

Etude de l'émission cathodique sous vide en présence d'un champ électrique intense et des paramètres physiques gouvernant son intensité

Khaled Almousa Almaksour

► To cite this version:

Khaled Almousa Almaksour. Etude de l'émission cathodique sous vide en présence d'un champ électrique intense et des paramètres physiques gouvernant son intensité. Autre [cond-mat.other]. Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français. NNT: 2014PA112017. tel-01014658

HAL Id: tel-01014658 https://theses.hal.science/tel-01014658v1

Submitted on 25 Jun2014

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.





UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE : STITS

Laboratoire de Génie Électrique de Paris

DISCIPLINE PHYSIQUE

THÈSE DE DOCTORAT

Soutenue le 27/01/2014

par

Khaled ALMOUSA ALMAKSOUR

Étude de l'émission cathodique sous vide en présence d'un champ électrique intense et des paramètres physiques gouvernant son intensité

Directeur de thèse : Co-directeur de thèse :	M. Philippe TESTÉ M. Emmanuel ODIC	CR CNRS (LGEP / Gif-sur-Yvette) Professeur (Supélec-Énergie / Gif-sur-Yvette)		
Composition du jury :				
Président du jury :	M. Frédéric BOUILLAULT	Professeur (LGEP / Gif-sur-Yvette)		
Rapporteurs :	M. Alain GLEIZES	DR CNRS (LAPLACE / Toulouse)		
	M. Olivier LESAINT	DR CNRS (G2Elab / Grenoble)		
Examinateurs :	M. Alain SIMONIN	Chercheur CEA (IRFM/St Paul-lez-Durance)		
	M. Bruno LEPETIT	CR CNRS (LCAR / Toulouse)		
	M. Jean-Claude VANNIER	Professeur (Supélec-Énergie / Gif-sur-Yvette)		
	M. Michael KIRKPATRICK	Professeur assistant (Supélec-Énergie/Gif-sur-Yvette)		

REMERCIEMENT

A l'issue de la rédaction de cette recherche, je suis convaincue que la thèse est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail doctoral sans le soutien d'un grand nombre de personnes dont la générosité, la bonne humeur et l'intérêt manifestés à l'égard de ma recherche m'ont permis de progresser dans cette phase délicate de « l'apprentichercheur».

Je tiens dans un premier temps à remercier mon directeur de thèse M. Philippe Testé pour m'avoir confié ce travail de recherches, ainsi que pour son aide et ses précieux conseils au cours de ces années. Je remercie également M. Emmanuel Odic, co-directeur de ce travail de thèse, pour sa disponibilité, ses idées et conseils, ainsi que pour son aide précieuse de tous les jours. Merci à M. Philippe Dessante pour ses conseils et son aide et ses contributions indispensables notamment dans la modélisation qui m'a aidé mieux exploiter mes résultats expérimentaux. Je souhaiterais exprimer ma gratitude à M. Michael Kirkpatrick qui m'a accompagné de très près, jour par jour, lors de ces trois années de thèse et notamment lors de mon travail expérimental qui représente la majeure partie de ma thèse.

Je remercie M. Jean-Claude Vannier, Chef du Département d'Electrotechnique et de Systèmes d'Energie de Supélec, ainsi que M. Frédéric Houzé, chef de l'équipe Contacts Electriques et M. Frédéric Bouillault directeur du Laboratoire de Génie Electrique de Paris, pour m'avoir accueilli au sein de ces institutions.

Je tiens à remercier M. Alain Gleizes, Directeur de Recherche au LAPLACE, et M. Olivier Lesaint, Directeur de Recherche au G2Elab, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Grâce à de nombreuses personnes, j'ai réussie monter les dispositifs expérimentaux nécessaires pour ce travail de thèse. J'adresse mes remerciements à M. David Alamarguy qui m'a aidé dans le montage des matériels pour le vide et m'a accompagné dans la phase de l'adaptation avec cet environnement particulière. Je remercie également M. Thierry Leblanc, ingénieur d'étude au LGEP, José De Freitas, technicien à Supélec et M. Damien Huchet, technicien à Supélec, qui m'ont énormément aidé pendant ces années.

Un grand merci à ma femme qui m'a soutenu pendant ces trois années particulières de notre vie

Mes derniers remerciements iront vers ma famille, et surtout mes parents, qui m'auront permis de poursuivre mes études jusqu'à aujourd'hui.

Table des matières

Introduction générale1
Chapitre I5
Etude bibliographique sur l'émission électronique par effet de champ électrique5
1.1. Introduction
1.2. Généralités sur le courant noir
1.2.1. L'émission primaire
1.2.2. L'émission secondaire
1.3. Les principaux modèles d'émission électronique
1.3.1. Description du calcul proposé par Fowler-Nordheim [5]9
1.3.2. Renforcement local du champ
1.3.3. Influence de la température
1.3.4. Commentaire sur les différentes hypothèses sur lesquelles se basent les modèles 15
1.3.4.1. Commentaire concernant le modèle pris pour le métal
1.3.4.2. Commentaire concernant la forme de la barrière
1.3.4.3. Commentaires concernant l'emploi de la distribution de Fermi-Dirac
1.3.4.4. Commentaire concernant le calcul du coefficient de transmission
1.4. Méthodes utilisées pour dépouiller les mesures : obtention d'information sur le champ local et sur la surface des sites émetteurs
1.4.1. Méthode classique (pour un travail de sortie φ donné)22
1.4.2. Méthode quand le travail de sortie est inconnu
1.5. Conclusion
Chapitre II
Dispositifs expérimentaux et préparation des électrodes
2.1. Introduction
2.2. Étude bibliographique sur les dispositifs expérimentaux : la préparation des électrodes,
la mesure de courant et de la rugosité de surface
2.2.1. Le choix des électrodes

	2.2.1	.1.	Géométrie des électrodes	32
2.	.2.2.	Mat	tériaux des électrodes	33
2.	.2.3.	Préj	paration des électrodes	33
	2.2.3	.1.	Polissage mécanique	33
	2.2.3	.2.	Polissage électrolytique (EP)	34
	2.2.3	.3.	Polissage chimique BCP (buffered chemical polishing)	35
	2.2.3	.4.	Préparation thermique	35
	2.2.3	.5.	Nettoyage à l'eau ultra pure à haute pression	36
2.	.2.4.	Mes	sure de la rugosité de surface des électrodes	36
	2.2.4	.1.	Microscope à force atomique (AFM)	36
	2.2.4	.2.	Profilomètre optique 3D	37
	2.2.4	.3.	Microscope électronique à balayage (MEB)	37
2.	.2.5.	Mes	sure de courant	37
	2.2.5	.1.	Picoampèremètre (Keithley)	37
	2.2.5	.2.	A partir de la caractéristique I-V d'une résistance	37
	2.2.5	.3.	Mesure par un circuit amplificateur	38
	2.2.5	.4.	Protection de l'appareil de mesure de courant	39
2.3.	Des	script	ion des dispositifs expérimentaux utilisés dans la thèse	40
2.	.3.1.	Cah	ier des charges	40
2.4.	Des	script	ion générale du dispositif expérimental	40
2.	.4.1.	Des 40	cription de l'enceinte à vide, du système de pompage et des jauges de pressi	on
2.	.4.2.	L'al	limentation haute tension	42
2.	.4.3.	Dia	positif de chauffage des électrodes	42
2.5.	Cho	oix de	e forme et de géométrie des électrodes	43
2.	.5.1.	Catl	hode plane – anode sphérique	44
2.	.5.2.	Catl	hode pointe - anode plane	46

2.6.	Prépa	ration des électrodes4	17
2.7.	Mesu	re du courant4	17
2.7 éc	7.1. N hantillo	fesure de courant de quelques picoampères à quelques nanoampères avec un nage de 1 Hz (montage intégrateur)4	ın 18
	2.7.1.1.	Principe théorique4	18
	2.7.1.2.	Circuit réel5	50
	2.7.1.3.	Choix des composants5	50
	Exempl	e pratique5	51
	2.7.1.4.	Erreur de mesure5	52
2.7 an	7.2. N nplificat	Iesure de courant de 1 nA à 1 μA avec un échantillonnage de 1 kHz (montageur)5	ge 53
2.7	7.3. N	Iesure de courant de 1 pA à 1 mA avec un échantillonnage de 1 Hz5	54
2.8.	Mesu	re de la rugosité de surface par un Profilomètre optique 3D5	55
Chaj	pitre II	i5	57
Emi	ssion él	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèn	ıe
Emi:	ssion él	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèn	1e 57
Emis 3.1.	ssion éle Introc	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr 5 uction	ne 57 58
Emis 3.1. 3.2. noir	Introc Etude 58	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr 5 uction	ne 57 58 nt
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2.	Introc Etude 58 2.1. E	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr 5 uction	ne 57 58 nt
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2. 3.2.	Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59 50
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E 2.4. E	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59 50 51 52
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E 2.4. E 2.5. N	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59 50 51 52 53
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E 2.4. E 2.5. N 3.2.5.1.	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59 50 51 52 53 53
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E 2.4. E 2.5. N 3.2.5.1. 3.2.5.2.	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr suction	ne 57 58 nt 59 50 51 52 53 53 53
Emis 3.1. 3.2. noir 3.2 3.2 3.2 3.2 3.2 3.2	ssion élé Introc Etude 58 2.1. E 2.2. E 2.3. E 2.4. E 2.5. N 3.2.5.1. 3.2.5.2. 2.6. F	ectronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogèr s uction 5 bibliographique portant sur les paramètres expérimentaux d'étude du courai ffet du matériau de l'électrode 5 ffet de la distance inter-électrodes 6 ffet de la rugosité de surface de la cathode 6 ffet de l'état de surface de l'anode 6 Ioyens de diminution de courant noir 6 Diminution de courant noir par implantation ionique 6 Traitement par décharge « glow » 6 acteurs influant sur le renforcement de champ β 6	ne 57 58 nt 59 50 51 52 53 53 53 54 55

3.2.8. Estimation de travail de sortie pour obtenir une valeur raisonnable de β					
3.2.9. Estimation du champ électrique correspondant à l'émission primaire					
3.2.10. Zone de transition et hystérésis de I-V					
3.3. Présentation des expériences et analyse des résultats					
3.3.1. Géométrie et états de surface des électrodes utilisées					
3.3.1.1. Contrôle de la rugosité de surface					
3.3.2. Polarité des électrodes					
3.3.3. Conditionnement de la surface de la cathode					
3.3.3.1. Conditionnement par courant72					
3.3.3.2. La procédure du conditionnement par courant					
3.3.3.3. Diminution de bruit du courant noir par le conditionnement par courant74					
3.3.3.1. Stabilité du courant noir après le conditionnement par courant					
3.3.4. Effet de la distance inter-électrodes					
3.3.5. Calcule de β et de <i>S</i> à partir du plot Fowler- Nordheim					
3.3.5.1. Estimation du courant noir pour une distance inter-électrodes nulle « couran					
correspondant à l'émission primaire du champ »80					
3.3.6. Effet de la rugosité de surface					
3.3.6.1. Distance inter-électrodes d=0,5 mm					
3.3.6.2. Distance inter-électrodes d=0 mm					
3.3.6.3. Effet d'un claquage					
3.3.7. Commentaires concernant les valeurs de S et β - Un premier pas vers la prise er					
compte de la température					
3.3.8. Zone de transition et hystérésis de la caractéristique I-V					
3.3.9. Etude de l'influence de l'injection d'un gaz dans l'enceinte sur l'émission					
électronique					
3.4. Conclusion					
Chapitre IV					
Effet de gaz sur le courant noir95					

4.1.	Intr	oduction	. 96
4.2.	Etu	de bibliographique sur l'effet de gaz sur le courant noir	. 97
4.2	.1.	Diminution de l'intensité du courant noir par l'effet de gaz	. 97
Résul	tats e	expérimentaux 1	101
4.3.	Géo	ométrie étudiée 1	101
4.4.	Cré	ation des sites sur la cathode	102
4.5.	Effe	et de la pression de gaz	102
4.5	.1.	Observation de l'effet du gaz : cas de l'hélium	104
4.5	.2.	Influence de la pression du gaz	106
4.5	.3.	Recherche d'effets rémanents dus à l'injection de gaz	108
4.6.	Esti	imation de l'effet de gaz par bombardement ionique	113
4.6	.1.	Probabilité d'une collision ionisante	113
4.6	.2.	Calcul de la distribution du flux ionique	114
4.6	.3.	Calcul de l'énergie des électrons en fonction de la position	115
4.6	.4.	Description simple de l'effet de l'impact des ions à la cathode	117
4.7.	Effe	et de la nature de gaz 1	119
4.8.	Etu	de du retour du courant consécutif à un effet de gaz1	122
4.8	.1.	Le retour interrompu	122
4.8	.1.	Etablissement d'un courant d'émission stable	126
4.8.1. Reconstruction éventuelle des sites émissifs en régime de pointe anode		Reconstruction éventuelle des sites émissifs en régime de pointe anode	128
4.8	.2.	La variabilité du retour de courant	129
4.9.	Cor	nclusion1	130
Conc	lusio	n général 1	133
Persp	ectiv	es1	137
Les a	nnex	xes	139
Référ	ences	s 1	156

Introduction générale

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé dans le cadre d'une collaboration entre l'équipe Contacts Electriques du Laboratoire de Génie Electrique de Paris et le Département Electrotechnique et Systèmes d'Energie de Supélec. Il porte sur l'étude de l'émission cathodique sous vide en présence d'un champ électrique intense. L'approche, essentiellement expérimentale, est principalement orientée vers la caractérisation et la compréhension du rôle des paramètres physiques influant l'émission cathodique, se traduisant ici par un courant « noir », c'est-à-dire ne donnant pas lieu à la création d'un plasma entretenu.

Le phénomène d'émission électronique dans le vide pour des électrodes « froides » fut observé pour la première fois dès 1897 par Wood. Les premiers travaux concernant la théorie de l'émission électronique (froide) furent effectués en 1923 par Schottky. L'émission électronique fut alors interprétée en termes d'abaissement de barrière de potentiel. Le développement de la mécanique quantique a permis ensuite d'expliquer, par la description de l'effet tunnel, l'émission électronique par effet de champ d'un métal. En 1928, Fowler et Nordheim ont proposé un modèle théorique décrivant l'émission électroniques appliqué très intense. Des développements théoriques successifs ont, depuis lors, apporté (et continuent d'apporter) des améliorations à la description du phénomène en affinant la prise en compte de divers paramètres influents (force image, température, présence de particules chargées, équilibre thermodynamique, description du métal, ...).

L'intérêt suscité par ce phénomène dépasse le cadre de la recherche fondamentale en raison des applications ou des conséquences industrielles dont il est responsable. En effet, l'émission électronique de champ présente un intérêt pratique dans de nombreux domaines tels que l'isolement haute tension sous vide, la production de faisceaux d'électrons ... L'étude de l'émission électronique présente également un intérêt pour les techniques de microscopie à émission de champ, précurseur du microscope électronique à balayage et pour la mise en œuvre des cavités des accélérateurs des particules. Pour ces derniers, l'émission électronique constitue un effet indésirable, limitant la tension maximale appliquée, d'une part en raison des pertes résultantes et d'autre part en raison de la contribution à des risques des claquages.

Ainsi, les travaux présentés dans ce mémoire présentent-ils un intérêt pour l'accélérateur de neutres du projet ITER, qui a pour objectif de chauffer le plasma du tokamak. Cet accélérateur

va fournir un faisceau de D^{-} d'une énergie de 1MeV vers un étage de neutralisation et ensuite vers le réacteur pour des durées maximales d'opération de 3600 s. L'alimentation de l'électrode est assurée par une traversée haute tension divisée en deux parties, l'isolation dans la partie extérieure est faite par une surpression de SF₆, et la partie intérieure est isolée par le vide. Cette traversée doit être d'une part compacte afin de diminuer l'énergie stockée dans le système et d'autre part capable de fournir une tension de 1 MV. Le problème de l'émission électronique intervient dans la partie intérieure de la traversée dans laquelle un courant de l'ordre des centaines de mA a été mesuré. Ce courant limite la tension maximale appliquée ce qui nécessite une surdimensionnement de la source d'alimentation. La diminution de ce courant devient une exigence pour la conception de la traversée de tension qui constitue un enjeu critique pour le succès éventuel du projet ITER. Pour cette application, pertes et claquages sont évidemment indésirables.

Il est bien évidemment impossible à l'échelle du laboratoire de reproduire ce qui se passe à l'échelle industrielle tant en ce qui concerne les niveaux de tension atteints que les dimensions du dispositif qui en résultent. Nous avons choisi de réaliser une étude à petite échelle, ceci présentant bien évidemment l'intérêt de la souplesse, en vue d'étudier l'influence de divers paramètres sur l'émission électronique. Mais il faut bien garder à l'esprit les conséquences spécifiques d'un tel montage sur les divers phénomènes qui seront mis en jeu ; nous pouvons à ce titre citer par exemple les niveaux de courant émis et bien sûr les niveaux de tension mis en œuvre.

Nous avons choisi de commencer chaque chapitre par une section bibliographique afin de pouvoir d'une part présenter les travaux déjà réalisés ainsi que les difficultés rencontrées par ailleurs et les méthodes mises en œuvre pour les surmonter, et d'autre part comparer facilement le travail effectué par les différents auteurs et le travail présenté ici. Parmi les nombreux paramètres influant sur le phénomène d'émission électronique dans le vide sous champ élevé, on peut citer la nature et la géométrie des électrodes, leur température, leur espacement, la pression résiduelle et la nature du gaz résiduel. Hormis la nature et la température des électrodes, ces paramètres ont tous été abordés au cours de ce travail.

Ce manuscrit est organisé en quatre parties :

Le Chapitre I constituant une section bibliographique théorique, a pour but d'effectuer des rappels sur les principaux modèles d'émission électronique et principalement le modèle de Fowler-Nordheim et le modèle de Murphy et Good. Puis nous discuterons le rôle des

différentes hypothèses usuellement faites dans chaque modèle, qu'il s'agisse du modèle pris pour le métal, pour la barrière ou pour le calcul du coefficient de transmission. Pour finir nous proposerons de porter un regard « critique » sur les méthodes utilisées habituellement pour dépouiller les résultats et obtenir des informations tant sur les facteurs d'amplification locale du champ électrique que sur l'aire des sites émissifs.

Le deuxième chapitre sera dédié à la description du dispositif expérimental (enceinte et système de pompage, alimentation électrique, jauge de mesure de pression, etc.). Nous précisons les conditions opératoires que nous nous sommes imposées tant en ce qui concerne les contraintes en pression, en tension qu'en ce qui concerne la géométrie et les états de surface des électrodes. Le choix de la géométrie, le traitement de surface et l'état de surface des électrodes obtenus seront présentés et justifiés. Enfin, nous décrirons les systèmes de mesure de courant et des exemples de mesure seront alors proposés afin de permettre au lecteur de se familiariser avec les observations et mesures qui seront ensuite plus amplement détaillées.

Les Chapitre III et IV sont consacrés à l'exposé et à l'analyse des résultats obtenus au cours de cette thèse. Ce travail a été en effet scindé en 2 parties :

L'objectif de la première partie était de quantifier l'influence de paramètres géométriques (état de surface des électrodes, distance inter-électrodes) sur l'intensité de l'émission cathodique en situation de champ macroscopique homogène.

L'objectif de la seconde partie était d'étudier l'effet de la pression et de la nature du gaz résiduel sur l'intensité du courant noir. En effet, dans le domaine des accélérateurs de particules, il a été observé que l'introduction d'un gaz à une pression d'environ 10^{-3} Pa conduisait à une baisse significative du niveau de l'émission électronique.

Ainsi, dans le troisième chapitre, l'émission électronique a été étudiée en conditions de champ macroscopique homogène (10-150 MV/m) et de faible distance inter-électrodes (inférieure au mm) pour des pressions de l'ordre de 10⁻⁶-10⁻⁵ Pa. L'intensité moyenne du courant (10-200 pA) a été vue fortement dépendante des conditions de rugosité moyenne de surface et de distance inter-électrodes. Une tentative d'évaluation des dimensions de la zone émissive globale à l'aide d'un dépouillement classique en coordonnées de Fowler-Nordheim, en fixant des valeurs de travail de sortie des électrons du métal (inox 316LN) a été conduite. Dans ces conditions, le phénomène d'émission secondaire a pu être mis en évidence. L'estimation par

cette méthode des facteurs d'amplification locale du champ (dans les différentes conditions de rugosité), et des surfaces émissives a conduit à discuter la validité du modèle couramment utilisé fondé sur l'hypothèse d'une émission par le seul effet du champ (émission froide). Ces résultats sont discutés et l'ébauche d'un modèle faisant intervenir la température de surface de cathode est proposée.

Dans le quatrième chapitre, une géométrie pointe-plan a été choisie, conduisant à augmenter localement la valeur du champ macroscopique au niveau de la cathode, et permettant ainsi d'atteindre une valeur de 300 MV/m. Dans cette configuration, des courants plus intenses furent atteints (jusqu'à 300 μ A) sous des pressions comprises entre 5,10⁻⁶ et 5,10⁻² Pa. Une dépendance entre l'intensité du courant mesuré et la pression a été observée. Ces résultats sont présentés en regard de la littérature et deux pistes d'interprétations sont proposées.

Chapitre I

Etude bibliographique sur l'émission électronique par effet de champ électrique

1.1.Introduction

Ce chapitre est dédié à la description et à l'utilisation des différents modèles d'émission électronique. Dans un premier temps, nous allons décrire les principaux modèles d'émission électronique et principalement les modèles de Fowler Nordheim proposé dès 1925 (prenant en compte une forme très approximative de la barrière de potentielle d'une part et d'autre part valide aux faibles températures) jusqu'au modèle usuellement appelé de « Murphy et Good » qui à l'aide d'une approximation de type BKWJ a proposé, pour une forme de barrière plus « réaliste », une expression de la densité de courant émise pour des valeurs plus élevées de la température.

Dans un second temps, nous discuterons le rôle des différentes hypothèses usuellement faites dans chaque modèle qu'il s'agisse du modèle pris pour le métal, pour la barrière ou pour le calcul du coefficient de transmission. L'équilibre thermodynamique et donc l'emploi de la distribution de Fermi-Dirac sera aussi discuté.

Dans un troisième temps, nous présenterons brièvement le modèle développé au LGEP / Supélec qui propose une résolution numérique sans approximation de l'équation aux valeurs propres du Hamiltonien. Les résultats obtenus seront alors comparés avec les modèles usuels.

Pour finir, nous rappellerons et commenterons la méthode classiquement utilisée pour interpréter les résultats expérimentaux concernant les mesures de courant émis (voir Chapitre III).

1.2. Généralités sur le courant noir

Le courant noir peut se décomposer en plusieurs parties. On pourra considérer d'une part l'émission primaire et d'autre part l'émission secondaire [1], [2].

Lors de l'application d'un champ électrique suffisamment élevé, la cathode commence à émettre des électrons, ce qu'on appelle l'émission primaire ou l'émission par effet de champ. Ces électrons émis vont, sous l'action du champ électrique, bombarder l'anode. De cet impact résulte une émission d'ions et d'atomes neutres. Les atomes neutres peuvent être à leur tour ionisés par des électrons se déplaçant dans l'espace inter-électrodes. Les ions positifs résultants se déplacent alors et viendront frapper la cathode. Sous l'action de ce bombardement, celle-ci pourra émettre de nouveau des électrons. On appelle cette émission,

l'émission secondaire ou l'émission par l'impact de la cathode par les ions positifs. Le cycle continue pour former le courant noir.

1.2.1. L'émission primaire

Extraire un électron d'un métal nécessite le franchissement d'une barrière de potentiel dont la hauteur à température nulle correspond au travail de sortie (φ sur la Figure 1). Dans un métal, à température nulle, les électrons d'un métal occupent des niveaux d'énergie jusqu'à un niveau d'énergie maximal appelé niveau de Fermi (le travail de sortie sera la différence entre le niveau de Fermi et le niveau du vide). Cependant si le métal est excité thermiquement, les électrons gagnent une énergie suffisante pour occuper des énergies supérieures. Si ce gain en énergie est supérieur au travail de sortie du métal, les électrons peuvent quitter le matériau même en absence de champ électrique élevé: il s'agit de l'émission thermoïonique.

Si le champ applique est très intense (de l'ordre de quelques gigavolts par mètre), la barrière de potentiel est considérablement abaissée et amincie et les électrons peuvent alors passer directement du métal vers le vide, même à température faible. Ceci est décrit sur la Figure 1. Dans ce cas l'émission se fait par effet tunnel à travers la barrière. Ainsi plus le champ est intense, plus la barrière est fine et abaissée et donc plus la probabilité qu'un électron traverse la barrière est élevée.

Pour résumer, l'existence d'un champ électrique suffisamment élevé permettra une émission primaire des électrons de la cathode en particulier sur les sites de la cathode où le champ électrique sera le plus important.



Figure 1. Abaissement de la barrière de potentiel par effet de champ électrique

1.2.2. L'émission secondaire

Les électrons émis par l'émission primaire s'accélèrent vers l'anode et comme la plupart d'entre eux ne subissent pas de collisions lors de leur trajet vers l'anode, ils gagnent lors de leur parcours une énergie proportionnelle à la tension totale appliquée entre les deux électrodes. Lors du bombardement de l'anode une émission d'ions et de particules neutres va pouvoir se produire. Une partie des neutres sera également ionisée. D'une façon générale, les ions positifs seront à leur tour accélérés vers la cathode et la bombarderont. Ce bombardement aura plusieurs conséquences : il contribuera au chauffage local de la cathode, à la déformation de la surface et à l'émission électronique, soit en arrachant des électrons de la surface lors de l'impact, soit, avant l'impact par transitions résonnantes et émission de type Auger. L'ensemble des phénomènes est schématiquement représenté sur la (Figure 2).



Figure 2. Emission secondaire et tertiaire par bombardement [1]. (1)Emission primaire de courant noir, (2) désorption des ions et des molécules par bombardement d'électrons, (3) ionisation par impact d'électrons, (4) Emission secondaire des électrons

Tous ces processus dépendent de nombreux paramètres tels que l'énergie cinétique des électrons arrivant sur l'anode, celle des ions positifs accélérés en retour vers la cathode, les matériaux d'électrode (rendement d'électrons secondaires à la cathode et taux de pulvérisation d'ions à l'anode). Il est prévu que si le gain dépasse l'unité, une augmentation rapide du courant noir se produit conduisant à un claquage. A champ électrique moyen constant entre les deux électrodes, l'intensité du courant émis dépendra donc de la distance inter-électrodes.

1.3.Les principaux modèles d'émission électronique

C'est Wood [3] en 1897 qui donna le premier une description du phénomène d'émission électronique dans le cas d'électrodes « froides » placées dans le vide. Les premiers travaux concernant la théorie de l'émission électronique (froide) furent effectués en 1923 [4] alors que la théorie des bandes décrivant la structure électronique d'un métal, n'existait pas encore.

L'émission électronique fut alors interprétée en termes d'abaissement de la barrière de potentiel, ceci a bien sûr conduit à une forte surestimation du champ électrique nécessaire à l'émission d'un courant donné. Le développement de la mécanique quantique a permis ensuite d'expliquer des phénomènes liés par exemple à l'effet tunnel (qu'il s'agisse de l'émission de particule alpha, de l'ionisation de l'hydrogène atomique ou de l'émission électronique d'un métal [5], [6]). Ainsi, en 1928, un modèle théorique décrivant l'émission électronique par effet de champ a été proposé par Fowler et Nordheim.

En quelques années, deux expressions furent établies selon la forme de l'énergie potentielle électronique devant le métal. Dans un premier cas la barrière de potentiel a été considérée comme étant de forme « triangulaire ».



Figure 3. Effet de la force d'image sur la barrière de potentiel

Une forme plus réaliste de cette barrière tenant compte de la force image est présentée sur la Figure 3. L'introduction de la force image dans le développement théorique sera discutée plus loin.

1.3.1. Description du calcul proposé par Fowler-Nordheim [5]

Dans le cas de l'émission électronique d'un métal, le modèle proposé considère le métal comme un gaz d'électrons libres régi par la distribution de Fermi – Dirac. En quelques années, deux expressions donnant la densité de courant émise par un métal soumis à un champ électrique furent établies selon la forme de l'énergie potentielle électronique devant le métal.

Dans un premier cas [5] la barrière de potentiel a été considérée comme étant de forme « triangulaire » (voir Figure 4) et résultant donc de l'unique existence d'un champ électrique

constant en surface de l'électrode. Le métal quant à lui est un puits de potentiel « plat » dont les propriétés électroniques sont décrites par le modèle classique de Sommerfeld.



Figure 4. Exemple de forme de barrière de potentielle utilisée dans [5] : barrière « triangulaire » Dans ces conditions l'expression trouvée pour la densité de courant émise est donnée par la formule (1) :

$$J = \frac{AF^2}{\varphi} \exp\left(-\frac{B\varphi^{\frac{3}{2}}}{F}\right)$$
(1)

Où *F* est le champ électrique local au niveau de la surface et φ est le travail de sortie du métal considéré. Les deux constantes A et B sont calculées à partir des expressions suivantes [7] :

$$A = \frac{e^3}{8\pi h_p} = 1,54 \ 10^{-6} \ A \ eV \ V^{-2}$$

$$B = \frac{\frac{4}{3}(2m_e)^{0.5}}{e\hbar_p} = 6,83 \ 10^9 \ eV^{-\frac{3}{2}} \ V \ m^{-1}$$
(2)

Où *e* est la charge d'un électron, m_e est la masse de l'électron et h_p est la constante de Planck. Une amélioration a été proposée [6] en considérant que la barrière de potentiel devant la surface résulte de l'addition de l'action du champ électrique et du potentiel de force image et prend ainsi l'expression suivante :

$$E_p(z) = \frac{-q^2}{16\pi\varepsilon_0} \frac{1}{z} - qFz \tag{3}$$

Où z est la distance à l'électrode, F est le champ électrique local (le plus souvent supposé constant), q est la charge élémentaire et ε_0 est la constante électrique. Un exemple d'énergie potentielle « vue » par l'électron est donné sur la Figure 5.

Une approximation de type BWKJ (*Brillouin Wentzel Kramers et Jeffreys*) permet dans ce cas d'obtenir l'expression suivante pour la densité de courant émise (en A/m²):

$$J = \frac{1,54 \times 10^{-6} F^2}{\varphi \times t^2(y)} \exp\left(-\frac{6,83 \times 10^9 \varphi^{\frac{3}{2}}}{F} v(y)\right)$$
(4)

Où la variable y est égale à $\Delta \varphi / \varphi$ où $\Delta \varphi$ est l'abaissement de la barrière de potentiel ainsi, $y = 3,79 \times 10^{-5} \frac{\sqrt{F}}{\varphi}$ où *t* et *v* sont des intégrales elliptiques.



Figure 5. Exemple de forme de barrière de potentielle dans le cas classique où la barrière résulte de deux contributions : énergie potentielle liée au champ électrique et potentiel image

On peut noter que jusqu'en 1953 [8] une erreur dans l'article de Nordheim concernant l'expression de la fonction v n'avait pas été détectée. Plusieurs expressions ont été proposées [9] et nous proposons ici l'approximation précise récemment proposée par Forbes [10] :



Figure 6. Evolution de t et v en fonction du champ pour un travail de sortie de 4,5 eV Sur la Figure 6 nous avons représenté pour un travail de sortie de 4,5 eV les deux fonctions t et v en fonction du champ électrique (ici noté E).

1.3.2. Renforcement local du champ

Dans la pratique la présence de rugosités en surface de l'électrode engendre un renforcement local du champ électrique moyen. Ainsi il est important de donner quelques explications sur la façon dont on traduit généralement ce renforcement.

Définitions :

- Dans une géométrie plan / plan le champ électrique macroscopique F_M est donné par : $F_M = \frac{V}{d}$ où *d* est la distance entre les deux plans et *V* est la tension appliquée.
- Le champ local F_{loc} est le champ à proximité (quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres) de la surface et qui détermine la forme de la barrière de potentiel. Ce champ peut être très différent du champ macroscopique et notamment significativement supérieur.

Pour quantifier cette différence plusieurs propositions ont été faites :

- Une première méthode consiste à comparer le champ local à la tension *V* appliquée entre les deux électrodes [11]. On écrit ainsi :

$$F_{loc} = \beta V \tag{6}$$

L'avantage d'une telle formulation est qu'il n'y a pas besoin de déterminer ce qu'est le champ macroscopique, notion qui n'est pas facile à définir dans les géométries générant un champ électrique fortement inhomogène (pointe / plan). L'inconvénient est que dans ce cas β a une dimension (m^{-1}) et est fonction non seulement de la rugosité à l'échelle « microscopique » mais aussi de la géométrie des électrodes à l'échelle macroscopique, du support des électrodes, bref de tout l'ensemble...

Une seconde méthode consiste à comparer le champ local au champ macroscopique. On écrit alors : $\beta = F_{loc}/F_M$. Cette formulation est bien plus pratique que la précédente dans le cas d'un champ homogène mais dans le cas du Chapitre IV (configuration pointe / plan), il sera utile de définir avec précision ce que nous avons appelé champ macroscopique.

Parmi les représentations les plus courantes des « micro-protrusions », on peut distinguer les quatre présentées sur la Figure 7.

Dans certains cas des expressions exactes ont pu être obtenues pour β . Par exemple dans le cas d'une demi-sphère (a) de la Figure 7, $\beta=3$. Pour les formes (b) et (c) la formule suivante a longtemps été utilisée [12] : $\beta = m + L / \rho$ où ρ est le rayon à la base de la rugosité et *m* est une constante qui dépend de la façon dont on a considéré la hauteur *L*.

Des calculs numériques ont cependant montré que cela conduisait à une surestimation du facteur d'accroissement du champ [13], [14], [15] dès lors que le facteur d'aspect (L/ρ) devenait important. Un résumé sommaire des formules proposées ces dernières années et

issues de « fit » de calculs numériques pour les géométries (c) et (d), c'est à dire une demisphère « posée » sur un cylindre et une demi-ellipse, est proposé. Ces formules sont extraites de Forbes et *al*. [16].



(c) hémisphère sur un cylindre (d) hémi-ellipsoïde sur un plan

Figure 7. Exemples de rugosité microscopique classiquement considérées [16]

Dans le cas d'une géométrie de type (c) (Figure 7) et pour un facteur de forme dans la gamme 4 - 3000, Forbes et *al*.[16] proposent l'expression suivante (dont la validité est estimée à 3%) :

$$\beta \cong 1,2 \ (2,15+\nu)^{0,9} \tag{7}$$

Avec v = L/l.

Ils proposent aussi une formule bien plus simple pour un facteur de forme dans la gamme 30-2000 avec une précision de l'ordre de 25% :

$$\beta = 0.7 \ ^{L}/_{\rho} \tag{8}$$

Kokkorakis et *al*.[15] ont proposé, pour cette géométrie, une expression "fittant" très bien leurs résultats numériques pour un facteur de forme dans la gamme 20-600. Cette expression est la suivante :

$$\beta = 5,93 + 0,73 v - 0,0001 v^2 \tag{9}$$

Avec v = L/l.

Dans le cas d'une rugosité dont la forme se rapprocherait plutôt d'une demi-ellipse, une expression exacte a été proposée par Rohrbach [17] :

$$\beta(y) = \frac{(\lambda^2 - 1)^{\frac{3}{2}}}{\lambda \ln(\lambda + \sqrt{\lambda^2 - 1}) - \sqrt{\lambda^2 - 1}}$$
(10)

Où $\lambda = L/\rho$ (facteur de forme). Ce qui s'approxime avec précision pour les fortes valeurs de λ en :

$$\beta(y) = \frac{\lambda^2}{\ln \lambda - 0.3} \tag{11}$$

Pour $\lambda \ge 10$ l'erreur est < 2%.

