sont à retenir de ces images :

- A l'exception de la gaine cathodique, la condition de neutralité électrique est respectée dans tout le reste de la micro-décharge : la densité des électrons et la densité des ions sont égales.

- La densité des espèces chargées est plus élevée pour  $t_L=1$  mm (que pour  $t_L=60 \mu$ m) puisque, conformément à la figure **4.23.**, la température du gaz est plus faible et donc la densité des espèces neutres plus élevée.



Figure 4.22 – Densités électronique et ionique à 5 mA pour une même surface cathodique (D<sub>L</sub>=1mm) pour t<sub>L</sub>=60µm (images a, c) et t<sub>L</sub>=1mm (cas b, d). La micro-décharge fonctionne à 5 mA, dans l'hélium à 100 Torr.

# 4.4. Influence de la pression sur les paramètres physiques de la micro-décharge, en limitant spatialement la surface cathodique

#### 4.4.1. Influence sur la courbe V-I expérimentale

#### Description

Tout comme nous avons expliqué au chapitre 3 le rôle joué par la pression sur le fonctionnement des micro-cathodes creuses, il faut à présent quantifier son impact dans le cas où sa surface cathodique extérieure est spatialement limitée. Pour cela, nous réalisons une expérience dans laquelle on utilise une micro-cathode creuse de diamètre 245 µm et d'épaisseur 250 µm. La couche limitante possède une épaisseur de 60 µm et un diamètre d'ouverture d'environ 600 µm. L'échantillon est alimenté par une rampe de courant continu, linéairement croissante puis décroissante, dans notre gaz de référence : l'hélium. Les courbes V-I résultantes sont tracées pour 250 Torr, 500 Torr et 750 Torr dans la figure **4.24.b.** A titre de comparaison, nous rappelons dans la figure **4.24.a.** les courbes V-I pour lesquelles la cathode n'est pas limitée, tout en restant dans des conditions expérimentales identiques.



Figure 4.24 – Influence de la pression sur les courbes V-I (a) Surface cathodique extérieure non limitée (b) surface cathodique extérieure limitée (DL=600 µm). Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 245 µm et de hauteur 250 µm.



D'après la figure **4.24.b.** nous constatons que plus la pression augmente, plus les potentiels de claquage sont élevés : la loi de Paschen est évidemment vérifiée et la micro-décharge évolue donc sur sa branche de droite. En considérant la courbe à 750 Torr, la micro-décharge passe du point A (correspondant au potentiel de claquage) au point B. Cette transition ne dure que quelques microsecondes, mais est nécessaire pour la formation de la gaine cathodique. A partir du point B et pour les valeurs croissantes du courant, la micro-décharge fonctionne en régime luminescent normal de 5,8 mA à 10 mA. Puis, entre 10 mA et 18 mA, la pente de la courbe V-I margue le début d'un régime luminescent anormal. La valeur maximale de 18 mA n'est pas une limite imposée par la géométrie de la micro-cathode mais correspond à la valeur maximale du courant fourni par la rampe d'alimentation. Ensuite, quand cette rampe se met à décroître linéairement, le courant alimentant la micro-décharge diminue et la tension aussi. De 18 mA à 12 mA, les valeurs de la tension sont supérieures à celles obtenues pour des courants croissants, donnant ainsi naissance à un phénomène d'hystérésis. De 12 mA à 10 mA, ce phénomène d'hystérésis n'existe plus mais la pente de la courbe V-I continue à décroître, indiquant un fonctionnement en régime luminescent anormal. Enfin, entre 10 mA et 0 mA, la micro-décharge fonctionne dans le régime luminescent normal. La courbe à 750 Torr est donc caractérisée par l'existence des régimes luminescent normal et anormal. Cependant, la courbe à 500 Torr présente un régime normal sur une très petite plage de courant (entre 4,5 et 5 mA) et la courbe à 100 Torr montre très clairement l'inexistence de tout régime luminescent normal. Plus généralement, nous pouvons déduire qu'une réduction de la pression s'effectue au détriment du régime normal et au bénéfice du régime anormal.

#### Influence de la pression sur la tension

Pour un même courant d'alimentation fourni à la micro-décharge, une baisse de pression se traduit par :

- Une **légère baisse de la tension** et une hausse infime du courant, quand la surface cathodique n'est pas limitée (figure **4.24.a.**). Ces tendances ont été expliquées au chapitre 3.

- A l'inverse : une **forte élévation de la tension** et une forte baisse du courant quand la surface cathodique est limitée (figure **4.24.b.**). Comme l'indique la figure **4.25.b.**, cette forte élévation en tension peut également être obtenue en limitant davantage la surface cathodique extérieure. En d'autres termes, diminuer la pression pour une ouverture donnée (figure **4.25.a.**), revient à diminuer l'ouverture pour une pression donnée (figure **4.25.b.**). Pour autant, les conclusions tirées dans la section **4.2.** sur la réduction du diamètre de l'ouverture ne peuvent pas s'appliquer au cas présent où l'on réduit la



pression. Car même si les courbes V-I évoluent dans le même sens selon qu'on réduit un paramètre ou un autre, la loi d'échelle p×D<sub>L</sub> n'est pas conservée.



Figure 4.25 – (a) Courbes V-I pour plusieurs pressions mais une ouverture dont l'aire est fixée (S<sub>L</sub>=0,28 mm<sup>2</sup>) ; (b) Courbes V-I pour plusieurs aires d'ouvertures à une pression fixée de 750 Torr. Fonctionnement dans l'hélium, dans le cas d'une cavité de diamètre 250 µm et de hauteur 250 µm.

#### 4.4.2. Influence sur la température du gaz

#### Variation de la température du gaz en fonction du courant de décharge

Dans le chapitre 3, nous avons expliqué la méthode permettant de déterminer la température du gaz en étudiant par spectrométrie d'émission optique les bandes 1.3 et 0.2 du second système positif de l'azote. Cette même méthode est appliquée pour un échantillon recouvert de sa couche limitante d'ouverture 2×2 mm<sup>2</sup>. Globalement, les températures sont légèrement plus élevées si la surface est limitée. Par exemple, à 100 Torr et 10 mA, elle est de 530 K sans limitation (cf. figure **4.26.a**.) et de 550 K pour une ouverture de diamètre 2 mm (cf. figure **4.26.b**.). En limitant davantage la



surface cathodique extérieure, ces différences de températures seraient encore plus grandes puisque le bombardement ionique serait plus intense.

Plus la pression augmente et plus la micro-décharge est confinée dans la cavité. Par conséquent, la surface de contact entre la micro-décharge et la cathode extérieure (qui jouait un rôle de radiateur) est réduite. Les transferts de chaleur vers le milieu extérieur sont donc plus faibles, expliquant ainsi les températures de gaz plus élevées à pression élevée.



Figure 4.26 – Température du gaz en fonction du courant pour une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 100 Torr, pour une surface cathodique extérieure (a) non limitée (b) limitée pour D<sub>L</sub>=2 mm. La température est mesurée au centre d'une cavité cylindrique de diamètre 190 µm.

#### Résolution spatiale de la température du gaz dans la cavité

La figure **4.27.** représente le profil radial de la température du gaz dans la cavité, observée côté anode. La couche limitante possède une épaisseur de 60 µm et une ouverture de diamètre 1 mm. Le profil en température est similaire à celui que l'on obtient sans limitation spatiale de la surface cathodique extérieure. Par exemple, la courbe à 750 Torr possède une température maximale de 650 K au centre de la cavité puis elle décroît jusqu'à atteindre une valeur minimale de 550 K sur la paroi de la cavité interne. En diminuant la pression à 400 Torr, la température du gaz diminue mais tout en conservant le même profil radial de la température qui évolue désormais de 550 K au centre de la cavité à 450 K sur la paroi interne de la cavité.





Figure 4.27 – Profil radial de la température du gaz dans la cavité observée côté anode pour l₄=8 mA avec une ouverture de diamètre limitant D<sub>L</sub>=1 mm. Le diamètre de la cavité est de 190 µm.

#### 4.4.3. Influence sur l'émission dans le domaine visible

A l'aide de la caméra ICCD, nous pouvons quantifier la lumière émise par la micro-décharge dans le domaine visible et étudier cette émission en fonction de la pression, comme nous nous y sommes déjà employés pour une surface cathodique extérieure non limitée. Nous rappelons dans la figure **4.28.a.** les courbes  $L_d=f(I_d)$  relatives à ces conditions pour les comparer à celles de la figure **4.28.b.** où nous limitons à présent la surface cathodique extérieure du même échantillon pour une ouverture d'aire  $S_L=1,77$  mm<sup>2</sup>. Dans les deux cas, nous rappelons que ces caractérisations sont obtenues en mesurant l'intensité de l'émission visible sur la face anode de l'échantillon. Trois informations sont à retenir sur ce graphique :

- A pression constante, plus le courant augmente et plus l'émission visible est intense puisque l'ionisation devient importante. Par ailleurs, en comparant les deux courbes à 250 Torr des figures
4.28.a. et 4.28.b., l'émission lumineuse est identique pour les valeurs croissantes de courant. La limitation en surface ne modifie donc pas l'ionisation dans la cavité.

- A courant constant, plus la pression augmente, plus l'émission visible diminue. Dans la section 3.5.4., nous expliquons qu'en ne limitant pas la surface cathodique, cette baisse d'émission visible est compensée par une hausse de l'émission dans le domaine V.U.V., témoignant ainsi de l'importance que prennent les réactions excimères à haute pression. Cette même hypothèse peut être retenue dans le

GREMI

cas où la surface cathodique extérieure est recouverte par une couche limitante, puisqu'à courant constant une hausse de pression se traduit aussi par une diminution de l'émission visible.

- A courant constant plus la pression diminue, plus l'aire de l'hystérésis augmente. L'explication de ce phénomène fait l'objet de la section suivante de ce chapitre.



Figure 4.28 – Influence de la pression sur l'émission visible d'une micro-décharge observée du côté anode. (a) Surface cathodique extérieure non recouverte d'une couche limitante (b) SL=1,77 mm². Dans les deux cas, l'échantillon possède une cavité cylindrique de diamètre 243 µm et de hauteur 250 µm.

## 4.5. Le phénomène d'hystérésis

#### 4.5.1. Présentation

Aucune courbe V-I du chapitre 3 n'est soumise à une hystérésis : ce phénomène n'apparaît que lorsque la surface cathodique extérieure est spatialement limitée. Dans ce chapitre, nous pouvons donc considérer ce cas de figure, pour une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 450 Torr. L'échantillon possède une cavité de 220 µm, une hauteur de 250 µm et sa surface cathodique extérieure est limitée par une ouverture de diamètre 1,2 mm. La microdécharge est alimentée par une succession de rampes de courant d'alimentation, alternativement croissantes et décroissantes. L'oscillogramme de la figure **4.29.** représente cette succession de courants et tensions en fonction du temps. La période de chaque signal dure 10 secondes et est composée d'une rampe montante suivie d'une rampe descendante. Il est ainsi possible de mesurer une série de courbes V-I les unes à la suite des autres et de visualiser leurs hystérésis. La première remarque que nous pouvons formuler à partir





de cette figure, est que l'amplitude de la première hystérésis (entre 6 s et 15 s) est bien inférieure à celle des hystérésis suivantes.

Figure 4.29 – Oscillogramme d'une micro-décharge fonctionnant dans l'hélium à 450 Torr, avec D<sub>L</sub>=1,2 mm. La cavité cylindrique de l'échantillon possède un diamètre de 220 µm et une hauteur de 250 µm.

Par souci de clarté, nous n'avons représenté sur la figure **4.30.a.** que deux courbes V-I : la première et la quatrième de la série de rampes que nous venons de décrire. Pour chacune de ces courbes, l'hystérésis se manifeste sous l'apparence d'une aire que nous avons grisée à titre d'exemple pour la quatrième courbe V-I. Dans ce cas, à chaque valeur de courant correspondent deux valeurs de tension selon que la rampe d'alimentation en courant est montante ou descendante. Si elle est montante, la tension possède une tension dite "basse" et si elle est descendante, elle possède une tension dite "haute". Par ailleurs, entre la première et la quatrième courbe de la figure **4.30.a.**, l'hystérésis change de position ce qui signifie qu'il évolue dans le temps. Il faut donc considérer deux phénomènes : l'**hystérésis** et la **dérive de l'hystérésis**. Ce dernier phénomène est particulièrement bien visible à travers les quatre graphiques de l'annexe **C**, dans les conditions où l'échantillon fonctionne dans l'hélium à 250 Torr et pour un signal d'alimentation dont la période est de 500 ms.