1.3.3. Influence de la température

Les expressions (1), (4) concernent l'émission électronique pour les faibles valeurs de la température de la surface émettrice. En 1956 Murphy et Good ont proposé une expression pour des températures plus élevées en multipliant l'expression (4) par un facteur prenant en compte aux fortes valeurs du champ, le rôle de la température et prenant l'expression suivante :

$$f(T) = \frac{\pi kT/\alpha}{\sin(\pi kT/\alpha)}$$
(12)

Où *T* est la température de la cathode et $\alpha = \frac{9.76 \times 10^{-11}F}{\varphi^{0.5} t(y)}$. On notera :

$$J_{FN}(F,T) = \frac{1,54 \times 10^{-6} F^2}{\varphi \times t^2 (y)} \exp\left(-\frac{6,83 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{F} v(y)\right) \frac{\pi kT/\alpha}{\sin(\pi kT/\alpha)}$$
(13)

Pour un travail de sortie de 4,5 eV nous avons tracé sur la Figure 8 la valeur de f (300 K) en fonction du champ devant la cathode.



Figure 8. Fonction correctrice à T = 300 K en fonction du champ électrique local pour un travail de sortie de 4,5 eV

De même, sur la Figure 9 nous avons tracé f(T) pour un champ de 10⁹ V/m et un travail de sortie de 4,5 eV. Cette courbe met en évidence les limites de l'approximation proposée puisqu'aux fortes températures la fonction correctrice change de signe.



Figure 9.Tracé de f(T) en fonction de la température pour un champ électrique de 109 V/m et un travail de sortie de 4,5 eV

1.3.4. Commentaire sur les différentes hypothèses sur lesquelles se basent les modèles

Les modèles usuels se basent sur différentes hypothèses tant en ce qui concerne la modélisation du métal du point de vue de la densité d'état électronique disponible, qu'en ce qui concerne la forme de la barrière de potentiel et la méthode d'estimation du coefficient de transmission.

1.3.4.1. Commentaire concernant le modèle pris pour le métal

Les modèles décrits précédemment supposent tous que le métal peut être décrit par un modèle de type Sommerfeld : le métal est considéré comme étant un puits de potentiel plat de profondeur donnée. Ceci permet l'estimation de la densité d'état énergétique disponible (nombre d'état électronique / atome / eV) qui a la forme suivante :

$$N(W) = \frac{1}{2\pi^2} \left(\frac{2m}{\hbar^2}\right)^{\frac{3}{2}} (W + W_0)^{\frac{1}{2}}$$
(14)

Où W est l'énergie des électrons, W_0 est l'énergie de bas de bande de conduction du métal et m est la masse de l'électron. La forme de cette densité est donnée sur la Figure 10.



Figure 10. Forme de la densité d'état électronique disponible donnée par la théorie de Sommerfeld

Cependant, le calcul de la densité d'état par cette méthode peut s'avérer pour certains métaux être une approximation grossière. Ainsi sur les Figures 11 et 12 nous avons représenté la densité d'état électronique calculée en utilisant un modèle de métal de type Brillouin et la méthode des liaisons fortes [18] respectivement pour le tungstène et pour le cuivre.



Figure 11. Densité d'états électroniques disponibles dans le cas du tungstène



Figure 12. Densité d'états électroniques disponibles dans le cas du cuivre

L'allure de la densité d'état électronique autour du niveau de Fermi montre que le modèle de type Sommerfeld ne pourrait en toute rigueur convenir pour le tungstène. Dans le cas du cuivre nous proposons sur la Figure 13 une comparaison entre les deux types de modèles (modèle parabolique de Sommerfeld et modèle « liaisons fortes ») autour du niveau de Fermi.



Figure 13. Une comparaison entre le modèle parabolique de Sommerfeld et le modèle « liaisons fortes »

On constate que les deux courbes sont relativement proches et l'usage de la théorie de Sommerfeld semble ainsi plus justifié dans le cas du cuivre que dans le cas du tungstène.

1.3.4.2. Commentaire concernant la forme de la barrière

Passer d'une barrière triangulaire à une barrière prenant en compte en plus du champ électrique local, la force image a induit des changements dans la formule donnant la valeur de la densité de courant émise pouvant conduire à de fortes différences comme le montre la Figure 14 sur laquelle nous avons tracé pour T = 0 K et φ = 4,5 eV, d'une part les deux valeurs de densité de courant données par les formules (1) et (4) (appelées J_{FN} et J_{FN-modifié}) et d'autre part le rapport entre les deux expressions.



Figure 14. Densités de courant émises calculées selon les formules (1) et (4) (axe de gauche) en fonction de champ et le rapport entre les deux expressions (axe de droite)

D'autres modèles visant à donner une forme plus précise de l'énergie électronique aux abords du métal ont été proposées. On peut citer les travaux de Lang et *al*. [19] qui ont en absence de champ proposé un modèle auto-cohérent (Schrödinger-Poisson) ou ceux de Jennings et *al*. [20] qui ont proposé une expression « fittée » (et auto-cohérente) de l'énergie potentielle devant la surface. Celle-ci s'exprime de la façon suivante :

$$V(z) = \begin{cases} \frac{1}{(2(z-z_0)} \{1 - exp[\lambda(z-z_0)]\} if \ z < z_0 \\ \frac{-U_0}{A \exp[-B(z-z_0)] + 1} if \ z > z_0 \end{cases}$$
(15)

A et *B* sont des constantes calculées pour que la fonction soit continue et continument dérivable en z_0 . Les valeurs de U_0 , λ et z_0 dépendent de la nature de l'électrode.

Plus récemment, les travaux de Gohda et *al*. et Obreshkov et *al*. [21] ont permis d'obtenir une forme auto-cohérente du potentiel devant la surface en présence d'un champ électrique.

1.3.4.3. Commentaires concernant l'emploi de la distribution de Fermi-Dirac

Dans le cas d'une valeur très importante de la densité de courant émis, et donc en présence d'un très fort champ électrique ou dans le cas où l'émission électronique conduit à de très forts gradients de température en surface l'équilibre thermodynamique n'existe plus. De plus, la température du réseau peut dans certains cas extrême être aussi différente de la température électronique. Différents auteurs ont évalué les limites de validité à l'emploi de la distribution de Fermi-Dirac. Ainsi, Bowers et *al.* [22] ont montré dans le cas du cuivre, que seulement pour des valeurs très élevées (> 10^{10} W/m²) du flux de chaleur apporté à la surface le gradient de température pouvait avoir une influence sur l'émission électronique. D'autres auteurs [23], [24] ont montré que pour des densités de courant émises de l'ordre de 10^{13} A/m², la distribution de Fermi était « perturbée ».

1.3.4.4. Commentaire concernant le calcul du coefficient de transmission

Dans ce paragraphe nous proposons d'étudier brièvement l'influence du mode de calcul du coefficient de transmission à travers la barrière de potentiel. Pour cela nous allons considérer la barrière « classique » unidimensionnelle résultant de la superposition de l'action du champ électrique local et de la force image. La forme de celle-ci est rappelée sur la Figure 15.



Figure 15. Exemple de forme de barrière de potentielle dans le cas classique où la barrière résulte de deux contributions : énergie potentielle liée au champ électrique et potentiel image

Indépendamment de la forme de la barrière la densité de courant dJ_{em} émise par des électrons ayant leur énergie « perpendiculaire » à la surface E^* à dE^* près s'écrit :

$$dJ_{em}(E^*, T_c) = \frac{-4\pi m q k_B T_c}{h^3} D(E^*, F_0) \times ln\left(1 + exp\left(\frac{W_f - E^*}{k_B T_c}\right)\right) dE^*$$
(16)

Où *m* est la masse de l'électron, k_B est la constante de Boltzman, T_c est la température de la cathode, W_f est l'énergie de Fermi et *D* est le coefficient de transmission. Quant à E^* cela représente la « composante » de l'énergie de l'électron dans la direction de l'émission. On aura :

 $E^* = W_0 + \frac{1}{2}mv_z^2$, où W_0 est la base de bande de conduction et v_z est la vitesse de l'électron dans l'axe perpendiculaire à la surface.

Dans ce paragraphe nous proposons deux méthodes d'obtention de la valeur de *D*. D'une part la méthode classique BKWJ proposée par exemple par [25] et d'autre part un calcul numérique. Murphy et *al.* [25] ont obtenu à l'aide d'une approximation de type BKWJ l'expression suivante pour le coefficient de transmission pour $E^* \leq -\sqrt{\frac{e^3 F}{8\pi\varepsilon_0}}$:

$$D(F, E^*) = \left[1 + \exp\left(\frac{4\sqrt{2}}{3} \left(\frac{F\hbar^4}{m^2 e^5}\right)^{-\frac{1}{4}} y^{-\frac{3}{2}} v(y) \right) \right]^{-1}$$
(17)
Et $D(F, E^*) = 1$ pour $E^* > -\sqrt{\frac{e^3 F}{8\pi\varepsilon_0}}$.

Nous avons développé au LGEP / Supelec un modèle numérique visant à résoudre l'équation aux valeurs propres du Hamiltonien pour un électron du métal ayant une énergie E* et associé à la fonction d'onde φ (z):

$$-\frac{\hbar^2}{2m}\nabla^2\varphi(z) + \left(E_p(z) - E^*\right)\varphi(z) = 0$$
(18)

Où $E_p(z)$ est l'énergie potentielle électronique

Le domaine est divisé en trois zones (voir Figure 15) :

- La zone 2, « loin » du métal où l'électron est représenté par une onde transmise.
- La zone 1 « dans la barrière ». Dans cette zone, le calcul de φ (z) se fait en remontant vers la surface à l'aide de la méthode de Numerov qui donne les valeurs de φ (z) en fonction des valeurs obtenues en z+dz et z+2dz. La méthode de Numerov très simple est décrite en appendice (Annexe 5).
- La zone 0, le métal où la fonction d'onde de l'électron se compose d'une onde incidente et d'une onde réfléchie sur la barrière.

Le coefficient de transmission à travers la barrière est obtenue en faisant le rapport entre le courant de probabilité transmis (zone 2) et le courant de probabilité incident (métal). On rappelle que le courant de probabilité *Y* est donné par la formule suivante :

$$\vec{\mathcal{X}}(r,t) = \frac{-i\hbar}{2m} \left[\varphi^*(r,t) \vec{\nabla} \varphi(r,t) - \varphi(r,t) \vec{\nabla} \varphi^*(r,t) \right]$$
(19)

Comparaison entre les deux méthodes :

L'obtention de la densité de courant totale émise est ensuite obtenue pour les deux méthodes de calcul du coefficient de transmission en intégrant numériquement, de la même façon, l'expression de $dJ_{em}(E^*)$. Ainsi, la comparaison entre les deux résultats concerne uniquement le mode de calcul du coefficient de transmission.

Trois cas sont présentés sur les Figures 16, 17 et 18 sur lesquelles on a tracé en fonction du champ électrique les densités de courant émises calculées selon différentes méthodes :

- L'approximation BKWJ classique suivie de l'intégration numérique sur l'énergie.
- Le calcul numérique développé au LGEP / Supelec.
- La formule donnant $J_{FN-modifié}(F,T)$ (formule (13)).

Par ailleurs nous avons aussi tracé le rapport entre les différents modèles (axes de droite).



Figure 16. Comparaison les densités de courant calculées avec aune approximation de type BKWJ et le modèle numérique, pour T = 300 K et $\varphi = 4,5$ eV



Figure 17. Comparaison les densités de courant calculées avec aune approximation de type BKWJ et le modèle numérique, pour T = 1700 K et $\varphi = 4,5$ eV



Figure 18. Comparaison les densités de courant calculées avec une approximation de type BWKJ et le modèle numérique, pour T = 3700 K et $\varphi = 4,5$ eV

1.4. Méthodes utilisées pour dépouiller les mesures : obtention d'information sur le champ local et sur la surface des sites émetteurs

Dans la pratique, les mesures réalisées donnent accès à une grandeur macroscopique, l'intensité du courant émis, en fonction d'une autre grandeur macroscopique, la tension mesurée aux bornes des électrodes. Les équations de FN (1) et (4) concernent quant à elles des grandeurs microscopiques : la densité de courant émise en fonction de la valeur locale du champ électrique.

Une première approche simple peut consister à faire les hypothèses suivantes :

- L'émission se fait au niveau d'un site unique.
- Le site est caractérisé par un facteur d'accroissement du champ et par sa surface.

Dans ces conditions le courant émis peut se mettre sous la forme proposée dans l'équation (20) (dans le cas d'une émission en champ homogène).

$$I = \frac{S.A.F_{micro}^2}{\varphi} \exp\left(-\frac{\varphi^{1.5}}{F_{micro}}B\right)$$
(20)

Où *S* est l'aire du site émissif, β est le coefficient de renforcement de champ, J=I/S et $F_{micro}=\beta$. *V/d*. Ce qui devient en prenant le logarithme :

$$ln\left(\frac{l}{V^2}\right) = ln\left(\frac{S.\beta^2.A}{d.^2\,\varphi}\right) - \frac{B.\phi^{1.5}.d}{\beta}\left(\frac{1}{V}\right) \tag{21}$$

La mesure nous donnant I et V.

(23)

1.4.1. Méthode classique (pour un travail de sortie φ donné)

Les résultats expérimentaux peuvent être représentés dans deux types de coordonnés : les coordonnés classiques qui donne l'évolution du courant noir en fonction du champ appliqué I=f(F) (Figure 19), et les coordonnés de Fowler-Nordheim qui donnent $ln \ 1/V^2 = f \ (1/V)$ (Figure 20). Dans ce dernier cas, on obtient une ligne droite avec une pente négative. En déduisant l'équation de cette ligne qui a la forme y=-ax + b, on peut trouver la valeur du facteur de renforcement de champ β et l'aire du site émissif S à partir des expressions suivantes :

$$\beta = -\frac{B.\,d\,\,\varphi^{1.5}}{pente} \tag{22}$$

Figure 19. Courant noir en fonction du champ électrique pour une cathode en inox et une anode en titane, $p = 10^{-9}$ Torr, d = 4,077 mm [26]



Figure 20. Tracé de Fowler-Nordheim correspondant à la Figure 19 [26]

Le tableau suivant montre un exemple des résultats obtenus par le processus précédent à partir des résultats expérimentaux présentés dans [26].

Cathode	d (mm)	φ (eV)	Pente (A/V)	Intercepte (A/V ²)	β	S (m²)
Inox	4,077	5	-30234	-12,027	428	2,6 10 ⁻¹⁸

Tableau 1. Résultat obtenu par le plot de Fowler-Nordheim de la Figure 20

1.4.2. Méthode quand le travail de sortie est inconnu

Le principe du calcul pour un travail de sortie inconnu est de trouver la valeur de β et S à partir d'une estimation des quantités imposées. L'objectif donc est de diminuer l'erreur produite à cause de cette estimation. A partir de ce principe, deux méthodes de calculs ont été proposés par Spindt en 1975 [27] et par Forbes en 1999 [7]. Nous détaillons par la suite la méthode de Spindt.

On rappelle l'équation (20) qui prend en compte la force image :

$$I = \frac{S.\beta^2.V^2.A}{d^2.\varphi.t^2(y)} \exp\left(-\frac{d.\varphi^{1,5}}{\beta.V}B.\nu(y)\right)$$
(24)

Nous remplaçons les quantités suivantes dans l'équation (24) :

$$t^{2}(y) = 1,1, v(y) = 0,95 - y^{2}, y = 3,79 \, 10^{-5} \frac{F^{2}}{\varphi}$$
 (25)

Après un développement, nous obtenons une équation de la forme (Annexe 1):

$$I = a V^2 \exp(-\frac{b}{V}) \tag{26}$$

Où les valeurs de *a* et *b* sont données par les expressions suivantes :

$$a = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot A}{d^2 \cdot \varphi (1,1)} \exp\left(\frac{B(1,44 \times 10^{-7})}{\varphi^{\frac{1}{2}}}\right)$$
(27)

$$b = 0.95 \, B. \, d. \, \varphi^{\frac{3}{2}} / \beta \tag{28}$$

En prenant le dérivé de l'équation (26) nous obtenons (Annexe 2) :

$$\frac{dI}{dV} = \frac{I}{V} \left(2 + \frac{b}{V} \right) \tag{29}$$

Si les quantités dI/dV, I et V sont connues (par la mesure expérimentale), nous aurons trois inconnus : β , S et φ pour les deux équations (27) et (29), une troisième équation alors est nécessaire.

En prenant le produit ab^2 nous obtenons (Annexe 3) :

$$(ab^2) = S(5,96 \times 10^9). g(\varphi) \tag{30}$$

Où la fonction $g(\varphi)$ est donnée par l'expression suivante :

$$g(\varphi) = \varphi^2 \exp\left(\frac{9,89}{\varphi^{\frac{1}{2}}}\right) \tag{31}$$

En traçant la fonction $g(\varphi)$ (Figure 21) pour un intervalle de $\varphi \in [1, 12]$, on constate que prendre une valeur de $g(\varphi)=2250$, conduit à une erreur qui ne dépasse pas 10% sur l'intervalle de $\varphi \in [3,4, 11,6]$. Cet intervalle contient par ailleurs le travail de sortie des plupart des matériaux utilisés dans ce domaine.



Figure 21. Évolution de la fonction $g(\boldsymbol{\varphi})$ *avec le travail de sortie*

Pour cette valeur de $g(\varphi)$, on peut trouver de l'équation (30) une estimation de l'aire du site émissif :

$$S = \frac{ab^2}{1,34 \times 10^{13}} \quad cm^2 \tag{32}$$

En remplaçant l'équation (26) en (32) on obtient (Annexe 4) :

$$\frac{S}{I} = \frac{\left(\frac{b}{V}\right)^2 \exp\left(\frac{b}{V}\right)}{1,34 \times 10^{13}} \tag{33}$$

Cette expression est représentée sur la Figure 22 pour un intervalle [5, 15] de la quantité b/v, ce qui correspond l'intervalle des valeurs peuvent être obtenues par l'expérience.



Figure 22. Représentation de l'équation (33)

De l'équation (29), on peut écrire :

$$\frac{b}{V} = \frac{V}{I}\frac{dI}{dV} - 2\tag{34}$$

En mesurant *I*, *V*, dI/dV, on trouve de l'équation (34) la quantité b/V. On utilise ce résultat dans l'équation (33) pour trouver *S*.

On constate à l'aide de la Figure 22, qu'une petite erreur dans la valeur de b/V produit une erreur très importante sur S. Il est donc nécessaire de faire la mesure de I, V et dI/dV avec la meilleure précision possible pour ne pas dépasser 1% comme erreur. Il est important de souligner que l'estimation précise de dI/dV à partir de données expérimentales peut s'avérer particulièrement ardue.

On prend un exemple (pour donner un ordre de grandeur [27]) :

V (v)	I (A)	dI/dV	b/V	S/I	S (m²)
139	1,92 10-7	1,3 10 ⁻⁸	7,41	7 10 ⁻⁹	1,3 10 ⁻¹⁹

Tableau 2. Un exemple donné par Spindt du calcul de l'aire du site émissif

Commentaires concernant la méthode classique pour dépouiller les mesures

La méthode classique peut conduire à des valeurs de surface émettrice étonnante :

- Hurley [28] a déduit des valeurs de S particulièrement élevées, de l'ordre de 10 m² (supérieure à la surface de la cathode).
- BastaniNejad et *al.* [29] ont quant à eux obtenus des valeurs de S très petites, de l'ordre 10⁻²¹ à 10⁻²⁴ m², valeurs qui n'ont guère de sens physique.

Dans la suite nous allons illustrer par quelques exemples simples les points forts et les points faibles d'une telle méthode de dépouillement.

Description du principe : on simule avec le modèle numérique une émission de courant et on regarde ce que donne le dépouillement en coordonnées de Fowler Nordheim.

Premier cas :

- Le travail de sortie vaut 4,5 eV sur toute la surface.
- La température des sites est faible et reste de l'ordre de 300 K.
- La surface émettrice (S) vaut $1 \mu m \ge 1 \mu m$.

- La valeur de β (renforcement du champ) vaut 50.

Les valeurs de l'intensité de courant émis sont données en multipliant les densités obtenues par le modèle par la surface (10^{-12} m^2) . L'objectif est de voir si en dépouillant selon la méthode classique on retombe sur les valeurs de β et *S* proposées, c'est-à-dire en traçant :

$$\ln\left(\frac{I}{E^2}\right) = f\left(\frac{1}{E}\right) \tag{35}$$

On obtient ainsi la courbe donnée sur la Figure 23. Sur cette courbe les points correspondent à ceux du modèle, et la courbe en rouge correspond au fit linéaire. De ce fit, nous en déduisons d'une part la pente qui nous donne le facteur β et l'ordonnée à l'origine qui nous donne la valeur de *S*. Pour les conditions décrites ci-dessus nous avons obtenu $\beta = 53$, ce qui est voisin de la valeur attendue (50) et une surface valant 59 × 10⁻¹² m² qui est environ 60 fois plus grande que la valeur attendue. Ainsi à faible température (300 K) si le dépouillement classique conduit à une estimation assez fidèle pour β , l'estimation de la surface des sites émetteurs sera faussée.



Figure 23. Tracé le ln $(I/E^2) = f(1/E)$ pour une température de la surface valant 300 K, un travail de sortie valant 4.5 eV. Les points noirs correspondent aux valeurs données par le modèle numérique et le tracé rouge correspond au fit linéaire. La pente de la droit vaut A et l'ordonnée à l'origine est B

Le second cas que nous proposons de regarder est semblable au premier cas à l'exception de la température que nous prenons plus élevée et égale à 1700 K, température proche de la température de fusion de l'acier inox. Considérer une température élevée pour les sites émetteurs suppose que pour diverses raisons (effet Joule, effet Nottingham, bombardement par des particules émises à l'anode ou par des particules ionisées dans l'espace interélectrodes) la surface de la cathode a vu sa température fortement augmenter localement.

Hypothèses pour le second cas :

- Le travail de sortie vaut 4,5 eV sur toute la surface.
- La température des sites est faible et reste de l'ordre de 1700 K.
- La surface émettrice (S) vaut $1 \ \mu m \times 1 \ \mu m$.
- La valeur de β (renforcement du champ) vaut 50.

Là encore, les valeurs de l'intensité de courant émis sont données en multipliant les densités obtenues par le modèle par la surface (10^{-12} m²). L'objectif est encore de voir si en dépouillant selon la méthode classique on retombe sur les valeurs de β et *S* proposées.

Sur la Figure 24 nous avons tracé de même que précédemment $\ln\left(\frac{I}{E^2}\right) = f\left(\frac{1}{E}\right)$.



Figure 24. Le $ln(I/E^2) = f(1/E)$ pour une température de la surface valant 1700 K et un travail de sortie valant 4,5 eV

On constate que dans ce cas le tracé n'est plus linéaire.

On peut distinguer 3 zones, et au sein de chacune de ces trois zones nous allons proposer un fit linéaire :

Zone 1 : $1/E_{macro}$ supérieur à 1 x 10^{-7} m⁻¹

Emacro inférieur à 10 Mv/m

Zone 2 : $1/E_{macro}$ compris entre 5 x 10⁻⁸ m⁻¹ et 1 x 10⁻⁷ m⁻¹

Emacro entre 10 Mv/m et 20 Mv/m

Zone 3 : $1/E_{macro}$ inférieur à 5 x 10^{-8} m⁻¹

Emacro supérieur à 20 Mv/m

Les valeurs obtenues pour β et *S* sont données dans le Tableau 3:

	Zone 1		Zone 2		Zone 3	
	A B		А	В	А	В
	-57,7	-574504	-53,3	$-2,99 \times 10^{7}$	-33,7	$-7,36 \times 10^{8}$
β	113000		2180		88,5	
S (m²)	7,36	$\times 10^{-67}$	$4,3 \times 10^{-24}$		8,6 × 10 ⁻¹³	

Tableau 3. Les valeurs obtenues pour β et S pour les trois zone présentées dans la Figure 24

On constate que c'est uniquement pour les champs macroscopiques déjà très élevés que la méthode de dépouillement classiquement utilisée ne conduit pas à des valeurs non physiques ou absurdes pour la surface et pour l'amplification du champ.

Ainsi, la nécessité de changer de méthode de dépouillement des résultats apparaît clairement dès qu'il ne s'agit plus d'une émission froide.

1.5.Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre à partir de la littérature le mécanisme du courant noir qui consiste de deux parties : l'émission primaire par effet de champ et l'émission secondaire par effet de bombardement électronique et ionique également. En ce qui concerne l'émission primaire, différents modèles d'émission électronique ont été présentés. Le modèle de base de Fowler-Nordheim simplifié a été présenté en prenant en compte, en premier temps, une forme de barrière de potentiel simplifiée, puis nous avons discuté les modifications apportées par l'introduction de l'effet de la force d'image sur le modèle de Fowler-Nordheim telles que l'introduction des fonctions elliptiques. Ensuite, le renforcement de champ β à cause de la rugosité de surface a été discuté. Différents modèles pour calculer la valeur de β ont été présentés. L'effet de la température a été étudié ensuite. Le modèle de Murphy et Good pour les températures élevées a été présenté en donnant des applications numériques. Puis nous avons présenté les différentes hypothèses utilisées pour ces modèles telles que celles concernant la forme de la barrière de potentiel, l'emploi de la distribution de Fermi-Dirac et le coefficient de transmission également.
Un modèle développé au LGEP a été présenté par la suite. Des résultats des différentes modèles ont été présentés également.

Pour interpréter les résultats expérimentaux, en utilisant le plot de Fowler-Nordheim, une méthode classique pour le calcul du facteur de renforcement de champ β et de la surface émissif *S* en considérant un travail de sortie constant a été présentée. En supposant un travail de sortie inconnu, une méthode a été proposée par Spindt a été présentée pour estimer la valeur de β et *S*.

Finalement, une méthode de dépouillement des résultats expérimentaux a été proposée par tenir compte de la possibilité que la température des sites est élevée. Elle pourrait représenter une piste intéressante pour expliquer certains résultats par lesquels des valeurs particulièrement élevées de β ont été proposés ainsi que des valeurs particulièrement faibles de *S*.

Chapitre II

Dispositifs expérimentaux et préparation des électrodes

2.1.Introduction

Ce chapitre est dédié à la présentation du dispositif expérimental et à son instrumentation. Il sera aussi question du choix et de la préparation des électrodes. Ce chapitre s'articulera en cinq parties.

La première concernera l'étude bibliographique grâce à laquelle le choix des différents paramètres nécessaires à l'étude expérimentale du courant noir a été effectué.

Dans la seconde partie de ce chapitre, nous décrirons « le cahier des charges » que nous nous sommes imposé tant en ce qui concerne les contraintes en pression, en tension qu'en ce qui concerne la géométrie et les états de surface des électrodes. Le dispositif expérimental qui a été mis en œuvre lors de la thèse sera décrit : enceinte et système de pompage, jauge de mesure de pression, alimentation électrique....

Dans une troisième partie nous aborderons le problème du choix de la géométrie et de l'état de surface des électrodes que nous avons utilisées. Les différents « traitements » de surface seront décrits.

Dans la quatrième partie, nous décrirons les systèmes de mesure du courant utilisés selon les différents cas qui se sont présentés. Quelques exemples de mesure non commentés seront alors proposés afin de permettre au lecteur de se familiariser avec les observations et mesures qui seront ensuite plus amplement détaillées.

Finalement, nous évoquerons aussi rapidement les divers systèmes d'analyse de surface utilisés : profilomètre optique 3D du Laboratoire de Génie Electrique de Paris (LGEP), Microscopie électronique à balayage de la plateforme technologique de l'Institut d'Électronique Fondamentale (IEF).

2.2.Étude bibliographique sur les dispositifs expérimentaux : la préparation des électrodes, la mesure de courant et de la rugosité de surface

Nous présentons dans cette section un état de l'art des différentes conditions d'étude expérimentale du courant noir, telles que le choix des électrodes (taille, géométrie, forme et matériau) et leurs moyens de préparation, les moyens de mesure de leur rugosité de surface et les intensités de courant d'émission électronique ainsi obtenues.

2.2.1. Le choix des électrodes

2.2.1.1. Géométrie des électrodes

Une étude de la littérature montre deux possibilités pour choisir la géométrie de la cathode (Figure 25). Une première possibilité est une géométrie de cathode plane avec des bords arrondis pour éviter l'effet de bord (concentration des lignes de champ sur les bords de la cathode). Cette géométrie permet de pouvoir contrôler l'état de surface de la cathode (polissage, mesure de rugosité). Dans ces conditions, la gamme de courant mesuré est dans les picoampères et les nanoampères pour les système d'une taille typiquement étudiée dans les laboratoires [1], [29], [30], [31]. La seconde possibilité trouvée dans la littérature pour la forme de la cathode est une pointe. Cette géométrie est choisie afin de renforcer l'émission primaire par un renforcement local du champ électrique. Avec cette géométrie, des courants d'une intensité de l'ordre de plusieurs centaines de microampère peuvent être atteints [32]–[36].



Figure 25. Différents géométries des électrodes utilisées à partir de la littérature (l'électrode en haut est la cathode): a) [37][30][29][38], b)[1][31][39], c)[40] [41], d) [42], e)[33][34][35][32][36]

Une étude bibliographique sur la géométrie de l'anode fait ressortir plusieurs tendances. Une anode plane peut être choisie afin d'obtenir une géométrie plan-plan et donc un champ électrique homogène (Figure 25-*a*) [29], [30], [37]. Selon Latham, la géométrie plan-plan est la géométrie qui donne les résultats les plus reproductibles (aucune explication donnée par l'auteur) [37]. Mais l'inconvénient de cette géométrie est la difficulté d'avoir un parallélisme correct entre les deux électrodes ce qui introduit par conséquent une difficulté dans la mesure de la distance inter-électrodes. Furuta [1] a choisi de remplacer l'anode par un demi-sphère pour pallier cette difficulté (Figure 25-*b*). D'autres auteurs ont conservé la forme sphérique de l'anode mais avec un diamètre réduit [41].

L'anode plane est également utilisée en association avec une cathode pointue par Dyke (Figure 25-*d*) [42]. Dans ce travail, le courant, de l'ordre du microampère, cause un chauffage significatif de l'anode par bombardement électronique. Selon Beukema [33] la totalité de la puissance (IV) est en effet dissipée à l'anode. Ceci peut poser des problèmes de contrôle de la

distance inter-électrodes dus à la dilatation thermique de l'anode. Beukema propose alors une anode de la forme présentée sur la Figure 25-*e* permettant de négliger les effets de chauffage local en augmentant le rayon de la surface émissive. Cette géométrie est également utilisée avec une anode fluorescente afin de permettre un imagerie de bombardement [32].

Desorbay [40] a choisi pour son étude une géométrie pointe-plan (Figure 25-*c*). Son anode est une tige de 5 mm de diamètre et sa cathode plane est un disque de 38 mm de diamètre. Le choix de cette géométrie a été fait pour, d'une part, considérer la cathode comme une surface infinie devant celle de l'anode, et négliger par conséquent les effets de bords de la cathode, et d'autre part, avoir une surface émettrice réduite sur la cathode ce qui facilite la caractérisation de cette surface par un MEB.

2.2.2. Matériaux des électrodes

Il est admis dans la littérature [1] que le courant noir est dû à des phénomènes d'émission des électrons à la cathode : primaire à la cathode, secondaire à la cathode et à l'anode. L'émission primaire dépend du travail de sortie du matériau de la cathode et de la valeur locale du champ électrique. En revanche, l'émission secondaire dépend, d'un part, du taux de rendement d'émission d'électrons secondaires de la cathode (*secondary electron yield rate*), qui représente le nombre d'électrons émis pour chaque impact d'une particule incidente sur la cathode, et d'autre part, du taux de pulvérisation (*sputtering rate*) de l'anode, qui représente le nombre d'ion émis par l'anode suite à l'impact d'un électron. Dans le but de réduire le courant noir et après des séries d'expériences pour une cathode plane de 18 mm de diamètre et une anode hémisphérique de 24 mm de diamètre (Figure 25-*b*), Furuta [1] a constaté que le molybdène était le meilleur matériau pour la cathode et le titane le meilleur pour l'anode parmi les quatre métaux testés : cuivre, inox, titan et molybdène.

2.2.3. Préparation des électrodes

La préparation d'une électrode a pour but de contrôler son état de surface, ceci pouvant être réalisé de différentes manières, exposées par la suite.

2.2.3.1. Polissage mécanique

La préparation mécanique est la méthode de préparation des échantillons la plus commune [1], [29], [40], [43], [44]. Cette technique consiste essentiellement en un polissage de surface, dans laquelle les particules abrasives sont utilisées successivement en grains de plus en plus fins pour enlever la matière de la surface, jusqu'à ce que le résultat requis soit obtenu. La préparation mécanique est divisée entre quatre étapes [45] :

- a) pré-polissage plan : lorsque plusieurs échantillons serrés dans un porte-échantillons, doivent être préparés, ils doivent tous être au même niveau, ou "plans", pour la préparation suivante ;
- b) pré-polissage fin : le pré-polissage fin produit une surface avec une quantité de déformation si insignifiante qu'elle peut être éliminée par le polissage ;
- c) polissage diamanté : le diamant est employé comme abrasif pour accomplir l'enlèvement de matière le plus rapide et la planéité la meilleure possible ;
- d) polissage aux oxydes : c'est un polissage aux oxydes pour que la qualité de surface soit optimale. La silice colloïdale, avec une taille de grain d'environ 0,04 µm et un pH d'environ 9,8, est utilisée. La combinaison d'une activité chimique et d'une abrasion douce et fine produit des échantillons sans rayure ni déformation.

La qualité de polissage peut varier selon le protocole choisi. La rugosité moyenne de surface polie est utilisée pour évaluer la qualité d'un polissage. Après un polissage mécanique d'une électrode en inox, la rugosité moyenne obtenue a une valeur comprise entre 3,7 nm [44] et 20 nm [29].

Nous citons comme exemple pratique le protocole de préparation utilisé par Desorbay [40] pour polir ses électrodes en aluminium et niobium. Il a commencé par un polissage par des papiers abrasif aux grains décroissants 0, 2/0, 3/0 et 4/0. Puis il est passé au polissage par pâte de diamant dans l'ordre de grains décroissants 10, 2, 0,5 microns. Il a ensuite effectué un polissage manuel à la pâte d'alumine. Le polissage mécanique a été suivi par un nettoyage aux ultrasons dans l'acétone et un rinçage avec acétone, éthanol, eau et eau ultra-pure.

2.2.3.2. Polissage électrolytique (EP)

L'avantage du polissage électrolytique est qu'il permet de ne pas déformer l'échantillon poli [45], [46]. Dans l'appareil de polissage électrolytique, l'échantillon est configuré comme l'anode dans un électrolyte adapté, la matière est enlevée par une dissolution contrôlée du métal à la surface. Le champ électrique étant le plus important au niveau des aspérités, ce sont ces dernières qui seront les premières dissoutes. Cette méthode est appliquée après le polissage au diamant. L'épaisseur enlevée par le polissage électrique doit être choisie selon l'état de la surface et est déterminée par la durée de traitement. La Figure 26 montre une surface d'échantillon après un polissage mécanique avec une rugosité moyenne de 50 nm, où des traces sont observées, et une surface après un polissage électrique qui a enlevé une couche de 5 μ m. Aucune trace de tournage n'est observée, et la surface obtenue est relativement lisse (l'auteur ne donne pas la valeur de la rugosité après le polissage électrique).



Figure 26.micrographies d'une surface d'échantillon après un polissage mécanique (à gauche) et après un polissage électrique (à droit)[47]

Cependant, l'utilisation des temps plus longs pour le processus du polissage électrique peut conduire à une surface détériorée, avec une rugosité moyenne plus importante. Un grand nombre de grains apparait sur la surface après l'enlèvement de 10 µm d'épaisseur. La durée nécessaire pour obtenir l'état de surface désiré [47] est donc un critère primordial.

2.2.3.3. Polissage chimique BCP (*buffered chemical polishing*)

Le polissage BCP consiste en une attaque chimique visant à enlever la couche superficielle d'un métal pour en améliorer l'état de surface. Ce moyen est largement utilisé pour les électrodes en niobium [29], [43], [46], [48]. Dans ce cas, l'échantillon doit être immergé dans un mélange d'acide fluorhydrique (HF), d'acide nitrique (HNO₃) et d'acide orthophosphorique (H₃PO₄) dans des proportions volumiques relatives respectivement de 1, 1, 2. L'acide fluorhydrique (HF) est utilisé car il dissout l'oxyde de niobium (Nb₂O₅) naturellement formé sur la surface. L'acide nitrique (HNO₃) sert à re-oxyder le niobium. Afin de réduire la vitesse de l'attaque chimique, l'acide orthophosphorique (H₃PO₄) est utilisé. Pour le cas décrit, la vitesse d'attaque est d'environ 1 μ m/min [46], [48]. La couche superficielle enlevée au cours du polissage chimique est supérieure à celle dans le cas du polissage électrique. Elle peut varier entre 80 [49] et 100 μ m [43], [29].

En général, la rugosité de surface obtenue par un polissage BCP est moins bonne que celle obtenue par un polissage électrique. Cependant, le polissage chimique est plus simple et moins coûteux que le polissage électrique (important pour les applications requérant des électrodes de grande surface) [49].

2.2.3.4. Préparation thermique

Un traitement thermique peut être nécessaire pour éliminer l'effet de la déformation du polissage mécanique (Figure 27). La durée de traitement et la température choisie sont des paramètres essentiels dans ce traitement. Le choix inapproprié de ces paramètres peut conduire à différentes structures de surface indésirables [43], [50].



Figure 27. Micrographies d'une surface d'échantillon avant (à gauche) et après (à droit) traitement thermique. Avant le traitement, la moyenne quadratique du profil $R_q=58$ nm,(l'auteur n'indique pas la valeur de R_q après le traitement)[50]

Li a choisi un étuvage à 500 °C pour une durée de 30 minutes [50] et un refroidissement dans l'air. Pour les applications où la formation de l'oxyde sur la surface de l'échantillon est gênante, un refroidissement dans une atmosphère de gaz noble (comme l'argon par exemple) est recommandé.

2.2.3.5. Nettoyage à l'eau ultra pure à haute pression

Un nettoyage de l'échantillon est indispensable après le processus de polissage pour éliminer les contaminants et les particules résiduelles sur la surface de l'échantillon. Un tel nettoyage peut se faire dans différents bains à ultrason (eau, éthanol ou acétone) [44], [50], [51]. Cependant, l'utilisation de la technique de nettoyage à l'eau ultra pure à haute pression devient de plus en plus courante [52], [29], [46], [53].

Le rinçage à l'eau ultra pure à haute pression est très efficace pour éliminer les contaminants sur la surface de l'échantillon, réduisant ainsi le nombre d'émetteurs [46] et diminuant le risque de claquage. L'eau utilisée pour cette technique doit être ultra pure avec une valeur de résistivité voisine de 18 M Ω .cm. La pression de l'eau est comprise entre 80 et 100 bars [46], [53].

2.2.4. Mesure de la rugosité de surface des électrodes

Trois outils sont utilisés pour mesurer la rugosité de surface d'un échantillon : microscope à force atomique (AFM), profilomètre optique 3D et microscope électronique à balayage (MEB).

2.2.4.1. Microscope à force atomique (AFM)

C'est un outil pour mesurer la rugosité par contact à l'aide d'une pointe micrométrique ou nanométrique. La résolution latérale de l'AFM est de l'ordre de quelques nanomètres, et la résolution verticale est de l'ordre de l'ångström [44]. Mais il y a deux inconvénients à l'utilisation de l'AFM : premièrement la surface de l'échantillon peut être modifiée lors de la

mesure de la rugosité, et deuxièmement le temps requis pour mesurer une grande surface peut-être prohibitif.

2.2.4.2. Profilomètre optique 3D

Un profilomètre optique 3D permet des mesures de rugosité sans contact avec l'échantillon. Les avantages du profilomètre sont : rapidité de mesure, surface caractérisée plus grande que l'AFM et mesure sans modification de la surface. La résolution latérale d'un profilomètre optique est de l'ordre de quelques centaines de nanomètre, et la résolution verticale est de l'ordre du nanomètre [54].

2.2.4.3. Microscope électronique à balayage (MEB)

Le MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, émet un spectre de rayonnement (x) et d'électrons (secondaires, rétrodiffusés, Auger). Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. Le MEB donne une très bonne résolution avec un pouvoir de grandissement de l'ordre de 250 000 fois la taille réelle de l'échantillon, et elle est efficace pour donner une image 3D de la surface scannée à l'échelle nanométrique.

2.2.5. Mesure de courant

Trois moyens de mesure de courant de faible intensité de l'ordre du picoampère sont proposés dans la littérature : picoampèremètre, utilisation d'une résistance shunt de valeur élevée, utilisation d'un montage comprenant un amplificateur opérationnel dans la configuration « amplificateur».

2.2.5.1. Picoampèremètre (Keithley)

Le picoampèremètre (souvent de la marque Keithley) est l'appareil de mesure le plus utilisé pour mesurer les courant faibles de l'ordre du picoampère [3], [27], [28]. Selon le modèle, il a une résolution de l'ordre du picoampère voir dans les centaines de femtoampère. Cette très bonne résolution s'accompagne d'un coût très important et de son défaut de protection contre les claquages.

2.2.5.2. A partir de la caractéristique I-V d'une résistance

La mesure des courants faibles est possible à partir de la caractéristique courant-tension d'une résistance shunt de haute valeur. En utilisant une résistance d'une valeur de 1 M Ω et un voltmètre de bonne résolution, un courant d'une résolution de 50 pA peut être mesuré [39]. Dans le cas de l'utilisation d'une résistance de valeur plus élevée, il conviendra de prendre l'impédance de voltmètre en compte lors du calcul de courant.

2.2.5.3. Mesure par un circuit amplificateur

La mesure de courant faible peut être faite par un circuit simple constitué principalement d'un amplificateur opérationnel convertissant le signal de courant faible en un signal de tension mesurable par un voltmètre. Le schéma de la Figure 28 montre deux circuits de mesure couplés ensemble pour mesurer le courant faible et la charge utilisés par Zhou [57].



Figure 28. Schéma du circuit d'amplificateur-intégrateur

Le premier circuit est un amplificateur à transrésistance qui convertit le signal de courant I_e en un signal de tension V_e :

$$V_e = I_e \cdot R \tag{36}$$

Où, I_e est le courant faible à mesurer, R est la résistance du circuit du convertisseur I/V et V_e est la tension de sortie du circuit convertisseur I/V.

Pour une calibration avec une source de picoampère (Keithley 6221), Zhou [57] trouve un gain de conversion de courant égal à 0,22 V/pA.

La tension de sortie du picoampèremètre V_e est intégrée par le deuxième circuit qui se compose d'un amplificateur opérationnel dans la configuration intégrateur donnant la tension V_s qui peut être calculée par l'expression suivante :

$$V_{s} = \frac{1}{R_{s}C} \int_{0}^{T} V_{e}(t) dt$$
(37)

Où V_s est la tension de sortie de l'intégrateur, C est la capacité du circuit intégrateur et R_s est la résistance série de l'entrée du circuit intégrateur.

De la même manière, par une calibration à l'aide d'une source de picoampère, Zhou [57] trouve un gain de conversion de charge de -1,63 V/fC après une calibration par l'appareil Keithley 6221.

2.2.5.4. Protection de l'appareil de mesure de courant

Les appareils de mesure de courant faible utilisés dans les études d'émission sous vide subissent souvent des claquages accidentels. L'intensité de courant qui traverse l'appareil peut être alors très élevée (le courant de claquage peut atteindre quelques centaine d'ampère, Figure 29). De même, l'apparition d'une forte tension aux bornes de celui-ci peut fortement l'endommager. En général, la protection des appareils de mesure de courant faible n'est pas prévue pour ce niveau de surintensité et surtension. Il convient alors de prévoir une protection supplémentaire pour éviter l'endommagement de l'appareil de mesure.



Figure 29. Mesure de courant et de tension lors d'un claquage entre deux électrodes [58]

Un des moyens de protection utilisé pour protéger un picoampèremètre est un circuit qui se compose d'une résistance de limitation de courant en série avec deux diodes opposées, de faible courant de fuite, et de temps de réponse rapide (Figure 30). Ces diodes rapides font passer le courant en cas de claquage, protégeant alors l'appareil de mesure [19], [31].



Figure 30. Circuit de protection de picoampèremètre

Un autre moyen de protection est une résistance série de forte valeur. Wang [60] utilise une résistance d'une valeur de100 G Ω placée à l'intérieur de l'enceinte à vide du côté de la haute tension afin de réduire l'énergie stockée dans le câble d'alimentation pendant un claquage sous vide. Jimnez [48] utilise le même principe pour protéger son picoampèremètre par deux résistance de 100 M Ω (dans les deux côtés haute et basse tension) pour limiter la tension appliquée à ses bornes.

2.3. Description des dispositifs expérimentaux utilisés dans la thèse

2.3.1. Cahier des charges

L'objectif du travail expérimental entrepris est de se placer dans des conditions de pression et de champ électrique présentes dans divers dispositifs expérimentaux de dimensions plus importantes tels que les accélérateurs de particules, les systèmes d'isolation haute tension..., ceci afin d'étudier à plus faible échelle les phénomènes d'émission électronique présents dans de tels dispositifs.

Les conditions de pression se sont donc situées dans une gamme allant de 5×10^{-6} Pa à 10^{-2} Pa. Les conditions de champ électrique macroscopique ont été choisies d'une part être compatibles avec les valeurs usuellement utilisées dans les accélérateurs par exemple (quelques mégavolts par mètre à quelques dizaines de mégavolts par mètre) et aussi pour être suffisantes en vue d'obtenir un courant électrique mesurable.

Les matériaux d'électrode et les états de surface devaient là encore être voisin de ceux mis en œuvre dans des dispositifs de taille plus importante, même si, comme cela sera montré au Chapitre IV nous avons aussi utilisé des matériaux plus spécifiques permettant par exemple une montée en température plus élevée.

Enfin, notons dès à présent, et cela sera repris plus loin que nous n'avons pas pu reproduire les valeurs de tension appliquée (typiquement 1MV pour un accélérateur de neutre tel que celui envisagé pour ITER ou DEMO), même si par ailleurs les valeurs des champs électriques macroscopiques et microscopiques (au niveau des électrodes) obtenus étaient au moins égales à celles présentes dans des dispositifs de plus grandes tailles.

2.4. Description générale du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (hors dispositifs de mesure) est constitué de plusieurs éléments :

- Une enceinte à vide.
- Son système de pompage ainsi que le système de mesure de pression.
- Une alimentation haute tension.
- Plusieurs types d'électrodes dont le comportement émissif fera l'objet de l'étude.

2.4.1. Description de l'enceinte à vide, du système de pompage et des jauges de pression

L'enceinte à vide (Figure 31), en acier inoxydable recuit, est munie d'un dispositif support d'électrodes à la fois isolant électriquement et permettant par ailleurs de régler la distance inter-électrodes par déplacement vertical de l'électrode basse tension. La distance minimale

 Pompe turbo-noléculaire

 Pompe turbo-noléculaire

 Pompe turbo-noléculaire

 Traversé haute tension

obtenue est de 50 μ m avec une précision de 10 μ m. Le schéma de principe de l'expérience est présenté sur la Figure 32.

Figure 31: Photographie de l'enceinte à vide

Le système de pompage comprend une pompe turbo-moléculaire HiPace 80 de capacité de pompage 67 L/s reliée à une pompe primaire (Pfeiffer vacuum DUO 5M). Il est possible d'introduire intentionnellement dans l'enceinte un gaz donné (Ar, N₂, He, H₂...) et donc d'en étudier l'influence sur l'émission électronique. Le contrôle du débit du gaz introduit (et donc de la pression résiduelle en gaz) s'effectue par l'intermédiaire d'une vanne microfuite (Riber VMF8).



Figure 32: Schéma de principe de l'expérience

Le vide obtenu est un vide dynamique : un pompage en continu est indispensable pour compenser les sources éventuelles de gaz (fuites et introduction volontaire de gaz) dans l'enceinte afin de conserver un niveau de pression constant. L'obtention d'un niveau de pression de l'ordre de 10^{-6} Pa nécessite un pompage continu pendant 12 heures sans étuvage de la chambre.

La mesure de pression est assurée par une jauge de pression PKR251. Cette jauge est munie deux systèmes de mesures, un système du type Pirani et un système de type cathode froide pour la basse pression en dessous de 10^{-2} Pa. L'appareil est étalonné pour l'air, la valeur affichée doit être corrigée pour les autres gaz. Ceci est détaillé en Annexe 6. L'affichage de la pression est assurée par le boîtier de commande de la pompe turbo (Pfeiffer DCU 110), et par un voltmètre « Protek 506 » branché en parallèle avec ce boîtier. Ce voltmètre joue le rôle d'une interface avec un ordinateur qui permet l'enregistrement de la mesure de pression.

2.4.2. L'alimentation haute tension

L'alimentation haute tension utilisée (Technix SR 30-P-300) peut délivrer une tension maximale de 30 kV dans les deux polarités. Cette alimentation peut être commandée à distance à l'aide du logiciel Labview et d'une carte d'acquisition. En Annexe 7, le programme de commande de l'alimentation est présenté en détail ainsi que le programme Labview de mesure de courant (Annexe 8). L'alimentation électrique de l'électrode haute tension est assurée au moyen d'une traversée haute tension étanche.

2.4.3. Dispositif de chauffage des électrodes

En vue d'éliminer les contaminants susceptibles d'être présents sur les surfaces des électrodes, un filament de tungstène peut être introduit dans l'enceinte (comme présenté en Figure 32). En appliquant une tension de 2,5 v aux bornes du filament, un courant de 30 A circule dans le filament ce qui permet de chauffer les électrodes sous vide par rayonnement. Des mesures ont été faites à l'aide d'un thermocouple en contact avec la face inférieur du disque (à 4 mm sous la surface) ont montré qu'une température de 150°C était atteinte à cet endroit au bout de trente minutes de chauffage (Figure 33).



Figure 33. Chauffage de l'électrode plat en fonction de temps par un filament chauffant

2.5. Choix de forme et de géométrie des électrodes

Comme nous le verrons plus en détails dans le Chapitre IV, le choix de la géométrie des électrodes et plus particulièrement du couple anode / cathode revêt une grande importance selon la gamme d'intensité que nous cherchons à atteindre. Ainsi, schématiquement, deux gammes d'intensité de courant ont été étudiées.

La première gamme concerne les courants de faible intensité jusqu'à 300 pA. Ce courant a été obtenu pour une petite distance inter-électrodes (de 0,1 à 1 mm) et une géométrie spécifique. Ceci correspond à une cathode ayant un facteur d'amplification local β du champ électrique assez faible (pour un disque bien poli). La deuxième gamme de courant est compromise entre 1 et 300 μ A. Ce courant est mesuré pour une distance entre-électrode de 1 à 2 cm. Cette distance a été utilisée avec une cathode d'un facteur β fort (cas d'une cathode pointe) pour avoir un champ macroscopique élevé avec une source de tension limitée à 30 kV.

Ainsi trois formes d'électrode ont été utilisées (Figure 34):

(a)





(b)

(c)

(d)

Figure 34. Photographies des électrodes utilisés :a) disque en inox 316LN de 50 mm de diamètre b) sphère en inox 316LN, c) tige en carbure de tungstène, d) cliché MEB de la pointe de la tige de carbure de tungstène

- Un disque d'inox 316LN de 50 mm de diamètre et d'épaisseur de 4 à 8 mm. Le bord circulaire extérieur du disque est arrondi pour éviter des effets d'augmentation du champ en périphérie de l'électrode.
- Une sphère d'inox 316LN de 6 mm de diamètre.
- Une tige de carbure de tungstène de 1 mm de diamètre et de 2 cm de longueur. Le bout de cette tige a une forme conique (angle de cône = 10°) avec un rayon de courbure de 25 µm.

Deux géométries pour le système cathode / anode ont été utilisées pour les deux gammes de courant étudiées ; la première est une cathode plane (disque) et une anode sphérique, et la deuxième est une anode plane (disque) et une cathode pointe (tige).

2.5.1. Cathode plane – anode sphérique

Cette géométrie (Figure 35) correspond à un faible facteur de renforcement macroscopique du champ à la cathode (β faible et même inférieur à 1 au niveau de la surface de la cathode (Figure 36)).



Figure 35: Représentation schématique de la configura disque/plan

Ce qui implique une distance inter-électrodes faible (de 0,1 à 1mm) afin de pouvoir obtenir un champ électrique suffisamment élevé permettant une émission électronique mesurable. Dans ces conditions, le courant noir détecté est de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines de picoampères. L'anode sphérique est choisie pour éviter les effets de bord d'une part, et pouvoir mesurer la distance inter-électrodes avec une meilleure précision possible d'autre part.



Figure 36. β macroscopique en fonction de la distance inter-électrodes



Figure 37. Des cartographies du champ en surface de la cathode en fonction du rayon de disque. Valeur de champ électrique local en V.m⁻¹

Pour la même tension, trois cartographies de la distribution de champ électrique entre les deux électrodes sont présentées sur la Figure 37 pour trois distances inter-électrodes. Ces cartographies sont réalisées par simulation par éléments finis à l'aide du logiciel Comsol.



Figure 38. Valeur normalisée du champ électrique sur la surface de la cathode (disque) en fonction de son rayon pour différentes distances inter-électrodes

Nous constatons que l'homogénéité de la distribution de champ électrique sur la surface de la cathode augmente avec la distance inter- électrode (Figure 38).

2.5.2. Cathode pointe - anode plane

Une autre configuration a aussi été utilisée qui permet d'émettre un courant d'intensité plus importante tout en diminuant le risque de claquage accidentel. Par ailleurs, comme nous le verrons plus tard, l'effet de certains paramètres sur l'émission n'a pu être clairement mis en évidence que dans le cas d'intensités émises élevées, c'est pourquoi une seconde configuration a été utilisée permettant d'obtenir des courants de l'ordre de quelques microampères à quelques centaines de microampères (Figure 39).



Figure 39. Représentation schématique de la configuration point/plan (dimensions en mm)

Pour émettre plus de courant il faut augmenter le champ microscopique sur la cathode tout en étant limité par la tension maximale de l'alimentation. Ainsi une augmentation de β par l'utilisation d'une cathode pointue à faible rayon de courbure (Figure 40) peut donner un courant de l'ordre de quelques microampères.



Figure 40. β de la cathode en fonction de la distance inter-électrodes pour une géométrie pointe-plan

Le matériau de l'anode plane est toujours l'acier inoxydable, en revanche, la cathode pointe est en carbure de tungstène qui montre moins des claquages, par rapport aux autres matériaux. Cette diminution du nombre de claquages est liée à la géométrie contrôlée et surtout au bon état de surface et au matériau où le point de fusion est très élevé.

2.6. Préparation des électrodes

Une préparation et un contrôle de l'état de surface de la cathode sont réalisés pour le cas d'une cathode plane (disque) : un polissage mécanique est suivi systématiquement par un rinçage ultrasonique.

Les électrodes, qui ont une surface plane, ont été préparées par un polissage mécanique, en utilisant du papier SiC de granulométrie progressive de 80, 120, 180, 400, 800 et 1200. Le polissage se termine avec une suspension de particules de diamant d'un micromètre. Ce procédé de polissage entraîne une rugosité moyenne de surface (R_a) de 13 nm (Chapitre III). Nous évitons le polissage final aux oxydes de silice car nous avons observé que ce traitement peut laisser des particules difficiles à ôter par notre moyen de nettoyage de surface, ce qui peut augmenter le risque de claquage sous vide.

Après le polissage, la surface de l'électrode est nettoyée dans un bain à ultrasons rempli d'acétone, d'éthanol, et d'eau distillée afin de s'assurer que toute trace de matériau de polissage, de matières organiques, ou de sels aient été éliminées de la surface de la cathode.

Finalement, dans certain cas, un étuvage de l'échantillon sous vide est fait pour éliminer le vapeur d'eau de la surface. Cette étape est réalisée dans l'enceinte comme indiqué plus haut, par le filament chauffant.

2.7. Mesure du courant

Malgré une large utilisation d'appareils de mesure de la marque Keithley, il y a peu d'étude qui évoquent la protection de cet appareil qui n'est prévu pour résister ni à une surintensité ni à une surtension survenant fréquemment lors d'un claquage. La Figure 41 montre un enregistrement d'un signal de courant lors d'un claquage typique. On peut observer que le courant monte à une valeur élevée autour de la centaine d'ampères pendant une durée de temps très courte de l'ordre de dizaine de nanosecondes. Différents moyens de protection ont été testés, par exemple une résistance en série de forte valeur (500M Ω) et de faible capacité (quelques picofarads). Nous avons remarqué qu'ainsi la fréquence de claquage pouvait être baissée, mais le risque de claquage n'a pu être complètement éliminé. Un autre moyen de protection est un pont de diode rapide qui peut théoriquement faire passer le signal de courant directement à la masse en cas de claquage. Or, avec une telle durée de claquage de l'ordre de la dizaine de nano secondes, il faut utiliser des diodes ayant un temps de réponse de cet ordre, qui ne sont pas disponibles. En conclusion, nous n'avons pas trouvé un moyen efficace et assez fiable pour protéger notre appareil de mesure.



Figure 41. Enregistrement d'un signal de courant lors d'un claquage

À la place d'un appareil Keithley dont l'étage d'entrée est particulièrement sensible à un événement de claquage, nous avons utilisé plusieurs moyens de mesure des courants faibles : un multimètre ordinaire qui mesure les courants dans la gamme des microampères, et pour les courants les plus faibles on utilise un circuit amplificateur ou intégrateur qui se compose essentiellement d'un amplificateur opérationnel et des composants nécessaires pour son montage (voir section 2.2.5.3). Pour éviter le bruit au niveau du courant mesuré, aucune protection n'a été utilisée. Un claquage pouvait conduire à la distraction de l'amplificateur opérationnel, qui était alors remplacé. Ce circuit est connecté à une carte d'acquisition qui est liée à un PC pour enregistrer les données. Un autre moyen consiste à mesurer la tension aux bornes d'une résistance de shunt à l'aide d'un voltmètre de précision. Pour ce qui concerne la mesure mettant en œuvre un amplificateur opérationnelle, et selon la gamme de courant, deux montages sont utilisés qui sont décrits dans les paragraphes suivants.

2.7.1. Mesure de courant de quelques picoampères à quelques nanoampères avec un échantillonnage de 1 Hz (montage intégrateur)

Nous allons présenter le principe théorique de ce montage puis son application pratique. Le circuit de principe du montage est donné en Figure 42.

2.7.1.1. Principe théorique

Si on suppose l'amplificateur opérationnel idéal, la tension aux bornes d'entrée de l'amplificateur est nulle et toute l'intensité traverse le condensateur d'intégration, et la tension à la sortie de l'amplificateur opérationnel est donnée par l'expression suivante [57]:

$$v_s = \frac{1}{R_e C} \int_0^t v_e \, dt \tag{38}$$

$$v_s = \frac{1}{C} \int_0^t i.\,dt \tag{39}$$

Et le courant est donné par l'expression :

$$i = C \frac{dv_s}{dt} = C \frac{\Delta v_s}{dt} \tag{40}$$

La capacité du condensateur d'intégration est donc une constante qui détermine la relation entre le courant à mesurer et la valeur de tension v_s en sortie.



Figure 42. Le circuit de principe du montage intégrateur

Le courant *i* charge le condensateur d'intégration, et la vitesse de charge dépend de la valeur de courant. Donc i $\propto dv_s/dt$. La Figure 43 montre un exemple de mesure de courant par ce circuit intégrateur.



Figure 43. Mesure de courant par un circuit d'intégrateur

Pour une fréquence de mesure de 1 Hz, le courant correspondant à la mesure présentée sur cette figure est:

$$i = C. \Delta v_s / \Delta t = 2,6 \ 10^{-9} \times 0,0763 = 198 \ 10^{-12} = 198 \ \text{pA}$$

Où $\Delta v_s/\Delta t$ est mesuré sur une période d'un seconde et C=2,6 nF est la capacité du condensateur utilisé.

2.7.1.2. Circuit réel

Dans le circuit réel, la tension du condensateur C est mesurée par la carte d'acquisition DAQ qui mesure une tension maximale de 10 volts. Pour une mesure en continu, l'intégrateur doit pouvoir être réinitialisé chaque fois la tension v_s dépasse 10 volts, et cette fonction doit être piloté par le programme informatique de commande. Par réinitialisation, on comprend une décharge du condensateur d'intégration. Pour éviter la décharge brusque du condensateur vu qu'il n'a pas de résistance en série, nous sommes amenés à placer un interrupteur en parallèle pour le décharger. L'interrupteur sera constitué d'un relais en série avec une résistance.

2.7.1.3. Choix des composants

Le choix du condensateur C est essentiel pour le circuit de l'intégrateur. Cela dépend principalement de la gamme de courant à mesurer. Pour la gamme de 1 pA à 1 nA, une capacité de 1 ou 2 nF donne une mesure de courant de bonne résolution et une durée de cycle de mesure (la période entre deux réinitialisation, i.e. décharges consécutives du condensateur C) assez longue pour cet intervalle de courant.

Afin de trouver la valeur exacte de la capacité utilisée *C*, nous avons utilisé une source de courant faible (Keithley) pour imposer un courant. Le rapport de la variation de la tension de sortie de l'intégrateur en fonction du temps $\Delta v_s / \Delta t$ est proportionnel au courant mesuré. La valeur de capacité peut ainsi être déduite à partir de l'expression suivante :

$$C = \frac{i}{\Delta v_s / \Delta t} \tag{41}$$

Où $\Delta v_s / \Delta t$ est la variation de tension mesurée à la sortie de l'intégrateur pendant une seconde et *i* est le courant imposé par la source de courant faible.

Sur le Tableau 4, nous présentons différentes valeurs d'intensité imposée par la source de courant, et la mesure de la quantité $\Delta v_s / \Delta t$ correspondante. À partir de l'expression précédente, la valeur de la capacité pour chaque valeur de courant imposé est calculée. Pour un intervalle de courant de 2 pA à 1000 pA, la valeur moyenne de la capacité calculée est 2,6 nF. Cette valeur de capacité est utilisée dans la suite de notre étude pour déduire la valeur de courant mesuré.

$i_{ref(pA)}$	1000	800	500	200	100	80	60	40	20	10	4	2
$\Delta v_s / \Delta t (v/s)$	0,3772	0,3046	0,1913	0,0769	0,0373	0,0311	0,0228	0,0150	0,0076	0,0037	0,0014	0,0008
C _{eq (nF)}	2,65	2,63	2,61	2,60	2,68	2,57	2,63	2,67	2,65	2,68	2,81	2,67

Tableau 4. Mesure de la capacité équivalente du système

Le courant de fuite de l'amplificateur opérationnel est un paramètre important dans le choix de l'amplificateur opérationnel. Ce courant fait partie du courant total qui charge le condensateur *C*. Il doit donc être soustrait du courant total dans le traitement des données (ce qui sera fait directement dans les résultats de ce travail). L'amplificateur opérationnel TL081 est utilisé pour le circuit d'intégrateur. Il a un courant de fuite d'environ 15 pA, ce qui est raisonnable pour notre gamme de mesure et un prix très raisonnable également. Un amplificateur opérationnel OPA129 est utilisé pour les mesures de courant plus précises et surtout pour des courants d'intensité plus faibles de l'ordre de quelques picoampères. Le courant de fuite de cet amplificateur opérationnel ne dépasse pas le 0,5 pA.

Exemple pratique

Nous donnons dans cet exemple, une véritable mesure de courant noir par le circuit intégrateur. La Figure 44 montre la tension de sortie de l'intégrateur v_s en fonction de temps.



Figure 44. Tension mesurée aux bornes de l'intégrateur

Une capacité égale à 2,6 nF et un amplificateur opérationnel TL081 (un courant de fuite de 15 pA est pris en compte) sont utilisés pour cet essai.

Dans le premier intervalle de temps Δt_1 , il n'y a aucun courant noir entre les deux électrodes (la source de haute tension est coupée), donc le courant mesuré par le circuit correspond au courant de fuite de l'amplificateur opérationnel qui est calculé par :

$$i_{offset} = C. \Delta v / \Delta t_1 = 2,6 \ 10^{-9} \times 0,006 = 15,6 \ 10^{-12} \text{ A} = 15,6 \text{ pA}$$

Pour le deuxième intervalle de temps, la tension de l'alimentation a été augmentée de façon pouvoir détecter un courant.

Sur le Tableau 5 et par le même principe utilisé pour calculer le courant de fuite de l'amplificateur opérationnel, le courant a été calculé pour les différents intervalles de temps successifs (correspondant aux différentes valeurs de tension appliquée numérotés de 1 à 4) d'une durée variable (voir Figure 44).

N° intervalles de temps	1	2	3	4
$\Delta v/dt$ (v/sec)	0,006	0,0067	0,0071	0,0084
i (pA)	0	2	3	6,4

Tableau 5. Courant mesuré par le circuit intégrateur

Et la Figure 45 montre le courant moyen mesuré en fonction du champ macroscopique appliqué pour cet essai (les quatre premiers points correspondent aux mesures présentées sur la Figure 44).



Figure 45. Intensité du courant noir en fonction de champ électrique macroscopique, géométrie d'électrode –sphère-plan, distance entre-électrode 750 μ m, matériau d'électrode INOX 316L, pression 5,4 × 10⁻⁶ Pa

2.7.1.4. Erreur de mesure

Une calibration a été faite par un appareil de mesure de courant faible Keithley 6485, en mode source de courant, avec une sensibilité de l'ordre de 0,01 pA. L'erreur entre le courant mesuré par l'appareil Keithley 6485 et le circuit intégrateur n'excède pas 6% (Figure 46).



Figure 46. Erreur relative (%) entre le courant mesuré par le circuit intégrateur et l'appareil Keithley 6485

2.7.2. Mesure de courant de 1 nA à 1 μA avec un échantillonnage de 1 kHz (montage amplificateur)

Le courant peut être mesuré côté électrode basse tension par un circuit amplificateur (Figure 47).



Figure 47. Le circuit de principe du montage amplificateur

En mesurant la tension de sortie de l'amplificateur, on peut calculer le courant par l'expression suivante :

$$V_s = -Ve \frac{R}{R_e} = -I_e R \tag{42}$$

$$I_e = -\frac{V_s}{R} \tag{43}$$

Où I_e est le courant à mesurer, V_s est la tension à la sortie de l'amplificateur opérationnel, R est la résistance d'amplification et R_e est la résistance d'entrée qui correspond à la somme de la résistance du fil qui lie l'électrode à l'entrée de l'amplificateur opérationnel et des résistances de contact du montage. Sur la Figure 47, $C_{filtrage}$ est une capacité utilisée pour filtrer le bruit (oscillations) produit par l'alimentation haute tension. Dans ces mesures, une valeur de 100 pF a été choisie.

Pour enregistrer les mesures, le circuit amplificateur est lié à une carte d'acquisition connecté à un ordinateur. La fréquence maximale d'échantillonnage de cette carte est de à 5 kHz. On utilise ce montage lorsque la mesure nécessite une fréquence d'échantillonnage élevée et lorsque l'intensité du courant émis est suffisamment élevée (à partir de nanoampère).

La gamme de tension d'entrée de cette carte est compromise entre 10 mv et 10 volts. Pour une résistance d'amplification de 10 M Ω , on peut mesurer alors un courant entre 1 nA et 1 μ A. une capacité de filtrage est nécessaire pour filtrer le bruit du système. L'amplificateur opérationnel choisi est le TL081 qui a un courant de fuite de 15 pA. Une soustraction de ce dernier est prévue dans le traitement de fichier de mesure.

À titre d'exemple, pour illustrer les résultats que nous avons pu obtenir, nous présentons en Figure 48 l'évolution du courant mesuré par le circuit amplificateur pour une fréquence d'échantillonnage de 1 kHz.



Figure 48. Exemple de mesure de courant par un circuit amplificateur avec une fréquence d'échantillonnage de 1 kHz

2.7.3. Mesure de courant de 1 pA à 1 mA avec un échantillonnage de 1 Hz

Un multimètre ordinaire Protek 506 est utilisé pour ce type de mesure. La sensibilité de ce multimètre en courant et tension est de 1 μ A et 1 mV respectivement. Un exemple de mesure de courant dans la gamme de la centaine de microampère effectuée par un appareil Protek 506 avec une fréquence d'échantillonnage de 2 Hz est donné sur la Figure 49.



Figure 49. Exemple de mesure de courant effectuée par un appareil Protek 506. Géométrie d'électrodes point-plan, $p=10^{-5}$ Pa et d=2cm

Pour mesurer des courants d'intensité inférieure à 1 μ A, la caractéristique I-V d'une résistance d'une valeur connue peut être employée. La mesure de la tension aux bornes de

cette résistance permet de déduire l'intensité du courant qui la traverse. La valeur de cette résistance dépend de la gamme de courant à mesurer. Pour mesurer un courant de l'ordre du picoampère, une résistance de $10^9 \Omega$ est nécessaire.

L'impédance d'entrée du voltmètre est un paramètre à prendre en compte pour choisir la résistance de mesure et ainsi déduire l'intensité du courant. Pour le voltmètre Protek 506, il y a deux modes de fonctionnement. Un premier mode pour mesurer la tension faible entre 0 et 400 mV ; ce mode correspond à une impédance d'entrée supérieure à 1G Ω . Le deuxième mode correspond à l'intervalle de tension de 0 à 1000 v où l'impédance d'entrée égale à 10 M Ω . L'avantage de ce moyen de mesure est la protection très efficace contre les claquages, avec l'inconvénient de la fréquence d'échantillonnage limitée à 2 Hz.

2.8. Mesure de la rugosité de surface par un Profilomètre optique 3D

Un profilomètre optique Wyko NT1100 (présent au LGEP) est utilisé pour mesurer et estimer la rugosité de la surface d'une cathode plane. Une photographie de l'appareil est donnée sur la Figure 50.



Figure 50. Photographie du profilomètre 3D Wyko NT1100

L'avantage principal de cet appareil de mesure de rugosité de surface est que l'analyse se fait sans contact avec la cible, ce qui est essentiel dans notre étude pour que la mesure ne provoque pas des modifications de l'état de surface.