Figure 4.30 – (a) Courbes V-I (b) oscillogramme. Conditions expérimentales : hélium, 450 Torr pour D<sub>L</sub>= 1,2 mm, pour une période de 10 s (rampe montante et descendante). La cavité cylindrique a un diamètre de 220 μm et une hauteur de 250 μm.

Pour pouvoir analyser ces phénomènes, en fonction de grandeurs physiques comme le temps, la pression, le courant, etc., nous disposons de deux paramètres caractéristiques de l'hystérésis : - Le point de coordonnées (I<sub>d,max</sub>, V<sub>d,max</sub>) qui correspond à la puissance maximale injectée dans la microdécharge.

- La puissance de l'hystérésis (H), définie par l'aire du contour fermé de la courbe V-I.

La figure **4.30.b.** est un agrandissement temporel sur la quatrième période de l'oscillogramme de la figure **4.29.** Cette figure permet de visualiser différemment l'hystérésis de la courbe V-I (figure **4.30.a.**). Il se manifeste ici par la dissymétrie de la courbe  $V_d$  de part et d'autre de l'axe ( $\Delta$ ).

#### 4.5.2. Influence de la pression

Compte tenu des résultats que nous avons déjà présentés dans ce chapitre, nous savons que la pression a une influence sur l'hystérésis ; influence qu'il nous faut à présent quantifier. Pour cela, la micro-cathode est alimentée par une succession de rampes alternativement croissantes puis décroissantes, de période 200 ms, et ce pour plusieurs pressions (300, 350, 400, 500, 750 et 1000 Torr) dans l'hélium. La cavité cylindrique possède un diamètre de 245 µm et une épaisseur de 250 µm et la taille de l'échantillon est de 1×1×0,025 cm<sup>3</sup>. Sa surface cathodique extérieure est spatialement limitée

2009

par une couche limitante de diamètre d'ouverture 1,2 mm. Au lieu de tracer sur plusieurs graphiques toute une série de courbes V-I, et ce pour chaque valeur de pression, nous nous limitons aux informations essentielles de l'hystérésis en traçant d'une part l'évolution temporelle de la puissance de l'hystérésis (H) dans la figure **4.31.** et d'autre part l'évolution temporelle du point de coordonnées ( $I_{d,max}$ ,  $V_{d,max}$ ) dans la figure **4.32.** 



Figure 4.31 – Evolution temporelle de l'aire de l'hystérésis pour différentes pressions, avec une rampe de période de 100 ms, dans l'hélium. Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 245 µm et de hauteur 250 µm.

L'évolution temporelle de la puissance de l'hystérésis (H) est étudiée pour six valeurs de pressions comprises entre 300 Torr et 1000 Torr. La tendance principale qui se dégage de la figure **4.31.** est qu'indépendamment du temps, la puissance de l'hystérésis est d'autant plus faible que la pression est élevée. Par exemple, à l'instant t=2 secondes, (soit la dixième période su signal d'alimentation), cette puissance vaut 0,42 W puis 0,8 W et enfin 0,1 W pour les pressions respectives de 300 Torr, 400 Torr et 1000 Torr. La courbe à 300 Torr montre sans ambiguïté que la puissance de l'hystérésis dépend du temps et plus précisément que ce n'est pas un phénomène régi par une équation linéaire mais plutôt par une équation du type H(t) =  $C.exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$  où les constantes C et  $\tau$  valent respectivement 0,47 W.s<sup>-1</sup> et 0,246. En augmentant légèrement la pression (350 Torr), la puissance de l'hystérésis continue d'augmenter mais dans des proportions moindres. Ainsi, entre les périodes référencées 5 et 17, cette courbe présente une pente d'environ 186 mW/s (contre 493 mW/s à 300

Torr). Pour les courbes à 400 Torr et 500 Torr, la puissance de l'hystérésis est globalement plus faible que celles des pressions précédentes, et atteint un régime stationnaire dès la deuxième période du signal d'alimentation. Enfin, les courbes à 750 Torr et 1000 Torr ne permettent pas de mesurer une hystérésis significative, ses valeurs étant noyées dans les incertitudes. En résumé : la puissance de l'hystérésis est d'autant plus grande que la pression diminue <sup>et</sup>/<sub>ou</sub> qu'il se répète dans le temps.

Cette première conclusion, basée sur l'analyse du paramètre H, doit maintenant être corroborée par l'analyse du second paramètre que nous avons établi : le point de coordonnées ( $I_{d,max}$ ,  $V_{d,max}$ ) qui apparaît dans chaque courbe V-I. Pour cela, nous réalisons une seconde expérience en imposant à présent un signal d'alimentation de période 500 ms, pour plusieurs pressions comprises entre 300 et 1000 Torr, toujours en conservant le même échantillon. Tous les points de coordonnées ( $I_{d,max}$ ,  $V_{d,max}$ ) des courbes V-I sont représentés dans la figure **4.32.** La première remarque que nous pouvons formuler est que toutes les courbes suivent la droite de charge d'équation :  $V_{d,max} = -40.I_{d,max} + 1250$ , où la valeur de 40 correspond à la résistance ballast située en amont de la micro-décharge et où la valeur de 1250 correspond à la tension maximale fournie par l'alimentation.

A présent, étudions plus en détails la courbe se rapportant à la pression de 300 Torr. Chacun de ses points ( $I_{d,max}$ ,  $V_{d,max}$ ) est associé à une période du signal d'alimentation, la première étant labellisée sur le graphique par t<sub>init</sub> et la dernière par t<sub>final</sub>. Le courant maximum de l'hystérésis diminue alors que sa tension maximale augmente. Sachant que le temps séparant deux points est toujours de 500 ms, plus la distance les séparant est grande et plus la dérive de l'hystérésis est rapide. En l'occurrence à 300 Torr, cette dérive est particulièrement rapide dans les premières périodes du signal d'alimentation. Le régime luminescent anormal n'a donc pas encore atteint un état stationnaire. Ce phénomène de dérive étudié à 300 Torr, est également mesuré pour des pressions montant jusqu'à 1000 Torr ; mais comme le montre la figure : plus la pression augmente et plus les points sont resserrés les uns des autres indiquant que l'hystérésis dérive de moins en moins.

GREMI



Figure 4.32 – Courant et tension maximaux de la micro-décharge exprimés en fonction de la pression, dans l'hélium pour une période de 500 ms (rampe montante et rampe descendante). Cas d'une cavité cylindrique de diamètre 245 µm et de hauteur 250 µm.

#### 4.5.3. Influence de la conductivité thermique du gaz

L'hystérésis étant liée à la pression, elle est également liée à la température du gaz puisque  $p = n.k_B.T_g$ . Cette température dépend des transferts de chaleur entre la micro-décharge et le milieu extérieur, donc du coefficient de conductivité thermique du gaz ( $\kappa$ ) et donc de la nature du gaz. Pour l'hélium, il est de 0,14 W/m/K et pour l'argon il est de 0,018 W/m/K. La figure **4.33.** permet de vérifier l'influence du coefficient de conductivité thermique du gaz sur l'amplitude de l'hystérésis, à travers deux gaz testés : l'hélium et l'argon. Dans les deux cas, nous utilisons le porte échantillon à butée et un même échantillon dont les dimensions caractéristiques sont 2cm×2cm×500µm. Sa surface cathodique extérieure est limitée par une couche de Kapton, laissant une ouverture d'aire 1 mm<sup>2</sup>. Dans le cas de l'hélium, l'hystérésis apparaît nettement pour des courants compris entre 13 mA et 25 mA, et des tensions comprises entre 200 V et 285 V. L'argon présente aussi une hystérésis, mais bien plus faible car il est moins caloriporteur.

GREMî 🖊

2009



Figure 4.33 – Courbes V-I montrant l'influence de la nature du gaz sur l'hystérésis. Conditions expérimentales : porte échantillon à butée, pression de 500 Torr, échantillon de grande taille (2cm×2cm×500µm) avec une cavité de diamètre 250 µm et de hauteur 250 µ m.

#### 4.5.4. Influence de la taille de l'échantillon

Nous venons de vérifier que l'hystérésis dépend de trois paramètres, plus ou moins liés : la pression, la température et la conductivité thermique du gaz. Cependant, comme nous l'avons mentionné dans la section **1.3.2.**, il ne faut pas négliger la question du rapport surface-volume, et de ce fait ne pas éluder la question de l'interaction entre la micro-décharge et les matériaux avec lesquels elle entre en contact. Tous nos échantillons sont constitués des mêmes matériaux (principalement nickel et alumine) mais certains diffèrent de par leurs dimensions. Pour quantifier l'impact de ces dimensions sur l'amplitude de l'hystérésis, nous traçons les courbes V-I de deux échantillons, l'un de dimensions 2cm×2cm×500µm et l'autre de dimensions 1cm×1cm×250µm, que nous testons dans l'hélium à 500 Torr en utilisant le porte-échantillon à butée (toujours pour une ouverture de 1 mm<sup>2</sup>). La figure **4.34.** montre que l'hystérésis est plus important pour l'échantillon de petites dimensions que pour l'échantillon de grandes dimensions. Sans entrer dans des considérations quantitatives, nous pouvons en conclure que plus les dimensions de l'échantillon seront grandes et plus le temps de relaxation lié aux échanges de chaleur sera bref ; il deviendra alors d'autant plus facile de s'affranchir de l'hystérésis.





Figure 4.34 – Courbes V-I montrant l'influence de la taille de l'échantillon sur l'hystérésis. Conditions expérimentales : porte échantillon à butée, pression de 500 Torr, dans l'hélium, pour une cavité de diamètre 250 µm et de hauteur 250 µ m.

#### 4.5.5. Influence des porte-échantillons

Les échanges de chaleur s'effectuent entre la micro-décharge et le milieu extérieur. Jusqu'à maintenant, nous avons considéré ce milieu extérieur comme constitué de l'échantillon et du gaz remplissant l'enceinte. Cependant, cet échantillon est également au contact du porte-échantillon qui luimême est relié au bâti de l'enceinte. Pour vérifier si ces deux derniers éléments ont une influence, nous testons, dans des conditions rigoureusement identiques, les deux porte-échantillons, dont nous avons détaillé la description dans la section **2.2.6.** : le porte-échantillon à butée et le porte-échantillon annulaire. L'expérience est réalisée dans l'argon, à 500 Torr avec l'échantillon de petites dimensions (1cm×1cm×250µm). La figure **4.35.** présente les deux courbes V-I, chacune d'elle étant spécifique à un porte-échantillon. Nous constatons que le phénomène d'hystérésis existe bien dans les deux cas, mais qu'il n'y a pas de différence notable. Les échanges de chaleur entre la micro-décharge et le porte-échantillon sont donc négligeables, ce qui nous autorise à valider notre première hypothèse selon laquelle le milieu extérieur de la micro-décharge se limite à l'échantillon et au gaz de l'enceinte.

2009





Figure 4.35 – Courbes V-I montrant l'influence du type de porte-échantillon sur l'hystérésis. Conditions expérimentales : pression de 500 Torr, échantillon de petite taille (1cm×1cm×250µm), dans l'argon, D∟=1 mm². Echantillon possédant une cavité de diamètre 250 µm et de hauteur 250 µ m.

### 4.6. Conclusion partielle

Pour faire fonctionner une micro-décharge dans son régime luminescent anormal, il faut rompre l'équilibre qui s'exerce entre l'augmentation du courant et l'augmentation proportionnelle de l'aire d'étalement. Pour cela, nous avons limité spatialement la surface cathodique extérieure de l'échantillon à l'aide d'une couche limitante en Kapton. Cette couche possède deux dimensions caractéristiques : le diamètre d'ouverture (D<sub>L</sub>) et l'épaisseur de la couche même (t<sub>L</sub>). Nous avons montré que plus D<sub>L</sub> était petit et plus le régime luminescent anormal présentait une pente élevée, permettant ainsi d'atteindre des températures de gaz plus élevées. Nous avons également montré que l'influence de l'épaisseur de la couche limitante était négligeable sur la courbe I-V et donc négligeable sur les propriétés électriques de la micro-décharge. En revanche, cette épaisseur joue un rôle majeur sur la température du gaz : plus elle est épaisse et plus elle évacue efficacement la chaleur de la micro-décharge ; la température du gaz sera alors d'autant plus faible. La couche limitante jouera donc un rôle de radiateur thermique d'autant plus efficace que son épaisseur sera grande.