Le mode utilisé pour notre étude est VSI (Vertical Shift Interference). Il est basé sur l'interférométrie en lumière blanche à balayage vertical. Une lumière émise par la source de

l'appareil est réfléchie sur l'échantillon pour produire des franges d'interférences. Durant la mesure, l'objectif interférométrique est mobile sur un axe vertical, parcourant la surface à différentes hauteurs ; plus la rugosité est grande et plus le débattement vertical sera important. Ce débattement est de l'ordre de 10 micromètres pour des faibles rugosités et de 50 micromètres pour des grandes rugosités. La résolution de la mesure dépend principalement de la surface à parcourir, pour un champ de vision large, il faut utiliser un objectif avec un faible grossissement, ce qui diminue la résolution horizontale de la mesure.

Par exemple, pour un objectif de grossissement $\times 2,5$ le champ de vision est de $4,95 \times 3,76$ mm², mais la résolution horizontale est de $4,29 \ \mu$ m. En revanche, pour un objectif de grossissement $\times 50$ le champ de vision est de $0,25 \times 0,19 \ \text{mm}^2$ et la résolution horizontale est de $0,55 \ \mu$ m. La résolution sur l'axe vertical donnée par le constructeur est $0,1 \ \text{nm}$. La Figure 51 montre un exemple d'un profil 3D d'un disque en inox 316L.



Figure 51. Profil 3D de la surface d'un disque en inox 316 LN. $R_a=117$ nm, $R_q=148$ nm, $R_t=1,20\mu$ m. Paramètres des mesures : grossissement × 50, Mode de mesure : VSI, Champ de vision : $124\times94\mu$ m

Les valeurs obtenues qui accompagnent et caractérisent les images sont :

- L'écart moyen arithmétique du profil **R**_a.
- La moyenne quadratique du profil R_q .
- La hauteur maximale du profil R_t .

Par ailleurs des mesures de rugosité ont aussi été réalisées à l'aide d'un AFM (microcopie à force atomique) utilisé au LGEP. Ce procédé avec contact a l'avantage de proposer une meilleure résolution spatiale mais présente l'inconvénient d'une part de potentiellement changer l'état de surface et d'autre part de proposer des aires de surface d'exploration beaucoup plus réduites que celles du profilomètre. Un bon accord a été trouvé entre les mesures prises par le profilomètre optique et l'AFM, ce qui valide les mesures effectuées par le profilomètre optique.

Chapitre III

Emission électronique de faible intensité en champ électrique macroscopique homogène

3.1.Introduction

L'objectif de ce chapitre est de quantifier, en situation de champ électrique macroscopique imposé homogène, l'influence de paramètres géométriques tels que l'état de surface des électrodes et la distance inter-électrodes sur l'intensité de l'émission cathodique. Une telle étude paramétrique devrait *a priori* permettre, en utilisant un modèle d'émission de champ de type Fowler-Nordheim, d'accéder à des grandeurs fondamentales telles que par exemple la surface émissive ou le renforcement local de champ électrique.

Nous commencerons ce chapitre par une synthèse bibliographique présentant un état de l'art des résultats expérimentaux concernant les différents paramètres qui peuvent influencer le courant noir.

Nous présenterons dans la deuxième partie la géométrie des électrodes étudiée et le protocole choisi pour le traitement de surface des électrodes.

Dans un troisième temps, nous décrirons la préparation de surface de la cathode par un conditionnement sous champ.

Dans une quatrième partie, nous expliquerons la méthode employée pour calculer le facteur de renforcement de champ β et la surface émissive *S* à partir du modèle de Fowler-Nordheim.

La cinquième partie de ce chapitre consistera en une présentation et une discussion des résultats sur l'effet de la distance inter-électrodes et de la rugosité de surface de la cathode sur le courant noir. On discutera la méthode classique de dépouillement, en proposant une ébauche de modèle prenant en compte une émission à température élevée.

Dans la sixième partie, nous aborderons la transition entre faibles et fortes intensités de courant noir. Nous discuterons alors le phénomène d'hystérésis observé dans la caractéristique du courant en fonction du champ électrique. Finalement, nous présentons des résultats concernant l'influence de l'injection de gaz sur l'émission électronique dans le cas d'une émission à faible intensité.

3.2.Etude bibliographique portant sur les paramètres expérimentaux d'étude du courant noir

Dans cette section bibliographique, nous présenterons une synthèse des résultats expérimentaux publiés concernant l'influence sur l'intensité du courant noir des paramètres

suivants : le matériau d'électrodes, la distance inter-électrodes, la rugosité de surface de la cathode et l'état de surface de l'anode. Nous discuterons ensuite les moyens utilisés dans le but de diminuer l'intensité du courant noir. Les différentes gammes de valeurs disponibles dans la littérature pour le facteur de renforcement de champ électrique local β et de la surface émissive *S* seront présentées et discutées. Finalement, nous discuterons également une méthode proposée par Furuta [1] visant à estimer le courant d'émission primaire de champ.

3.2.1. Effet du matériau de l'électrode

Différentes études ont porté spécifiquement sur la nature du matériau d'électrode en vue de réduire l'intensité du courant noir [1], [29]. Ainsi, dans le cas d'une cathode plane de 18 mm de diamètre et d'une anode hémisphérique de 24 mm de diamètre, Furuta [1] a notamment comparé le molybdène et le titane ; l'intensité du courant d'émission a été vue plus faible dans le cas d'électrodes en molybdène que dans le cas d'électrodes en titane, et encore plus faible pour une cathode en molybdène et une anode en titane (Figure 52).



Figure 52. Intensité du courant noir en fonction du champ macroscopique pour trois configurations d'électrode: cathode en molybdène et anode en titane, cathode et anode en molybdène, cathode et anode en titane [1]

Plus précisément, deux types d'expérience ont été réalisés. Dans un premier temps, des expériences ont été faites pour une cathode et une anode de même matériau. Des mesures consistant à comparer l'intensité du courant noir pour quatre métaux (molybdène, titane, cuivre et inox 316L) testés avec une distance inter-électrodes de 0,5 mm ont montré que l'émission la plus faible était obtenue pour le molybdène ce qui est cohérent avec l'ordre des valeurs de travail de sortie des électrons de ces métaux ($\varphi_{molybdène}$ =4,6 eV et φ_{titane} =4,3 eV). Dans un second temps, des expériences conduites à distance inter-électrodes variable ont

montré une plus faible dépendance du courant noir vis-à-vis de cette variable dans le cas du titane, ce qui est interprété comme correspondant à une plus faible émission secondaire. Furuta explique ce résultat par le fait que le taux de pulvérisation du titane est le plus bas parmi les quatre matériaux testés, ce qui diminue l'émission de matériau d'électrode (atomes et ions positifs) par bombardement électronique de l'anode, et l'émission secondaire par conséquent. Une combinaison de cathode en molybdène et d'anode en titane a montré le meilleur résultat parmi toutes les autres configurations (Figure 52).

3.2.2. Effet de la distance inter-électrodes

Comme suggéré dans la section précédente, la distance inter-électrodes joue un rôle sur l'émission primaire et secondaire de la cathode. Furuta montre que la valeur de β , calculée grâce au modèle de Fowler-Nordheim, dépend de la distance inter-électrodes (Figure 53), ce qui est interprété comme l'effet de cette dernière sur l'émission primaire de la cathode.



Figure 53. Valeur de β en fonction de la distance inter-électrodes pour : 1) cathode en molybdène et anode en titane. 2) deux électrodes en molybdène 3) deux électrodes en titane. La valeur de β correspondante à une distance nulle est estimée par une méthode présentée dans la section 3.3.5.1 [1]

Toutefois, la distance inter-électrodes peut influencer l'énergie cinétique des ions positifs libérés à l'anode par bombardement électronique résultant en une modification de l'émission secondaire. Furuta [1] étudie le renforcement de courant noir apporté par l'augmentation de la distance inter-électrodes en fonction du matériau d'électrodes. Pour le cas des électrodes en cuivre, il trouve que le champ correspondant à un courant de 1 nA est légèrement différent pour les deux distances inter-électrodes ($\Delta E = 2,5$ MV/m, Tableau 6). L'absence d'un effet remarquable de la distance inter-électrodes dans ce cas est expliquée par la faible extraction de matériau d'anode par bombardement électronique, ce qui conduit à une émission électronique secondaire faible pour le cuivre ; la contribution au courant noir mesuré de

l'émission primaire de la cathode est donc ici dominante. Ceci n'est pas le cas pour le molybdène qui montre un fort impact de la distance inter-électrodes à cause de l'émission secondaire importante ($\Delta E = 31 \text{ MV/m}$, Tableau 6).

Electrode	Champ électrique correspondant à 1 nA de courant noir (MV/m)							
	Distance $= 0,5 \text{ mm}$	Distance $= 1 \text{ mm}$	ΔΕ					
Inox 316L	42,5	36	6,5					
Cu	50	47,5	2,5					
Ti	103	88	15					
Mo	115	84	31					

Tableau 6. Champ électrique macroscopique imposé correspondant à 1 nA de courant noir [1]

3.2.3. Effet de la rugosité de surface de la cathode

La rugosité de surface est responsable du renforcement local de champ sur la cathode, ce qui renforce l'émission primaire de champ. Pandey [43] montre l'effet de la rugosité pour deux électrodes en niobium polies chimiquement avec deux rugosités différentes. Pour la première électrode d'une rugosité moyenne R_a de 100 nm, un champ de 120 MV/m est nécessaire pour un courant noir de 2 nA. La seconde électrode qui présente un R_a de 10 nm, a nécessité un champ de 150 MV/m pour obtenir le même courant de 2 nA.

En considérant, à courant mesuré constant (2 nA), le nombre de sites émissifs comme critère, Nimel [44] trouve 12 sites émissifs pour une cathode en inox d'une rugosité de 4 nm et 300 sites émissifs pour une cathode identique d'une rugosité de 64 nm.

Cependant, il a été rapporté par BastaniNejad [29] que l'utilisation d'une cathode en niobium d'une rugosité de surface $R_a = 121$ nm conduisait à une émission électronique moindre qu'une cathode en inox d'une rugosité $R_a = 10$ nm. Sachant que le travail de sortie des électrons des deux métaux est similaire, il explique ce résultat par un effet « d'écrantage » résultant des rugosités voisines, et qui est responsable de la réduction du champ local résultant.

Certains auteurs préfèrent considérer le travail de sortie des électrons du métal comme la résultante de phénomènes impliquant notamment la géométrie de surface [50] ou comme une variable permettant d'obtenir, selon le formalisme de Fowler-Nordheim, des valeurs « raisonnables » de surface émissive et de β [61]. Ainsi, à partir de données expérimentales, Li [50] calcul la valeur macroscopique du travail de sortie d'un échantillon de cuivre et voit chuter sa valeur en fonction de sa rugosité de surface (Figure 54).



Figure 54. Travail de sortie φ en fonction de la rugosité de surface Rq (moyenne quadratique du profil)[50]

3.2.4. Effet de l'état de surface de l'anode

Le contrôle de l'état de surface de l'anode est essentiel pour limiter l'émission des ions positifs de l'anode. Une étude faite par Suzuki [47] montre que malgré l'amélioration de l'état de surface apportée par un traitement par polissage électrique des électrodes (cuivre), un renforcement de courant noir a été observé (Figure 55), attribué à ce traitement.



Figure 55. Courant noir en fonction du champ, d = 1 mm, électrodes polies au diamant et ayant subi différents traitements : (1) EP (2) EP + (OUR) (3) aucun traitement (sans EP) (4) aucun traitement (sans EP) + OUR. EP : polissage électrique, OUR : rinçage à l'eau déminéralisé ultra pure [47]

Suzuki explique ce résultat par le fait qu'une couche d'oxyde formée sur la surface de l'anode libère plus facilement des ions positifs sous bombardement électronique, ce qui renforce par conséquent l'émission secondaire de la cathode et donc le courant noir total. Cette interprétation est soutenue par l'observation d'une augmentation de la pression qui accompagne l'émission de courant noir dans le seul cas des électrodes traitées par le polissage électrique (dégazage de l'oxyde). Cette explication est également proposée pour expliquer le résultat présenté en Figure 56.



Figure 56. Intensité du courant noir en fonction du champ pour des électrodes avec et sans polissage électrique pour des différents distance inter-électrodes

Sur cette figure, pour des électrodes en cuivre et pour deux distances inter-électrodes, les électrodes sans traitement montrent le même courant noir pour le même champ. Ceci est expliqué par le fait que la quasi-totalité du courant noir est due à l'émission primaire de champ. A contrario, pour les électrodes traitées par un polissage électrique, une forte dépendance du courant avec la distance inter-électrodes est observée, ce qui est interprété par l'émission secondaire importante de la cathode produite par le nombre significatif d'ions positifs libérés provenant de l'anode.

3.2.5. Moyens de diminution de courant noir

Différents moyens visant à une diminution du courant noir sont présentés dans la littérature. Nous citons : l'implantation ionique d'azote à la cathode [30], [4], le conditionnement de surface par décharge électrique en régime luminescent (décharge glow) [39] et enfin l'introduction de gaz [62]. Des exemples seront présentés par la suite pour les deux premiers moyens. Le troisième sera présenté en détail dans le Chapitre IV.

3.2.5.1. Diminution de courant noir par implantation ionique

Sinclair [30] étudie l'effet sur l'intensité du courant de l'implantation ionique d'azote à la cathode. Cette technique de nitruration ionique consiste à immerger l'électrode polarisée négativement dans un plasma d'azote. Dans le cas d'électrodes planes (100 cm²) en inox, Sinclair [30] montre qu'une réduction de 5 ordres de grandeur de l'intensité de l'émission électronique peut être obtenue par nitruration assistée par plasma des électrodes (Figures 57 et 58). Ce résultat est interprété par la diminution de nombre de sites émissifs sur la surface de la cathode.



Figure 57. Intensité du courant noir en fonction du champ pour une électrode en inox polie au diamant (diamètre moyen de particules de 1 µm) [30] Figure 58. Intensité du courant noir en fonction du champ pour des électrodes en inox polies au diamant (diamètre moyen de particules de 9 µm) et traitées par implantation ionique [30]

Ainsi, Nimel [44] a réalisé une cartographie de surface des sites émissifs d'une cathode en inox recouverte d'une couche de silice avant et après traitement d'implantation ionique d'azote (Figure 59). Cette cartographie a été réalisée par le moyen d'une pointe en tungstène d'un diamètre de 150 μ m qui joue le rôle d'une anode mobile. Cette pointe déplace à une distance de 200 μ m pour balayer toute la surface du disque afin de détecter les sites émissifs. D'après l'auteur un site émissif est identifié si le courant atteint 2 nA pour un champ endessous de 175 MV/m. Nimel a trouvé que le nombre de sites émissifs a diminué de 60 à 3 après le traitement.



Figure 59. Cartographie de surface d'une électrode en inox avant et après une implantation par l'azote[44]

3.2.5.2. Traitement par décharge « glow »

Le traitement par décharge luminescente a pour but de réduire le nombre de sites émissifs ; il s'agit d'un traitement de surface visant à réduire la rugosité de surface. Une réduction significative de l'émission électronique peut ainsi être obtenue. Ainsi pour des électrodes d'aluminium (cathode plane et une anode hémisphérique, distance inter-électrodes de 1 mm, avec une rugosité moyenne initiale $R_a < 200$ nm). Le Pimpec [39] montre qu'après un
traitement par décharge glow dans un gaz plasmagène hélium / argon, un courant d'émission de 1 nA est atteint pour un champ macroscopique (52 MV/m) imposé 7 fois supérieur à celui imposé avant traitement (7,1 MV/m). Les mesures de rugosité de surface après traitement ne sont pas présentées par les auteurs.

3.2.6. Facteurs influant sur le renforcement de champ β

L'émission de champ observée sous des valeurs de champ électrique modérées (quelques mégavolts par mètre) est expliquée par la présence d'une ou de plusieurs pointes sur la surface de l'électrode. La résolution de l'équation de Laplace [63] a montré que cet « effet de pointe », pour des aspérités théoriques réalistes, ne pouvait conduire à l'obtention de valeurs de plusieurs centaines pour β . En effet, en première approximation, la valeur d'un β géométrique peut être assimilée au rapport h/r, où h est la hauteur de l'aspérité et r son rayon de courbure à l'apex [64]. Cependant, la valeur de β extraite à partir de l'équation de Fowler-Nordheim peut varier entre quelques dizaines et quelques centaines. Différents auteurs ont trouvé des valeurs de β de quelques dizaines [1], [43], ce qui peut être assez raisonnable par rapport aux dimensions d'émetteur. Mais d'autres auteurs ont trouvé une valeur de β qui peut atteindre 700 [29], [47], [65], [66], ce qui n'est pas simple à justifier par les dimensions de l'émetteur.

Cow [65] explique cette valeur élevée de β par le fait que l'émission, dans ce cas, ne se fait pas à partir d'une aspérité de la cathode, mais à la jonction d'une particule isolante à la surface. En fait, en présence d'un champ électrique, une particule posée sur la surface et électriquement isolée du substrat par un diélectrique, présente un potentiel différent de celui de la cathode. Il en résulte un resserrement des équipotentielles au niveau de la jonction triple isolant-vide-particule. Ce renforcement du champ dans cette région favorise la formation de filaments conducteurs [64].

Une autre explication de la valeur élevée de β est liée à la géométrie microscopique de l'émetteur. Il a été trouvé que l'émission pourrait avoir lieu à l'échelle atomique, à partir d'une structure de quelques atomes [67]. Ceci correspondrait à un très faible rayon de courbure de sommet, beaucoup plus faible que celui considéré à l'échelle macroscopique, et conduisant alors à de fortes valeurs de β . À titre d'exemple, considérons deux rugosités superposées (Figure 60) : la rugosité principale a une valeur de β_1 . La seconde, plus petite, présente à l'extrémité de la rugosité principale, a une valeur de β_2 . Le facteur de renforcement global devient alors $\beta = \beta_1 \times \beta_2$ [66], [68].



Figure 60. Rugosités superposées

Une dernière possibilité serait l'émission électronique à partir des particules isolantes présentes en surface de la cathode. Ceci n'est pas pris en compte par le modèle de Fowler-Nordheim qui considère que l'émetteur est du même matériau que la cathode. Par conséquent, la valeur de travail de sortie des électrons φ n'est plus celle du métal considéré dans le modèle de Fowler-Nordheim, ce qui introduit un biais dans le calcul de β [48].

3.2.7. Surface émissive S

Selon Latham [37], la surface de site émissif raisonnable se situe dans l'intervalle $[10^{-16}, 10^{-12}]$ m². Compte tenu du fait que la valeur de β est impliquée dans le calcul de la surface émissive *S* dans le modèle de Fowler-Nordheim, les valeurs élevées parfois trouvées pour β (discutées dans la section précédente), vont conduire à des valeurs de *S* trop petites pour être physiquement explicables. A titre d'exemple, BastaniNejad [29] a trouvé des valeurs de *S* de l'ordre de 10^{-27} m² pour des valeurs élevées de β autour de 700. Pour un facteur $\beta = 735$, Cox [65] a trouvé également une valeur de $S = 5 \times 10^{-31}$ m². Ces valeurs correspondent d'un site émissif de dimensions inférieures à celles de l'atome, ce qui n'a aucun sens physique.

3.2.8. Estimation de travail de sortie pour obtenir une valeur raisonnable de β

Le calcul habituel de β et de *S* par le modèle de Fowler-Nordheim impose un travail de sortie φ . En modifiant la valeur de φ , les valeurs de β et de *S* se trouvent être modifiées et sont ainsi susceptibles d'approcher des valeurs physiquement plus raisonnables. A partir de résultats expérimentaux obtenues pour une cathode en cuivre de $R_a = 10$ nm, et pour une valeur de $\varphi = 4,6$ eV, Chen [61] trouve un facteur $\beta = 130$ et une valeur de $S = 3 \times 10^{-18}$ m². Compte tenu de l'intensité du courant mesuré, la densité de courant correspondante serait égale à 4×10^9 A/cm² et engendrerait par conséquent un chauffage de 5×10^5 C°/ns ce qui n'a pas de sens physique (T_{fusion-Cu}=1083 C°). Chen propose alors de corriger la valeur du travail de sortie utilisée dans le calcul de β et *S* à partir de modèle Fowler-Nordheim pour avoir des valeurs plus raisonnables de *S* et de β . Chen impose une valeur de $\beta = 5$, et trouve ainsi un travail de

sortie φ égal à 0,5 eV (Figure 61) ce qui correspond à $S = 10^{-16} m^2$ (Figure 62). Dans ces conditions, la température atteinte au niveau du site émissif serait de 800 C°, ce qui semble plus raisonnable physiquement. Mais de considérer un travail de sortie aussi faible est discutable.



Figure 61. β en fonction de φ pour une pente trouvée à partir de plot Fowler-Nordheim [61]

Figure 62. Surface émissif S en fonction de φ pour deux valeurs de β [61]

3.2.9. Estimation du champ électrique correspondant à l'émission primaire

Furuta [1] propose une méthode pour estimer le champ correspondant au courant de l'émission primaire de la cathode. Le principe repose sur l'extrapolation de la courbe décrivant la valeur de champ électrique en fonction de la distance inter-électrodes pour un courant donné. Par exemple, pour un courant de 2 nA, l'extrapolation à distance nulle des courbes présentées sur la Figure 63 est proposée permettre l'évaluation de la valeur de champ électrique responsable de l'émission primaire, soit 170 MV/m et 124 MV/m pour le molybdène et le titane respectivement.

L'intérêt de cette méthode est d'estimer le courant de l'émission primaire indépendamment de l'effet de la distance inter-électrodes et donc de l'effet de l'anode. Nous appliquerons cette méthode pour l'interprétation de nos résultats expérimentaux ; des explications plus détaillées seront alors exposées à cette occasion.



Figure 63. Extrapolation de la fonction E=f(d) trouvée pour un courant i=1 nA : pour (1) Titane, et (2) molybdène [1]

3.2.10. Zone de transition et hystérésis de I-V

La Figure 64 illustre deux phénomènes observés souvent dans l'étude expérimentale de l'émission électronique. Le premier concerne une montée brutale de courant de plusieurs ordres de grandeur pour un champ intermédiaire [37], [69]. Cette zone est appelé zone de transition [66].



Figure 64. Hystérésis I-E pour le cas d'une cathode en dural plane circulaire de 38 mm de diamètre et une anode d'une forme cylindrique de 5 mm de diamètre. La distance inter-électrodes est 0,5 mm [66]

Le second est un phénomène d'hystérésis dans la caractéristique I-V. L'augmentation de la valeur du champ électrique macroscopique imposé résulte en une croissance globale du courant mesuré ; cette croissance présente toutefois des transitoires dûs aux sites émissifs (aspérité devenant émissive lorsque la tension augmente, disparition de site émissif par fusion/vaporisation, création de nouveau sites émissifs, etc.). La phase d'augmentation de tension (et donc de champ) a été suivie par une phase de diminution de tension à partir de la valeur maximale précédemment atteinte. La courbe de courant mesuré ainsi obtenue est à la fois plus émissive et plus lisse. Ce comportement se traduisant sur la figure ci-dessus par un hystérésis, est expliqué par le fait que de nombreux émetteurs qui ont étés créés pendant la phase de montée en tension (champ), n'ont pas encore été consommés [66].

3.3.Présentation des expériences et analyse des résultats

3.3.1. Géométrie et états de surface des électrodes utilisées

Il est nécessaire d'utiliser une géométrie d'électrodes qui permet d'avoir un état de surface bien contrôlé pour étudier l'effet de la rugosité de surface et de la distance inter-électrodes également (réglage précis de la distance inter-électrodes). Dans la littérature, une géométrie plan / plan est parfois choisie [1], [40], [39] pour avoir une bonne reproductibilité des mesures. A cause de la limite de notre source de tension à 30 kV, et pour pouvoir atteindre un champ électrique macroscopique suffisamment élevé (de l'ordre de centaine de MV/m (pour Furuta [1], le champ macroscopique maximum est autour de 200 MV/m)), nous avons travaillé avec une distance inter-électrodes entre 50 μ m et 1 mm. Pour cette gamme de distance, le parallélisme entre les deux électrodes n'est pas garanti pour une géométrie plan-plan. Pour cela, une géométrie sphère-plan est choisie pour cette étude (Figure 65). La sphère a un diamètre de 6 mm et le disque a un diamètre de 50 mm. Son épaisseur vaut 8 mm avec des bords arrondis pour éviter une augmentation locale du champ au niveau des arêtes. Vu que le contrôle de l'état de surface est plus facile pour le disque, ce dernier va jouer le rôle de cathode dans la plupart des mesures dans la gamme du picoampère.



Figure 65. Géométrie des électrodes utilisées pour l'étude à faible courant

Une simulation par éléments finis à l'aide du logiciel Comsol a été faite pour étudier l'homogénéité de champ entre les deux électrodes (Figure 66).



Figure 66. Evolution de la distribution radiale du champ normalisé pour différentes valeurs de la distance inter-électrodes

Ce calcul a permis de quantifier en fonction de la distance inter-électrodes, les dimensions de la surface de la cathode soumise à un champ proche de sa valeur maximale (sur l'axe) et donc, potentiellement l'évolution de la surface émettrice. Ainsi, pour une distance inter-électrodes de 1 mm, le champ électrique en surface de la cathode est supérieur à 80% de sa valeur maximale sur un disque d'environ 1,4 mm de rayon alors que pour une distance de 100 μ m ceci n'est vrai que pour un disque de rayon de l'ordre de 0,4 mm ce qui correspond à une surface 12 fois plus petite.

3.3.1.1. Contrôle de la rugosité de surface

Le polissage mécanique est fait à l'aide de papiers de silice de différentes tailles de grains (Tableau 7), par ordre de taille de grains décroissants, suivi par un polissage avec la suspension de diamant d'une taille de particule de 1 μ m ; étape finale pour obtenir une surface « miroir ». Après le polissage, la surface de l'électrode est nettoyée dans un bain à ultrasons rempli d'acétone, d'éthanol, et d'eau distillée.

Papier de silice	80	120	400	800	1200
Taille de grain (µm)	190	82	35	21.8	15.3

Tableau 7. Nomenclature de papier de silice et taille moyenne des grains

Grâce à cette préparation, nous obtenons une rugosité moyenne contrôlée entre 10 et 120 nm. Ceci est du même ordre de grandeur que celles trouvées dans la littérature [29], [44]. Pour étudier l'effet de la rugosité de surface, trois électrodes ont été préparées pour avoir trois rugosités différentes. La première est préparée par un polissage complet qui commence par le papier 80 et finit par la suspension de diamant de 1µm. Ce polissage donne une rugosité moyenne autour de 13 nm. La deuxième électrode est préparée par un polissage moins fin qui commence par le papier 80 et finit par le papier 800. Ce polissage donne une rugosité moyenne de 95 nm. Quant au polissage de la troisième électrode il s'achève par un polissage avec le papier 400, conduisant ainsi à une rugosité moyenne autour de 118 nm.

La mesure de la rugosité de surface est faite à l'aide d'un profilomètre 3D. La Figure 67 présente une image des trois différents états de surface obtenus selon le mode de polissage.



Figure 67. Profile 3D de la surface des échantillons étudiés. Où R_a est l'écart moyen arithmétique du profil, R_q est la moyenne quadratique du profil et R_t est la hauteur maximale du profil. Paramètres des mesures : magnification : 50, mode de mesure : VSI, surface scannée : 124 × 94 μ m²

Pour assurer une bonne résolution de mesure, nous utilisons, pour notre étude, un objectif d'un facteur d'agrandissement de 50 (Figure 67), ce qui implique un champ de vision de 123µm×94µm. La mesure de la rugosité est faite sur une zone représentative de la surface de l'électrode, et la valeur de la rugosité moyenne est utilisée pour caractériser l'état de surface de l'échantillon étudié.

3.3.2. Polarité des électrodes

Il est recommandé de mettre l'enceinte à vide à la même polarité que la cathode pour réduire la contribution de l'enceinte à l'émission [37], [38]. Dans le cas contraire, si l'enceinte a la même polarité que l'anode, elle va jouer le rôle de deuxième anode. Beukema et *al.* [38] ont montré que les électrons émis de la cathode peuvent « impacter » l'anode et aussi les parois intérieures de l'enceinte, ce qui peut provoquer une désorption de gaz des parois de l'enceinte. Les ions positifs produits par l'ionisation de ce gaz peuvent alors contribuer à augmenter l'émission secondaire de la cathode. Par ailleurs, à cause des contraintes géométriques (pour une meilleur stabilité mécanique, le disque qui joue le rôle de la cathode doit être l'électrode fixe et la sphère qui est plus légère qui joue le rôle de l'anode doit être l'électrode mobile), nous sommes obligés d'imposer la tension de la source de l'alimentation à l'électrode plate (Figure 68). Vu que l'électrode plate joue le rôle de la cathode pour l'étude faite dans la gamme des picoampères, nous sommes obligés d'appliquer une polarité négative à la cathode et de lier l'anode à la masse, ce qui n'est pas recommandé.



Figure 68. Lignes de champ électrique pour une polarité négative de l'électrode plate

Cependant, en polarité négative, nous avons observé que la pression dans l'enceinte demeurait stable lors des mesures de courant (dans la gamme 0-300 pA) alors que pour une intensité de courant émis plus importante une augmentation de pression a été observée. Ceci nous a conduit à penser que la désorption de gaz des parois de l'enceinte sous l'action d'un possible bombardement électronique pouvait être négligée.

3.3.3. Conditionnement de la surface de la cathode

Le choix du type du conditionnement de l'électrode dépend de l'application concernée. Par exemple, Latham a cité quatre moyens de traitement de surface par conditionnement [37] selon les objectifs attendus:

- Conditionnement par courant qui est le type le plus utilisé où l'objectif principal est d'éviter un arc électrique entre les électrodes et d'améliorer la surface de la cathode pour avoir un courant assez stable (ceci sera détaillé dans la section suivante).
- Conditionnement par étincelle qui est choisi pour les applications où un claquage est toléré comme dans le cas des disjoncteurs à vide. Il est utilisé particulièrement pour reconditionner une électrode qui a subi un claquage. Le principe de cette technique est de faire une étincelle contrôlée entre les électrodes avec une énergie limitée (≤ 10 J) pour éviter un claquage violent qui peut endommager les électrodes. Il est donc indispensable de minimiser la capacité parasite du système pour cette objectif [37].
- Conditionnement par glow qui est basé sur le principe de bombardement des sites émissifs par des ions de faible énergie. Cette technique est appliquée pour une pression de gaz de 10⁻² à 1 Pa où il y aura un courant dans les milliampères pour une basse tension. Elle est efficace pour traiter les systèmes à vide de grandes surfaces tels que les accélérateurs de particules [70] et le réacteur d'essai de fusion Tokamak [71].
- Conditionnement par gaz ce qui ressemble au conditionnement par glow sauf que la pression pour ce traitement est dans la gamme de 10⁻³ Pa et le courant est dans la gamme de microampère. Cette technique est basée sur le principe d'émoussement des émetteurs métalliques par l'action de pulvérisation d'ions de gaz à haute énergie [37].

Comme le but de l'étude présentée dans ce chapitre est d'étudier l'émission électronique pour une intensité émise dans la gamme de 0-300 pA d'une part et surtout avec un état de surface bien contrôlé d'autre part, nous nous sommes orientés vers le conditionnement par courant, l'apparition d'un claquage étant rédhibitoire au vu du contrôle de l'état de surface.

3.3.3.1. Conditionnement par courant

Cranberg [72] a proposé que le déclenchement du claquage pouvait être causé par l'arrachement électrostatique d'un particule ou d'une impureté légèrement liée à une des électrodes qui bombarderait ensuite l'autre électrode. Selon lui, le claquage peut survenir si une des électrodes reçoit une énergie suffisamment élevée au cours de l'impact avec cette

microparticule. Lors de l'impact, une éjection de matière se produit et conduit au déclenchement du claquage.

Les défauts géométriques sur la surface de la cathode peuvent être également responsables du claquage : si la densité de courant est assez élevée, la fusion d'un site émissif peut permettre l'éjection de suffisamment de matière et conduire au claquage.

Ainsi, l'objectif du conditionnement par courant est d'augmenter le champ petit à petit et suffisamment lentement pour détacher les impuretés d'une part, et faire fondre les défauts géométriques progressivement afin d'éviter l'éjection d'une quantité de matière dans l'espace inter-électrodes suffisante pour déclencher un claquage d'autre part.

Par la suite, nous présentons le protocole de conditionnement de courant choisi pour notre étude. Nous montrons également l'effet de conditionnement sur la stabilité de courant noir.

3.3.3.2. La procédure du conditionnement par courant

Le principe de cette technique est d'augmenter la tension appliquée par pas discrets suffisamment longs de telle sorte que le courant se stabilise avant le pas de tension suivant. Ceci est schématiquement représenté sur la Figure 69. Une diminution du bruit et de la valeur du courant est observée sur le signal du courant après un certain temps d'application de la tension. Latham [37] a proposé un pas de temps de 30 minutes pour stabiliser le courant. Ce pas de temps peut varier selon les conditions expérimentales. Furuta [1], par exemple, applique un pas de temps de deux semaines. Le pas de tension varie généralement de 150 volts à 200 volts.



Figure 69. Une représentation schématique de la technique du conditionnement par courant [18]

Dans notre cas, nous avons observé que la durée de temps pour stabiliser un courant est inversement proportionnelle à la distance inter-électrodes. Pour nos conditions expérimentales nous avons trouvé que le courant se stabilise au bout de 5 minutes pour une distance interélectrodes de 2 et 1 mm. De la même manière, nous avons trouvé qu'une durée de 10 minutes peut assurer un courant assez stable pour d=0,75 mm. Le Tableau 8 montre la durée nécessaire pour chaque distance inter-électrodes. Nous avons remarqué également que le risque de claquage augmente pour les petites distances inter-électrodes. Nous expliquons cette observation par le fait que le déclenchement d'un claquage nécessite la création d'un plasma entre les deux électrodes. C'est un résultat de la fusion d'une aspérité ou bien d'un impact d'une impureté sur une électrode. Dans les deux cas, nous pensons que la quantité de matière nécessaire pour créer ce plasma est proportionnelle à la distance inter-électrodes. Cela veut dire qu'il est recommandé d'essayer d'éliminer les grosses aspérités et impuretés pour une grande distance inter-électrodes. Pour cette raison, nous avons choisi de commencer notre procédure de conditionnement par une distance inter-électrodes de 2 mm et de diminuer la distance progressivement afin de débarrasser les aspérités et les impuretés à partir de la grande taille à la petite taille progressivement.

Pour choisir le bon pas de tension, nous avons choisi comme critère de fixer le champ électrique macroscopique à 1 MV/m pour toutes les distances et nous avons modifié donc le pas de tension pour chaque distance inter-électrodes. Dans le Tableau 8 nous résumons le meilleur protocole trouvé expérimentalement pour notre condition de travail.

Ordre chronologique	1	2	3	4	5	6
Distance inter électrode (mm)	2	1	0,75	0,5	0,25	0,1
Pas de temps (min)	5	5	10	15	15	20
Pas de tension (v)	2000	1000	750	500	250	100

Tableau 8. Pas de tension et de temps pour un pas de champ fixe de 1 MV/m

Par la suite, nous présentons des résultats obtenus lors du conditionnement pour montrer les deux rôles du conditionnement par courant : la diminution de bruit dans le signal de courant, et la stabilisation du courant noir.

3.3.3.3. Diminution de bruit du courant noir par le conditionnement par courant

Nous avons remarqué que le bruit de courant est plus important pour le conditionnement aux grandes distances inter-électrodes (2, 1 et 0,5 mm).

Nous présentons sur la Figure 70 un enregistrement du courant et de la tension lors du conditionnement de surface pour une distance inter-électrodes de 0,5 mm. La fréquence d'échantillonnage de 1 kHz nous permet de voir des pics de courant fréquents et d'une amplitude 10 fois plus grande que la valeur de courant stable obtenue après le conditionnement.