Enfin, nous avons mis en évidence qu'en alimentant la micro-décharge par une rampe de courant linéairement croissante puis décroissante, le régime luminescent anormal s'accompagnait d'un phénomène d'hystérésis. Ce phénomène est d'autant plus faible que la pression est élevée ou que la conductivité thermique du gaz est faible.

GREMI /


## Chapitre 5.

## Allumage de cavités en parallèle

Après avoir étudié les régimes de fonctionnement ainsi que certaines propriétés des microcathodes creuses ouvertes, nous proposons à présent de nous intéresser à l'allumage de plusieurs micro-cathodes creuses ouvertes appartenant à un même échantillon. Dans une première section nous précisons la condition *sine qua non* à l'allumage des micro-décharges en parallèle ainsi qu'une méthode permettant de mesurer le courant dans chacune de ces cavités. Les deux sections suivantes sont consacrées aux mécanismes d'allumage en parallèle ; nous expliquons le rôle joué par l'ouverture de la couche limitante sur les modifications des propriétés électriques des micro-décharges. Enfin, dans une dernière section nous évoquons l'influence de la pression ainsi que le rôle joué par un paramètre que nous avons peu évoqué jusqu'à maintenant : l'état de la surface cathodique extérieure.



## 5.1. Introduction

### 5.1.1. Allumage en parallèle par limitation de la surface cathodique extérieure

Nous avons présenté dans la section **1.4.** plusieurs applications technologiques basées sur l'utilisation de matrices de micro-plasmas : technologie A.L.S., dépollution, accélération aérodynamique, etc. D'après les travaux de P. Von Allmen, S.-J. Park et G. Eden, l'allumage stable de micro-plasmas en parallèle nécessite leur fonctionnement dans le régime luminescent anormal. Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre précédent, la géométrie de nos micro-cathodes creuses ne permet pas d'atteindre ce régime, à moins de limiter spatialement leur surface cathodique extérieure. Cette limitation en surface est l'alternative à une autre solution consistant à introduire une résistance de ballast pour chaque cavité *{All-03}*. La limitation de la surface cathodique extérieure peut se faire de deux manières :

- Soit en réalisant une **ouverture collective** : la couche limitante possède une ouverture englobant toutes les cavités, comme le montre la figure **5.1**.



Figure 5.1 – Echantillon à 7 cavités formant un motif hexagonal, recouvert d'une couche limitante à ouverture collective (SL=2,2\*×1,9 mm<sup>2</sup>). Chaque cavité présente un diamètre moyen de 280 μm et la distance inter-cavité de centre à centre est de 500 μm.

- Soit en réalisant une **ouverture à compartiments** : la couche limitante possède une ouverture par cavité, comme le montre la figure **5.2**.

GREMI /



Figure 5.2 – Echantillon à quatre cavités, recouvert d'une couche limitante d'ouverture à quatre compartiments. Chaque cadran est un agrandissement d'une des quatre cavités dont l'espace cathodique extérieur est limité en surface par un compartiment d'aire moyenne 0,8×0,8 mm<sup>2</sup>.

## 5.1.2. <u>Détermination du courant dans chaque cavité d'un échantillon à plusieurs</u> cavités

### Cas d'un échantillon à une cavité

Soit un échantillon à une cavité, étudié dans l'argon sur un intervalle de pressions comprises entre 200 Torr et 900 Torr. La face anodique de cet échantillon est observée par caméra ICCD afin de mesurer l'émission visible de la micro-décharge en fonction du courant. Puis à l'aide d'un programme réalisé sous Matlab, nous quantifions l'émission visible définie sur l'aire de la cavité, c'est-à-dire sur

 $\pi \cdot \frac{D_{cav}^2}{4}$ , sans tenir compte de l'émission de l'étalement sur la surface cathodique extérieure. La figure

**5.3.** montre que pour chaque pression, cette émission visible ( $\xi_{VIS}$ ) est relié au courant fourni à la microdécharge (I<sub>d</sub>) par la relation :  $\xi_{VIS} = a.I_d + \xi_0$ , où a est le coefficient directeur de la droite et  $\xi_0$  son ordonnée à l'origine. Il est important de préciser que le domaine de définition de cette droite n'est pas

compris entre 0 mA et 16 mA, mais entre 1 mA et 16 mA. De plus, l'émission visible n'est pas quantifiée sur une échelle absolue mais sur une échelle relative. Par conséquent, pour une pression fixée, on a le droit d'écrire que l'émission visible est proportionnelle au courant de la micro-décharge :  $\xi_{VIS} = a I_d$ .



Figure 5.3 – Emission visible d'une micro-décharge dans l'argon, exprimée en fonction du courant pour plusieurs pressions. Observation sur la face anode de l'échantillon (D<sub>CAV</sub>=243 μm).

### Cas d'un échantillon à N cavités

Dans le cas d'un échantillon à N cavités (avec N>1) fonctionnant dans le cas où l'on se fixe une pression, les trois équations suivantes peuvent être établies pour chaque cavité indicée k:

ſ

$$\begin{cases} \left(\xi_{\text{VIS}}\right)_{k} = a.\left(I_{d}\right)_{k} \\ I_{d} = \sum_{k=1}^{N} \left(I_{d}\right)_{k} \\ \xi_{\text{VIS}} = \sum_{k=1}^{N} \left(\xi_{\text{VIS}}\right)_{k} \end{cases}$$

La première indique que, dans chaque cavité, le courant est proportionnel à son émission visible et la seconde que la somme des courants mesurés dans chaque cavité est égale au courant total mesuré à l'oscilloscope. Dans la troisième relation, nous posons que la somme des émissions visibles mesurées

dans chaque cavité est égale à  $\xi_{VIS}$ . Nous pouvons donc écrire :  $(I_d)_k = (\xi_{VIS})_k \cdot \frac{I_d}{\xi_{VIS}}$ .



# 5.2. Processus d'allumage en parallèle – Cas d'une ouverture collective

## 5.2.1. Présentation de l'expérience

Nous considérons un échantillon à sept cavités, chacune d'elle étant caractérisée par un diamètre de 280 µm et une hauteur de 250 µm. Ces cavités forment un motif hexagonal et la distance qui sépare deux cavités de centre à centre est de 500 µm. L'échantillon est alimenté en courant par une rampe linéairement croissante puis une rampe linéairement décroissante, sur une période totale de 40 secondes. L'expérience est réalisée dans l'hélium pour une pression de 500 Torr.

En un premier temps, nous étudions le cas où la surface cathodique extérieure est limitée par une couche limitante à ouverture collective, d'aire 2,2×1,9 mm<sup>2</sup> et en un second temps nous étudions le cas où il n'y a plus de couche limitante.

## 5.2.2. Surface cathodique limitée par une ouverture collective

### Existence d'un ordre d'allumage

Dans le cas d'un échantillon à une cavité, la micro-décharge s'allume dès que le potentiel de claquage est atteint. Dans le cas de l'échantillon à sept cavités, ce phénomène de claquage n'aboutit à l'allumage que d'une seule cavité. On pourrait s'attendre à les voir s'allumer toutes simultanément puisqu'elles ont en commun une même anode et une même cathode, et que ces deux électrodes sont soumises à la même différence de potentiel et donc au même champ électrique. L'explication de ce phénomène tient à un paramètre dont nous n'avions pas à nous soucier jusqu'alors : l'**état de surface** de la couche cathodique. Plus précisément, cet état de surface présente des défauts de fabrication microscopiques qui vont orienter l'allumage d'une cavité avant toutes les autres, donnant ainsi naissance à un **ordre d'allumage**.



Comme le montre la figure **5.4.**, l'observation de l'échantillon au microscope optique révèle la présence d'une excroissance de nickel dans la cavité qui s'allume en premier. D'un point de vue purement physique, cette excroissance est à considérer comme une pointe métallique. En appliquant une même tension aux électrodes de l'échantillon, le champ électrique sera plus intense au niveau de cette pointe que dans n'importe quelle autre zone des cavités. Cet effet de pointe favorise localement l'ionisation du gaz et donc l'allumage de la cavité dont il est question.



Figure 5.4 – Observation au microscope optique de l'échantillon au motif hexagonal à sept cavités (D<sub>CAV</sub>=280 µm).

#### Premier temps : le mécanisme d'allumage par claquage (de Paschen)

La courbe V-I de la figure 5.5.a. indique qu'une fois le potentiel de claquage atteint (290 V), la première micro-décharge s'allume et sa tension chute fortement, jusqu'à la valeur de 206 V qui correspond à sa tension d'auto-entretien. De ce fait, la tension aux bornes de l'échantillon n'est plus suffisamment élevée pour créer d'autres phénomènes de claquage dans l'une des six autres cavités encore éteintes. Pour forcer leur allumage, il semble a priori logique d'augmenter la tension aux bornes de l'échantillon pour atteindre le potentiel de claquage. Pour cela, il faut forcer la micro-décharge à fonctionner en régime luminescent anormal, ce qui suppose de limiter spatialement la surface cathodique extérieure. Ainsi, comme le montre la figure 5.5.a. (ou mieux la figure 5.5.b.) en augmentant le courant linéairement de 0 mA à 34 mA, la tension augmente aussi de 210 V à 280 V. Cependant, la figure 5.6. montre qu'il n'est pas nécessaire d'atteindre le potentiel de claquage (soit 290 V) pour allumer les autres cavités. Dans cette figure, nous considérons dix valeurs de courant alimentant l'échantillon (cinq suivant une rampe croissante et cinq suivant une rampe décroissante). A chaque valeur de courant est associée un histogramme dont chaque colonne correspond au courant traversant une cavité de l'échantillon, référencée de A à G. L'histogramme permet de représenter la distribution du courant de l'échantillon au travers de ses cavités. La première cavité à s'allumer est celle référencée "A". L'allumage des six cavités suivantes a lieu pour des tensions inférieures au potentiel de claquage : toutes les cavités sont allumées dès 12,8 mA pour une tension de 211 V, soit environ 80 V de moins que le potentiel de claquage. Compte tenu de cette différence, le mécanisme d'allumage de ces six cavités ne peut pas être causé par un phénomène de claquage : il existe donc un autre mécanisme d'allumage.





Figure 5.5 – Courbe V-I des micro-décharges générées à partir de l'échantillon au motif hexagonal de 7 cavités (D<sub>CAV</sub>= 280 μm), dans l'hélium à 500 Torr (a) Données brutes ; (b) Portion de courbe V-I agrandie.



Figure 5.6 – Histogrammes représentant la distribution du courant dans les sept cavités de l'échantillon pour une pression de 500 Torr dans l'hélium. Le diamètre moyen de chaque cavité cylindrique est de 280 µm.

#### Deuxième temps : le mécanisme d'allumage par étalement

Pour comprendre ce second mécanisme d'allumage, nous portons notre attention sur l'intervalle de courants compris entre 2 mA et 5,7 mA de la courbe V-I précédente. La première valeur correspond au courant minimum d'auto-entretien de la première micro-décharge et la deuxième à une valeur de courant pour laquelle deux nouvelles cavités se sont allumées à des tensions inférieures au potentiel de claquage, comme l'indique le premier histogramme de la figure **5.6.** D'après la figure **5.5.b.**, sur cet intervalle de courants, la tension augmente de 2 V (de 206 V à 208 V). Il s'agît donc d'un régime luminescent anormal de faible amplitude.

En augmentant le courant, la première micro-décharge ("A") s'étale sur la surface cathodique extérieure, comme le montre l'image (a) de la figure **5.8.** La forme de l'étalement n'est pas parfaitement circulaire à cause de l'état de surface. Pour cette raison, il se dirige préférentiellement vers la cavité "D" plutôt que la cavité "B". Puis, alors que le courant augmente, l'aire de l'étalement croît jusqu'à atteindre le contour circulaire de la cavité "D". Les électrons rapides de l'étalement ont suffisamment d'énergie pour pénétrer dans l'espace cathodique interne de cette cavité. Une fois introduits, ils se dirigent vers l'anode sous l'action du champ électrique axial et ionisent le gaz par des réactions d'impact électronique. Ces électrons ne peuvent pas rétro-diffuser à cause du champ électrique dirigé de la cathode vers l'anode. Comme l'indique le motif hexagonal des cavités de la figure **5.6.**, les deux cavités qui se sont allumées ("B" et "D") sont les plus proches de celle à s'être allumée en premier (cavité "A"). Cet allumage s'effectue de proche en proche, à mesure que la rampe d'alimentation fournit des courants croissants. A 12,8 mA, le deuxième histogramme de la figure **5.6.** indique que les sept cavités sont allumées.