Figure 70. Résultat expérimental montre le conditionnement du courant pour $d=500\mu m$, $p=3\times10^{-6}$ Pa

Ces pics de courant peuvent être expliqués par le détachement des impuretés (qui ont des petites tailles qui ne sont pas assez pour déclencher un claquage) de la surface d'une électrode qui va impacter l'autre électrode où elles déchargent leurs charges en créant un pic de courant.

En revanche, peut être que dans cette configuration et selon les « charges » arrachées, l'effet n'est pas le même sur la cathode ou sur l'anode...

3.3.3.1. Stabilité du courant noir après le conditionnement par courant

Sur la Figure 71 nous présentons l'enregistrement du courant et de la tension lors du conditionnement de surface par courant pour une distance inter-électrodes de 300 μ m. Cette figure montre qu'après chaque montée de tension, il y aura une montée de courant de 2 à 3 fois plus grand que l'intensité stabilisée quelques minutes plus tard. Par cette méthode, les sites émissifs les plus pointues seront, éventuellement, détruits par l'effet thermique de l'émission électronique conduisant ainsi à la stabilisation du courant émis [37]. La stabilité de courant peut être une conséquence d'un équilibre thermique entre le chauffage et le refroidissement. Ce qui va arrêter la fusion des sites et stabiliser, par conséquent, la valeur du courant émis.



Figure 71. Résultat expérimental montre le conditionnement par courant sur le signal de courant, $d=300\mu m$

Figure 72 montre un courant noir relativement stable pendant une durée de 10 minutes de l'application d'une tension de 30 kV pour une distance inter-électrodes de 0,5 mm. Ce qui signifie qu'on a atteint d'un équilibre thermique relatif au niveau de ces sites.



Figure 72. Résultat expérimental pour, $d=500 \ \mu m$, $U=30 \ kV$, montrant la stabilité de courant après une procédure de conditionnement par courant

3.3.4. Effet de la distance inter-électrodes

Dans ce paragraphe nous avons étudié l'influence de la distance inter-électrodes sur l'émission électronique.

On rappelle que le courant noir peut décomposer en deux parties, l'émission primaire qui se fait par l'effet de champ, et l'émission secondaire de la cathode qui est une conséquence du bombardement ionique de la cathode. Vu que l'émission primaire dépend du travail de sortie de la cathode et de son état de surface, elle est indépendante de l'anode. Ce qui n'est pas le

cas pour l'émission secondaire qui dépend essentiellement de l'énergie des ions positifs qui bombardent la cathode pour provoquer l'émission secondaire et du matériau d'anode.

Sur la Figure 73 nous avons représenté le courant noir mesuré pour une cathode d'une rugosité moyenne $R_a = 95$ nm, pour quatre distances inter-électrodes différentes comprises entre 250 µm et 1 mm. Nous constatons que pour un champ macroscopique donné, le courant noir augmente avec la distance inter-électrodes.



Figure 73. Courant en fonction du champ électrique macroscopique pour une électrode d'une rugosité moyenne de 95 nm et $p=2,5\times 10^{-5}$ Pa

Une façon complémentaire de présenter les résultats est de tracer l'intensité émise, non plus en fonction du champ macroscopique appliqué, mais en fonction de la tension d'alimentation. Ceci est proposé sur la Figure 74, ce qui permet d'avoir à l'esprit l'énergie des électrons émis lors du bombardement de l'anode. Ainsi, à champ macroscopique égal, l'émission est une fonction croissante de la tension appliquée. Plusieurs explications peuvent être proposées à ce phénomène :

- Quand on augmente la distance inter-électrodes tout en maintenant le même champ macroscopique, nous avons vu que la zone de champ fort en surface de la cathode augmentait fortement. Ainsi, le nombre de sites susceptibles d'émettre (sites à fort facteur d'augmentation du champ) augmente-t-il avec la distance inter-électrodes du fait de l'aplatissement de la distribution du champ en surface de la cathode.

- De la même façon, à champ macroscopique égal l'énergie des électrons émis et bombardant l'anode est, elle aussi, une fonction croissante de la distance inter-électrodes, pouvant ainsi causer une augmentation du nombre de particules arrachées à l'anode, conduisant alors à une augmentation de l'efficacité de l'émission secondaire.



Figure 74. Courants en fonction de la tension appliquée à la cathode pour une électrode d'une rugosité de surface moyenne de 95 nm

3.3.5. Calcule de β et de *S* à partir du plot Fowler-Nordheim

Nous utilisons l'expression de Fowler-Nordheim pour déduire la valeur de β et S (30):

$$I = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot E^2 \cdot A}{\varphi} \exp\left(-\frac{\varphi^{1.5} \cdot B}{\beta \cdot E}\right)$$
(44)

Où *S* est l'aire du site émissif, β est le coefficient de renforcement de champ, E= V/d, φ est le travail de sortie (dans notre étude on suppose que sa valeur est constante et égale à 4,5 eV), A=1,514 × 10⁻⁶ eV. V⁻² et B=6,86 × 10⁹ A eV^{-1.5}V⁻². Ce qui devient en prenant le logarithme :

$$ln\left(\frac{I}{E^2}\right) = ln\left(\frac{S.\beta^2.A}{\varphi}\right) - \frac{\varphi^{1,5}.B}{\beta}\left(\frac{1}{E}\right)$$
(45)

Le trace de ln (I/E^2)=f (1/E) donne une ligne droite pour le cas d'un courant d'émission de champ. L'équation de cette ligne droite est de la forme :

$$ln\left(\frac{l}{E^2}\right) = pente \times \frac{1}{E} + intercepte$$
(46)

Des équations (45) et (46) nous trouvons les expressions qui donnent le facteur β et la surface émissif *S*:

$$\beta = \frac{-\varphi^{1.5.B}}{pente} \quad , \qquad S = \frac{\varphi.e^{intercepte}}{\beta^{2.A}} \tag{47}$$

Les données de la Figure 73 sont représentées dans un plot de Fowler-Nordheim dans la Figure 75.



Figure 75. Trace de Fowler-Nordheim à partir des données présentées dans la Figure 74

Le facteur de renforcement du champ β et la surface émissive *S* déduits pour les données de la Figure 75 sont résumés dans le Tableau 9. Nous constatons que le facteur β et la surface des sites émissives *S* augmentent avec la distance inter-électrodes [58].

d (µm)	β	S (m²)
250	370	$2,3 \times 10^{-23}$
500	383	$1,1 \times 10^{-22}$
750	431	$2,3 \times 10^{-22}$
1000	458	$4,1 \times 10^{-22}$

Tableau 9. Facteur de renforcement de champ et la surface émissif d'une électrode de 95 nm derugosité moyenne, pour quatre distances inter-électrodes

Nous constatons que le facteur β augmente avec la distance (environ de 20%), ce qui est logique, puisque la caractéristique I(V) est la plupart du temps dominée par le site ayant la plus forte valeur de β , valeur qui augmente logiquement quand la surface soumise à un champ fort augmente elle aussi. Les valeurs de β ainsi obtenues sont supérieures à celles proposées habituellement dans la littérature [1], [58], même pour la surface bien polie. Par ailleurs, la surface émissive est très faible, ce qui n'est pas facile à expliquer physiquement. Néanmoins, nous pouvons utiliser l'équation de Fowler-Nordheim pour trouver des valeurs relatives de β et de *S* pour pouvoir comparer les résultats obtenus. Cependant, nous trouvons dans quelques références des résultats proches de nos résultats au niveau de β et de *S*. BastaniNejad [29] a trouvé des valeurs de β dans l'intervalle [136,1156] et des valeur de *S* dans l'intervalle [10⁻²²,10⁻²⁷] m². Cox [13] également a trouvé un facteur β = 735 et une valeur de *S*= 5 × 10⁻³¹ m².

La densité de courant en fonction du champ électrique pour les quatre distances interélectrodes est représentée sur la Figure 76.



Figure 76. Densité de courant en fonction de champ pour quatre distances inter-électrodes

Les valeurs obtenues sont particulièrement élevées et devraient induire une température très élevé au niveau des sites.

3.3.5.1. Estimation du courant noir pour une distance inter-électrodes nulle « courant correspondant à l'émission primaire du champ »

Dans ce paragraphe nous allons exploiter la méthode proposée par Furuta [1] pour estimer le courant dû à l'émission électronique de la cathode en essayant de séparer l'émission primaire de l'émission secondaire de la cathode. L'objectif est d'évaluer le rôle de la cathode indépendamment de l'émission secondaire et le rôle direct et indirect de l'anode. Pour cela on cherche à trouver la caractéristique I(V) fictive à d = 0 mm qui serait obtenue par extrapolation des courbes obtenues expérimentalement. Par la suite, nous allons détailler les différentes étapes de cette méthode.

Etape 1 : Nous reprenons la Figure 73 qui donne le courant émis en fonction du champ électrique pour quatre distances inter-électrodes. Pour un courant donné (40 pA par exemple), nous trouverons le champ correspondant à chaque distance pour obtenir ce courant (Figure 77).



Figure 77. Courants noir en fonction du champ électrique. Les valeurs de champ donné sur la figure correspondent à un courant de 40 pA

Etape 2 : Nous traçons à partir des quatre points obtenus à l'étape 1 le champ en fonction de la distance inter-électrodes (Figure 78). Ces quatre points sont des points d'une courbe polynomiale de deuxième degré. L'extrapolation de cette courbe donne la valeur de champ qui correspond à une distance inter-électrodes nulle. Ainsi, pour un courant de 40 pA, nous trouvons un champ électrique pour d = 0 égal à 59 MV/m (Figure 78).



Figure 78. Champ électrique en fonction de la distance inter-électrodes. Les quatre points sont obtenus de la Figure 77

Etape 3 : nous répétons l'étape 2 pour des différentes valeurs de l'intensité émise. Pour notre exemple, nous prenons des courants entre 4 et 100 pA. De la même manière, nous trouvons le champ correspondant à d = 0 mm pour chaque valeur de courant (Figure 79).



Figure 79. Champ électrique en fonction de la distance inter-électrodes pour une intensité comprise entre 4 et 100 pA, R_a =95 nm

<u>Etape 4</u>: à partir des donnés de la Figure 79, nous traçons le courant en fonction du champ pour une distance inter-électrodes nulle (Figure 80).



Figure 80. Courant en fonction du champ électrique pour d=0 mm

Finalement, nous pouvons tracer le courant en fonction du champ pour des distances interélectrodes entre 0 et 1 mm (Figure 81).



Figure 81. Courant en fonction du champ électrique pour des distances de 0 à 1 mm



Et le plot de Fowler-Nordheim correspondant est montré sur la Figure 82.

Figure 82. Plot de Fowler-Nordheim à partir des données présentées dans la Figure 81

A partir du tracé de Fowler-Nordheim de la Figure 82, nous trouvons une valeur de β =170 et une valeur de S= 6,9 × 10⁻²² mm² pour une distance inter-électrodes nulle.

3.3.6. Effet de la rugosité de surface

Par la suite, l'effet de la rugosité de surface de la cathode est étudié pour deux distances interélectrodes 0,5 mm et 0 mm.

3.3.6.1. Distance inter-électrodes d=0,5 mm

La Figure 83 montre le courant en fonction du champ électrique pour une distance interélectrodes de 0,5 mm pour trois différentes valeurs de la rugosité de surface de la cathode. Les données montrent que pour une valeur donnée de champ électrique, le courant augmente avec la rugosité de surface de la cathode. Ce qui est expliqué par le renforcement du champ local sur la surface de la cathode.



Figure 83. Courant en fonction du champ pour une distance inter-électrodes de 0,5 mm et pour trois rugosités de surface. L'unité de R_a est nm

Les données de la Figure 83 ont été tracées en coordonnés de Fowler-Nordheim. La Figure 84 montre que les résultats obtenus sont relativement linéaires.



Figure 84. Tracé de Fowler-Nordheim à partir des données présentées dans la Figure 83. R_a est en nm

Le Tableau 10 montre les valeurs de β et de *S* obtenues. Nous constatons que la valeur de β augmente logiquement avec la rugosité de surface. Par ailleurs, là encore les surfaces obtenues ont une aire particulièrement faible qui conduirait à des densités de courant particulièrement élevée (si jamais la notion de densité de courant pouvait encore avoir une signification).

R _a (nm)	β	S (m²)
13	356	9,9×10 ⁻²³
95	405	9,4×10 ⁻²³
118	448	5,5×10 ⁻²³

Tableau 10. B et S calculé à partir de la Figure 84

3.3.6.2. Distance inter-électrodes d=0 mm

En appliquant la méthode expliquée dans la section 3.3.5.1, nous trouvons le courant en fonction de champ pour une distance inter-électrodes nulle.

La Figure 85 montre que le courant émis à la cathode augmente avec la rugosité de surface. L'intersection entre la courbe qui correspond à la rugosité de 13 nm et de 95 nm est expliquée par l'erreur dans l'extrapolation utilisée pour trouver ces courbes.



Figure 85. Courant en fonction du champ électrique pour d=0 pour trois rugosités de surface

3.3.6.3. Effet d'un claquage

Le claquage est produit à cause d'un court-circuit entre les deux électrodes. Cette liaison est assurée par un canal conducteur. Ce canal peut être le résultat d'une émission électronique par effet de champ ce qui va faire un échauffement local des sites émetteurs en résultant une vaporisation de ces sites. Une autre origine de gaz produit peut être l'anode ; le bombardement de l'anode par des électrons produit une fusion locale des parties de l'anode. Ces gaz introduits dans l'espace inter-électrodes s'ionisent et résultent un claquage [58].

Un claquage peut changer la morphologie d'une cathode, et dès lors changer l'émission de courant. Pour cette raison, les résultats qui ont été présentés précédemment l'ont été pour des cathodes qui n'avaient pas subi de claquage.

Pour montrer l'effet du claquage sur l'émission de courant, des mesures sont faites pour une électrode neuve avant et après un claquage (Figure 87). Pour une distance inter-électrodes de 50 μ m, la Figure 86 montre des mesures de courant en fonction du champ avant et après un claquage.

Avant le claquage, le courant est détecté pour un champ macroscopique autour de 200 MV/m et après le claquage, le courant est détecté pour un champ bien inférieur autour de 100 MV/m.

La Figure 88 montre que la valeur de β varie légèrement mais la valeur de l'aire de la surface émissive *S* augmente significativement après le claquage. Ceci pourrait expliquer la façon dont l'augmentation de l'émission de courant émis se produit.



Figure 86. Courant en fonction du champ pour une cathode neuf avant et après un claquage



(a)

(b)

Figure 87. Cratère produit par un claquage : a) image prise par un microscope optique (×50) b) profile 3d pris par un profilomètre optique



Figure 88. Plot de Fowler-Nordheim pour les données présentées sur la Figure 86

3.3.7. Commentaires concernant les valeurs de *S* et β - Un premier pas vers la prise en compte de la température

Le dépouillement des résultats expérimentaux au paragraphe 3.3.5 et 3.3.6.1 ont montré que les valeurs déduites pour β semblaient particulièrement élevées et particulièrement faibles pour *S* conduisant ainsi à des densités de courant incompatibles avec une absence

d'échauffement. Nous proposons ici de prendre en compte le fait que la température peut être bien plus élevée. Plusieurs phénomènes peuvent contribuer à l'échauffement des sites émissifs : l'effet Joule bien évidemment, l'effet Nottingham en cas de forts champs locaux et le bombardement possible des sites émissifs par des particules arrachées de l'anode.

Dans ce petit paragraphe nous allons essayer de montrer dans quelle mesure la prise en compte d'un échauffement des sites émissifs influe sur les valeurs de β et *S*.

Il ne s'agit pas de proposer un modèle au vu du caractère restrictif des nombreuses hypothèses que nous allons faire mais plutôt de dégager une tendance et proposer une future piste pour l'interprétation des résultats. Les hypothèses que nous allons faire sont les suivantes :

- L'émission électronique se fait à partir d'un seul site ou de plusieurs à condition que tous possèdent la même valeur de β (cette hypothèse est déjà réalisée lors de la méthode classique de dépouillement).
- La température de la surface émettrice est uniforme sur tout le site et peut prendre des valeurs élevées. Ces valeurs ne changent pas avec la tension appliquée (ce qui est bien sûr abusif).
- Le travail de sortie est connu.

A titre d'exemples, nous allons présenter les résultats obtenus pour deux cas qui conduisent à différentes conclusions :

Le premier est celui du dépouillement d'une courbe expérimentale quelconque, nous avons réalisé ensuite une comparaison choisie le cas où $R_a = 95$ nm et d = 0,5 mm.

Nous nous sommes fixés différentes valeurs de β et avons alors choisi les valeurs de *T* et *S* qui pourraient donner des résultats compatibles avec l'expérience. A l'aide du modèle numérique décrit au Chapitre I, nous avons obtenus un ensemble de triplet (β_i , T_i , S_i)_i permettant de retrouver de façon assez voisine la caractéristiques I(V) obtenue. Ceci est traduit grossièrement sur la Figure 89.

Les différents cas trouvés peuvent schématiquement se diviser en trois grandes familles :

 On peut obtenir des valeurs « assez faibles » de β qui conduisant à des résultats « compatibles » avec l'expérience. Cependant, si la valeur de la température (de 1000 à 1400 K) est compatible avec les températures de fusion du matériau, les faibles valeurs des densités de courant conduisent d'une part à des aires émissives particulièrement élevées... un peu inférieures au mm² et d'autre part à une difficulté à expliquer la température élevée atteinte en surface que ce soit par effet Joule ou par effet Nottingham. Par exemple pour $\beta = 20$ et un champ macroscopique de 25×10^6 V/m on obtient alors pour T = 1170 K une densité de courant très faible de l'ordre de 10^{-3} A/m² et un effet Nottingham de l'ordre de 10^{-3} W/m².



Figure 89. Quelques exemples de triplets (β_i , T_i , S_i) conduisant à des valeurs de courant émis «compatibles » avec l'expérience

- On peut obtenir des valeurs élevées de β et des températures faibles qui conduisent elles aussi à des résultats « compatibles » avec l'expérience. On rejoint le cas classique où les surfaces émissives sont particulièrement petites conduisant alors à des densités de courant qui devraient conduire à un échauffement important que ce soit par effet Joule ou effet Nottingham. Par exemple pour β = 400 et un champ macroscopique de 25×10⁶ V/m on obtient alors pour T = 300 K une densité de courant de l'ordre de 7×10¹² à 8×10¹²A/m² et un effet Nottingham de l'ordre de 3×10¹² W/m². Ceci devrait conduire à un échauffement rapide et efficace du site.
- Enfin, il existe un intervalle pour les valeurs de β (dans ce cas précis autour de β = 100-150) pour lequel les températures des sites sont de l'ordre de 1400-1800 K et les surfaces émissives sont « susceptibles » de permettre un échauffement « lent » par effet Joule car les densités de courant restent « faibles » de l'ordre au plus de 10⁷ A/m². Cependant pour ces températures l'effet Nottingham peut avoir un rôle efficace dans le refroidissement.
- Un autre cas a été étudié avec cette méthode : il s'agit du cas de la Figure 90 pour lequel nous avons essayé de trouver là encore un triplet conduisant à des valeurs compatibles avec l'extrapolation proposée.

Il s'avère que dans ce cas le nombre de triplet « compatible » se restreint à des valeurs de β de l'ordre de 100 à 150 qui conduisent par ailleurs à des courbes I(V) assez peu « satisfaisantes » comme le montre la Figure 90 sur laquelle nous avons rappelé la courbe extrapolée et avons présenté une courbe obtenue par modélisation « fittant » au mieux l'expérience. D'une part on s'aperçoit que le « fit » n'est pas bon et d'autre part que le modèle conduit encore à des valeurs de températures dont les faibles valeurs semblent incompatibles avec les densités de courant mises en jeu.



Figure 90. Comparaison expérience / modélisation pour la courbe extrapolée à d= 0mm (Ra = 95 nm)

Pour résumer, il apparaît que le dépouillement classique ne prenant en compte qu'une émission froide comporte quelques points de contradiction avec différentes grandeurs (densités de courant élevées et effet Nottingham qui vont contribuer tous les deux à un échauffement important), cependant il apparaît aussi que le modèle proposé qui essaie de prendre en compte l'effet d'un possible échauffement des sites émissifs est trop simpliste et ceux pour les diverses raisons qui apparaissaient déjà dans l'énonce des hypothèses à savoir :

- La prise en compte d'un seul site (ou de plusieurs sites mais auxquels on attribue la même valeur de β).
- L'homogénéité de la température sur les sites.
- L'indépendance de la température vis-à-vis de la tension appliquée.

Cependant un tel modèle a le mérite de montrer que la piste de l'émission non froide doit être explorée plus en détail.

3.3.8. Zone de transition et hystérésis de la caractéristique I-V

Le courant noir montre une forte instabilité pour une certain gamme d'intensité du courant [53]. Dans cette gamme, le courant, très instable, varie indépendamment de la tension appliquée. Pour identifier cette gamme, pour nos conditions expérimentales, nous avons balayé toute la gamme de courant possible à partir de quelques picoampères à quelques dizaines de microampères. Pour cette condition, la configuration utilisée auparavant (un disque polarisé négativement qui joue le rôle de la cathode et une sphère liée à la masse qui joue le rôle de l'anode) peut engendrer une contribution importante des parois de l'enceinte au courant (voir section 3.3.2). Ainsi, la configuration choisie pour cette expérience sera un disque polarisé positivement qui joue le rôle de l'anode et une sphère liée à la masse qui joue le rôle de la cathode (Figure 91). Les deux électrodes sont en inox 316LN. La surface de deux électrodes est polie par un polissage mécanique au papier de silice puis à la suspension de diamant de 1µm pour avoir une surface miroir (protocole décrit dans la section 3.3.1.1). L'électrode plate a été polie à l'aide d'une polisseuse « Struer», en revanche l'électrode hémisphérique a été polie à la main ce qui a donné une qualité de polissage moins bonne que celle obtenue par la polisseuse mais suffisante pour faire l'expérience désirée.



Figure 91. Géométrie des électrodes utilisées pour l'expérience de la zone de transition

Pour une distance inter-électrodes de 500 μ m, et une pression de 3,4×10⁻⁶ Pa, le courant en fonction de la tension appliquée est présenté sur la Figure 92.



Figure 92. Caractéristique de courant noir en fonction de la tension montrant la zone de transition

On voit que le courant a augmenté brutalement de quelques nanoampères à quelques microampères pour une augmentation légère de tension (c'est ce que nous avons dénommé transition sur la Figure 92). Tout en gardant à l'esprit les restrictions présentées quant au tracé de Fowler-Nordheim, nous avons représenté celui-ci sur la Figure 93. La zone de transition s'interprète dans ces conditions de dépouillement comme une augmentation brutale de la surface émissive *S* avec une diminution du facteur de renforcement de champ β .



Figure 93. Plot de Fowler-Nordheim à partir de données présentées sur la Figure 92

L'explication physique d'un tel phénomène n'est pas aisée tout en gardant valides les hypothèses d'une telle représentation.

Dans le cadre d'une émission froide on peut envisager une augmentation du nombre de sites actifs contribuant significativement à l'émission électronique. Ces sites avaient jusqu'à ces valeurs de champ une contribution négligeable à l'émission du fait de leur β « faible ». Cependant à fort champ macroscopique ils deviennent eux aussi des émetteurs actifs contribuant bien sûr à l'augmentation de *S* et par ailleurs à la diminution du facteur d'amplification.

Si maintenant on considère une émission où la température pourrait prendre une valeur élevée, on peut aussi penser que cette transition résulterait d'une augmentation forte du nombre de sites du fait d'un effet conjoint d'un fort champ et d'une température élevée. On peut de façon évidente penser par exemple à des phénomènes d'émission plus ou moins

explosifs (ou du moins à des phénomènes conduisant à la fusion d'un site), à l'émoussement du site initial et à la création de rugosités dans son voisinage. Une autre piste sera aussi développée au cours du chapitre suivant.

Par ailleurs, cette brutale augmentation du courant semble avoir un caractère « irréversible » comme le montre la Figure 92, sur laquelle on peut observer un phénomène d'hystérésis. Ce phénomène observé par ailleurs par plusieurs auteurs [40],[37] n'a jamais été totalement expliqué. L'explication la plus logique semble de nouveau être liée à la notion de création de sites émissifs.

3.3.9. Etude de l'influence de l'injection d'un gaz dans l'enceinte sur l'émission électronique

Pour deux électrodes en inox 316LN (cathode plate et anode hémisphérique), une distance inter-électrodes de 600 μ m et pour la gamme de champ macroscopique utilisée dans ce chapitre, nous avons étudié l'effet de l'injection de gaz dans l'enceinte et ce dans une gamme de pression allant jusqu'à 10⁻³/10⁻¹ Pa. En effet, comme nous le verrons au chapitre suivant, de nombreux auteurs ont constaté que l'injection de gaz dans l'enceinte pouvait dans certaines conditions conduire à une diminution du courant émis. Aussi, a-t-on dans un premier temps essayé d'observer cet effet dans la configuration décrite dans ce chapitre. Ainsi, nous avons injecté trois types de gaz : hydrogène, hélium et air sec.

La gamme de pression étudiée se situait entre 10^{-3} et quelques 10^{-1} Pa selon les gaz. Pour chaque pression de gaz, la tension a été montée de 24 kV à 30 kV par un pas de 1 kV. Le courant en fonction de champ est présenté sur les figures 94, 95 et 96 pour les trois gaz. Les mesures montrent qu'il n y a pas dans ce cas précis un effet de gaz significatif sur le courant émis. Il en sera différemment dans le Chapitre IV dans le cas d'une émission électronique plus intense.



Figure 94. Effet de l'hydrogène sur le courant noir en fonction de champ



Figure 95. Effet de l'hélium sur le courant noir en fonction de champ



Figure 96. Effet de l'air sec sur le courant noir en fonction de champ

3.4.Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet du conditionnement par courant de la surface cathodique a été étudié. Cette phase s'est avérée être essentielle pour éviter un claquage susceptible de changer l'état de surface des électrodes. Un protocole de conditionnement a été par ailleurs proposé qui reste lié à la spécificité de chaque expérimentation de part leurs géométries et les gammes de tension (et de courant) envisagées.

Nous avons ensuite étudié l'effet de la distance inter-électrodes sur l'émission. Deux raisons ont été invoquées pour expliquer l'augmentation de l'émission avec la distance : d'une part l'augmentation du nombre de sites émissifs activés au fur et à mesure qu'on éloigne les deux électrodes et d'autre part le rôle de l'émission dite secondaire qui dépend elle fortement non pas du champ macroscopique en surface de la cathode mais de l'énergie des particules susceptibles de bombarder les surfaces des électrodes. Une forme de dépouillement permettant de nous affranchir de la distance inter-électrodes a été réalisée. Il faut cependant garder à l'esprit qu'une telle méthode est source d'imprécisions.

Nous avons montré également l'effet de la rugosité de surface sur le courant noir, pour deux cas ; le premier concerne une cathode dont l'état de surface est contrôlé par le polissage mécanique, et le deuxième a traité le cas où l'état de surface est changé d'une manière aléatoire suite à un calquage. De même que pour l'étude concernant l'influence de la distance inter-électrodes, le dépouillement classique a conduit à des valeurs de surface émissive particulièrement faibles qui devraient conduire logiquement à des échauffements élevés non pris en compte par le modèle d'émission utilisé pour dépouiller les résultats.

Nous avons ainsi proposé un modèle prenant en compte l'effet de la température. Ceci a permis de mettre en évidence que la prise en compte d'une température élevée permettait d'obtenir d'autres valeurs et pour le facteur d'amplification et pour la surface émissive. Cependant ce modèle trop simpliste puisque reposant sur une émission du style « site unique » a mis en évidence la complexité des phénomènes relatifs au chauffage du site et la nécessité de mettre en œuvre des modèles plus complexes.

L'étude d'une émission plus intense a mis en évidence une transition brutale dans l'émission faisant apparaître une hystérésis avec la tension appliquée.

Finalement l'étude de l'émission pour différentes pression et différents gaz dans le cas de cette configuration (pour des intensités émises de l'ordre de la centaine de picoampères) n'a pas mis en évidence les effets observés par certains et nous a donc poussés à nous orienter vers une nouvelle configuration qui fera l'objet du Chapitre IV.

Chapitre IV

Effet de gaz sur le courant noir

4.1.Introduction

Dès les premiers travaux de Müller [73] puis de Benjamin [74] sur la microscopie à émission de champ, il a été observé que la pression de gaz résiduel dans les ampoules était un facteur important pour le bon fonctionnement des dispositifs. Des études sur ce sujet sont menées à la fois dans le domaine des faisceaux d'électrons [55], [75], [76], où l'effet généralement observé de réduction de l'émission de champ à l'injection de gaz est non souhaité, et dans le domaine de l'isolation par sous vide [29], [64], [77], [78], [79] où cet effet est souhaité. Certaines études ont montré un effet d'augmentation du courant d'émission, mais cette observation est minoritaire dans la littérature et est typiquement associée à des émetteurs « exotiques » tels que les nanotubes [75][55]. Divers mécanismes ont été proposés pour « l'effet de gaz ». La destruction des sites émissifs par bombardement ionique [62] est le mécanisme le plus cité [29], [33], [78], [80], [81]. Dans l'objectif de compréhension des mécanismes qui conduisent à l'effet du gaz sur le courant noir, notre étude a consisté en une recherche systématique des différents paramètres qui peuvent influencer ce phénomène ; les résultats ont alors été interprétés et discutés en tenant compte de la littérature disponible sur le sujet. C'est sur l'ensemble de ces travaux que porte ce chapitre. En premier lieu, nous présenterons plusieurs études issues de la littérature sur l'effet du gaz pour illustrer la diversité des résultats obtenus sur ce sujet. Les résultats de ces travaux seront utiles par la suite pour éclairer les réflexions sur les mécanismes éventuels expliquant les faits expérimentaux obtenus dans cette thèse.

Nous décrirons ensuite la géométrie d'électrodes sélectionnée pour cette étude pour laquelle un niveau d'intensité de courant d'émission de l'ordre du microampère a été choisi.

Dans une deuxième partie, seront présentés un résultat mettant en évidence un seuil de courant (ou de champ électrique) nécessaire à l'observation de l'effet du gaz, de même qu'un résultat typique d'effet de niveau de pression sur l'intensité du courant noir.

La troisième partie concerne un modèle physique simplifié de calcul du flux ionique visant à l'interprétation des résultats obtenus.

Dans une quatrième partie, nous allons discuter la réversibilité du phénomène en étudiant la dynamique de retour du courant noir après un effet de gaz et proposer des explications à ce phénomène.

4.2. Etude bibliographique sur l'effet de gaz sur le courant noir

Benjamin [74] a montré que l'émission électronique d'une pointe de tungstène d'un rayon de courbure de l'ordre de centaine de nanomètres évoluait en fonction du temps d'une façon réversible à cause de l'adsorption de gaz sur cet émetteur. Pour s'affranchir de cet effet, il a été donc nécessaire de réduire la pression de l'environnement autour de l'émetteur jusqu'à l'ordre de 10⁻¹² Pa et de chauffer l'émetteur à environ 700K afin de désorber le gaz. Pour des systèmes fonctionnant à des pressions bien supérieures (~10⁻⁴-10⁻⁸ Pa), une monocouche de gaz physiquement adsorbé est alors toujours présente en raison de la faible durée nécessaire à sa formation.

La littérature concernant les effets du gaz sur l'émission de champ est hétérogène en raison de la diversité des applications et surtout de la diversité des matériaux utilisés [55], [75]–[77], [82]. Selon la nature du gaz introduit et le matériau d'émetteur, certains auteurs ont constaté une augmentation de l'intensité du courant d'émission [55], [75], [82] mais la diminution de ce courant est le résultat le plus généralement observé [62], [76], [77], [33]. Le mécanisme le plus souvent évoqué dans la littérature est le bombardement des sites émissifs par les ions positifs produits par l'ionisation du gaz introduit [33], [37], [38], [62], [80], [81] ; ce phénomène modifie la géométrie des sites et donc leur facteur de renforcement de champ β , par conséquent, l'émission électronique. Un effet secondaire de ce bombardement est la pollution des surfaces voisines par le métal éjecté lors du processus [37]. D'autres théories sont également proposées dans la littérature. Nous présentons par la suite des résultats expérimentaux issus de la littérature pour les effets de gaz sur l'émission de champ, en citant l'explication physique proposée par les auteurs.

4.2.1. Diminution de l'intensité du courant noir par l'effet de gaz

La plupart des études disponibles dans la littérature ont pour motivation première la réduction de l'émission de champ, et pour une part importante l'amélioration de la tenue haute tension sous vide. Dans les systèmes utilisant l'isolation par le vide, une technique très répandue est le conditionnement par le gaz, ou encore « *gas conditioning* » [37]. Elle consiste en une application de tension à sa valeur nominale entre les électrodes en présence d'un gaz dont la pression est supérieure à 10^{-3} Pa. Un plasma homogène est alors obtenu, et réduit le nombre de sites émissifs par bombardement ionique. Selon la nature du gaz introduit, il pourra s'agir de « *Helium processing* » ou de « *Krypton processing* » [29], [78].

A côté de ce mécanisme habituellement reconnu comme cause de l'effet du gaz, d'autres explications possibles sont avancées dans la littérature. Simonin [77] propose un mécanisme d'adsorption de gaz par effet de champ qui conduirait à augmenter le travail de sortie des électrons de la surface des émetteurs et à réduire par conséquent l'émission électronique. L'étude, conduite sur un dispositif expérimental de grandes dimensions (enceinte de 50 m² de surface liée à la masse et jouant le rôle de cathode) visait à tester les concepts d'isolement sous vide pour l'accélérateur des neutres du projet ITER. Dans la description des résultats qui suit, la forte intensité du courant d'émission électronique est due aux dimensions importantes des surfaces d'électrodes. Dans ce contexte, il a été montré qu'une augmentation de la pression d'hydrogène de 10^{-3} Pa à 3×10^{-3} Pa avait pour effet de diminuer le courant de 100 mA pour U=500 kV à 70 mA pour U=780 kV. Dans des conditions similaires, l'hélium a montré plus d'efficacité que l'hydrogène. Un courant de 3 mA a été mesuré pour une tension de 970 kV pour une pression d'hélium de $3,5 \times 10^{-3}$ Pa.



Figure 97. Intensité du courant noir mesuré en fonction de la tension et de la pression de gaz (hydrogène et hélium) [77]

La même tendance a été trouvée par Hong [76] pour une cathode de dimensions plus restreintes ayant pour structure une matrice d'émetteurs. Une diminution du courant noir de 50% par rapport à sa valeur initiale a été observée lors de l'introduction d'hydrogène, en montant la pression de 7×10^{-6} Pa à 5×10^{-5} Pa. Cet effet a été vu rémanent, même après le pompage de H₂ sous champ électrique. Toutefois, le niveau initial de courant a été rétabli après la coupure de la tension. Comme Simonin, Hong interprète la chute de courant par l'adsorption de gaz sur la cathode. L'effet de rémanence est expliqué par le fait que l'hydrogène adsorbé sur la cathode est maintenu par le champ électrique même après le

pompage de l'hydrogène. Hong a également étudié l'effet de la nature de gaz. Il a trouvé que l'azote et l'hydrogène montrent plus d'effet sur le courant noir que l'argon. Ceci est expliqué par le fait que les gaz monoatomiques comme l'argon sont plus difficiles à polariser que les gaz diatomique comme l'azote et l'hydrogène.