En résumé, dès qu'une première micro-décharge apparaît, le mécanisme d'allumage par étalement se substitue au mécanisme d'allumage par claquage. C'est la raison pour laquelle, atteindre le potentiel de claquage ne devient plus une condition *sine qua non* à l'allumage de ces cavités.

#### Répartition du courant entre les cavités

La répartition du courant entre les cavités peut être étudiée à partir des histogrammes de la figure **5.6.** Les cinq premiers histogrammes ont été obtenus pour une rampe d'alimentation fournissant des courants linéairement croissants et les cinq derniers pour une rampe fournissant des courants linéairement décroissants. D'un point de vue purement analytique, la répartition du courant entre les cavités obéit à un mécanisme qui associe deux aspects :

GREMI /

- Un aspect aléatoire. Pour une valeur fixée du courant, sa distribution dans les cavités varie en fonction du temps sans pouvoir être contrôlée. Plusieurs raisons peuvent expliquer ces instabilités : les cavités possèdent des diamètres qui ne sont pas rigoureusement identiques, il n'y a pas de loi d'échelle p×D<sub>L</sub> sur la surface cathodique extérieure.

- Un aspect déterministe. Plus le courant augmente et plus les écarts de répartition entre les cavités sont réduits. Il est possible de quantifier ces écarts à l'aide d'un indicateur statistique : la variance adimensionnelle, donnée par la relation :

$$\mathsf{Var}_{\mathsf{AD}} = \frac{\sum_{k=1}^{7} \delta_k (\mathbf{x}_k - 1)^2}{\sum_{k=1}^{7} \delta_k}$$

où  $(I_d)_k$  est le courant dans la *k-ième* cavité,  $I_d = \sum_{k=1}^7 (I_d)_k$  est le courant total,  $x_k = \frac{(I_d)_k}{I_d}$  est le courant

dans la cavité *k* normalisée par rapport au courant total et  $\delta_k$  est fixé à 1 pour que les deux opérateurs Somme de la relation prennent en compte toutes les cavités, qu'elles soient allumées ou éteintes. Dans notre situation, la variance adimensionnelle peut donc s'exprimer sous la forme simplifiée suivante :

$$Var_{AD} = \frac{1}{7} \sum_{k=1}^{7} (x_k - 1)^2$$
. En l'appliquant à chaque histogramme de la figure **5.6.**, nous obtenons une

quantification des écarts de répartition entre les courants des cavités, exprimée dans la figure **5.7.** pour les deux rampes d'alimentation en courant, linéairement croissante puis décroissante. Plus les courants sont élevés plus les écarts se réduisent. La distribution de courant peut être estimée comme homogène pour des valeurs supérieures à 16 mA, indépendamment du sens de la rampe.



Figure 5.7 – Variance adimensionnelle de l'échantillon au motif hexagonal de sept cavités, dans l'hélium à 500 Torr.



Figure 5.8 – Images obtenues par caméra ICCD de l'allumage en parallèle de l'échantillon au motif hexagonal de sept cavités (D<sub>CAV</sub>= 280 µm), dans l'hélium à 500 Torr.



## 5.2.3. Surface cathodique extérieure non limitée

Dans des conditions rigoureusement identiques à celles de l'expérience que nous venons de réaliser, nous utilisons le même échantillon dont nous retirons la couche limitante. Le fonctionnement des cavités en parallèle diffère du cas que nous venons d'analyser sur deux points :

- D'une part, il est impossible d'allumer toutes les cavités même pour des courants élevés.
  Par exemple, sur la figure 5.9. l'histogramme à 36,6 mA indique l'allumage de quatre cavités sur sept alors que pour une même valeur de courant et pour une limitation spatiale de la cathode, toutes les cavités sont allumées.
- D'autre part, sur les quatre cavités allumées, les écarts de courants d'une cavité à l'autre sont bien plus importants à ceux mesuré dans le cas où la cathode est limitée. La variance adimensionnelle exprimée en fonction du courant permet de quantifier ces écarts. La figure 5.10. indique qu'au-delà de 16 mA, l'indicateur statistique est au minimum de 0,05 sans limitation de surface contre 0,004 en limitant la surface cathodique extérieure.



Figure 5.9 – Courbe IV des micro-décharges générées à partir de l'échantillon au motif hexagonal de sept cavités (D<sub>CAV</sub>=280µm), dans l'hélium à 500 Torr, sans limitation de la surface cathodique extérieure. Les histogrammes de la rangée inférieure correspondent à la rampe des courants linéairement croissants et ceux de la rangée supérieure à celle des courants linéairement décroissants.



Figure 5.10 – Variance adimensionnelle exprimée en fonction du courant alimentant les micro-décharges de l'échantillon à motif hexagonal, de surface cathodique extérieure non limitée.

GREMI /

# 5.3. Processus d'allumage en parallèle – Cas d'une ouverture à compartiments

## 5.3.1. Conditions expérimentales

A présent, nous nous intéressons à l'allumage de plusieurs cavités appartenant à un même échantillon, mais dont la couche limitante, contrairement au cas précédent, possède une ouverture à compartiments, c'est-à-dire que chaque cavité possède sa propre surface d'expansion et est isolée des autres par une paroi diélectrique. Dans cette nouvelle configuration, nous souhaitons vérifier si le mécanisme d'allumage précédemment décrit s'applique encore. Pour le vérifier, nous considérons un échantillon à quatre cavités, dont la surface cathodique extérieure est recouverte d'une couche limitante à quatre compartiments. Les dimensions caractéristiques de cet échantillon sont détaillées dans la figure **5.2.** Cet échantillon est placé dans l'hélium à une pression de 150 Torr et est alimenté par un signal d'alimentation triangulaire qui sur chaque période fournit un courant linéairement croissant puis linéairement décroissant.

La figure **5.11.a.** représente quatre courbes V-I relatives aux quatre premières périodes du signal d'alimentation. Comme ces courbes se chevauchent, il est plus simple de les visualiser à partir de la figure **5.11.b.** qui est un agrandissement local du graphique précédent et dans laquelle chaque courbe V-I est lissée par moyenne mobile. Pour notre analyse, nous nous concentrons sur une seule courbe, par exemple celle correspondant à la deuxième période du signal d'alimentation en courant (courbe rouge). Sur l'intervalle de courant compris entre la valeur minimale d'auto-entretien de la micro-décharge (soit 4 mA) et la valeur maximale imposée par la rampe linéairement croissante (soit 23,5 mA), la tension augmente de 265 V à 345 V : la micro-décharge fonctionne en régime luminescent anormal.

Dans la figure **5.12.** nous traçons la tension de la deuxième courbe V-I en fonction du temps. Une image est prise à chaque instant t, le temps entre deux instants étant de 0,3 seconde. Cette figure montre que, contrairement à une limitation par ouverture collective, la limitation par ouverture à quatre compartiments est associée à l'existence de cinq montées en tension que nous allons étudier au cas par cas.

GREMI /



Figure 5.11 – Courbes V-I de l'échantillon à 4 cavités, fonctionnant dans l'hélium à 150 Torr. (a) Données brutes (b) Données traitées par moyenne mobile. Le diamètre moyen d'une cavité cylindrique est de 290 µm.



Figure 5.12 – Tension de décharge en fonction du temps, sur la deuxième période du signal d'alimentation. L'unité de temps est de 0,3 seconde. Le diamètre moyen d'une cavité cylindrique est de 290 µm.

GREMI /

Rampe de c	ourants linéai	irement c	roissants	Rampe de courants linéairement décroissants		
to	t <sub>1</sub>		t2	t14	t15	t <sub>16</sub>
t3 •		t₄	•	t <sub>17</sub>	t <sub>18</sub>	t <sub>19</sub>
t5 •	t <sub>6</sub>	•	t7 •	t <sub>20</sub>	t <sub>21</sub>	t <sub>22</sub>
t8	ts		t <sub>10</sub>	t <sub>23</sub>	t <sub>24</sub>	t <sub>25</sub>
t11	t12		t13	t26	t <sub>27</sub>	t28

Figure 5.13 – Images obtenues par caméra ICCD de l'échantillon à quatre cavités (D<sub>CAV</sub>=290 µm), observé côté anode, fonctionnant dans l'hélium à 150 Torr. Sa couche limitante possède une ouverture à quatre compartiments.

## 5.3.2. <u>Analyse de la première montée de la deuxième courbe V-I : allumage de la première cavité</u>

La première cavité s'allume à 450 V (potentiel de claquage), suivant le mécanisme d'allumage par claquage. Les observations par caméra ICCD de la figure **5.13.** confirment son allumage dans la cavité située en bas à droite, à l'instant t<sub>3</sub>. Juste après cet allumage, tant que la tension augmente aucune autre cavité ne s'allume.

2009

GREMI

## 5.3.3. <u>Analyse de la deuxième montée de la deuxième courbe V-I : allumage de la</u> <u>deuxième cavité</u>

La deuxième montée traduit le fonctionnement en régime luminescent anormal de la première micro-décharge : sa tension augmente linéairement en fonction du courant. Elle passe de 265 V (tension minimale d'auto-entretien) à 340 V (tension nécessaire à l'allumage de la deuxième microdécharge). Tant que la deuxième cavité n'est pas allumée, la configuration étudiée est similaire à celle décrite au chapitre 4.

La tension de 340 V étant largement inférieure au potentiel de claquage montre que le mécanisme mis en jeu est celui de l'allumage par étalement. Le type d'ouverture (collective ou par compartiments) ne conditionne par un nouveau mécanisme d'allumage : il s'agît du même mais qui se manifeste différemment. La figure **5.13.** montre l'allumage de la deuxième cavité (en haut à droite), à l'instant  $t_5$  et la figure **5.12.** indique que cet allumage provoque une chute en tension de 40 V, en d'autres termes une diminution de la température électronique et de la densité électronique de l'étalement de la première micro-décharge.

### 5.3.4. Analyse des autres montées puis de la descente (deuxième courbe V-I)

Les troisième et quatrième cavités s'allument également l'une après l'autre suivant le mécanisme d'allumage par étalement, respectivement lors des deuxième et troisième montées. Sur la figure **5.13.**, la troisième cavité s'allume à l'instant t<sub>8</sub> et la quatrième à l'instant t<sub>11</sub>. Lors de la cinquième montée, les quatre cavités étant déjà allumées, il ne peut pas exister de sixième montée : la cinquième montée est vouée à augmenter tant que le courant d'alimentation le permet, jusqu'à une valeur maximale. Puis, pour la rampe de courant linéairement décroissante, la courbe de la figure **5.12**. montre une baisse de tension continue, linéaire et sans à-coups. Les images de la figure **5.13**. montrent que les cavités ne s'éteignent pas les unes après les autres : les étalements restent confinés dans leurs compartiments respectifs puis diminuent progressivement jusqu'à disparaître. A l'instant t<sub>24</sub> il ne reste plus qu'une seule cavité allumée, celle située en bas à droite ; c'est cette même cavité qui s'est allumée la première lors du mécanisme d'allumage par claquage.



# 5.4. Influence de la pression et de l'état de surface sur le mécanisme d'allumage par étalement

Nous considérons un échantillon à 7 cavités formant un motif linéaire. Le diamètre de chaque cavité est de 220 µm et la distance séparant deux cavités de centre à centre vaut 260 µm. La surface cathodique extérieure est recouverte par une couche diélectrique (en Kapton) dont l'ouverture collective présente une aire rectangulaire de 600×2700 µm<sup>2</sup>, que nous avons photographié sur la figure **5.14.** Quand l'échantillon est alimenté par une rampe de courants linéairement croissants puis décroissants, cette limitation spatiale engendre l'apparition d'un phénomène d'hystérésis comme nous pouvons le voir sur la figure **5.15.** pour une pression de 750 Torr.



Figure 5.14 – Photographie de l'échantillon au motif linéaire de sept cavités (D<sub>CAV</sub>=220 µm).



Figure 5.15 – Courbe V-I de l'échantillon au motif linéaire de sept cavités, dans l'hélium à 750 Torr (S<sub>L</sub>=600×2700 µm<sup>2</sup>). Les cavités cylindriques ont un diamètre moyen de 220 µm.

Afin de vérifier si la pression exerce une influence sur le mécanisme d'allumage par étalement, nous testons notre échantillon à 250 Torr, 500 Torr, 750 Torr et 1000 Torr en considérant à chaque fois deux cas : sans limitation et avec limitation de la surface cathodique extérieure. Les images obtenues

197

par caméra ICCD sont regroupées dans la figure **5.16.** ; les nombres situés en bas de chaque image correspondent au courant alimentant l'échantillon.

Dans le cas où la surface cathodique extérieure n'est pas limitée, indépendamment des valeurs de pression et de courant, les sept cavités ne sont jamais allumées simultanément. Tout au plus trois cavités s'allument à 500 Torr pour un courant de 23,8 mA. Dans le cas où la cathode est recouverte par sa couche limitante, les sept cavités sont allumées pour des courants élevés, de l'ordre d'une vingtaine de mA, et ce pour n'importe quelle pression étudiée. La pression n'a donc pas de réelle influence sur le mécanisme d'allumage par étalement, tant que l'on travaille sur un intervalle compris entre 250 Torr et 1000 Torr. La dernière remarque que nous pouvons formuler concernant la pression de 1000 Torr est que l'émission visible dans les cavités comme sur la surface cathodique extérieure, est moins intense que pour les autres pressions.



Figure 5.16 – Images obtenues par caméra ICCD de la micro-décharge à sept cavités (D<sub>CAV</sub>=220 μm) pour différentes pressions (250 Torr, 500 Torr, 750 Torr et 1000 Torr) en considérant d'une part un allumage sans limitation spatiale et d'autre part avec limitation spatiale (S<sub>L</sub>=600×2700 μm<sup>2</sup>). Rampe de courant linéairement croissante.



Ces images sont également intéressantes pour bien comprendre le rôle fondamental que joue l'état de surface sur le mécanisme d'allumage par étalement. Par exemple, l'image correspondant à une pression de 500 Torr, sans limitation spatiale pour un courant de 23,8 mA, montre l'allumage de trois cavités qui ne sont pas adjacentes, alors que le mécanisme d'allumage par étalement se fait de proche en proche. L'explication vient du fait que ce mécanisme suppose un bon état de surface, ce qui n'est pas le cas de notre échantillon comme le montre la photo **5.17.**, la surface cathodique extérieure est observée au microscope optique après son fonctionnement. Par ailleurs, cet état de surface explique les petits sauts en tension mesurés sur la courbe V-l de la figure **5.15.** Ces sauts ont une amplitude de 5 V et apparaissent pour les courants suivants : 9 mA, 13 mA et 19 mA. Même si l'ouverture n'est pas à compartiments, chacun de ces sauts indique que l'étalement de plasma, juste avant d'allumer une nouvelle cavité, rencontre un obstacle. En observant attentivement la figure **5.17.**, il est effectivement possible de voir autour de la plupart des cavités, un anneau sombre. Cet anneau est un dépôt résistif qui se forme au fur et à mesure que l'étalement, en s'étendant sur la surface cathodique extérieure, la pulvérise. Cette pulvérisation est superficielle et a pour effet de la nettoyer (zones localement oxydées).



Figure 5.17 – Photo de la surface cathodique extérieure de l'échantillon à 7 cavités alignées. Observation par microscope optique après avoir testé l'échantillon et lui avoir retiré sa couche limitante.

## 5.5. Allumage d'une matrice de micro-cathodes creuses fermées

Dans ce travail de thèse, nous nous sommes intéressés à l'étude des micro-cathodes creuses ouvertes. A titre indicatif, nous souhaitons juste montrer notre intérêt pour une nouvelle géométrie d'échantillon : les micro-cathodes creuses fermées, dont nous avons mentionné le récent procédé de fabrication dans la section **2.1.2.** Grâce à ce procédé, nous sommes en mesure de fabriquer des matrices comportant 10×10 cavités. Les deux photos de la figure **5.18.** ont été prises dans le cas où un tel échantillon fonctionne dans l'hélium à 1000 Torr. Sur la photo **5.18.a.**, toutes les cavités ne sont pas



allumées car nous polarisons en cathode, la face "électrode" de l'échantillon qui possède les ouvertures des cavités. De ce fait, la surface cathodique extérieure n'est pas spatialement limitée et nous ne pouvons donc pas contrôler l'allumage des cent cavités. Nous voyons d'ailleurs clairement l'étalement du plasma sur la surface cathodique. A l'inverse, sur la photo **5.18.b.**, toutes les cavités sont allumées car nous polarisons en cathode l'électrode de l'échantillon qui ferme les cavités. Dans ce cas, la limitation spatiale de la cathode est imposée par la géométrie de l'échantillon.



Figure 5.18 – Matrice de 10×10 micro-cavités creuses fermées fonctionnant dans l'hélium à 1000 Torr. L'électrode fermant les cavités est polarisée (a) en anode et (b) en cathode.

Ce chapitre nous permet de conclure sur la possibilité d'allumer plusieurs micro-cavités creuses ouvertes en parallèle, à condition de limiter spatialement la surface cathodique extérieure. Cette limitation spatiale peut être collective à plusieurs cavités, ou individuelle à chaque cavité. Dans un cas comme dans l'autre, nous mettons en évidence les mêmes processus d'allumage : la première micro-décharge se forme suivant le mécanisme d'allumage par claquage et les autres suivant le mécanisme d'allumage par étalement. Dans le cas d'une matrice de micro-cavités creuses fermées, l'allumage en parallèle est optimisé si on polarise en tant que cathode, l'électrode fermant les cavités de l'échantillon.



## **Conclusion générale & Perspectives**

Les travaux présentés dans cette thèse ont permis d'expliquer plusieurs mécanismes physiques, spécifiques aux régimes de fonctionnement des micro-décharges, générées en courant continu dans des micro-cavités creuses ouvertes.

Le régime auto-impulsionnel a été à la fois étudié pour une faible valeur de courant fixé et pour une rampe d'alimentation linéairement croissante. Dans ce cas précis, la transition sombreluminescente a montré l'existence d'un unique pic de courant, présentant les mêmes caractéristiques que celles obtenues lors du régime auto-impulsionnel. Dans ce régime, nous avons pu vérifier la stabilité fréquentielle de ces pics en fonction du courant de charge.

Le régime luminescent normal a été étudié par caractérisation électrique, par imagerie et par spectrométrie d'émission optique. L'étude des courbes I-V a apporté des informations intéressantes ; d'une part nous avons mesuré une densité de courant (et donc une densité électronique) d'autant plus grande que le diamètre de la cavité était réduit ; d'autre part ces courbes I-V complétées par les moyens d'imagerie par caméra ICCD ont permis d'évaluer l'étalement de la micro-décharge sur la surface cathodique extérieure. Nous avons mesuré un étalement d'autant plus grand que la pression diminuait. Cette baisse de pression entraînait une diminution de la densité de courant et de la tension, conformément à la loi d'échelle de Child-Langmuir collisionnelle. Par ailleurs, le régime luminescent normal a été caractérisé par plusieurs paramètres physiques. Tout d'abord, l'analyse de la structure rovibrationnelle des bandes 0.2 et 1.3 du second système positif de l'azote (présent à l'état de traces), nous a permis de déterminer la température du gaz de la micro-décharge. Typiquement, nous avons mesuré à pression atmosphérique des valeurs comprises entre 440 K (à 2 mA) et 800 K (à 15 mA). Nous avons aussi déterminé la densité électronique de la micro-décharge par élargissement Stark de la raie H<sub>B</sub>. A pression atmosphérique, cette densité électronique varie entre 5,5.10<sup>14</sup> cm<sup>-3</sup> (à 2 mA) et



9.10<sup>14</sup> cm<sup>-3</sup> (à 15 mA). Malgré le caractère non-maxwellien de la FDEE, nous n'avons pas pu mettre en évidence l'effet de cathode creuse ; cet effet étant – il faut le rappeler – plutôt constaté dans les macrocathodes creuses possédant des épaisseurs de cathode supérieures à 1 mm.

Dans les publications relatives au fonctionnement des micro-cathodes creuses ouvertes, le seul régime de fonctionnement étudié jusqu'alors était le régime luminescent normal. En limitant spatialement la surface cathodique extérieure de l'échantillon par une couche diélectrique, nous avons mis en évidence la possibilité de faire fonctionner la micro-décharge dans un autre régime de fonctionnement : le régime luminescent anormal. Non seulement ce régime est stable mais de plus, il ne modifie pas la géométrie de micro-cathode creuse ouverte puisqu'il est toujours possible d'étirer la micro-décharge du côté cathode comme du côté anode. Ce régime de fonctionnement est caractérisé par une courbe I-V de pente positive. Par l'expérience et par la simulation, nous avons démontré qu'en réduisant le diamètre de l'ouverture, on augmentait davantage la valeur de la pente, permettant ainsi d'accéder à des valeurs de tension très élevées pour de faibles valeurs de courant. Le diamètre d'ouverture est donc le paramètre contrôlant l'amplitude du régime luminescent anormal. A partir de ces résultats expérimentaux et de simulation, nous avons proposé des éléments de théorie unissant les paramètres clefs de son fonctionnement, paramètres que l'on retrouve dans l'équation établie :

$$V_{s} = \sqrt{\frac{I_{d}.s^{3}}{\left(4.\epsilon_{0}.\mu_{i}.A_{\text{étal}}\right)\left(1+\gamma_{se}\right)}} \; . \label{eq:Vs}$$

Par ailleurs, cette réduction du diamètre d'ouverture n'est pas sans conséquence sur les paramètres physiques de la micro-décharge. Les mesures par spectrométrie d'émission optique nous ont permis de détecter une augmentation de la température du gaz, en moyenne de 20 K (indépendamment de la pression). Cette augmentation en température n'est pas localisée au centre de la cavité mais dans la gaine cathodique. Selon qu'on considère la gaine cathodique à l'intérieur de la cavité ou sur la surface cathodique extérieure, ses paramètres physiques n'évoluent pas de la même manière. Ainsi, en réduisant le diamètre de l'ouverture : (i) la gaine dans la cavité voit son épaisseur augmenter alors que ses densités d'espèces chargées restent constantes ; (ii) la gaine sur la surface cathodique extérieure est caractérisée par une épaisseur quasiment inchangée mais des densités d'espèces chargées chargées chargées restent inchangée mais des densités d'espèces chargées chargées qui augmentent.

Si le diamètre d'ouverture de la couche limitante a une influence sur les propriétés physiques de la micro-décharge, l'épaisseur ( $t_L$ ) de cette couche n'est pas en reste. Nous avons expliqué d'après



la relation de Maxwell-Gauss qu'augmenter l'épaisseur de la couche limitante (de 60 µm à 1 mm) tout en conservant une même aire d'ouverture, entraînait une intensification du champ électrique. La courbe I-V résultante présentait un régime luminescent anormal caractérisé par des tensions globalement plus élevées (20 V). Par ailleurs, la température du gaz diminue : pour un courant de 11 mA, à 100 Torr dans l'hélium, la simulation indique qu'elle passe de 630 K (t<sub>L</sub>=60µm) à 440K (t<sub>L</sub>=1mm). Cela s'explique par l'étalement de la micro-décharge qui, en étant davantage au contact de l'électrode en nickel, transfère sa chaleur plus facilement vers le milieu extérieur en raison de la bonne conductivité thermique du nickel. L'épaississement de la couche limitante entraîne également une augmentation des densités des espèces chargées dans la cavité. Expérimentalement, nous avons pu mettre en évidence l'existence d'un phénomène d'hystérésis attribué au temps de relaxation de la chaleur transférée par l'échantillon. Ce phénomène dépend de plusieurs paramètres : le temps, la pression, la conductivité thermique du gaz et la taille globale de l'échantillon.

Dans le dernier chapitre, nous avons montré la possibilité d'allumer plusieurs micro-cavités creuses ouvertes en parallèle, à condition de limiter spatialement la surface cathodique extérieure par une couche limitante diélectrique. Nous avons étudié deux types de couches limitantes qui se distinguent par leur type d'ouverture : l'ouverture collective et l'ouverture à compartiments. Dans un cas comme dans l'autre, nos caractérisations électriques et nos observations par caméra ICCD ont permis de mettre en évidence le même processus d'allumage : les cavités s'allument les unes après les autres, de proche en proche, suivant un ordre qui dépend essentiellement de l'état de la surface cathodique extérieure (zones d'oxydation locales, rugosité, effets de pointe). La première micro-décharge se forme suivant le mécanisme d'allumage par claquage et les autres suivant le mécanisme d'allumage par étalement. Dans ces conditions, l'allumage en parallèle est optimisé pour des valeurs de courants élevées (supérieures à 20 mA) ; la qualité de l'allumage en parallèle pouvant être évaluée à l'aide de la variance adimensionnelle appliquée aux courants dans les différentes cavités.