Plusieurs auteurs évoquent la présence d'une couche de gaz adsorbée naturellement sur la surface de la cathode, même en l'absence de champ électrique [55], [75], [82]. Cette couche serait issue du gaz résiduel à basse pression (sans injection de gaz) qui est majoritairement composé d'hydrogène et de monoxyde de carbone. Cette couche de gaz adsorbé modifierait le travail de sortie des électrons de la surface. La présence de CO et H₂ adsorbé conduit à une réduction du travail de sortie des électrons pour Hajra [75] dans le cas d'une matrice d'émetteurs en silicium revêtu au diamant, alors que pour Zeitoun [82], l'effet contraire est invoqué dans le cas d'une cathode en tungstène (rayon de courbure ~100 nm) en présence de CO adsorbé. Dans les deux cas, l'introduction d'un gaz induirait une désorption de cette couche par bombardement ionique. Ainsi, l'introduction d'azote et d'argon diminue le courant noir (Figure 98) pour Hajra [75].



Figure 98. Effet de l'azote sur le courant noir [75]

Dans le cas où cette couche de gaz adsorbé était initialement éliminée de la surface de l'électrode en tungstène (chauffage de la cathode environ 2000 K à une pression de 10^{-8} Pa) [82], l'introduction (t = t₁ en Figure 99) d'un mélange *CO/Ar* (1/10000) a provoqué une chute transitoire de l'émission électronique suivie d'une remontée (t = t₂) conduisant à une intensité stable du courant noir. La chute transitoire du courant est interprétée par une phase d'adsorption de CO en surface des émetteurs, suivie d'une phase de désorption induite par bombardement par les ions Ar^+ . Zeitoun constate que l'introduction d'un mélange de gaz (ex.

 H_2+CO , Ar+CO, N_2+H_2 ..), provoque une compétition entre l'adsorption et la désorption de gaz à la surface de la cathode.



Figure 99. Effet d'un mélange de CO/Ar sur le courant noir [82]

Enfin, Sheng [55] partage avec Zeitoun l'idée d'une augmentation du travail de sortie causée par la présence d'une couche adsorbé de *CO*. Pour une cathode constituée des nanotubes, Sheng a observé une diminution de l'intensité du courant lors de l'introduction de *CO* (Figure 100) ou CO_2 .



Figure 100. Effet de gaz sur le courant émit par des nanotubes : diminution de courant après l'introduction de CO

La conclusion retenue pour cette étude bibliographique est que l'effet du gaz conduit à une réduction de l'intensité du courant noir et que généralement le bombardement ionique est cité comme mécanisme responsable de l'effet observé [37]. Dans de plus rares circonstances, l'introduction du gaz a conduit à une augmentation du courant noir, le bombardement ionique étant ici aussi impliqué [63], [82], [83]. D'autres mécanismes sont néanmoins décrits dans la littérature pour la réduction de courant noir par l'effet de gaz [37], [77].
Résultats expérimentaux

4.3. Géométrie étudiée

A partir de la littérature [29], [37] et de nos résultats expérimentaux, un seuil de courant de l'ordre du microampère a été trouvé nécessaire pour observer un effet du gaz. Ce niveau d'intensité de courant d'émission n'a pu être stabilisé dans la configuration d'électrode présentée dans le Chapitre III. Ainsi, la source de tension étant limitée (30 kV), une cathode d'un facteur de renforcement de champ β élevé a été nécessaire pour obtenir ce niveau de courant. La géométrie d'électrodes choisie pour cet objectif est donc pointe-plan. Elle est constituée d'un disque en inox 316*LN* de 50 mm de diamètre et de 8 mm d'épaisseur. Ce disque est lié à la polarité positive et il joue donc le rôle de l'anode. La cathode est une pointe en carbure de tungstène de diamètre de 1 mm et d'un rayon de courbure de 25 μ m (Figure 101).



Figure 101. Géométrie des électrodes utilisées pour étudier l'effet du gaz : a) schéma représentatif des deux électrodes b) cliché MEB de la cathode en carbure de tungstène



Figure 102. Facteur de renforcement de champ β calculé pour une cathode pointe de 1 mm de diamètre et de 25 μ m de rayon de courbure, faisant face à une anode plane infinie

Le facteur de renforcement de champ β est calculé pour des différentes distances interélectrodes (Figure 102). Nous avons choisi une distance inter-électrodes de 2 cm pour nos expériences (sauf mention contraire dans le texte). Cette distance correspond à un facteur β proche de 200.

4.4. Création des sites sur la cathode

Pour une tension de 30 kV et une distance inter-électrodes de 2 cm, le champ microscopique calculé en extrémité de cathode pour une électrode neuve (surface lisse) en prenant en compte la valeur de β correspondante (Figure 102) est 300 MV/m. Ce champ n'est pas suffisamment élevé pour obtenir un courant reproductible et stable dans la gamme des microampères. En effet, dans ces conditions, le courant mesuré était instable, et d'une valeur moyenne de l'ordre de la centaine de nanoampères. Afin d'augmenter le niveau de champ microscopique, un claquage est nécessaire pour augmenter localement la valeur de β . La Figure 103 montre des clichés obtenus par microscopie électronique à balayage de la surface de la cathode. Nous remarquons l'apparition des nano-rugosité sur la surface de la cathode après claquage. Le facteur β calculé en prenant en compte les dimensions de ces rugosités (cliché (c) de la Figure 103) est d'environ 2000, ce qui crée un champ local suffisamment élevé pour obtenir un courant de l'ordre de la centaine de microampères.



Figure 103. Clichés MEB de l'extrémité de la pointe de carbure de tungstène (25µm de rayon de courbure). a) cathode neuve b) cathode après claquage c) aspérité apparue après claquage

4.5.Effet de la pression de gaz

Nous avons en premier lieu cherché à déterminer les conditions expérimentales pour lesquelles l'effet de l'injection de gaz pouvait être mis en évidence. Nous avons trouvé un seuil de courant (ou de champ électrique) permettant d'observer un effet de gaz sur le courant. Des expériences ont été réalisées pour différentes gammes de champ. La Figure 104 montre le courant mesuré en fonction du temps pour une distance inter-électrodes de 2 cm et une tension appliquée de 11 kV. Dans ces conditions, pour un courant dont l'intensité moyenne se

situe dans la gamme des centaines de picoampères, la transition d'une pression de 10^{-5} Pa à 10^{-2} Pa obtenue par injection d'azote est sans effet notoire. Des expériences similaires ont donné le même résultat avec d'autres gaz comme l'hydrogène, l'hélium, l'argon et l'air sec pour un courant dans la gamme de quelques picoampères à quelques nanoampères.



Figure 104. Effet de l'injection d'azote pour un courant de quelque 500 de picoampères

En revanche, pour un courant d'émission stabilisé à 1 μ A (distance inter-électrodes de 2 cm et tension de 16 kV) pour une pression de 6 × 10⁻⁶ Pa, la montée en pression (10⁻² Pa) obtenue par injection d'azote a été accompagnée d'une chute de courant se stabilisant à quelques centaines de nanoampères (Figure 105).



Figure 105. Effet de l'injection d'azote pour un courant de 1 microampère

Il existe alors un seuil pour l'observation de l'effet de gaz qui peut être exprimé en termes d'intensité du courant d'émission ; dans nos conditions, ce seuil est de l'ordre de quelques centaines de nanoampères.

4.5.1. Observation de l'effet du gaz : cas de l'hélium

Un exemple typique de l'effet de l'injection d'hélium sur le courant mesuré est présenté sur la Figure 106. Ce type de résultat a été obtenu par la mise en œuvre de la procédure suivante. Pour une tension positive de 30 kV imposée au niveau de l'anode et une distance interélectrodes de 2 cm, un courant stable d'une intensité de l'ordre de 225-230 μ A a été maintenu pendant plusieurs dizaines de minutes (non représenté sur la figure) sous une pression de 2.10⁻⁵ Pa. L'alimentation électrique a été coupée, et l'hélium a été introduit dans l'enceinte jusqu'à obtenir une pression de 10⁻² Pa. L'injection d'hélium en absence de champ électrique a été choisie afin de s'assurer que la dynamique d'introduction du gaz, qui est faite manuellement à l'aide d'une vanne de microfuite, n'influe pas sur la dynamique observée au niveau du courant. Une fois la pression stabilisée, la tension a été rétablie à sa valeur initiale : après un transitoire rapide atteignant 240 μ A, le courant chute exponentiellement à environ 25% de sa valeur initiale. Un niveau de courant stable est obtenu après une durée d'environ 5 minutes.



Figure 106. Chute et retour typiques du courant noir lors d'une injection intermittente d'hélium (injection en absence du champ électrique). Cathode pointe en carbure de tungstène pour d=2 cm et U=30 kV

Ensuite, la vanne de fuite est fermée et la pression atteint sa valeur initiale de 2.10⁻⁵ Pa en quelques secondes. On observe quasi-immédiatement (compte-tenu de l'échelle de temps) une croissance de l'intensité du courant qui atteint sa valeur initiale en moins de 10 minutes. Par la suite, cette croissance de l'intensité du courant sera appelée « retour de courant ». Dans cette expérience, la dynamique du retour de courant est proche de la dynamique de la diminution de courant, ce qui n'est pas toujours le cas. En effet, si la dynamique de chute de courant est assez reproductible (la constante de temps est toujours de l'ordre de la minute pour

un changement de pression de 3 décades), en revanche, la dynamique de retour de courant est beaucoup plus variable. Ce phénomène sera étudié dans les sections qui suivent.

Plusieurs observations peuvent être soulignées à partir de la Figure 106:

- L'injection du gaz ne prend pas effet en absence de champ électrique.
- L'effet de gaz n'est pas rémanent après le pompage du gaz introduit, même en présence de champ.
- Un retour de courant commence au moment du pompage du gaz introduit.

La Figure 107 montre l'effet de l'injection d'hélium sur le courant cette fois en présence du champ électrique. On constate que la dynamique de chute du courant ressemble à celle observée lors de l'introduction de l'hélium hors champ. Par contre, le retour observé (plus lent) montre bien la non-reproductibilité du retour de courant comme mentionné plus haut.



Figure 107. Chute et retour du courant noir lors d'une injection intermittente d'hélium (injection en présence du champ électrique). Cathode pointe en **carbure de tungstène** pour d=2 cm et U=30 kV

Le même type d'effet a été observé pour différents matériaux de cathode, autres que le carbure de tungstène. Les Figure 108 et 109 montrent les résultats obtenus pour deux cathodes pointes d'un rayon de courbure de 10 μ m. La première est en inox 316L (cliché MEB de l'électrode en Annexe 9) et la seconde est en tungstène. Dans les deux cas, nous observons une chute du courant à environ 25% de sa valeur initiale (stabilisée sous une pression de 1×10^{-5} - 6×10^{-5} Pa) lors de l'introduction de l'hélium à une pression de 10^{-2} Pa. Le retour montre une instabilité et des fluctuations mais l'effet est qualitativement identique à celui observé dans le cas de la cathode en carbure de tungstène. Les résultats obtenus sur l'électrode en carbure de tungstène pourront alors dans cette mesure être généralisés.



Figure 108. Chute et retour du courant noir lors d'une injection intermittente d'hélium (injection en présence du champ électrique). Cathode pointe en Inox 316L pour U=30 kV et d=5 mm



Figure 109. Chute et retour du courant noir lors d'une injection intermittente d'hélium (injection en présence du champ électrique). Cathode pointe en **tungstène** pour U=18,5 kV et d=20 mm

4.5.2. Influence de la pression du gaz

Dans des conditions identiques et avec une cathode en carbure de tungstène, l'effet de l'injection d'hélium sur le courant mesuré a été étudié pour trois niveaux de pression stabilisée (Figure 110) : 10^{-2} , 10^{-3} et 10^{-4} Pa (la pression avant injection de gaz étant identique, soit 10^{-5} Pa). Nous constatons qu'il y a une relation entre la pression dans l'enceinte (ajustée par injection sous pompage du gaz sélectionné – ici l'hélium) et l'intensité du courant d'émission stabilisé. De plus, la dynamique de chute du courant est également dépendante de la pression. Les constantes de temps pour les trois cas sont 164 sec, 69 sec et 27 sec pour des pressions de 10^{-4} Pa, 10^{-3} Pa et 10^{-2} Pa respectivement.



Figure 110. Effet de différentes pressions d'hélium sur le courant pour une cathode pointe en carbure de tungstène, d=2 cm et U=30 kV

Une deuxième procédure est utilisée pour étudier l'effet de la pression de gaz sur le courant d'émission de champ. Cette procédure consiste à faire varier la tension pour une pression constante. Pour une distance inter-électrodes de 2 cm, la Figure 111 montre l'effet de la pression de l'hélium sur le courant dans le cas de la cathode en carbure de tungstène.



Figure 111. Effet de la pression de l'hélium sur le courant noir pour une pression fixe et une tension variable pour une cathode pointe en carbure de tungstène

Pour chaque valeur de tension, le courant moyen est stabilisé sur une période de temps suffisante (c'est-à-dire de l'ordre de quelques minutes) pour définir une valeur moyenne représentative. Pour s'assurer la reproductibilité des mesures d'une part, et ainsi vérifier que l'état de surface de la cathode n'était pas modifié durant l'expérience d'autre part, la mesure a été réalisée à tension décroissante puis à tension croissante pour chaque valeur de pression. Chronologiquement, les expériences ont été faites à pression croissante. Le courant initial était ici de 80 μ A. Sur la gamme de tension et courant d'émission explorée, la variation de pression ne semble pas faire apparaître de discontinuité dans la relation entre le courant d'émission et la tension appliquée aux bornes des électrodes.

Il convient par ailleurs de remarquer que ces caractéristiques I-V sont très différentes de celles présentées dans le chapitre III et obtenues en champ homogène et faible intensité de courant. Enfin, cette figure a un intérêt pratique pour la possible conception d'un dispositif d'isolation sous basse pression.

La dépendance du courant d'émission vis-à-vis de la pression d'un gaz résiduel dans l'espace inter-électrodes est donc confirmée par ces expériences, et ce pour trois matériaux différents de cathode, à partir d'une valeur seuil de courant et/ou de champ électrique local imposé. Les deux faits expérimentaux majeurs relevés sont : (i) la nécessité de la présence simultanée du gaz et du champ électrique pour observer un effet, en d'autres termes, quelle que soit la durée du contact entre l'atmosphère gazeuse et la surface de cathode, un comportement transitoire du courant est observé lors de la mise sous tension du dispositif, (ii) la réversibilité du phénomène observée lors du pompage du gaz. C'est sur ce dernier point que l'attention a été portée en vue d'aborder la compréhension des mécanismes physiques responsables de l'effet du gaz sur l'émission électronique.

4.5.3. Recherche d'effets rémanents dus à l'injection de gaz

La Figure 112 montre les résultats d'une expérience visant à caractériser le comportement émissif d'une cathode ayant subi un effet de gaz sous champ électrique.



Figure 112. Rémanence de l'effet de l'injection d'hydrogène hors champ électrique

Ainsi, dans cette expérience, l'alimentation électrique a été coupée après stabilisation de l'intensité du courant consécutive à une chute résultant de l'injection d'hydrogène. La pression de gaz a été maintenue à 10^{-2} Pa pendant 15 minutes puis, le dispositif a été remis sous tension. Une intensité de courant identique a alors été mesurée, montrant ainsi sans ambiguïté que le fait d'annuler le champ électrique au niveau de la cathode ne conduisait pas à supprimer le phénomène responsable de la chute de l'intensité du courant noir. La même expérience réalisée avec injection d'hélium (Figure 113) a donné le même résultat.



Figure 113. Rémanence de l'effet de l'injection d'hélium hors champ électrique

Ce constat doit alors être discuté en regard des théories actuellement proposées dans la littérature. Comme mentionné en début de chapitre, le gaz adsorbé en surface de la cathode et plus particulièrement au niveau des émetteurs est possiblement responsable d'une augmentation du travail de sortie des électrons, et donc d'une chute de l'intensité de l'émission électronique. Une étude conduite par Wang a montré la possibilité d'adsorber l'hélium et le néon sur une électrode en tungstène pur sous l'effet d'un champ électrique très intense [84]. Un champ électrique statique de l'ordre de quelques dizaines de volts par nanomètre (soit quelques 10 GV/m) au niveau du sommet de l'émetteur est alors requis. Ce phénomène, qualifié de physisorption, est le résultat de la polarisation de l'atome de gaz sur la surface de l'émetteur par effet de champ. Pour des champs électriques plus intenses, cette liaison devient covalente et on passe de la physisorption à la chimisorption. Wang [84] montre que la transition de la physisorption à la chimisorption correspond un champ supérieur à 39000 MV/m. Dans ces conditions de champ, un transfert de charge de l'hélium dans la région entre l'adatome (atome adsorbé) et le métal s'opérerait, établissant une liaison covalente typique (mise en commun d'un doublet d'électrons). Sur la Figure 114, l'adsorption d'un atome d'hélium (dont le noyau est localisé par la charge positive) en surface d'une électrode en tungstène est représentée schématiquement pour quatre niveaux différents de champ électrique.



Figure 114. Polarisation de l'atome, création d'un dipôle avec la charge image et création d'une liaison covalente

L'énergie de liaison à courte distance ΔB dans le cas de l'adsorption sous champ électrique en fonction de l'intensité du champ électrique *E* est exprimée comme suit [84] :

$$\Delta B = \Delta B_0 + \kappa_a \beta_A E_0 + \frac{1}{2} a_a (\beta_A^2 - 1) E_0^2$$
(48)

Energie

covalente

Energie de

polarisation

(48)

Où E_0 est le champ macroscopique appliqué, $\beta_A = E_A^{loc}/E_0$ est le rapport du champ local au niveau atomique sur le champ macroscopique, a_a est la polarisabilité atomique du gaz considéré (ici l'hélium) et $\kappa_a = 1,6 \text{ meV.V}^{-1}.\text{nm}^{-1}$. ΔB_0 est sans signification physique et sa valeur calculée provient d'une approximation linéaire pour laquelle le champ électrique est nul : ici, $\Delta B_0 = -8 \text{ meV}$. L'influence de la présence de gaz physisorbé ou chimisorbé au niveau des émetteurs sur l'intensité de l'émission électronique n'est bien sûr pas discutée dans l'étude de Wang. Toutefois, on peut émettre l'hypothèse d'une augmentation du travail de sortie des électrons de la surface et donc d'une réduction de l'émission électronique. Enfin, il convient de remarquer que, dans ces travaux théoriques, la surface de métal est considérée nue et pure, c'est-à-dire en l'absence de toute monocouche de gaz. En présence de cette monocouche de gaz, on pourrait supposer que la valeur de champ électrique local requise pour observer le phénomène de chimisorption serait bien supérieure à 39 GV/m.

Dans notre cas, en tenant compte des dimensions de l'aspérité du cliché présenté en Figure 103, le champ local en extrémité de cette aspérité serait 3 GV/m, ce qui est d'un ordre de grandeur inférieur à la valeur seuil du champ électrique conduisant à la chimisorption. Par ailleurs, si la physisorption est plus envisageable, elle ne conduirait pas à une rémanence de l'effet du gaz, les atomes de gaz n'étant retenus sur la surface que par des forces électrostatiques et donc en présence du champ électrique ; sans champ électrique, ces atomes seraient immédiatement désorbés.

Toutefois, en vue d'éliminer la possibilité d'une chimisorption, un autre type d'expérience a été mené consistant en un changement de la polarité de la source de tension (Figure 115). En effet, en considérant l'équation exprimant l'énergie de liaison à courte distance ΔB dans le cas de l'adsorption sous champ [84] :

$$\Delta B = \Delta B_0 + \kappa_a \beta_A E_0 + \frac{1}{2} a_a (\beta_A^2 - 1) E_0^2$$
(49)

Il apparaît que la physisorption serait proportionnelle au carré du champ électrique, et donc indépendante du sens du champ électrique imposé. Inverser la polarisation du jeu d'électrodes ne devrait donc pas supprimer ce phénomène. Par contre, l'électrode pointe, fonctionnant en anode dans cette configuration, ne serait plus soumise à un bombardement ionique. Nous reviendrons sur ce point dans les sections suivantes.



Figure 115. La configuration des électrodes avec les deux polarités de l'alimentation

La Figure 116 montre les résultats de l'expérience suivante : en situation d'électrode plane polarisée positivement (pointe cathode), un courant d'émission de ~ 82 μ A est mesuré sous une pression de 10⁻⁵ Pa. L'alimentation électrique a été coupée, puis une injection de l'hélium à 10⁻² Pa, a été effectuée. L'électrode plane a alors été polarisée négativement (pointe anode). Aucun courant n'a pu être mesuré (limite inférieure de détection de 1 μ A). Après une nouvelle inversion de polarisation des électrodes, le courant initial a été à nouveau obtenu (~ 82 μ A) suivi immédiatement par une chute. Durant ces manœuvres, la pression d'hélium a été maintenue à 10⁻² Pa. Il apparaît donc clairement que si un phénomène de physisorption avait pris place durant la phase de fonctionnement anode de la pointe, (i) l'intensité initiale du courant n'aurait pu être retrouvée (ii) la chute de courant en fonctionnement cathode de la pointe n'aurait pu être observée.



Figure 116. Effet d'hélium pour une polarité négative de l'alimentation électrique

Les résultats obtenus semblent donc mettre en défaut cette théorie de la physi/chimisorption du gaz sur la surface de la cathode pour ce qui concerne la réduction du courant noir.

En revanche, nos résultats peuvent être expliqués par la théorie du bombardement ionique qui justifierait la rémanence de l'effet du gaz. Alpert [63] a été parmi les premiers à interpréter par la théorie du bombardement ionique la chute de l'émission électronique par l'effet du gaz. Cet effet est attribué au bombardement sélectif des sites émetteurs par des ions produits par collision électronique avec molécules de gaz dans le volume proche de ces émetteurs (Figure 117).



Figure 117. Représentation schématique du bombardement ionique d'un site émissif [63]

Ce processus peut provoquer une modification de la géométrie des émetteurs, avec dans un premier temps une possible augmentation du β et donc une augmentation du courant d'émission (l'augmentation transitoire de courant à l'injection d'hélium Figure 106 on pourrait être interprétée ainsi), puis dans un second temps une érosion de ces émetteurs, et donc une chute du β résultant en une diminution de l'émission électronique. Depuis cette proposition d'Alpert, plusieurs auteurs ont élaboré cette théorie [33], [80]–[82] et elle est devenue le mécanisme "traditionnellement" reconnu comme étant à l'origine de l'effet du gaz.

Si l'effet rémanent de l'injection de gaz sur le courant présenté sur la Figure 112 et la Figure 113 ne peut pas être expliqué par la théorie de l'adsorption de gaz (qui suppose que la coupure de la tension provoque une désorption immédiate du gaz adsorbé), ce résultat peut être expliqué par la théorie du bombardement ionique. La nouvelle géométrie des émetteurs après le bombardement ionique de la cathode restera la même quelle que soit la durée de la coupure de l'alimentation.

On notera de plus que la théorie du bombardement ionique est cohérente avec l'absence de l'effet de gaz pendant l'application de la polarité négative (pointe anode) comme illustré par la Figure 116.

4.6. Estimation de l'effet de gaz par bombardement ionique

L'objectif de cette section est d'estimer la densité ionique qui peut être créée dans l'espace inter-électrodes en fonction du courant émis et de la pression de gaz résiduel. Cette densité sera utilisée par la suite pour évaluer le temps nécessaire pour changer la forme d'un émetteur sous l'effet du bombardement ionique de telle façon que cet émetteur soit suffisamment émoussé et que cela engendre un changement de la valeur du facteur β , changement susceptible de causer l'effet observé sur l'émission électronique. Plusieurs hypothèses seront posées surtout en ce qui concerne la description du phénomène d'érosion du site. Il est donc clair que l'objectif de ce calcul est par conséquent de proposer et de comparer des ordres de grandeur.

4.6.1. Probabilité d'une collision ionisante

Afin de calculer le courant ionique, nous allons prendre comme source d'ionisation uniquement l'ionisation du gaz résiduel par impact électronique. Pour une pression et une température données, en ne considérant que les impacts d'ionisation, le libre parcours moyen λ d'un électron est donné par l'expression :

$$\lambda = \frac{k_B \cdot T}{\sigma \cdot P} \tag{50}$$

Où $k_B = 1,3810^{-23}$ J.K⁻¹ est la constante de Boltzmann, *T* est la température en kelvin, σ est la section efficace d'ionisation en m² et *P* est la pression en *Pa*.

La probabilité d'une collision donnant lieu à une ionisation au cours d'une distance d parcourue par un électron et donc d/λ et le courant ionique pour un courant émis I_e est donné

par l'expression :

$$I_{ionique} = \frac{d}{\lambda} I_e \tag{51}$$

Pour les pressions considérées dans cette étude $(10^{-6}-10^{-2} \text{ Pa})$, le libre parcours moyen est très grand par rapport à la distance totale inter-électrodes, et donc la probabilité de collision est très faible. On peut donc considérer qu'en moyenne, l'énergie des électrons croit tout au long de leur trajet vers l'anode. Cela nous a incités à prendre en compte l'évolution de la section efficace de collision avec l'énergie des électrons.

4.6.2. Calcul de la distribution du flux ionique

Pour calculer le flux ionique en fonction de la position par rapport aux électrodes, il faut prendre en compte la variation du libre parcours moyen des électrons au cours de leurs parcours vers l'anode. Nous allons prendre comme géométrie une cathode en forme ellipsoïdale ayant à son extrémité un rayon de courbure de 25 μ m. La distance inter-électrodes vaut 2 cm et l'anode est un plan infini. Ceci est présenté sur la Figure 118. On prend comme axe horizontal *z* une droite coaxiale de la cathode qui commence à partir de l'extrémité de la cathode et se termine à la surface de l'anode.



Figure 118. Géométrie utilisée dans le calcul de la distribution de la densité ionique

Nous allons calculer le courant ionique pour des intervalles élémentaires Δz sur l'axe z. L'expression du courant ionique devient alors :

$$I_{ionique}(z) = \frac{\Delta z}{\lambda(z)} I_e \tag{52}$$

Le libre parcours moyen dans (52) va être évalué pour chaque pas de distance z, et sa valeur moyenne à chaque valeur de z est donnée par l'expression :

$$\lambda(z) = \frac{k_B \cdot T}{\sigma_{moven}(z) \cdot P}$$
(53)

Les données de la section efficace d'ionisation ont été prises du site NIST [85] pour trois gaz : l'hélium, l'hydrogène et l'azote et proviennent de [86] pour l'argon. L'exemple de l'hélium sera utilisé par la suite pour illustrer le modèle, puis des comparaisons entre les gaz seront présentées. La Figure 119 montre la section efficace d'ionisation de l'hélium en fonction de l'énergie électronique. Bien évidemment, ce modèle néglige l'ionisation multiple et d'autres phénomènes tels que la dissociation et l'excitation des espèces gazeux. Ces phénomènes peuvent être minimes pour le cas de l'hélium mais plus important pour d'autres gaz comme l'azote.



Figure 119. Section efficace d'ionisation pour l'hélium en fonction de l'énergie des électrons

4.6.3. Calcul de l'énergie des électrons en fonction de la position

Pour notre géométrie d'électrode qui correspond un champ électrique inhomogène, nous utilisons l'équation (54) qui donne le champ pour un ellipse d'un rayon de courbure r (ici 25 μ m) à une distance d (ici 2 cm) d'un plan infini [87].

$$E(z) = \frac{V}{\left(z + \frac{r}{2}\right)\ln\left(\frac{2d+r}{r}\right)}$$
(54)

Nous trouvons le potentiel U (z) en intégrant (5) avec la condition au niveau de la pointe de la cathode U (0) = 0 (Figure 120):

$$U(z) = \int E(z) = \frac{V}{a} \ln(\frac{2z}{r} + 1)$$
(55)



Figure 120. Energie potentielle électronique en fonction de z ($r=25 \mu m$, d=2cm, $V_{anode}=30 kV$)

Et nous avons donc la relation suivante entre la position et la tension :

$$z(U) = \frac{r}{2} (e^{U \cdot \frac{u}{V}} - 1)$$
(56)

A partir de données de la Figure 119 et l'expression (56) , nous trouvons les variations de σ avec la distance inter-électrodes (Figure 121).



Figure 121. La section efficace de collision d'ionisation de l'hélium en fonction de la distance z

En utilisant les équations (52), (53) et les sections efficaces de collision d'ionisation pour chaque pas z de la Figure 121 (l'espacement et la taille des pas sont représentés par les localisations des points sur la Figure 121), le courant ionique peut-être calculé. Pour un courant électronique de 100 μ A, le courant ionique total produit sur toute la distance inter-électrodes s'avère de l'ordre de centaines de picoampères :

$$I_{(ionique-total)} = \sum_{z=0}^{z=0,02} I_{ionique}(z) = 431 \, pA \tag{57}$$

Ce qui correspond à $2,7 \times 10^9$ ions/s. Avec ce mode de calcul, nous pouvons également aller plus loin en calculant le courant ionique en fonction de la distance inter-électrodes. Cela aura des implications sur les calculs suivants où nous allons faire des hypothèses sur l'énergie et la localisation des ions impliqués dans l'érosion des sites émissifs sur la cathode. La Figure 122 présente un histogramme des résultats du calcul pour un courant ionique de l'hélium dans 5 différentes zones de l'espace inter-électrodes.



Figure 122. Courant ionique pour 5 différentes zones de l'espace inter-électrodes

Les zones représentées dans la Figure 122 ont été choisies en tenant compte du fait que les ions qui ont la probabilité la plus importante d'impact sur un émetteur sont ceux qui sont créés au plus près de ce dernier. La discussion suivante a pour but d'explorer le temps nécessaire pour éroder une nano-pointe par un flux d'ions ayant un ordre de grandeur donné dans la Figure 122.

4.6.4. Description simple de l'effet de l'impact des ions à la cathode

Nous allons estimer l'impact mécanique du bombardement ionique de la cathode. Afin de simplifier le calcul, nous imposons les hypothèses suivantes :

- 1- L'émission électronique a lieu à partir d'un émetteur qui a des dimensions similaires à celles d'une aspérité trouvée dans une photo de MEB de la surface de la pointe (Figure 123), l'émission se produisant principalement sur l'extrémité de cette aspérité, qui peut être modélisée par un tronc de cône de 306 nm de hauteur dont l'extrémité hémisphérique a un diamètre de 30 nm.
- 2- L'arrachement des atomes de l'aspérité par bombardement ionique est homogène sur une surface définie par un hémisphère de rayon 15 nm, soit de 15×10^{-16} m² de surface.

3- L'émetteur est en carbure de tungstène ce qui correspond une distance moyenne interatomique de 2,5 Å, ce qui donne un surface élémentaire de 6×10^{-20} m² et le nombre totale d'atomes surfacique est alors $16 \times 10^{-16} / 6 \times 10^{-20} = 27000$ atomes.

Le principe de calcul est de trouver le temps nécessaire pour enlever une quantité de matière, réduisant β de telle façon que l'émission soit elle aussi diminuée de la quantité observée expérimentalement.



Figure 123. Photo de MEB d'une aspérité qui représente un exemple d'émetteur trouvé sur la surface de la cathode

Prenons l'hypothèse que les ions qui sont produits en proximité de l'émetteur ont plus de probabilité d'impacter l'émetteur [62], nous ne prenons en compte dans un premier temps que les ions produits à une distance inférieure à un micromètre de la surface de l'émetteur (soit une dimension de l'ordre ~3-4 fois plus importante que la taille de l'émetteur). Le courant ionique produit et le nombre d'ions valent alors :

$$I_{(ionique-d<1\mu m)} = \sum_{z=0}^{z=10^{-6}} I_{ionique}(z) = 0,7 \text{pA}$$
(58)

$$n_{ion} = 6,24 \times 10^{18} \times 0,7 \times 10^{-12} = 5,4 \times 10^6 \ ion/s \tag{59}$$

Pour un rendement de pulvérisation de 1% [88] (1% des ions arrache un atome par bombardement), le temps nécessaire pour enlever une couche superficielle de l'émetteur par bombardement ionique est:

$$t = \sum s_i / n_i = 27000 / (0.01 \times 5.4 \ 10^6) = 0.5 \ s \tag{60}$$

Nous allons estimer de combien il faut diminuer β pour obtenir la diminution observée du courant émis. La Figure 124 montre une courbe théorique de courant en fonction de β trouvée par l'équation classique de FN pour les paramètres suivants : E = 300 MV/m, φ =4,6 eV et S=7.10⁻¹⁶ m².

Une diminution de courant de 100 à 20 μ A (80%) correspond à une diminution de β de 26 à 23 (10%) (Figure 124).



Figure 124. Calcul théorique de la variation de courant en fonction de β de l'émetteur pour un champ de 300 MV/m, $\varphi = 4,6 \text{ eV et } s = 7.10^{-16} \text{ m}^2$

En prenant en compte les dimensions de l'aspérité montrée sur la Figure 123, une diminution de 10% de β correspond à une diminution de la taille de l'aspérité de 30 nm. Cette diminution correspond à un nombre des couches atomiques égale à 30 / 0,25 = 120 couches (*Figure 125*). Le temps nécessaire estimé pour enlever ces 120 couches est alors 60 seconds.



Figure 125. Représentation schématique de l'émetteur

4.7.Effet de la nature de gaz

Le même calcul donne des constantes de temps de 25 secondes, 8 secondes et 7 secondes pour l'hydrogène, l'azote et l'argon respectivement. Ceci est en accord avec la section efficace d'ionisation des quatre gaz (Figure 126).

L'effet de la nature de gaz n'était pas évident pour Alpert [62] . Il n'a trouvé aucune différence significative entre les gaz nobles et moléculaires de masses comparables. En revanche, d'autres auteurs remarquent que les gaz « lourds » comme l'argon et le krypton ont plus d'effet sur l'émission électronique que les gaz « légers » comme l'hélium [29], [78].



Figure 126. Section efficace d'ionisation en fonction de l'énergie d'électrons pour azote, argon hydrogène et hélium

Afin d'étudier l'effet de la nature du gaz, quatre gaz ont été testés : l'hydrogène, l'hélium, l'argon et l'azote. Les conditions expérimentales sont les mêmes pour toutes les expériences. La Figure 127 montre le courant mesuré en fonction du temps et de la pression pour les quatre gaz.



Figure 127. Effet de la pression d'hélium, d'hydrogène, d'argon et d'azote sur le courant noir ; cathode carbure de tungstène, distance inter-électrodes de 2 cm, U=30kV

La même cathode en carbure de tungstène faisant face à une anode en inox 316LN a été utilisée, et il n'y a pas eu de claquage entre les quatre expériences ; forme et état de surface de la cathode n'ont pas subi de changement radical. La distance inter-électrodes a été fixée à 2 cm. La pression de gaz a été augmentée progressivement à partir de 8.10^{-6} Pa à 10^{-2} Pa par pas

de temps de dix minutes pour chaque valeur de pression ; en revanche, la tension appliquée a été maintenue à 30 kV. La valeur de courant initiale mesurée à basse pression se situe dans la gamme 210 - 260 μ A. Comme l'illustre la Figure 127, une chute de courant a été observée pour chacun des quatre gaz. Cependant, un effet plus important à des pressions plus faibles a été observé dans le cas de l'azote et de l'argon (par rapport à l'hydrogène et l'hélium).

Pour simplifier la présentation des résultats, nous présentons en Figure 128 le courant moyen normalisé en fonction de la pression. Chaque point correspond à la moyenne des courants obtenus à partir de trois expériences identiques à celle de Figure 127 ; la répétabilité des résultats est représentée par la valeur d'écart type à la valeur moyenne (les barres d'erreur sont d'une amplitude correspondant à deux fois l'écart type, soit +/- la valeur d'écart type autour de la valeur moyenne).



Figure 128. Courant moyen normalisé qui représente trois répétitions

Pour une pression donnée, le flux gazeux surfacique est le même pour les quatre gaz. Dans le contexte de la théorie de l'adsorption, si on fait l'hypothèse qu'un gaz diatomique est plus polarisable, donc plus facile à adsorber par effet de champ qu'un gaz monoatomique, il devient difficile de justifier que l'argon ait un effet plus important que l'hydrogène.

Considérant une approche fondée sur la théorie du bombardement ionique, un calcul simplifié visant à comparer l'effet théorique des quatre gaz étudiés est proposé.

La Figure 129 montre le courant ionique calculée à partir du modèle de bombardement ionique pour les quatre gaz étudié. Le calcul est fait pour un courant électronique de 100 μ A pour toutes les valeurs de pression pour les quatre gaz. Pour une pression donnée et un courant électronique donné, le courant ionique est plus intense pour le cas de l'azote et l'argon par rapport au cas de l'hydrogène et l'hélium.



Figure 129. Courant ionique calculé à partir de modèle en fonction de la pression pour un courant électronique de 100 µA pour quatre gaz : argon, azote, hydrogène et hélium

4.8. Etude du retour du courant consécutif à un effet de gaz

La compréhension de la physique du retour de courant est essentielle pour comprendre le mécanisme de l'effet du gaz. Par la suite, nous allons discuter l'effet du champ électrique et de la durée de l'exposition au gaz sur le retour.

4.8.1. Le retour interrompu

La Figure 130 montre l'évolution du courant en fonction du temps pour une expérience très similaire à celle déjà présentée en Figure 106. Toutefois, dans la présente expérience, le retour a été interrompu pendant cinq minutes en coupant la source de tension.



Figure 130. Retour interrompu de courant après injection d'hélium puis pompage

Après la remise sous champ, le retour de courant a repris à partir d'une valeur très proche de la valeur de courant avant la coupure. Si ce n'est l'interruption, la dynamique de retour de courant ne semble pas être affectée. En d'autres termes, tout se passe comme si le processus de retour avait simplement été interrompu. En vue de s'assurer qu'un phénomène rapide intervenant suite à l'interruption n'est pas intervenu, la fréquence d'échantillonnage a été multipliée par un facteur 1000. Le résultat obtenu est présenté en Figure 131 (dans ce cas, le gaz injecté était de l'azote). On observe qu'aucun transitoire n'est observé lors de la remontée ; les commentaires proposés concernant la Figure 130 sont ici confirmés.



Figure 131. Retour interrompu de courant après injection d'azote puis pompage avec une fréquence d'échantillonnage de 1 kHz

Pour les deux cas présentés, on constate que le retour de courant nécessite un champ électrique. Ceci est en contradiction forte avec une théorie d'adsorption du gaz, qui supposerait une désorption instantanée pendant la coupure de champ (si on exclue la chimisorption pour laquelle les valeurs locales de champ électrique sont trop intenses pour être ici envisagées). En revanche, on pourrait considérer la formation sous champ électrique de nouveaux sites émissifs (cette formation étant interrompue à la coupure de la tension, ce qui est en accord avec l'expérience précédente). Cette formation de nouveaux sites émetteurs sous champ électrique pourrait être interprétée au niveau atomique par la théorie de la migration de surface, présentée ci-après.

Deux types de migration sont rapportées dans la littérature [32]:

1) La migration d'impuretés et de particules présentes en surface de la cathode, ce qui peut modifier le travail de sortie des électrons ou bien former des sites émissifs par renforcement du β . C'est le cas des clichés présentés en Figure 132 où on observe un empilement de particules métalliques, constituant ainsi des structures fines dressées perpendiculairement à la surface, dans la direction des lignes de champ [63], [64].

2) La migration des atomes à la surface de leur propre réseau, ce qui provoque un changement de la géométrie de l'émetteur, et peut donc former des sites émissifs à partir du matériau de cathode [64]. Ce processus est appelé migration de surface ou « *build-up* » [32].



Figure 132. Migration de particules dans la direction des lignes de champ

La migration des atomes de surface a été étudiée par plusieurs auteurs. Müller [73] est le premier qui a étudié la migration sur une électrode en tungstène. Il a remarqué que la forme de l'émetteur changeait, peut-être à cause d'un éventuel déplacement des atomes de surface avec le chauffage de l'émetteur. Benjamin [74] a produit des preuves expérimentales de la migration des atomes, sous la forme de clichés des émetteurs obtenus par microscope à émission de champ : les pointes émettrices devenaient plus « pointues » en présence de champ électrique et de chauffage. Différents auteurs ont montré qu'il y a un lien entre le chauffage de l'émetteur et la migration des atomes sous champ électrique [32], [84], [89], [90]. Bettler [32] a constaté que l'émetteur chaud subit deux forces aux effets antagonistes qui ont tendance à modifier sa géométrie :

- La force de tension superficielle qui a tendance à minimiser la surface du conducteur et par conséquent à diminuer le facteur de renforcement de champ β.
- 2- La force électrostatique exercée sur les charges dans le métal par le champ extérieur, qui a pour effet de faire migrer les atomes vers les zones ou le champ est le plus fort et donc à augmenter le facteur β. Dans les liquides conducteurs, cet effet est bien connu et est à l'origine des cônes de Taylor et de la technique de l'électro-spray.

Lorsqu'un champ électrique faible est appliqué à la surface de l'émetteur chaud, la migration de la surface est provoquée par les forces de tension de surface qui produisent un arrondi et

lissage de l'émetteur grâce à un transport de matières à partir de l'apex vers le centre, ce qui diminue β . En revanche, si le champ électrique est suffisamment élevé, la migration des atomes suit les lignes de champ électrique en augmentant le facteur β de l'émetteur. Les forces électrostatiques prédominent lorsque le champ électrique à l'émetteur dépasse la valeur critique E_0 [32]:

$$E_0 \cong \sqrt{16 \pi \gamma / r} \tag{61}$$

Où *r* est le rayon du site émetteur en *cm* et γ est la tension superficielle du matériau de la cathode.

Pour des valeurs intermédiaires de champ, un équilibre peut être atteint entre la tension superficielle et les forces électrostatiques, de sorte que la stabilité géométrique de la surface est maintenue, ce qui résulte en une stabilité au niveau du courant noir. Fursey [79] a constaté que la migration des atomes peut contribuer au claquage dans le vide à cause de l'augmentation brutale de courant de pré-claquage causé par la migration des atomes, ce qui rend l'émetteur plus « pointu » et produit par conséquent une fusion de l'émetteur et donc un claquage. Le même type d'observation a été plus récemment fait par Antoine et *al.*[90] qui ont montré que le phénomène de migration de surface pouvait être observé à température ambiante sous un champ électrique de 100 MV/m.

Un modèle a été développé par Jensen [89] pour estimer le champ électrique et la température qui accompagnent le développement et la croissance des aspérités dues à la migration de surface. Il a également discuté le lien entre le courant noir et les dimensions des aspérités. Jensen a représenté l'aspérité par deux paramètres n et r. La croissance ainsi que la destruction des aspérités peuvent donc être caractérisés par l'évolution de n et r (Figure 133).



Figure 133.Création d'un émetteur dans un modèle de charge ponctuelle pour n= 3 et différentes valeurs de r. Les cercles sont les lignes équipotentielles de charge ponctuelle ; la surface équipotentielle totale est la résultante de toutes les charges ponctuelles

Dans cette figure simplifiée, *n* serait le nombre de couches d'empilement ici modélisées par des sphères (n = 3 sur la figure) et *r* serait le ratio des rayons deux à deux de ces couches, en se déplaçant de l'extrémité de l'aspérité vers la surface. Sous champ et température élevés, la migration de surface conduirait à une augmentation de n et à une réduction de *r*, donc à une augmentation de la valeur de β . Inversement, si le sommet est endommagé et émoussé, comme dans le cas d'un bombardement ionique, le facteur *n* devrait diminuer et *r* augmenter ; dans ce cas, on aurait une chute de la valeur de β .

La migration des atomes a été utilisée par Binh [91] comme technique pour fabriquer des nano-aspérités sous champ électrique et dans ce but, une température égale à un tiers de la température de fusion du métal utilisé a été imposée. La migration sous effet de champ est également à la base d'une autre technologie, celle des faisceaux d'ions, pour lesquels la source d'ions est un film métallique placé sur une pointe émettrice [92].

Bilbro a fait un modèle de la formation des émetteurs par migration qui propose de calculer la hauteur des émetteurs formés [93]. En plus, à partir de son modèle, il retrouve la relation bien connue entre la tension totale et le risque de claquage. Son modèle implique un loi de $V_{claquage}$ = $kd^{0.67}$, ce qui est un résultat habituel.

L'association du modèle de la migration de surface à celui du bombardement ionique permet d'interpréter nos résultats, aussi bien en ce qui concerne la chute, la réversibilité au pompage, et la rémanence des effets lors d'une interruption de l'alimentation électrique.

4.8.1. Etablissement d'un courant d'émission stable

Les retours de courant présentés précédemment interviennent après un effet d'injection de gaz. Or, comme mentionné en section 4.4, l'ensemble de ces résultats à courant d'émission élevé a été obtenu après une procédure incluant une phase de claquage. C'est à cette unique condition qu'un courant intense et stable pouvait être obtenu, condition initiale à l'étude des effets de l'injection de gaz. L'établissement de ce courant stable après claquage n'était pas instantané et la Figure 134 présente la dynamique correspondante. On note que cette dynamique est tout à fait comparable à celle d'un retour après injection de gaz. Cette observation nous a conduits à supposer que les mécanismes responsables de cette croissance du courant (après claquage sans effet de gaz dans un cas et retour de courant consécutif à une injection de gaz puis pompage sous tension dans l'autre cas) pouvaient être de même nature. Cette supposition exclurait donc de fait la théorie de l'adsorption de gaz.



Figure 134. Dynamique de stabilisation du courant d'émission après claquage (aucune injection de gaz) ; cathode carbure de tungstène, distance inter-électrodes de 2 cm, U=30kV

En revanche, cet établissement de courant après claquage pourrait être interprété comme une modification progressive de la géométrie de surface impliquant une migration de matière sous champ électrique. Cette migration dépendrait donc du champ local, lui-même résultant du claquage (voir rugosité de surface après claquage en Figure 135). Les conditions de claquage (notamment d'intensité du courant de claquage) n'étant pas contrôlées dans nos conditions, on peut supposer que la modification de la géométrie de surface soit non répétable d'un claquage à l'autre, conduisant ainsi à une dynamique de stabilisation du courant différente d'un tir à l'autre. Ce processus est illustré sur la Figure 136.



Figure 135. Micro pointe typique de la cathode : cathode neuf (à gauche) et cathode claqué (à droite)



Figure 136. Plusieurs chutes de courant après des claquages et plusieurs remontes de courant pour une tension fixe à 30 kV

4.8.1. Reconstruction éventuelle des sites émissifs en régime de pointe anode

La reconstruction de sites émissifs par migration de matière sous champ électrique devrait être indépendante de la polarité imposée au jeu d'électrodes. En d'autres termes, ce phénomène devrait être observable pour une anode si le champ local est suffisamment élevé. L'expérience a donc été réalisée selon le principe rappelé en Figure 137.



Figure 137. Configuration d'électrodes dans les deux polarités d'alimentation

Les résultats sont présentés en Figure 138 : en situation d'électrode plane polarisée positivement (pointe cathode), un courant d'émission de ~ 75 μ A est mesuré sous une pression de 10⁻⁵ Pa. L'hélium a été introduit dans l'enceinte jusqu'à obtenir une pression de 10⁻² Pa. Un courant stabilisé ~ 20 μ A a été atteint au bout de six minutes. L'alimentation électrique a été coupée, puis la polarité a été inversée (Figure 137).



Figure 138. Effet de l'application d'une polarité négative sur le courant pour une pression de 10^{-2} Pa : anode pointe en carbure de tungstène et cathode disque en inox 316LN, U=30 kV et d=2 cm

L'électrode plane a alors été polarisée négativement (pointe anode). Aucun courant n'a pu être mesuré (limite inférieure de détection de 1 μ A). Après une nouvelle inversion de polarisation des électrodes, un courant de ~ 40 μ A a été obtenu, soit une valeur double de celle atteinte avant inversion de polarité. Une chute est alors immédiatement observée due au bombardement ionique sur la pointe cathode (durant ces manœuvres, la pression d'hélium a été maintenue à 10⁻² Pa). La phase de bombardement ionique n'a bien sûr pas impliqué la pointe anode lors de la phase de fonctionnement en polarité inversée. Par contre durant cette phase, le champ électrique local intense a pu être à l'origine d'une formation d'émetteurs par un mécanisme de migration de surface, résultant en une intensité plus élevée que celle mesurée avant la coupure (et inversion de polarité).

En comparaison les résultats obtenus sur les figures 138 et 130 on constate que dans le cas de l'interruption de l'alimentation électrique, l'effet observé est un effet de rémanence alors que dans le cas de l'inversion de polarité de l'alimentation électrique, l'effet observé semble résulter d'un retour de courant.

4.8.2. La variabilité du retour de courant

Comme déjà mentionné, si la dynamique de chute de l'intensité du courant d'émission à l'injection de gaz est répétable d'une expérience à l'autre, le retour présente des dynamiques très variables. Le retour typique obtenu nécessite entre 20 et 30 minutes pour retrouver le courant initial. Nous avons observé des cas de retours très lents, et dans certains cas des retours lents de courant atteignant des valeurs stabilisées bien inférieures à celle du courant initial. De façon plus rare, des retours rapides ont été obtenus. La Figure 139 montre un retour de courant à basse pression qui reprend après une coupure de tension de dix minutes et sous pompage. La valeur initiale de courant relativement élevée de 220 µA mesurée avant injection d'azote, a été dépassée par la valeur stabilisée de courant atteinte en fin de retour (245µA). Le retour a été rapide (~ 4 minutes). Dans le cas d'un retour rapide comme dans celui de retours lents (plus fréquents), on peut émettre l'hypothèse que le facteur déterminant est la modification de géométrie de structure de la surface de la cathode intervenant lors du bombardement ionique à l'injection du gaz.



Figure 139. Un exemple d'un retour rapide de courant après l'injection de l'azote

Une tentative a été faite visant à investiguer l'effet de la durée de l'exposition au gaz en présence du champ électrique. Trois injections de gaz consécutives ont été faites pour trois différentes durées d'exposition à l'hydrogène : 1, 5 et 10 minutes (Figure 140). Pour ces trois manœuvres consécutives, l'intensité du courant d'émission a fortement chuté (atteignant une valeur proche de la limite de détection de l'appareil de mesure, soit ici 1 μ A) durant les phases d'injection d'hydrogène. En revanche, les dynamiques semblent être affectées par les durées d'injection de gaz. Considérant un retour atteignant ~25% de la valeur initiale, une durée d'injection plus longue semble conduire à un retour plus lent. Suite à la troisième injection d'hydrogène, la valeur initiale du courant n'a pu être atteinte après 20 minutes.



Figure 140. Des différents retours de courant pour trois expériences avec un temps d'exposition au gaz de 1, 5 et 10 minutes

Cette observation, constatée à plusieurs reprises, n'a pu faire l'objet d'une étude systématique et nous ne pouvons conclure de façon satisfaisante quant à cette tendance. Il nous a cependant paru intéressant de rapporter ici ce fait expérimental qu'il conviendrait d'étudier par la suite.

4.9. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté des résultats expérimentaux concernant l'intensité de l'émission de champ et sa réponse aux changements de pression résiduelle de gaz dans l'espace inter-électrodes et donc au voisinage de la surface émettrice. Nous avons examiné cet « effet de gaz » avec un œil critique, sous une approche à la fois théorique et expérimentale. Nous allons détailler par la suite les conclusions majeures de ce travail.

Il a été démontré que la montée en pression d'une valeur de 10^{-6} à 10^{-2} Pa a pour effet de réduire l'intensité de l'émission de champ, généralement d'un pourcentage compris entre 50%

et 99% de sa valeur initiale, selon les conditions expérimentales. Une notion de seuil a été initialement observée : l'effet du gaz n'a pas pu être observé que pour les valeurs de courant supérieures ou égales à quelques centaines de nanoampères. Ce fait a nécessité l'utilisation d'une géométrie d'électrodes asymétrique permettant d'obtenir des courants de l'ordre du microampère (à quelques centaines de microampères). Une cathode pointe de faible rayon de courbure (~25µm) permettant d'obtenir localement un facteur de renforcement de champ β de l'ordre de 200 (pour une distance inter-électrodes de 2 cm), a été utilisée. De plus, il a été nécessaire que cette cathode aie subi un claquage afin de modifier la rugosité de sa surface par la formation des nanostructures donnant lieu à un renforcement de champ additionnel. Des images de ces nanostructures pris par MEB ont étés présentées ; des émetteurs probables ont étés identifiés sur les bords de cratères. Après une telle modification de surface, un certain temps sous champ était nécessaire pour l'établissement d'un courant stable. Cette stabilisation a consisté en une augmentation asymptotique du courant sur une durée de l'ordre de plusieurs dizaines de minutes. Les valeurs stabilisées atteintes ainsi que la dynamique de croissance du courant ont été vues variables.

La valeur et la dynamique de la réduction de l'intensité de courant par la présence de gaz ont été observées dépendantes de facteurs tels que la valeur initiale de courant, la nature du gaz et sa pression. Plus la pression d'un gaz donné était élevée, plus l'effet de gaz était intense et rapide. L'effet de la nature de gaz introduit a été étudié, et il a été observé que les gaz « lourds » tels que l'azote et l'argon donnaient une réduction plus importante que les gaz plus « légers » comme l'hydrogène ou l'hélium.

L'effet de gaz s'avéré réversible, et nous avons observé un « retour de courant » après le rétablissement d'une pression de gaz à une valeur de l'ordre de 10⁻⁵ Pa. La dynamique de ce retour a été vue très variable et ressemble qualitativement à l'augmentation de courant observée après un claquage initial (et sans injection de gaz). La dynamique de retour a été généralement plus lente que celle de la réduction. Il a été observé qu'un retour ne pouvait être observé qu'en phase de pompage (du gaz injecté) et en présence de champ électrique: toute interruption d'application du champ ne conduit qu'à une interruption du retour. De même, dans le cas d'un courant stable obtenu après injection de gaz, toute interruption d'application du champ ne modifie pas l'intensité du courant mesurée à la remise sous tension. Un phénomène de rémanence est donc observé à l'interruption de l'application du champ électrique, qu'il s'agisse d'une phase stabilisée en présence de gaz ou d'un retour.

Un mécanisme est proposé pour interpréter l'ensemble de ces observations, incluant la chute d'intensité du courant par l'effet de gaz, sa réversibilité et la rémanence en absence de champ électrique. La chute serait causée par un bombardement des sites émissifs par des ions positifs crées dans l'espace inter-électrodes par collision électronique. Des calculs du flux ionique sont présentés ainsi que l'estimation du temps nécessaire à la modification de surface des émetteurs probables identifiés, afin de conduire localement à une chute du facteur de renforcement de champ en accord avec les chutes mesurées d'intensité de l'émission électronique. Pour interpréter le retour de courant, un phénomène de migration d'atomes sous influence du champ électrique est proposé, ayant pour conséquence de reformer des nano structures constituant alors de nouveaux émetteurs.

Conclusion général

L'objectif de notre travail était d'apporter une contribution à l'étude de l'émission électronique dans des conditions de champ électrique intense et de pression réduite. Pour ce faire, une démarche essentiellement expérimentale a été adoptée. Le domaine d'applications visé était principalement celui de l'isolation haute tension sous vide et nous nous sommes concentrés plus particulièrement sur l'étude de l'émission électronique qui apparaît pour des valeurs du champ électrique inférieures à celles prédites par la théorie.

Dans un premier temps, un dispositif expérimental permettant l'étude de l'émission dans une gamme de pression allant de 10^{-6} Pa à quelques 10^{-1} Pa a été mis au point. Selon la gamme d'intensité du courant étudiée, plusieurs configurations d'électrodes (plan/sphère et plan/pointe) ont été proposées et plusieurs dispositifs de mesures de l'intensité à différentes fréquences d'échantillonnage (de 1 Hz à 1 kHz) ont été utilisés. Par ailleurs une attention particulière a été apportée à la préparation des surfaces des électrodes (polissage au papier de silice et à l'aide d'une suspension diamantée) afin d'en contrôler la rugosité de surface. Les mesures de rugosité ont quant à elles été effectuées à l'aide d'un profilomètre optique 3D.

Notre étude s'est ensuite divisée en deux parties : la première partie concerne l'étude de l'émission des faibles intensités de courant dans une gamme comprise entre 10 picoampères et la centaine de picoampères, la seconde partie concerne l'émission de plus forte intensité dans une gamme allant du nanoampères à la centaine de microampères.

Pour l'étude à faibles courants, une configuration plan/sphère a été choisie. Cette étude a requis non seulement un état de surface bien contrôlé mais aussi la mise au point d'un protocole de conditionnement en courant des surfaces d'électrodes afin d'éviter les claquages. L'influence de plusieurs paramètres sur l'émission électronique a ensuite été réalisée. Dans un premier temps, le rôle de la distance inter-électrodes à champ constant a été étudié. Une augmentation de l'émission avec la distance à champ macroscopique constant a été observée. Deux mécanismes ont été proposés pour expliquer ce phénomène : d'une part l'augmentation du nombre de sites activés sur la surface de la cathode au fur et à mesure qu'on éloigne les deux électrodes et que l'aire de la zone à « fort » champ de la surface de la cathode augmente, d'autre part l'augmentation, à champ constant, de l'émission secondaire en relation avec l'augmentation de l'énergie des électrons bombardant l'anode pouvant ainsi induire une augmentation de l'éjection de particules à l'anode (particules neutres ou ionisées) qui à leur

tour pourront contribuer au bombardement de la cathode. Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à l'influence de la rugosité de surface sur l'émission électronique. Plusieurs cas ont été étudiés. D'une part des mesures ont été réalisées sur des électrodes ayant différentes valeurs de leur rugosité moyenne de surface (R_a compris entre 13 nm et 115 nm) obtenues par différents protocoles de polissage et d'autre part des mesures ont aussi été réalisées sur des électrodes ayant subi un claquage et dont, en conséquence, l'état de surface a été fortement modifié. Nous avons ainsi pu quantifier l'augmentation de l'émission avec la rugosité. Conjointement à ces mesures, une attention particulière a été apportée à la méthode de dépouillement des mesures. L'utilisation de la méthode classiquement utilisée, c'est-à-dire suivant le modèle de Fowler-Nordheim, a souvent conduit à l'obtention de valeurs très importantes pour le facteur d'augmentation locale du champ (β), valeurs par ailleurs difficilement justifiables au vu des états de surface utilisés, et à des valeurs particulièrement faibles pour les surfaces émissives (S), parfois en dessous des dimensions d'un atome. Ces valeurs ainsi obtenues conduisaient aussi à des densités de courant émises incompatibles avec un modèle d'émission froide. Nous avons alors proposé un modèle simple visant à prendre en compte l'échauffement des sites émetteurs. Ce modèle, incomplet par ailleurs, puisqu'il ne décrit pas l'échauffement des sites mais considère la température comme un paramètre ajustable, a cependant montré que la prise en compte d'une température élevée permettait d'obtenir des valeurs pour β et S plus « raisonnables », et qu'il était nécessaire de proposer une modélisation plus complexes afin de décrire le chauffage des sites non seulement par effet Joule et Nottingham mais aussi en prenant en compte les divers bombardements. Deux points ont enfin été mis en évidence :

- L'augmentation progressive de la tension a montré qu'il existait une transition irréversible dans l'émission électronique (l'intensité augmente de plusieurs ordres de grandeurs en quelques centaines de volts) certainement liée à un changement brutale des caractéristiques de l'ensemble des sites émissifs (forme ou nombre).
- L'injection de gaz dans l'enceinte n'a pas conduit, pour les faibles valeurs des intensités, à une évolution notable du courant émis comme cela a été observé par différents auteurs.

C'est pour cela que nous nous sommes ensuite intéressés à une émission plus intense qui a fait l'objet de la deuxième partie.

Pour augmenter l'émission électronique, une nouvelle configuration d'électrodes a ainsi été choisie. Il s'agissait d'une configuration constituée d'une cathode en forme de pointe et d'une

anode plane en inox 316 LN. Afin d'utiliser une pointe dont la géométrie fut bien contrôlée nous nous sommes orientés vers une cathode pointe en carbure de tungstène au rayon de courbure connu et constants d'une pointe à l'autre. La géométrie ainsi choisie permet d'une part d'obtenir pour des tensions d'alimentation relativement faibles des champs macroscopiques en surface de la cathode de plusieurs centaines de MV/m et d'autre part de réduire l'occurrence des phénomènes de claquages. Les intensités émises peuvent ainsi atteindre la centaine de μ A (sans claquage). Nous nous sommes alors intéressés en détail à l'effet de l'injection de gaz sur l'émission électronique.

Dans un premier temps, plusieurs phénomènes ont pu être observés : il existe un effet de seuil concernant l'apparition de l'effet du gaz sur l'émission électronique. En dessous d'une intensité qui dans notre configuration est de l'ordre de 500 nA, l'injection de gaz dans l'enceinte (jusqu'à une pression de l'ordre de 10^{-2} Pa) ne change pas la valeur de l'intensité de courant émise. Pour des courants plus élevés, une décroissance puis une stabilisation de l'intensité émise est observée quand on augmente la pression de 10^{-6} Pa à 10^{-2} Pa à champ macroscopique constant. Cette réduction varie d'un facteur 2 à un facteur 100. Par ailleurs, cet effet a été observé pour différents matériaux de cathode (inox, tungstène et carbure de tungstène) et pour différents gaz (He, H₂, N₂, Ar, ...) avec plus ou moins d'efficacité. Il est par ailleurs apparu que l'apparition de l'effet nécessitait l'application de la tension conjointement à l'injection du gaz et qu'une forme de rémanence du phénomène existait : malgré une coupure prolongée de l'alimentation pour des pressions « élevées » (10^{-2} Pa) le phénomène de réduction du courant persistait lors d'une nouvelle mise sous tension.

Pour expliquer ce phénomène deux pistes ont été explorées : l'adsorption sous champ intense du gaz au niveau des sites émissifs, ou le bombardement de ces mêmes sites par les ions créés à proximité de ceux-ci ; les deux phénomènes pouvant induire une diminution de l'émission. Les observations au MEB de la pointe et des rugosités présentes ont permis d'estimer les valeurs locales maximales du champ électrique à environ 3×10^9 V/m. Ces valeurs sont apparues comme d'un ordre de grandeur trop faibles pour soutenir la thèse d'un phénomène de chimisorption qui aurait pu expliquer l'effet de rémanence, le phénomène de physisorption étant quant à lui écarté du fait même de l'existence de la rémanence. En revanche un calcul du flux d'ions bombardant un site émissif, flux d'autant plus intense que la pression augmente, a permis d'estimer le temps nécessaire pour modifier un émetteur de façon cohérentes avec les observations de réduction de courant. De plus, les calculs réalisés pour différents gaz sont en accord avec les observations expérimentales concernant l'influence de la nature du gaz sur la réduction de l'émission.

Par ailleurs, nous avons pu observer que l'effet du gaz était réversible : une remontée du courant est observée après le pompage pour redescendre à 10⁻⁵ Pa. La dynamique de remontée est très variable et ressemble qualitativement à la dynamique de remontée du courant après un claquage mais demeure généralement plus lente que la dynamique de chute de courant lors de l'injection. Là encore, le processus de remontée du courant est lié à la présence du champ : la coupure de l'alimentation interrompant la remontée du courant. L'explication avancée pour décrire le phénomène de remontée du courant et l'interruption de cette remontée en absence de champ est basée sur la théorie de la migration des atomes en surface de l'électrode en présence d'un champ électrique, migration d'autant plus aisée que la température de surface sera élevée. En conclusion de cette partie, il apparaît que l'interprétation des résultats par des mécanismes de bombardement ionique et de migration de surface sous champ électrique est satisfaisante car compatible avec les niveaux de champ électrique local calculés pour nos conditions expérimentales. Le mécanisme de physisorption est clairement éliminé en raison des effets rémanents observés en l'absence de champ électrique. Par contre, le mécanisme de chimisorption est ici peu convaincant en raison des valeurs de champ électrique requises ; toutefois, n'ayant pas accès à la géométrie de structure de la surface à un niveau atomique, cette possibilité n'est pas définitivement exclue.
Perspectives

Les travaux présentés dans cette thèse vont encore se poursuivre pendant environ deux ans dans le cadre d'un projet ANR (projet HVIV). Le sujet principal de ce projet porte sur la compréhension des mécanismes conduisant à la diminution du courant émis lors de l'injection de gaz dans l'enceinte. Même si nous avons proposé au cours de travail une première possibilité de mécanismes susceptibles d'apporter des explications aux observations liées à cette diminution il convient d'une part d'approfondir notre démarche en vue de confirmer (ou d'infirmer) la voie que nous proposons, à savoir un phénomène de destruction des sites par bombardement et de reconstruction par migration de surface sous l'effet du champ et de la température, et d'autre part d'étudier aussi d'autres mécanismes susceptibles aussi de conduire à une tel phénomène, mécanismes tels que l'implantation ionique par exemple.

Nous avons pu constater qu'hélas les observations réalisées au MEB ne pouvaient conduire à une conclusion concernant « l'érosion » des sites émissifs : un faible changement dans la valeur de β pouvant induire une forte diminution du courant émis, une observation plus fine est nécessaire : peut-être serait-il judicieux de tenter de réaliser des mesures à l'aide d'un AFM tout en gardant à l'esprit qu'une telle observation peut s'avérer elle-même intrusive et surtout présente l'inconvénient d'avoir une étendue réduite. D'autres voies semblent intéressantes parmi elles on peut citer :

- L'effet des impuretés sur l'émission électronique (particules isolantes où conductrices).
 En fait, les valeurs irréalistes de β données par le modèle de Fowler-Nordheim pourraient être liées à une émission à partir des particules isolantes présentes en surface (travail de sortie bien différent de celui du métal).
- L'étude de l'émission sur des rugosités contrôlées construites soit en salle blanche soit de façon moins contrôlées dans le MEB. Cependant la question de l'observation d'un « émoussement » de ces sites émissifs construits se reposera peut être.

Même si le travail présenté ici avait essentiellement une connotation expérimentale, il paraît judicieux aussi de s'orienter vers des travaux de modélisation. On peut distinguer *a priori* deux axes :

 Un premier axe qui reviendrait sur les travaux réalisés en champ « homogène ». Comme cela a été succinctement évoqué, il pourrait être utile de développer un modèle en vue de proposer un dépouillement plus rigoureux des profils caractéristiques I(V) obtenue. Un tel modèle, aussi complet que possible, devrait prendre en compte non seulement le caractère « multi-site » de l'émission mais aussi un certains nombres de facteurs tels que les différentes sources d'échauffement (effet Nottingham, effet Joule, émission secondaire, ...) et les différents facteurs influents sur la distribution en champ électrique (multi-sites, effet de la charge d'espace...).

 Un second axe concernerait l'étude de l'effet de gaz ; un modèle décrivant la migration des atomes, lors du retour de courant serait utile, notamment pour en étudier la dynamique. Par ailleurs un développement du modèle de bombardement ionique actuel est nécessaire pour diminuer le nombre d'hypothèses considérées.

Les annexes

$$I = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot V^2}{d \cdot p^2} \frac{A}{t^2(y)} \exp\left(-\frac{d \cdot \phi^{1.5}}{\beta \cdot V} B \cdot v(y)\right)$$
(1)

Les fonctions de Nordheim peuvent être approchées par :

$$t^{2}(y) = 1,1$$
, $v(y) = 0,95 - y2$ (2)

Le paramètre de Nordheim s'écrit sous la forme :

$$y = 3,79 \ 10^{-5} \frac{F^{\frac{1}{2}}}{\phi} \tag{3}$$

On obtient :

$$v(y) = 0.95 - \left(3,79 \times 10^{-5} \frac{F^{\frac{1}{2}}}{\phi}\right)^{2}$$
$$v(y) = 0.95 - \frac{1.44 \times 10^{-7}}{\phi^{2}} F = 0.95 - \frac{1.44 \times 10^{-7}}{\phi^{2}} \beta \frac{V}{d}$$

Donc :

$$I = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot A}{d \cdot (1,1)} V^2 \exp\left(-\frac{d \cdot \phi^{1.5}}{\beta \cdot V} B\left(0,95 - \frac{1,44 \times 10^{-7}}{\phi^2} \beta \frac{V}{d}\right)\right)$$
$$I = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot A}{d \cdot (1,1)} V^2 \exp\left(\frac{B(1,44 \times 10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right) \exp\left(-\frac{0,95B \cdot d \cdot \phi^{1.5}}{\beta} \frac{1}{V}\right)$$

On simplifie cette équation par la forme :

$$I = a V^2 \exp(-\frac{b}{V}) \tag{4}$$

Avec,

$$a = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot A}{d^2 \cdot \phi (1,1)} \exp\left(\frac{B(1.44 \times 10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right)$$
(5)

$$b = \frac{0.95B.\,d.\,\phi^{1.5}}{\beta} \tag{6}$$

$$I = a V^2 e^{-\frac{b}{V}}$$
$$\frac{dI}{dV} = (aV^2)' e^{-\frac{b}{V}} + aV^2 \left(e^{-\frac{b}{V}}\right)' = (2aV)e^{-\frac{b}{V}} + \frac{b}{V^2}e^{-\frac{b}{V}} = 2\frac{I}{V} + I\frac{b}{V^2} = \frac{I}{V}\left(2 + \frac{b}{V}\right)$$

Annexe 3

$$a = \frac{S \cdot \beta^2 \cdot A}{d^2 \cdot \phi (1, 1)} \exp(\frac{B(1, 44 \times 10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}})$$

$$b=0.95\,B.d.\,\phi^{\frac{3}{2}}/\beta$$

$$(ab^{2}) = \left(\frac{S.\beta^{2}.A}{d^{2}.\phi(1,1)}\exp\left(\frac{B(1,44\times10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right)\right) \times \left(0.95\,B.\,d.\frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{\beta}\right)^{2}$$

$$(ab^{2}) = \left(\frac{S.\beta^{2}.A}{d^{2}.\phi(1,1)}\exp\left(\frac{B(1,44\times10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right)\right) \times \left(0,9025\ B^{2}.\ d^{2}.\frac{\phi^{3}}{\beta^{2}}\right)$$

$$(ab^{2}) = \left(\frac{S.\beta^{2}.(1,54\times10^{-6})}{d^{2}.\phi(1,1)}\exp\left(\frac{(6,87\times10^{7})(1,44\times10^{-7})}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right)\right) \times \left(0,9025\ (6,87\times10^{7})^{2}.d^{2}.\frac{\phi^{3}}{\beta^{2}}\right)$$

Avec,

$$B = 6,87 \times 10^7, A = 1,54 \times 10^{-6}$$

$$(ab^2) = S(5,96 \times 10^9)\phi^2 \exp\left(\frac{9,89}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right) = S(5,96 \times 10^9). g(\phi)$$

Avec,

$$g(\phi) = \phi^2 \exp\left(\frac{9,89}{\phi^{\frac{1}{2}}}\right)$$

$$I = a V^{2} \exp\left(-\frac{b}{V}\right)$$
$$a = \frac{I}{V^{2} \exp\left(-\frac{b}{V}\right)}$$
$$S = \frac{ab^{2}}{1,34 \times 10^{13}} = \frac{\left(\frac{I}{V^{2} \exp\left(-\frac{b}{V}\right)}\right)b^{2}}{1,34 \times 10^{13}}$$
$$\frac{S}{I} = \frac{\left(\frac{b}{V}\right)^{2} \exp\left(\frac{b}{V}\right)}{1,34 \times 10^{13}}$$

Méthode de Numerov

On doit résoudre l'équation suivante :

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2} = w(z)\varphi(z)$$

On fait la série de Taylor pour six ordre de $\varphi(z)$ et on écrit :

$$\varphi(z+h) + \varphi(z-h) = 2\varphi(z) + h^2 \frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2} + \frac{h^4}{12} \frac{\partial^4 \varphi}{\partial z^2} + O(h^6)$$

On remplace $\frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2}$ par $w(z)\varphi(z)$, on obtient alors :

$$\varphi(z+h) = -\varphi(z-h) + 2\varphi(z) + h^2 w(z)\varphi(z) + \frac{h^4}{12} \frac{\partial^4 \varphi}{\partial z^2} + O(h^6)$$

Et :

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2} = \frac{\partial^2 w(z)\varphi(z)}{\partial z^2}$$

On a donc :

$$w(z+h)\varphi(z+h) + w(z-h)\varphi(z-h)2\varphi(z) - 2w(z)\varphi(z) = h^2 \frac{\partial^2 w(z)\varphi(z)}{\partial z^2} + O(h^4)$$

Pour cette équation, on peut déduire l'expression de $\frac{\partial^2 w(z)\varphi(z)}{\partial z^2}$ puis on la remplace dans l'expression de $\varphi(z + h)$. On obtient alors la formula de Numerov :

$$\varphi(z+h)\left(1-\frac{h^2}{12}w(z+h)\right) = 2\varphi(z) - \varphi(z-h) + \frac{h^2}{12}[w(z-h)\varphi(z-h) + 10w(z)\varphi(z)] + O(h^6)$$

Facteur correctif de mesure de pression

 Pour le cas de l'utilisation du boîtier de commande de la pompe turbo (Pfeiffer DCU 110)

 $P_{\text{eff}} = \! K \times La$ valeur de la pression affichée sur le boîtier en mbar

Avec

Gaz	Air (N ₂ ,O ₂ , CO)	Xe	Kr	Ar	H_2	Ne	He
K	1	0,4	0,5	0,8	2,4	4,1	5,9

• Pour le cas de l'utilisation d'un voltmètre

La pression corrigée est calculée par l'expression suivante :

$$P = K \times 10^{1,667 \times U-9,333} Pa$$

Avec,

U est le signal de tension mesuré par le voltmètre à la sortie de la gauge de pression.