Ce travail de thèse a donc permis de mettre à jour plusieurs mécanismes physiques, spécifiques au fonctionnement des micro-décharges. Ces mécanismes permettront de mieux comprendre les propriétés physiques des matrices de micro-plasmas. En effet, parallèlement à ce travail de thèse, nous avons cherché à optimiser la fabrication des micro-cathodes creuses par des procédés de gravure cryogénique dans le silicium. Depuis quelques mois, nous sommes en mesure de créer des matrices de micro-cavités creuses fermées, de motif 10×10, avec des diamètres de l'ordre de 50 µm. Ces résultats prometteurs laissent entrevoir la possibilité de fabriquer des cavités microniques et ouvrent la voie à de nouveaux défis technologiques et scientifiques. On peut en effet s'interroger sur



interagiront ou encore sur la puissance maximale qui pourra être injectée dans ces cavités.

## Bibliographie

- {Aco-01} B. W. Acon, C. Stehlé, H. Zhang, A. Montaser, Stark-broadened hydrogen line profiles predicted by the model microfield method for calculating electron number densities, Spectrochimica Acta Part B, 2001, 56, 527-539.
- {All-03} P. von Allmen, S. T. McCain, N. P. Ostrom, B. A. Vojak, J. G. Eden, F. Zenhausern, C. Jensen, M. Oliver, Ceramic microdischarge arrays with individually ballasted pixels, Applied Physics Letters, 2003, 82, 2562-2564.
- {All\*-03} P. von Allmen, D. J. Sadler, C. Jensen, N. P. Ostrom, S. T. McCain, B. A. Vojak and J. G. Eden, Linear, segmented microdischarge array with an active length of 1 cm: cw and pulsed operation in the rare gases and evidence of gain on the 460.30 nm transition of Xe+, Applied Physics Letters, 2003, 82, 4447-4449.
- {Ars-97} R. R. Arslanbekov and R. C. Tobin, A. A. Kudryavtsev, Self-consistent model of high current density segmented hollow cathode discharges, J. Appl. Phys., 1997, 81, 554-568.
- {Ars-98} R. R. Arslanbekov, A. A. Kudryavstev, R. C. Tobin, on the hollow cathode effect: conventional and modified geometry, Plasma Sources Science Technology, 1998, 7, 310-322.
- {Aub-07} X. Aubert, G. Bauville, J. Guillon, B. Lacour, V. Puech, A. Rousseau, Analysis of the selfpulsing operating mode of a micro-discharge, Plasma Sources Sci. Technol., 2007, 16, 23-32.
- {Bec-05} K. Becker, A. Koutsospyros, S. –M. Yin, C. Christodoulatos, N. Abramzon, J. C. Joaquin, G. Brelles-Marino, Environmental and biological applications of microplasmas, Plasma Physics and Controlled Fusion, 2005, 47, 513-523
- {Bec-06} K. H. Becker, High pressure microplasmas, a new world of low temperature plasmas, Third International Workshop on Microplasmas (IWM), Greifswald, Germany, 2006.
- {Bec-06} K. H. Becker, K. H. Schoenbach and J. G. Eden, Microplasmas and applications (topical review), J. Phys. D: Appl. Phys., 2006, **39**, 55-70.
- {Bib-05} L.-D. Biborosch, I. Petzenhauser, Byung-Joon Lee, K. Frank, K. H. Schoenbach, Excimer emission of open and closed microhollow cathode discharges in Xe, Rom. Journ. Phys., 2005, 50, 711-722.
- {Boe-95} J.P. Boeuf, L.C. Pitchford, Two-dimensional model of a capacitively coupled rf discharges and comparisons with experiments in the Gaseous Electronics Conference reference reactor, Phys Rev, 1995, E 51, 1376
- {Boe-05} J. P. Boeuf, L. C. Pitchford, K. H. Schoenbach, Predicted properties of micro-hollow cathode discharges in xenon, Appl. Phys. Lett., 2005, 86, 0715011-0715013.
- {Che-02} J. Chen, S.-J. Park, J. G. Eden, C. Liu, Development and characterization of micromachined hollow cathode plasma display devices, Journal of microelectromechanical systems, 2002, 11, 536-543.
- {Del-94} J.L. Delcroix, A. Bers, Physique des plasmas, Savoirs Actuels, InterEditions & CNRS

GREMI

Editions, 1994.

- {Don-05} L. Dong, J. Ran, Z. Mao, direct measurement of electron density in microdischarge at atmospheric pressure by Stark broadening, Appl. Phys. Lett., 2005, 86, 1615011-1615013.
- {Duf-08} T. Dufour, R. Dussart, P. Lefaucheux, P. Ranson, L. J. Overzet, M. Mandra, J.-B. Lee and M. Goeckner, Effect of limiting the cathode surface on direct current microhollow cathode discharge in helium, Applied Physics Letters, 2008, 93, 0715081-0715083.
- {Dul-09} C. Duluard, Etude de nouvelles voies de passivation non polymérisante pour la gravure profonde du silicium, Université d'Orléans, France, 2009.
- {Ede-03} J. G. Eden, S.-J. Park, N. P. Ostrom, S. T. McCain, C. J. Wagner, B. A. Vojak, J. Chen, C. Liu, P. von Allmen, F. Zenhausern, D. J. Sadler, C. Jensen, D. L. Wilcox, J. J. Ewing, Microplasma devices fabricated in silicon, ceramic, and metal/polymer structures: arrays, emitters and photodetectors, J. Phys. D: Appl. Phys., 2003, 36, 2869-2877
- {Ede-06} J.G. Eden, S-J. Park and K-S Kim, Arrays of nonequilibrium plasmas confined to microcavities: an emerging frontier in plasma science and its applications, Plasma Sources Sci. Technol., 2006, 15, 67-73.
- {Eic-93} H. Eichhorn, K. H. Schoenbach, T. Tessnow, Paschen's law for a hollow cathode discharge, Appl. Phys. Lett., 1993, 63, 2481-2483.
- {Esl-05} E. Eslami, Etude des mécanismes de formation de la zone d'ionisation secondaire en postdécharge d'un plasma micro-ondes d'azote, Université Joseph Fourier, Grenoble, France, 2005.
- {Far-39} Faraday, Experimental Researches in Electricity, Vol. I., Taylor and Francis, 1839.
- {Fri-05} D. Staack, B. Farouk, A. Gutsol, A. Fridman, Characterization of a dc atmospheric pressure normal glow discharge, Plasma Sources Sci. Technol., 2005, 14, 700-711.
- {Hag-05} G. J. M. Hagelaar, L. C. Pitchford, Solving the Boltzman equation to obtain electron transport coefficients and rate coefficients for fluid models.
- {Hsu-03} D. D. Hsu, D. B. Graves, Micro-hollow cathode discharge stability with flow and reaction, J. Phys. D: Appl. Phys., 2003, 36, 2898-2907.
- {Hsu-05} D. D. Hsu, D. B. Graves, Microhollow Cathode Discharge Reactor Chemistry, Plasma Chemistry and Plasma Processing, 2005, 25, 1-17.
- {Ide-06} T. Ideno, T. Ichiki, Maskless etching of microstructures using a scanning microplasma etcher, Thin Solid Films, 2006, **506-507**, 235-238.
- {lwm-07} The 4th International Workshop on Microplasmas, Tainan, Taiwan, China.
- {Kie-04} I. E. Kieft, N. A. Dvinskikh, J. L. V. Broers, D. W. Slaaf, E. Stoffel, Effect of plasma needle on cultured cells, Proceedings of SPIE, 2004, 5483, 247.
- {Kit-07} K. Kitano, S. Hamaguchi, Low-temperature non-thermal micro plasma jets for chemical reactions in liquids, 18th International Symposium on Plasma Chemistry (ISPC), Kyoto University, Japan, 2007.
- {Kog-90} U. Kogelschatz, Silent discharges for the generation of ultraviolet and vacuum ultraviolet excimer radiation, Pure & Appl. Chem., 1990, 62, 1667-1674.
- {Kog-07} U. Kogelschatz, Applications of microplasmas and microreactor technology, Contrib. Plasma Phys., 2007, 47, 80-88.
- {Kol-95} V. I. Kolobov, L. D. Tsendin, Analytical model of the hollow cathode effect, Plasma Sources Science Technology, 1995, 4, 551-560.
- {Kur-01} P. Kurunczi, J. Lopez, H. Shah, K. Becker, Excimer formation in high-pressure microhollow cathode discharge plasmas in helium initiated by low-energy electron collisions, International Journal of Mass Spectrometry, **2001**, 205, 277-283.
- {Kus-04} M. J. Kushner, modeling of microdischarge devices: pyramidal structures, Journal of Applied Physics, 2004, 95, 846-859.
- {Kus-05} M. J. Kushner, Modelling of microdischarge devices: plasma and gas dynamics, J. Phys. D: Appl. Phys., 2005, 38, 1633-1643.

GREMI

- {Lan-26} I. Langmuir, Proc. Natl. Acad. Sci., 14, 1926.
- {Lar-99} M. Laroussi, Proceedings of the IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS), Monterey, CA, p. 203, 1999.
- {Lar-04} M. Laroussi, Low Temperature Plasma-Based Sterilization: Overview and State-of-the-Art, Plasma processes and polymers, 2004, **2**, 391-400.
- {Lau-03} C.O. Laux, T. G. Spence, C. H. Kruger, R. N. Zare, Optical diagnostics of atmospheric pressure air plasmas, Plasma Sources Science Technology, 2003, 12, 125-138.
- {Lee-07} B.-J. Lee, Investigation of high pressure microdischarges as sources of intense vacuum ultraviolet radiation, Friedrich–Alexander–Universität Erlangen, Nürenberg, 2007.
- {Lie-05} M. A. Lieberman, A. J. Lichtenberg, Principles of plasma discharges and materials processing, Wiley, 2005.
- {Luq-03} J. M. Luque, M. D. Calzada, M. Saez, experimental research into the influence of ion dynamics when measuring the electron density from the Stark broadening of the  $H_{\alpha}$  and  $H_{\beta}$  lines, J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys., 2003, **36**, 1573-1584.
- {Med-08} R. Diez Medina, Alimentation de puissance d'une lampe exciplexe à décharge à barrière diélectrique, en vue du contrôle du rayonnement, Université de Toulouse, 2008.
- {Mel-06} X. Mellhaoui, Mécanismes physico-chimiques dans le procédé de gravure plasma du Silicium, Université d'Orléans, France, 2006
- {Mor-00} S. Moreau, M. Moisan, M. Tabrizian, J. Barbeau, J. Pelletier, A. Ricard, and L.H. Yahiaa, Using the flowing afterglow of a plasma to inactivate Bacillus subtilis spores: influence of the operating conditions, Journal of Applied Physics, 2000, 88, 1166-1174.
- {Ost-05} N. P. Ostrom, J. G. Eden, Microcavity plasma photodetectors: Photosensitivity, dynamic range, and the plasma-semiconductor interface, Applied Physics Letters, 2005, 87, 141101/1-141101/3.
- {Pal-08} D. Palanker, A. Vankov, P. Jayaraman, On mechanisms of interaction in electrosurgery, New Journal of Physics, 2008, 10.
- {Par-01} S.-J. Park, J. Chen, C. Liu and J. G. Eden, Silicon microdischarge devices having inverted pyramidal cathodes: fabrication and performance of arrays, Applied Physics Letters, 2001, 78, 419-421.
- {Par\*-01} S.-J. Park, J. Chen, C. Liu and J.G. Eden, Arrays of microdischarge devices having 50-100µpm square pyramidal Si anodes and screen cathodes, Electronics Letters, 2001, 37, 171-172.
- {Par-02} S.-J. Park and J. G. Eden, 13–30 micron diameter microdischarge devices: Atomic ion and molecular emission at above atmospheric pressures, Applied Physics Letters, 2002, 81, 4127-4129.
- {Par\*-02} S.-J. Park, J. Chen, C. J. Wagner, N. P. Ostrom, C. Liu, J. G. Eden, Microdischarge arrays: a new family of photonic devices (revised\*), Journal on Selected Topics on Quantum Electronics, 2002, 8, 387-394.
- {Par-04} S.-J. Park, J. G. Eden, J. Chen, C. Liu, Microdischarge devices with 10 or 30 mm square silicon cathode cavities: pd scaling and production of the XeO excimer, Applied Physics Letters, 2004, 85, 4869-4871.
- {Par-05} S.-J. Park and J. G. Eden, Stable microplasmas in air generated with a silicon inverted pyramid plasma cathode, Transactions on plasma science, 2005, **33**, 570-571.
- {Pen-02} M. C. Penache, Study of high-pressure glow discharges generated by micro-structured electrode (MSE) arrays, Johann Wolfgang Goethe Universität, 2002.
- {Pet-02} G. M. Petrov, D. Zhechev, Electron energy distribution function and electron characteristics of conventional and micro hollow cathode discharges, Physics of plasma, 2002, 9, 1815-1819
- {Qiu-04} H. Qiu, K. Martus, W.Y. Lee, K. Becker, Hydrogen generation in a microhollow cathode discharge in high-pressure ammonia–argon gas mixtures, International Journal of Mass Spectrometry, 2004, 233, 19-24.