Programme de commande de l'alimentation électrique (Technix SR 30-P-300)





Programme de mesure de courant





Photos d'une cathode pointe en inox 316 L réalisées par un MEB



Effet de l'injection du gaz pour une tension fixe et une pression variable

Une autre possibilité pour faire l'expérience pour étudier l'effet d gaz est de fixer la tension et de faire varier la pression. La Figure 141 montre le courant mesuré pour des différentes pressions de l'hélium, pour une tension de 30 kV et une distance inter-électrode de 2 cm. Nous remarquons que le courant diminue par 50% de sa valeur initiale pour une pression entre 10^{-4} et 10^{-3} Pa.



Figure 141. Effet de la pression de l'hélium sur le courant noir pour une tension de 30 kV et une distance inter-électrodes de 2 cm

Effet du gaz d'origine anodique

Comme nous avons déjà présenté, le courant noir commence par une émission électronique de la cathode. Ces électrons émis s'accélèrent vers l'anode et ils l'impactent en résultant à un échauffement de l'anode [94] et une désorption de gaz de sa surface [82].

Chauffage de l'anode par bombardement électronique

Une expérience est faite pour mesurer le chauffage de l'anode produit par le bombardement électronique. Le courant mesuré pendant cette manip est dans l'intervalle 100 à 150 μ A pour une tension de 30 kV. La mesure de température de l'anode est faite par un thermocouple qui a été mis en contact avec l'anode après la mise de l'enceinte à l'aire. La Figure 142 montre trois mesures de température pour trois différentes durées de temps : 10, 20 et 30 minutes.



Figure 142. Température de l'anode en fonction de temps pour un courant entre 100 et 150 µA

A partir des dimensionnes de l'anode qui a une forme de disque, la masse de l'anode peut être calculée par l'expression suivante :

$$m = \rho \cdot v = \rho \cdot \pi \cdot r^2 \cdot h = 8000 \times \pi \times 0.025^2 \times 0.006 = 0.0942 \, kg$$

On va calculer l'énergie absorbée pendant les dix premières minutes quand la température a monté à 70°C. Cette valeur doit représenter au plus près l'énergie absorbée car, comme la courbe dans la Figure 142 a une dérivée qui baisse au cours de temps, les pertes montent au cours de temps. :

$$p_{thermique} = \frac{C_p.\Delta T.m}{t} = \frac{500 \times 50 \times 0,0942}{10 \times 60} = 3,925 \text{ watt}$$

Où $C_p = 8000 \text{ kg/m}^3$ est la masse volumique de l'inox 316, $C_p = 500 \text{ J/kg.K}$ est la capacité thermique de l'inox 316, r = 25 mm et le rayon de disque (anode), h = 6 mm et la hauteur du disque, m est la masse du disque, v est le volume du disque, t = 10 minutes est le temps pour chauffer le disque à $130^{\circ}C$, $\Delta T = t_2 - t_{\text{ambiante}} = 75 - 25 = 50 \text{ K}$ est la différence entre la température ambiante et la température de disque.

Pour une tension d'alimentation de 30 kV, et en prenant un courant moyen de 140 μ A, la puissance électrique fournie par la source de tension peut être calculée comme suivant :

$$p_{\text{électrique}} = i \times U = 140 \ 10^{-6} \times 30 \ 10^{3} = 4,2 \ watt$$

Nous constatons qu'au moins 93% de l'énergie fournie par la source de tension est dissipée dans l'anode à cause du chauffage par bombardement électronique.

Effet de gaz d'origine anodique

L'impact de l'anode par des électrons énergétiques produit une désorption de gaz adsorbé naturellement sur l'anode. L'ionisation de ce gaz d'origine anodique peut faire un effet sur le courant similaire à celui obtenu par l'introduction volontaire de gaz [82]. Des mesures de courant et de la pression sont présentées sur la Figure 143. Ces mesures sont obtenues par l'augmentation de la tension de 20 kV à 30 kV par un pas de 1 kV et un pas de temps d'une minute. La distance inter-électrodes est réglée à 2 cm.



Figure 143. Augmentation de la pression à cause de gaz désorbé de l'anode

A partir de cette figure, nous constatons que la pression de l'enceinte a montée de $1,1\times10^{-5}$ Pa à $1,8\times10^{-5}$ Pa pendant la montée de courant de $131 \ \mu$ A à $313 \ \mu$ A. Comme la source de gaz est la surface de l'anode, la pression locale près à l'anode va être supérieur à la pression mesurée. Zeitoun [82] a donné une expression pour calculer cette pression locale à cause de gaz désorbé de l'anode :

$$P = C n T^{l/2} r^{-2}$$

Où P est la pression locale autour d'une source point de gaz dans le volume définie par un rayon r, n est le nombre des molécules de gaz désorbé par second déduit à partir de la vitesse de pompage, T est la température locale de l'anode et C est une constante liée au gaz désorbé.

Comme il l'a montré Zeitoun, cette pression locale élevée peut être significative pour les faibles distances de l'anode. Cette pression locale élevée est peut-être liée à l'observation faite dans le Chapitre III concernant les claquages qui sont plus fréquents pour les distances inter-électrodes faibles.

Cas particulier d'un effet de gaz

Dans cette section, nous allons présenter des résultats qui semblent à un effet de gaz sur un courant faible de l'ordre de quelques dizaines de picoampère, mais en réalité, cela concernait un autre phénomène. L'objectif est de montrer la cause de cette confusion pour éviter de répéter cette erreur. La Figure 144 montre le courant mesuré dans la gamme de picoampère en fonction de la pression pour quatre gaz. Les conditions expérimentales sont résumées dans le Tableau 11:

Gaz	U (kV)	d (µm)	Electrodes	Matériau des électrodes
H ₂ , He, Ar, air sec	-12.2	400	sphère – plan	Inox

Tableau 11. Conditions expérimentales de l'expérience qui concerne l'effet de gaz à faibel courant

Sur la Figure 144, le courant chute à zéro pour le cas de l'introduction de l'hydrogène et de l'hélium pour monter la pression à quelques Pascal. En continuant à monter la pression pour avoir quelques dizaines de Pa, le courant augmente brutalement à quelques μ A (n'est pas présenté sur la figure) et une décharge luminescente est observé à l'œil nue. Ce résultat est trouvé pour des différentes valeurs de champ électrique macroscopique (U/d) avec l'hydrogène (Figure 145).

Ce phénomène semble à un effet de gaz sur le courant, mais en réalité c'est un autre phénomène qui produit la chute de courant mesuré.

Pour cette expérience, une tension négative a été appliquée sur le disque qui joue le rôle d'une cathode. La sphère et l'enceinte ont été liées à la masse pour qu'ils jouent les deux le rôle de l'anode (Figure 146).



Figure 144. Effet de gaz en fonction de la nature de gaz pour le courant dans les pA



Figure 145. Effet de gaz dans la gamme de picoampère pour trois valeurs de champ électrique appliqué



Figure 146. Une photo et un schéma représentatif du dispositif expérimental

Pour une basse pression, nous pouvons considérer que la totalité des électrons émis par la cathode sont collectés par la sphère en face et le courant qui passe dans l'enceinte est négligeable. En augmentant la pression, nous augmentons le produit *pd*. En prenant en compte la distance la plus grande entre la cathode et l'enceinte qui fait à peu près 40 cm, nous trouvons que le produit *pd* donne une valeur qui peut se trouver sur la courbe de Pachen pour une pression dans la gamme de quelques *Pa* (Figure 147).

A partir de cette analyse, la chute de courant trouvée peut être correspondre la pression seuil pour que le courant ne passe plus entre les deux électrodes mais plutôt entre la cathode et l'enceinte, ce qui est traduit par une chute de courant au niveau de la sphère.

Pour résoudre ce problème, la distance maximale entre le disque et les parois internes de l'enceinte a été diminuée en ajoutant une grille métallique liée à la masse, ce qui divise la distance maximale par 4 et laisser une marge de pression pour ne pas avoir un produit *pd* sur la courbe de Paschen.



Références

[1] F. Furuta, T. Nakanishi, S. Okumi, T. Gotou, M. Yamamoto, M. Miyamoto, M. Kuwahara, N. Yamamoto, K. Naniwa, K. Yasui, H. Matsumoto, M. Yoshioka, et K. Togawa, « Reduction of field emission dark current for high-field gradient electron gun by using a molybdenum cathode and titanium anode », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 538, n^o 1-3, p. 33-44, févr. 2005.

[2] G. A. Farrall, « Electrical Breakdown in Vacuum », *IEEE Trans. Electr. Insul.*, vol. EI-20, n° 5, p. 815 - 841, oct. 1985.

[3] R. W. Wood, «A New Form of Cathode Discharge and the Production of X-Rays, together with Some Notes on Diffraction. Preliminary Communication », *Phys. Rev. Ser. I*, vol. 5, n^o 1, p. 1-10, juill. 1897.

 [4] W. Schottky, « Über kalte und warme Elektronenentladungen », Z. Für Phys., vol. 14, nº 1, p. 63-106, déc. 1923.

[5] R. H. Fowler et L. Nordheim, « Electron Emission in Intense Electric Fields », *Proc. R. Soc. Lond. Ser. A*, vol. 119, n^o 781, p. 173-181, janv. 1928.

[6] L. W. Nordheim, « The Effect of the Image Force on the Emission and Reflexion of Electrons by Metals », *Proc. R. Soc. Lond. Ser. A*, vol. 121, n^o 788, p. 626-639, janv. 1928.

[7] R. G. Forbes, «Refining the application of Fowler–Nordheim theory», *Ultramicroscopy*, vol. 79, n° 1-4, p. 11-23, sept. 1999.

[8] R. Burgess, H. Kroemer, et J. Houston, « Corrected Values of Fowler-Nordheim Field Emission Functions v(y) and s(y) », *Phys. Rev.*, vol. 90, n^o 4, p. 515-515, mai 1953.

[9] S. Flügge, *Handbuch der Physik*, vol. 21. Springer-Verlag, 1956.

[10] R. G. Forbes, «Simple good approximations for the special elliptic functions in standard Fowler-Nordheim tunneling theory for a Schottky-Nordheim barrier », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 89, n^o 11, p. 113122 -113122-3, sept. 2006.

[11] W. P. Dyke et W. W. Dolan, «Field Emission», in *Advances in Electronics and Electron Physics*, vol. Volume 8, L. Marton, Éd. Academic Press, 1956, p. 89-185.

 G. E. Vibrans, « Vacuum Voltage Breakdown as a Thermal Instability of the Emitting Protrusion », *J. Appl. Phys.*, vol. 35, n^o 10, p. 2855-2857, 1964.

[13] C. . Edgcombe et U. Valdrè, « The enhancement factor and the characterization of amorphous carbon field emitters », *Solid-State Electron.*, vol. 45, n^o 6, p. 857-863, juin 2001.

[14] C. J. Edgcombe et U. Valdrè, « Microscopy and computational modelling to elucidate the enhancement factor for field electron emitters », *J. Microsc.*, vol. 203, n° 2, p. 188–194, 2001.

[15] G. C. Kokkorakis, A. Modinos, et J. P. Xanthakis, « Local electric field at the emitting surface of a carbon nanotube », *J. Appl. Phys.*, vol. 91, n^o 7, p. 4580-4584, 2002.

[16] R. G. Forbes, C. . Edgcombe, et U. Valdrè, « Some comments on models for field enhancement », *Ultramicroscopy*, vol. 95, p. 57-65, mai 2003.

[17] F. Rohrbach, Sur les mécanismes qui conduisent à la formation de l'étincelle électrique à très haute tension et sous ultra-vide par la mesure des temps de retard à la disruption. CERN, 1971.

[18] D. A. Papaconstantopoulos, Handbook of the Band Structure of Elemental Solids. .

[19] N. D. Lang et W. Kohn, «Theory of Metal Surfaces: Charge Density and Surface Energy », *Phys. Rev. B*, vol. 1, n^o 12, p. 4555-4568, juin 1970.

[20] P. J. Jennings, R. O. Jones, et M. Weinert, « Surface barrier for electrons in metals », *Phys. Rev. B*, vol. 37, n^o 11, p. 6113-6120, avr. 1988.

[21] Y. Gohda, Y. Nakamura, K. Watanabe, et S. Watanabe, « Self-Consistent Density Functional Calculation of Field Emission Currents from Metals », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 85, n^o
 8, p. 1750-1753, août 2000.

[22] H. C. Bowers et G. J. Wolga, «Effect of a Temperature Gradient on Thermionic Emission », *J. Appl. Phys.*, vol. 37, n^o 5, p. 2024-2027, 1966.

157

[23] I. M. Engle et P. H. Cutler, «Effect of non-equilibrium distribution on energy exchange processes at a metal surface », *Surf. Sci.*, vol. 12, n^o 2, p. 208-220, oct. 1968.

[24] S. A. Barengolts, M. Y. Kreindel, et E. A. Litvinov, « Nonequilibrium effects in high current field emission », *Surf. Sci.*, vol. 266, n^o 1-3, p. 126-131, avr. 1992.

[25] E. L. Murphy et R. H. Good, «Thermionic Emission, Field Emission, and the Transition Region », *Phys. Rev.*, vol. 102, n^o 6, p. 1464-1473, juin 1956.

[26] V. Kukreja, « Field-Emission Properties in the ERL-Electron Source ». Department of Physics, Cornell University, Ithaca, New York, 14853, 10-août-2005.

[27] C. A. Spindt, I. Brodie, L. Humphrey, et E. R. Westerberg, « Physical properties of thin #x2010;film field emission cathodes with molybdenum cones », *J. Appl. Phys.*, vol. 47, n^o 12, p. 5248 -5263, déc. 1976.

[28] R. E. Hurley, « Electrical phenomena occurring at the surface of electrically stressed metal cathodes. III. Current voltage characteristics of electroluminescent (k-spot) regions on broad area cathodes », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 13, n^o 6, p. 1121, juin 1980.

[29] M. BastaniNejad, M. A. Mohamed, A. A. Elmustafa, P. Adderley, J. Clark, S. Covert, J. Hansknecht, C. Hernandez-Garcia, M. Poelker, R. Mammei, K. Surles-Law, et P. Williams, « Evaluation of niobium as candidate electrode material for dc high voltage photoelectron guns », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 15, n^o 8, p. 083502, août 2012.

[30] C. K. Sinclair, H. F. Dylla, T. L. Siggins, D. Manos, L. Wu, et T. J. Venhaus, « Dramatic reduction of DC field emission from large area electrodes by plasma-source ion implantation », in *Particle Accelerator Conference, 2001. PAC 2001. Proceedings of the 2001*, 2001, vol. 1, p. 610 - 612 vol.1.

[31] F. L. Pimpec, R. Ganter, C. Gough, C. Hauri, et M. Paraliev, « Comparison of high gradient achievement for different metals in dc and pulsed dc mode », p. 227-230, 2008.

[32] P. C. Bettler et F. M. Charbonnier, « Activation Energy for the Surface Migration of Tungsten in the Presence of a High-Electric Field », *Phys. Rev.*, vol. 119, nº 1, p. 85-93, juill. 1960.

[33] G. P. Beukema, « Conditioning of a vacuum gap by sparks and ion bombardment », *Physica*, vol. 61, n^o 2, p. 259-274, sept. 1972.

[34] W. P. Dyke, J. K. Trolan, E. E. Martin, et J. P. Barbour, « The Field Emission Initiated Vacuum Arc. I. Experiments on Arc Initiation », *Phys. Rev.*, vol. 91, n^o 5, p. 1043-1054, sept. 1953.

[35] W. P. Dyke, J. P. Barbour, E. E. Martin, et J. K. Trolan, « T-F Emission: Experimental Measurement of the Average Electron Current Density from Tungsten », *Phys. Rev.*, vol. 99, n^o 4, p. 1192-1195, août 1955.

[36] J. P. Barbour, F. M. Charbonnier, W. W. Dolan, W. P. Dyke, E. E. Martin, et J. K. Trolan, « Determination of the Surface Tension and Surface Migration Constants for Tungsten », *Phys. Rev.*, vol. 117, n^o 6, p. 1452-1459, mars 1960.

[37] R. V. Latham, *High Voltage Vacuum Insulation: Basic Concepts and Technological Practice*. Academic Press, 1995.

[38] G. P. Beukema, « Influence of adsorbed gases on prebreakdown currents in vacuum »,
 J. Phys. Appl. Phys., vol. 6, nº 12, p. 1455-1466, août 1973.

[39] F. L. Pimpec, R. Ganter, et R. Betemps, « Field Emission Dark Current of Technical Metallic Electrodes », *arXiv:physics/0610090*, oct. 2006.

[40] G. Desorbay et R. Haug, «Etude du Déclenchement des Interrupteurs sous Vide = Study of Vacuum Gap Breakdown». [En ligne]. Disponible sur: http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=191854. [Consulté le: 02-juill-2013].

[41] A. Descoeudres, T. Ramsvik, S. Calatroni, M. Taborelli, et W. Wuensch, « dc breakdown conditioning and breakdown rate of metals and metallic alloys under ultrahigh vacuum », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 12, n^o 3, p. 032001, mars 2009.

[42] W. P. Dyke et J. K. Trolan, « Field Emission: Large Current Densities, Space Charge, and the Vacuum Arc », *Phys. Rev.*, vol. 89, n^o 4, p. 799-808, févr. 1953.

[43] A. Dangwal Pandey, G. Müller, D. Reschke, et X. Singer, «Field emission from crystalline niobium », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 12, n° 2, p. 023501, févr. 2009.

[44] N. D. Theodore, B. C. Holloway, D. M. Manos, R. Moore, C. Hernandez, T. Wang, et H. F. Dylla, « Nitrogen-Implanted Silicon Oxynitride: A Coating for Suppressing Field Emission From Stainless Steel Used in High-Voltage Applications », *IEEE Trans. Plasma Sci.*, vol. 34, n^o 4, p. 1074 - 1079, août 2006.

[45] « Struers ».[Enligne].Disponiblesur:http://www.struers.com/default.asp?top_id=10&doc_id=1321.[Consulté le: 07-oct-2013].

[46] A. Navitski, « Scanning field emission investigations of structured CNT and MNW cathodes, niobium surfaces and photocathodes ». [En ligne]. Disponible sur: http://elpub.bib.uni-wuppertal.de/edocs/dokumente/fbc/physik/diss2010/navitski.

[47] C. Suzuki, T. Nakanishi, S. Okumi, T. Gotou, K. Togawa, F. Furuta, K. Wada, T. Nishitani, M. Yamamoto, J. Watanabe, S. Kurahashi, K. Asano, H. Matsumoto, M. Yoshioka, et H. Kobayakawa, « Fabrication of ultra-clean copper surface to minimize field emission dark currents », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 462, n^o 3, p. 337-348, avr. 2001.

[48] J. M. Jimenez et M. Querrou, « Etude de l'émission électronique par effet de champ en courant continu sur des cathodes étendues = Studies of D.C. field emission on extended cathodes ». [En ligne]. Disponible sur: http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=162857.

[49] Kenji SAITO, Hitoshi INOUE, Eiji KAKO, Takeo FUJINO, Shuichi NOGUCHI, Masaaki ONO and Toshio SHISHIDO, « Superiority of Electropolishing over Chemical Polishing on High Gradients », présenté à Proceedings of the 1997 Workshop on RF Superconductivity, Abano Terme (Padova), Italy, 1997, vol. SRF97D02.

[50] W. Li et D. Y. Li, « On the correlation between surface roughness and work function in copper », *J. Chem. Phys.*, vol. 122, n^o 6, p. 064708-064708-6, févr. 2005.

[51] T. Ramsvik, S. Calatroni, A. Reginelli, et M. Taborelli, « Influence of ambient gases on the dc saturated breakdown field of molybdenum, tungsten, and copper during intense breakdown conditioning », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 10, n^o 4, p. 042001, avr. 2007.

[52] K. Saitô, S. Noguchi, M. Ono, T. Higuchi, E. Kako, T. Suzuki, et T. Shishido, « Water rinsing of the contaminated superconducting RF cavities », *CERN Document Server*, mars-

1996. [En ligne]. Disponible sur: https://cds.cern.ch/record/302909. [Consulté le: 07-janv-2013].

[53] T. Wang, « Enhanced Field Emission Studies on Nioboim Surfaces Relevant to High Field Superconducting Radio-Frequency Devices », 13-nov-2002. [En ligne]. Disponible sur: http://scholar.lib.vt.edu/theses/available/etd-10162002-131823/. [Consulté le: 01-juill-2013].

[54] D. M. A. Navitski, «Surface Roughness and Correlated Enhanced Field Emission Investigations of Electropolished Niobium Samples. 2009-09-20 - 2009-09-25 », *14th Int. Conf. RF Supercond.* 2009316-320.

[55] L. M. Sheng, P. Liu, Y. M. Liu, L. Qian, Y. S. Huang, L. Liu, et S. S. Fan, « Effects of carbon-containing gases on the field-emission current of multiwalled carbon-nanotube arrays », *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, vol. 21, n^o 4, p. 1202-1204, 2003.

[56] Y. L. Chiou, J. P. Gambino, et M. Mohammad, « Determination of the Fowler–Nordheim tunneling parameters from the Fowler–Nordheim plot », *Solid-State Electron.*, vol. 45, n° 10, p. 1787-1791, oct. 2001.

[57] C.-Y. Zhou, H. Su, R.-S. Mao, C.-F. Dong, Y. Qian, et J. Kong, « An accurate low current measurement circuit for heavy iron beam current monitor », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At.*, vol. 280, p. 84-87, juin 2012.

[58] A. Descoeudres, Y. Levinsen, S. Calatroni, M. Taborelli, et W. Wuensch, « Investigation of the dc vacuum breakdown mechanism », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 12, n^o 9, p. 092001, sept. 2009.

[59] C. McLoughlin, « Field emission of ZnO nano-structures produced by laser ablation », doctoral, Dublin City University. School of Physical Sciences, 2010.

[60] T. Wang, «Enhanced Field Emission Studies on Nioboim Surfaces Relevant to High Field Superconducting Radio-Frequency Devices », 13-nov-2002. [En ligne]. Disponible sur: http://scholar.lib.vt.edu/theses/available/etd-10162002-131823/.

[61] H. Chen, Y. Du, W. Gai, A. Grudiev, J. Hua, W. Huang, J. Power, E. E. Wisniewski,
W. Wuensch, C. Tang, L. Yan, et Y. You, « Photocathode emission studies: Dark current and
Schottky-enabled photo-electrons in a high-field RF gun », *AIP Conf. Proc.*, vol. 1507, n^o 1,
p. 435-439, déc. 2012.

161

[62] D. Alpert, D. Lee, E. M. Lyman, et H. E. Tomaschke, « Effect of Gas Pressure on Electrical Breakdown and Field Emission », *J. Appl. Phys.*, vol. 38, n° 2, p. 880-881, févr. 1967.

[63] D. Alpert, D. A. Lee, E. M. Lyman, et H. E. Tomaschke, « Initiation of Electrical Breakdown in Ultrahigh Vacuum », *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 1, n^o 2, p. 35-50, 1964.

[64] J. TAN, « Etude de l'emission electronique par effet de champ en hautes frequences »,Thèse de doctorat, France, 1995.

[65] B. M. Cox et W. T. Williams, « Field-emission sites on unpolished stainless steel », J.
 Phys. Appl. Phys., vol. 10, n° 3, p. L5, févr. 1977.

[66] G. Desorbay et R. Haug, « Etude du Déclenchement des Interrupteurs sous Vide =
Study of Vacuum Gap Breakdown ». [En ligne]. Disponible sur: http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=191854.

[67] I. Brodie, «The visibility of atomic objects in the field electron emission microscope », *Surf. Sci.*, vol. 70, n^o 1, p. 186-196, janv. 1978.

[68] B. Bonin, «Field emission studies at Saclay », *Proc. VIth Workshop RF Supercond.*,p. 1033-1046, 1993.

[69] B. Jüttner, M. Lindmayer, et G. Düning, « Instabilities of prebreakdown currents in vacuum I: late breakdowns », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 32, n^o 19, p. 2537-2543, oct. 1999.

[70] H. F. Dylla, «Glow discharge techniques for conditioning high #x2010;vacuum systems », *J. Vac. Sci. Technol. Vac. Surf. Films*, vol. 6, n° 3, p. 1276-1287, 1988.

[71] H. F. Dylla, L. M. Cecchi, et M. Ulrickson, « Effect of hydrogen glow discharge conditioning on Zr/Al getter pumps », *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 18, n° 3, p. 1111-1113, 1981.

[72] L. Cranberg, « The Initiation of Electrical Breakdown in Vacuum », *J. Appl. Phys.*, vol. 23, n^o 5, p. 518-522, 1952.

[73] E. W. Müller, «Elektronenmikroskopische Beobachtungen von Feldkathoden», Z.
 Für Phys., vol. 106, n^o 9-10, p. 541-550, sept. 1937.

162

[74] M. Benjamin et R. O. Jenkins, «The Distribution of Autelectronic Emission from Single Crystal Metal Points. I. Tungsten, Molybdenum, Nickel in the Clean State », *Proc R Soc Lond A*, vol. 176, n° 965, p. 262–279, oct. 1940.

[75] M. Hajra, C. E. Hunt, M. Ding, O. Auciello, J. Carlisle, et D. M. Gruen, « Effect of gases on the field emission properties of ultrananocrystalline diamond-coated silicon field emitter arrays », *J. Appl. Phys.*, vol. 94, n^o 6, p. 4079 -4083, sept. 2003.

[76] C. Hong, « Intelligent field emission arrays », Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 2003.

[77] A. Simonin, H. de Esch, L. Doceul, L. Christin, F. Faisse, et F. Villecroze, « Conceptual design of a high-voltage compact bushing for application to future N-NBI systems of fusion reactors », *Fusion Eng. Des.*, vol. 88, n^o 1, p. 1-7, janv. 2013.

[78] C. Hernandez-Garcia, S. V. Benson, G. Biallas, D. Bullard, P. Evtushenko, K. Jordan,
M. Klopf, D. Sexton, C. Tennant, R. Walker, et G. Williams, « DC High Voltage
Conditioning of Photoemission Guns at Jefferson Lab FEL », *AIP Conf. Proc.*, vol. 1149, n°
1, p. 1071-1076, août 2009.

[79] G. N. Fursey, « Field Emission and Vacuum Breakdown », *IEEE Trans. Electr. Insul.*, vol. EI-20, n° 4, p. 659-670, 1985.

[80] G. P. Beukema, « Effects of clumps and ion bombardment on electrical breakdown in vacuum », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 7, n^o 12, p. 1740-1755, août 1974.

[81] B. Bonin, «Field emission and surface conditioning », *Vacuum*, vol. 46, n° 8-10, p.
 907-912, août 1995.

[82] A. Zeitoun-Fakiris et B. Juttner, « The effect of gases on the emission currents from metallic micropoints in ultra-high vacuum », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 21, n^o 6, p. 960-967, juin 1988.

[83] A. Zeitoun-Fakiris et B. Juttner, « On the dose of bombarding residual gas ions for influencing pre-breakdown field emission in a vacuum », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 24, n^o 5, p. 750-756, mai 1991.

[84] R. L. C. Wang, H. J. Kreuzer, et R. G. Forbes, « Field adsorption of helium and neon on metals: an integrated theory », *Surf. Sci.*, vol. 350, n^o 1-3, p. 183-205, avr. 1996.

[85] N. US Department of Commerce, « NIST: Electron-Impact Cross Section Database ».
 [En ligne]. Disponible sur: http://www.nist.gov/pml/data/ionization/index.cfm. [Consulté le: 28-nov-2013].

[86] R. Rejoub, B. G. Lindsay, et R. F. Stebbings, « Determination of the absolute partial and total cross sections for electron-impact ionization of the rare gases », *Phys. Rev. A*, vol. 65, n^o 4, p. 042713, avr. 2002.

[87] J. M. Meek et J. D. Craggs, *Electrical breakdown of gases*. Wiley, 1978.

[88] R. (ed) Behrisch, « Sputtering by particle bombardment I. Physical sputtering of single-element solids, Vol. 47 », janv. 1981.

[89] K. L. Jensen, Y. Y. Lau, D. W. Feldman, et P. G. O'Shea, « Electron emission contributions to dark current and its relation to microscopic field enhancement and heating in accelerator structures », *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams*, vol. 11, n^o 8, p. 081001, août 2008.

[90] C. Z. Antoine, F. Peauger, et F. Le Pimpec, « Erratum to: Electromigration occurences and its effects on metallic surfaces submitted to high electromagnetic field: A novel approach to breakdown in accelerators », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 670, p. 79-94, avr. 2012.

[91] V. T. Binh et S. T. Purcell, « Field emission from nanotips », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 111, p. 157-164, févr. 1997.

[92] S. T. Purcell et V. T. Binh, « Realization of an axially aligned Au-ion source of atomic size », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 75, n^o 9, p. 1332-1334, août 1999.

[93] G. L. Bilbro, « Theory of nanotip formation », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct.*, vol. 20, n° 3, p. 757-761, 2002.

[94] K. Kanaya et S. Okayama, « Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 5, n^o 1, p. 43, janv. 1972.

[95] E. Badareau et I. Popescu, « Gaz ionisés », *CERN Document Server*, 1968. [En ligne].Disponible sur: http://cds.cern.ch/record/221199. [Consulté le: 03-sept-2013].

Etude de l'émission cathodique sous vide en présence d'un champ électrique intense et des paramètres physiques gouvernant son intensité

<u>Résumé</u>

L'émission électronique par effet de champ est un domaine qui concerne de nombreuses applications techniques. Dans ce travail, nous avons réalisé une étude essentiellement expérimentale des différents paramètres susceptibles d'avoir une influence sur l'émission électronique. En première partie, nous exposons les résultats obtenus pour un champ électrique homogène correspondant aux faibles intensités de courant. Le rôle de la distance inter-électrodes à champ constant et l'influence de la rugosité de surface sur l'émission électronique ont été étudiés. Nous discutons la méthode classique de Fowler-Nordheim utilisée pour le dépouillement des mesures en y portant un regard critique. Un modèle simple visant à prendre en compte l'échauffement des sites émetteurs est proposé.

La seconde partie concerne l'effet de l'injection de gaz sur l'émission électronique, effet qui se traduit par une diminution du courant émis quand on augmente la pression de 10^{-6} Pa à 10^{-2} Pa à champ macroscopique constant. Nous exposons des résultats montrant un effet de seuil concernant l'apparition de l'effet du gaz sur l'émission électronique. Nous présentons également des résultats pour différents matériaux de cathode et pour différents gaz (He, H2, N2, Ar). Une réversibilité de cet effet est montrée après le pompage pour redescendre à 10^{-5} Pa. La décroissance de courant par effet de gaz est interprétée par la diminution de la valeur du facteur d'accroissement local du champ électrique (β) au niveau des émetteurs à cause du bombardement de ces sites par les ions créés à leur proximité. Un calcul du flux d'ions bombardant un site émissif a permis d'estimer le temps nécessaire pour modifier un émetteur de façon cohérente avec les observations expérimentales. La théorie de la migration des atomes en surface de l'électrode en présence d'un champ électrique est proposée pour expliquer la réversibilité de l'effet de gaz observée qui est, selon cette théorie, liée à l'augmentation de la valeur de β au niveau des émetteurs.

Study of cathodic emission in vacuum at high electric field and the physical parameters governing its intensity

Abstract

Field electronic emission is a domain which concerns numerous different technical applications. In this work, we have taken an essentially experimental approach to study various parameters having influence on field emission. In the first part of the thesis, we have described the results obtained with a homogeneous electric field with relatively weak field emission. The role of the inter-electrode distance at constants field as well as that of the cathode surface roughness on field emission are studied. The classical method of Fowler-Norheim was then used for the analysis of the measurements. A simple model aiming to take into account the effect of the heating of the emission sites is then proposed. The second part of the theses concerns the effect of the injection of gas on the field emission; this effect being to significantly reduce emission intensity when the gas pressure is raised from 10^{-6} to 10^{-2} Pa at constant field. A threshold value of emission intensity is shown to be necessary for the observation of this gas effect. The effect of different gas types (He, H2, N2, Ar) and cathode materials are also described. The gas effect is shown to be reversible upon lowering of the gas pressure to 10^{-5} Pa. The reduction in current is interpreted by a lowering of the field enhancement factor (β) of emission sites by ionic bombardment by ions created locally (within distances on the order of microns) near the cathode surface. A calculation of the flux of bombarding ions is used to estimate the time necessary to modify an emission site in a way corresponding to the observations. The phenomenon of surface migration in the presence of intense electric field is then proposed to explain the reversibility of the gas effect, increasing the local field enhancement factor.