GREMI

- {Ran-87} P. Ranson. Diagnostics en volume par spectroscopie d'émission : potentialités et limitations de l'actinométrie. Interactions Plasmas Froids-Matériaux, page 25(1987).
- {Rax-05} J.-M. Rax, Physique des plasmas (Sciences Sup), Editions Dunod, 2005
- {Rev-00} I. Revel, L. C. Pitchford, J. P. Boeuf, Calculated gas temperature profiles in argon glow discharges, J. Applied Physics, 2000, 88, 2234.
- {Rot-02} J. R. Roth, Aerodynamic flow acceleration using paraelectric and peristaltic electrohydrodynamic effects of a One Atmosphere Uniform Glow Discharge Plasma, Physics of Plasmas, 2002, **10**, 2117-2126
- {Rou-04} A. Rousseau, E. Teboul, N. Sadeghi, Time-resolved gas temperature measurements by laser absorption in a pulsed microwave hydrogen discharge, Plasma Sources Sci. Technol., 2004, 13, 166-176.
- {Rou-06} A. Rousseau, X. Aubert, self-pulsing microplasma at medium pressure range in argon, Journal of physics D: Applied Physics, 2006, **39**, 1619-1622.
- {Rou-07} S. Rouat, les progrès de la furtivité, Sciences & Avenir, 2007, 728.
- {Sak-05} O. Sakai, Y. Kishimoto, K. Tachibana, Integrated coaxial-hollow micro dielectric-barrierdischarges for a large-area plasma source operating at around atmospheric pressure, J. Phys. D: Appl. Phys., 2005, **38**, 431-441.
- {San-03} R. M. Sankaran and K. P. Giapis, High-pressure micro-discharges in etching and deposition applications, J. Phys. D: Appl. Phys., 2003, 36, 2914-2921
- {Sch-96} K. H. Schoenbach, R. Verhappen, T. Tessnow, and F. E. Peterkin, W. W. Byszewski, Microhollow cathode discharges, Appl. Phys. Lett., 1996, 68, 13-15.
- {Sch-97} K. H. Schoenbach, A. El-Habachi, W. Shi, M. Ciocca, High pressure hollow cathode discharges, Plasmas sources Sci. Technol., 1997, 6, 468-477.
- {Sch-00} K. H. Schoenbach, A. El-Habachi, M. M. Moselhy, W. Shi, R. H. Stark, Microhollow cathode discharge excimer lamps, Physics of plasmas, 2000, 7, 2186-2191.
- {Sch-03} K. H. Schoenbach, M. Moselhy, W. Shi and R. Bentley, Microhollow cathode discharges, J. Vac. Sci. Technol., 2003, 21, 1260-1265.
- {Shi-06} J. Shin, L. Raja, Microdischarge-assisted ignition of dielectric-barrier high-pressure glow discharges, Applied Physics Letters, 2006, 88, 021502/1-021502/3.
- {Sla-04} R. E. J. Sladek, E. Stoffels, R. Walraven, P. J. A. Tielbeek, R. A. Koolhoven, Plasma treatment of dental cavities: a feasibility study, IEEE Transactions on plasma science, 2004, 32, 1540-1543.
- {Sta-99} R. H. Stark, K. H. Schoenbach, Direct current glow discharges in atmospheric air, Applied Physics Letters, 1999, **74**, 3770-3772.
- {Sto-08} E. Stoffels, Biomedical applications of plasmas, Workshop Plasma santé, Orléans, France, 2008.
- {Tac-05} K. Tachibana, Y. Kishimoto, S. Kawai, T. Sakaguchi, O. Sakai, Diagnostics of microdischarge-integrated plasma sources for display and materials processing, Plasma Phys. Control. Fusion, 2005, 47, 167-177
- {Tak-06} N. Takano, K. H. Schoenbach, Self-organization in cathode boundary layer discharges in Xe, Plasma Sources. Sci. Technol. 2006, **15**, 109-117.
- {Til-06} T. Tillocher, Gravure profonde du silicium par le procédé cryogénique Application à la réalisation de trous traversants - Optimisation du procédé, mécanismes réactionnels en phase gazeuse et interaction plasma/silicium, Université d'Orléans, France, 2006.
- {Voj-01} B. A. Vojak, S.-J. Park, C. J. Wagner, J. G. Eden, R. Koripella, J. Burdon, F. Zenhausern, and D. L. Wilcox, Multistage, monolithic ceramic microdischarge device having an active length of about 0.27 mm, Applied Physics Letters, 2001, 78, 1340-1342
- {Was-07} J. Waskönig, D O'Connell, V. Schulz-von der Gathen, J. Winter, S.-J. Park, J.G. Eden, Light emission characteristics of micro plasma arrays operated under different operational conditions, 18th International Symposium on Plasma Chemistry (ISPC), Kyoto University,

GREMI

Japan, 2007.

- {Wie-63} W. L. Wiese, D. R. Paquette, J. E. Solarski, Profiles of Stark-broadened Balmer lines in a hydrogen plasma, Physical review, 1963, **129**, 1225-1232.
- {Yok-05} T. Yokoyama, S. Hamada, S. Ibuka, K. Yasuoka, S. Ishii, Atmospheric dc discharges with miniature gas flow as microplasma generation method, J. Phys. D: Appl. Phys., 2005, 38, 1684-1689.
- {Yue-01} T. Yue, detection of the B-2 Stealth Bomber and a brief history on stealth, The Tech, Massachusetts University, online edition, 2001, **121**, http://tech.mit.edu/V121/N63/Stealth.63f.html.
- {Zik-02} R. Zikic, M.A. Gigosos, M. Ivkovic, M.A. Gonzalez, N. Konjevic, a program for the evaluation of electron number density from experimental hydrogen balmer beta line profiles, Spectrochimica Acta Part B, 2002, 57, 987-998.





## ANNEXES





ANNEXE A – Sections efficaces d'excitation électronique à partir de l'atome d'hélium des niveaux n=3 de Ar+, linéarisées et normalisées à 1, données par Bogdanova

# ANNEXE B – Echantillon à une cavité dont la surface cathodique extérieure est limitée et fonctionnant dans l'hélium à 250 Torr pour une rampe montante/descendante de période 500 ms (Echantillon - référence II-25)



- Diamètre de la cavité : 260 µm.
- Rampe d'alimentation en tension : 30s, 4 V.
- Spectromètre : réseau à 2400 traits/mm.
- Etude de la raie 1.0 de l'azote (316 nm).
- Gaz étudié : hélium contenant 3% d'azote.

ANNEXE C – Echantillon à une cavité dont la surface cathodique extérieure est limitée et fonctionnant dans l'hélium à 250 Torr pour une rampe montante/descendante de période 500 ms (Echantillon - référence II-25)







#### ANNEXE D - ARTICLE

APPLIED PHYSICS LETTERS 93, 071508 (2008)

#### Effect of limiting the cathode surface on direct current microhollow cathode discharge in helium

T. Dufour,<sup>1,a)</sup> R. Dussart,<sup>1</sup> P. Lefaucheux,<sup>1</sup> P. Ranson,<sup>1</sup> L. J. Overzet,<sup>2</sup> M. Mandra,<sup>2</sup> J.-B. Lee,<sup>2</sup> and M. Goeckner<sup>2</sup> <sup>1</sup>Groupe de Recherches sur l'Energétique des Milieux Ionisés, Université d'Orléans, Orléans 45067, France

<sup>2</sup>University of Texas at Dallas, Richardson, Texas 75083, USA

(Received 15 April 2008; accepted 8 July 2008; published online 22 August 2008)

This paper describes how to light several microdischarges in parallel without having to individually ballast each one. The V-I curve of a microhollow cathode discharge is characterized by a constant voltage in the normal glow regime because the plasma is able to spread over the cathode surface area to provide the additional secondary electrons needed. If one limits the cathode surface area, the V-I characteristic can be forced into an abnormal glow regime in which the operating voltage must increase with the current. It is then possible to light several microdischarges mounted in parallel without ballasting them individually. © 2008 American Institute of Physics. [DOI: 10.1063/1.2966144]

Microdischarges are nonequilibrium discharges spatially confined to dimensions smaller than 1 mm. They are a promising approach to the generation and maintenance of stable dc glow discharges at atmospheric pressure and they present interesting challenges for plasma science (impact of quantum electrodynamics on spontaneous emission rate and quasineutrality breaking).1 Parallel microplasmas can be created using several kinds of microdevices.<sup>2</sup> Some teams use ballasts to individually initiate the plasma in each microcavity independently.

The aim of this work is to investigate and optimize the ignition of parallel microdischarges without individual ballasts to create an array. This area can be extended by the way of a third plane electrode<sup>5,6</sup> or a nozzle electrode.

The microhollow cathode (MHC) used in this experiment is a Ni: Al2O3: Ni sandwich structure having one or several holes of 250  $\mu$ m in diameter. The dielectric layer (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) has a thickness as high as 250  $\mu$ m whereas the nickel electrode thickness is only 6  $\mu$ m. Ni is deposited by electrodeposition process. The holes are made by laser drilling.

The MHC is installed inside a vacuum chamber linked to a primary pump. The discharge can operate in a range of pressures from 100 to 1000 Torr. Experiments were carried out in He. A 0-2500 V dc (300 W) power supply is used to operate the microdischarges. Electrical measurements are performed using a Tektronix oscilloscope and high voltage probes. The discharge voltage is measured between input and output resistances ( $R_1=19 \text{ k}\Omega$ , 16 W and  $R_2=1 \text{ k}\Omega$ ) and the discharge current through  $R_2$  is connected to the ground. An imaging system including an intensified charge coupled device (ICCD) camera (512×512 Princeton Instruments) and an optical system for magnification was installed in front of the microcavity.

V-I curves for a single hole microdevice for four pressures are presented in Fig. 1. These characteristics were obtained by measuring the current during linear increase and decrease in supply voltage (40 s period). Up until now, experiments carried out by other teams<sup>8-11</sup> with the same MHC configuration have shown the existence of an abnormal glow regime for small values of the discharge current.<sup>12</sup> The effect of the cathode thickness has been predicted by a model based on solutions of fluid equations in the drift-diffusion approximation for the electron and ion transport coupled with Poisson's equation. If the discharge is sustained by electron emission from the outer surface of the cathode (case corresponding to a thin cathode at low current), the V-I curve has a negative slope before showing a constant voltage versus current. If the discharge is sustained by electron emission from inside the hollow cathode (case corresponding to a thick cathode at low current), the V-I curve has a positive slope, which corresponds to the abnormal glow regime. In our case, the cathode thickness being very small, we observe a slight decrease in the voltage at a very low current as predicted by the model<sup>12</sup> (only for decreasing values of supply voltage) before the normal glow regime (inset of Fig. 1). Other teams usually use much thicker cathodes (about  $100 \ \mu$ m).<sup>8-11</sup> As a consequence, they have observed a positive V-I slope at a low current in good agreement with the same model. The breakdown voltage values have a Paschen law behavior as also observed by other teams.

After breakdown, we observed a self-pulsing regime of the microdischarge, which was studied in detail by Rousseau and Aubert.<sup>10</sup> During increasing current, the discharge is no longer confined inside the cavity. It extends to the outer cathode surface to cover a large area. Thus, electron and ion production is increased by sheath expansion. We obtain a roughly constant discharge voltage resulting from the equilibrium between the size of the discharge spread and the value of the discharge current. This is the normal glow regime. As part of decreasing the supply voltage, a hysteresis is observed in the transition between the breakdown potential and the normal glow regime as seen in a typical dc discharge at low pressure.13

The big difference between the breakdown voltage and the operating voltage can be an issue to operate a multiple hole device without ballasting each of the microdischarges individually. Indeed, in this case, once a first hole has ignited, the voltage between the anode and cathode drops to a lower value well below the breakdown potential, which

93, 071508-1

© 2008 American Institute of Physics

Downloaded 12 May 2009 to 194.167.30.129. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/apl/copyright.jsp



<sup>&</sup>lt;sup>a)</sup>Electronic mail: thierry.dufour@univ-orleans.fr. 0003-6951/2008/93(7)/071508/3/\$23.00


FIG. 1. (Color online) (Color online) V-I curves of a 250  $\mu$ m single hole MHC device in helium. (Inset) Zoom of the curves at low current.

therefore makes the second cavity hard to breakdown independently. However, by increasing the discharge current in the normal glow regime, the microdischarge spreads out of its cavity, as shown by the optical emission intensity in Fig. 2, and can potentially initiate microdischarges in the nearest holes. However, in our experiment, nearest cavities do not necessarily initiate in priority. Another parameter influences the ignition of some holes. Due to the laser drilling process, holes are not exactly all the same at the microscopic scale. Some of them have a more or less rough edge which can facilitate their ignition.

According to previous works,4,14,15 microdischarge arrays only operate in the abnormal glow regime. In the present simply fabricated MHC devices, we do not obtain this regime even at quite high currents (20 mA). We propose to spatially limit the area of the cathode by a dielectric layer while keeping the same MHC configuration. For this purpose, we covered the cathode surface with a 50  $\mu$ m thick layer of Kapton. We made a controlled circular opening through this layer in order to expose a small part of the cathode surface to ion bombardment. The circular opening around the 250  $\mu$ m diameter cavity was approximately 600  $\mu$ m in diameter. The resulting V-I curves for 250 and 750 Torr are shown in Fig. 3. We obtained about the same breakdown voltages as in the case without limiting the cathode surface. However, the discharge voltage Vd now increases with the current showing a positive differential resistance similar to the abnormal glow of low pressure plasmas.<sup>13</sup> Moreover, an anticlockwise hysteresis is superposed to this abnormal glow regime.

We expect that energetic ion bombardment occurs only on the exposed cathode surface. Consequently, the amount of discharge spread can be limited by adjusting the dimension



FIG. 2. (Color online) Microdischarge spread on the cathode surface for discharge currents of 5.5, 10.3, and 19.3 mA (750 Torr, He).



FIG. 3. (Color online) V-I curves for a single hole MHC with the cathode area limited ( $600 \times 600 \ \mu m^2$ ) at 250 and 750 Torr.

of the dielectric opening. Tests were carried out on the same single hole microdevice at atmospheric pressure for cathode opening diameters between 500 and 2500  $\mu$ m. V-I curves corresponding to this study are presented in Fig. 4. The V-I curve for the smallest opening has the most pronounced slope. The reason is attributed to the limited plasma expansion. Since the emission of secondary electrons cannot be increased by plasma expansion,  $I_d$  can only be increased by an increase in the cathode fall. In contrast, for the largest opening, the microdischarge can expand. Since the cathode expansion is not limited the cathode fall voltage does not need to increase and the discharge voltage remains approximately constant, as observed in Fig. 4 for a 2500  $\mu$ m opening. To summarize, the smaller the exposed cathode surface, the more pronounced the abnormal glow regime.

Let us now consider the case of a microdevice with seven holes in a line, separated center to center by a distance of 260  $\mu$ m. If one does not limit the cathode, the ignition of this microdevice always begins by the ignition of a first and single microcavity for small values of the discharge current (<1 mA). When increasing  $I_d$ , the first microdischarge spreads on the cathode surface.<sup>16</sup> The spread can overlap to



FIG. 4. (Color online) V-I curves for a single hole MHC at 750 Torr for several cathode areas.

Downloaded 12 May 2009 to 194.167.30.129. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/apl/copyright.jsp

Appl. Phys. Lett. 93, 071508 (2008)



FIG. 5. (Color online) V-I curve at 750 Torr for seven holes in line microdevice with/without cathode surface limited.

other holes but does not always induce their ignition. In our case, only the first hole ever ignited, as illustrated in the left inset of Fig. 5, even for large discharge currents (25 mA).

By covering the cathode surface with a dielectric layer, we limited the cathode area to  $600 \times 2700 \ \mu \text{m}^2$ . Note that no dielectric separates the seven holes. While the corresponding V-I characteristic had a larger breakdown potential (245 V) than before (185 V), it still corresponded to the ignition of the first hole. Then, for increasing discharge currents, the V-I curve shown in Fig. 5 has a positive differential resistance, corresponding to an abnormal glow regime. By limiting the cathode surface, we were able to ignite the other cavities at 27 mA without having to ballast them individually.

This curve is also characterized by small jumps in  $V_d$ , with amplitudes around 5 V at 9, 13, and 19 mA. According to the ICCD pictures, each jump corresponds to the ignition of an additional cavity. As the three jumps mentioned above appear below 245 V, these cavities were ignited at voltages lower than the initial breakdown potential (above 185 V). In the inset of Fig. 5 (cathode limited), we can observe that the emission of each hole is not the same, indicating that the current is not equally shared between the cavities. Once multiple holes are ignited, the system is then at a point of having less current in each cavity but more overall. As a consequence,  $V_d$  is reduced.

It would be natural to assume that once a first discharge is initiated, the breakdown potential for adjacent holes is lowered due to the seed electrons provided by the first plasma. However, there is a problem with this assumption. While these electrons could assist the ignition of an addi-

## Appl. Phys. Lett. 93, 071508 (2008)

tional microdischarge, it should favor adjacent holes over further removed holes. One can clearly see in the inset picture that this is not the case. The four brightest holes are not adjacent and the ICCD pictures clearly show that it is not just the adjacent holes that ignite. Again, this effect is probably due to the fact that ignition is also influenced by the micrometric geometry of the electrodes, which are not exactly the same from a hole to another.

The hysteresis we observed in the cathode limited case seems to be due to the heating of the microdevice. Indeed, in our experiments, the period of the power supply voltage lasts by 40 s. By significantly reducing this period to less than 1 s, the hysteresis became much weaker. Long life helium metastables might also play a role in the hysteresis phenomenon; this hypothesis would need a dedicated study.

As a conclusion, we obtain an abnormal glow regime for high values of discharge current by limiting the outer cathode surface with a dielectric layer. The smallest cathode surface exposed to ion bombardment is required to get the most significant abnormal glow regime. This property is very helpful to initiate microdischarge arrays without individual ballasts.

<sup>1</sup>R. Foest, M. Schmidt, and K. Becker, Int. J. Mass. Spectrom. 248, 87 (2006).

<sup>2</sup>K. H. Becker, K. H. Schoenbach, and J. G. Eden, J. Phys. D 39, R55 (2006).

<sup>3</sup>P. von Allmen, D. J. Sadler, C. Jensen, N. P. Ostrom, S. T. McCain, B. A. Vojak, and J. G. Eden, Appl. Phys. Lett. **82**, 4447 (2003).

<sup>4</sup>P. von Allmen, S. T. McCain, N. P. Ostrom, B. A. Jovak, J. G. Eden, F. Zenhausern, C. Jensen, and M. Oliver, Appl. Phys. Lett. 82, 2562 (2003).
<sup>5</sup>R. H. Stark and K. H. Schoenbach, Appl. Phys. Lett. 74, 3770 (1999).

<sup>6</sup>A.-A. H. Mohamed, R. Block, and K. H. Schoenbach, IEEE Trans. Plasma Sci. 30, 182 (2002).

<sup>7</sup>T. Yokoyama, S. Hamada, S. Ibuka, K. Yasuoka, and S. Ishii, J. Phys. D 38, 1684 (2005).

<sup>8</sup>S.-J. Park, K. S. Kim, and J. G. Eden, Appl. Phys. Lett. 86, 221501 (2005).

<sup>9</sup>X. Aubert, G. Bauville, J. Guillon, B. Lacour, V. Puech, and A. Rousseau, Plasma Sources Sci. Technol. 16, 23 (2007).

<sup>10</sup>A. Rousseau and X. Aubert, J. Phys. D 39, 1619 (2006).

<sup>11</sup>S.-J. Park, J. G. Eden, J. Chen, and C. Liu, Appl. Phys. Lett. 85, 4869 (2004).

<sup>12</sup>J. P. Boeuf, L. C. Pitchford, and K. H. Schoenbach, Appl. Phys. Lett. 86, 071501 (2005).

<sup>13</sup>M. A. Lieberman and A. J. Lichtenberg, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*, 2nd ed. (Wiley, Hoboken, NJ, 2005), pp. 538–539.

<sup>14</sup>S.-J. Park, J. Chen, C. Liu, and J. G. Eden, Electron. Lett. 37, 171 (2001).
<sup>15</sup>J. Chen, S.-J. Park, J. G. Eden, and C. Liu, J. Microelectromech. Syst. 11, 536 (2002).

<sup>16</sup>T. Dufour, R. Dussart, M. Mandra, and L. J. Overzet, 18th International Symposium on Plasma Chemistry, ISPC, 2007 (unpublished).

Downloaded 12 May 2009 to 194.167.30.129. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/apl/copyright.jsp







## Thierry DUFOUR

## Etude expérimentale et simulation des micro-plasmas générés dans des micro-cathodes creuses

Les micro-plasmas constituent une technologie d'avenir pour de nombreuses applications : dépollution, traitement de surface, applications bio-médicales, accélération aérodynamique... Nous avons étudié ces micro-plasmas dans des gaz inertes (hélium ou argon), en les alimentant en courant continu dans des structures de type micro-cathode creuse. Afin de comprendre les mécanismes physiques régissant leur comportement, nous les avons caractérisés par plusieurs diagnostics, notamment par caméra ICCD et par spectrométrie d'émission optique. Ce dernier diagnostic nous a permis de déterminer la température du gaz des micro-plasmas, par l'analyse des bandes 1.3 et 0.2 du second système positif de l'azote (présent à l'état de traces), mais aussi d'effectuer des mesures de densité électronique, en analysant l'élargissement Stark de la raie H béta. Nous avons également effectué des simulations à l'aide d'un modèle fluide pour avoir accès aux profils spatiaux du champ électrique, des densités des espèces chargées et de la température du gaz. Cette double approche expérience/simulation a permis d'étudier le claquage, le régime autoimpulsionnel et le régime luminescent normal de nos micro-plasmas. Nous avons également montré la possibilité d'atteindre le régime luminescent anormal à condition de limiter la surface cathodique extérieure de l'échantillon. Ce régime de fonctionnement s'accompagne d'une hausse rapide de la température du gaz, ainsi que d'un phénomène d'hystérésis qui apparaît sur une courbe I-V, pour une rampe d'alimentation en courant linéairement croissante puis décroissante. Enfin, dans le cas d'un échantillon possédant plusieurs micro-cavités creuses en parallèle, nous expliquons en quoi la limitation cathodique favorise l'allumage en parallèle et constitue une solution alternative au ballastage individuel.

Mots clefs : micro-plasmas, micro-décharges, MHCD, allumage en parallèle, imagerie ICCD, spectroscopie d'émission optique, raie Hβ, second système positif de l'azote.

## Experimental characterization and simulation of micro hollow cathode discharges

The micro-plasmas are a promising technology for a lot of applications: environmental remediation, surface treatment, bio-medical applications, aerodynamic acceleration ... Our micro-plasmas are generated in microhollow cathode (M.H.C) structures, supplied by direct current and studied in rare gases (helium or argon). To understand the physical mechanisms ruling their behaviour, they have been characterized by several diagnostics, especially ICCD camera and optical emission spectroscopy. This last diagnostic has been used to determine the micro-plasma gas temperature, by analysing the bands 1.3 and 0.2 (from the second positive system of nitrogen), but also to measure the electron density by analyzing the Stark broadening of the H beta line. We have also carried out simulations with a fully fluid model to obtain the spatial profiles of the electric field, the charge species densities and the gas temperature. Thus, we have studied the breakdown, the self-pulsing regime and the normal glow regime of our micro-plasmas. We have also demonstrated that a micro-plasma can work in the abnormal glow regime, at the condition to limit the cathode surface of the micro-device. For increasing values of current, this abnormal glow regime is accompanied by a fast increase of the gas temperature. Moreover, when the micro-plasma is supplied by a linear increasing-decreasing DC voltage ramp, this regime is accompanied by the formation of a hysteresis phenomenon. At last, in the case of a micro-device with several micro-hollow cathodes in parallel, we explain how the cathode limitation favours the parallel ignition and is an alternative issue to the individual ballasting.

Key-words: micro-plasmas, micro-discharges, MHCD, parallel ignition, ICCD camera, optical emission spectroscopy, Hβ line, second positive system of N<sub>2</sub>.

Groupe de Recherches sur l'Energétique des Milieux Ionisés 14, rue d'Issoudun - BP 6744 - 45067 Orléans Cédex 2

