

Numero ordre C.N.R.S.
A.O 12729

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE
ET L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE
DE GRENOBLE

pour obtenir le grade

de DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jean-Louis VERAN

Ingénieur E.N.S.E.R.G.

SUJET

Détection ultra-rapide d'énergies faibles
par bolomètre supraconducteur.
Application à l'interaction phonon-gaz.

Soutenue le 25 Juin 1976 devant la commission d'Examen

M. LACAZE Président

Mme A.M. de GOER Examineurs

MM. M. RENARD

M. VERDONE



UNIVERSITE SCIENTIFIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE

Monsieur Gabriel CAU : Président
Monsieur Pierre JULLIEN : Vice Président

MEMBRES DU CORPS ENSEIGNANT DE L'U.S.M.G.

PROFESSEURS TITULAIRES

MM. ARNAUD Paul	Chimie
AUBERT Guy	Physique
AYANT Yves	Physique approfondie
Mme BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM. BARBIER Jean-Claude	Physique Expérimentale
BARBIER Reynold	Géologie appliquée
BARJON Robert	Physique nucléaire
BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
BARRA Jean-René	Statistiques
BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
BEAUBOING André	Clinique de Pédiatrie et Puériculture
BERNARD Alain	Mathématiques Pures
Mme BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM. BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques Pures
BEZES Henri	Pathologie chirurgicale
BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
BOELLIET Louis	Informatique (IUT B)
BONNET Georges	Electrotechnique
POINNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
BONNET-TYMARD Joseph	Clinique gastro-entérologique
Mme BONNIER Marie-Jeanne	Chimie générale
MM. BOUCHERLE André	Chimie et toxicologie
BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques appliquées
BOUDET DE MONTVEL Louis	Mathématiques pures
LEVARD Yves	Géographie
CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologique
CALAS François	Anatomie
CARLIER Georges	Biologie végétale
CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
CAU Gabriel	Médecine légale et toxicologie
CAQUIG Georges	Chimie organique
CHAELUTY Claude	Mathématiques Pures
CHARICHON Robert	Clinique Oto-rhino-laryngologique
CHATEAU Robert	Clinique de neurologie
CHIBON Pierre	Biologie animale
COEUR André	Pharmacie chimique et chimie analytique
CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
COUERC Pierre	Anatomie pathologique
Mme DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM. DEBELMAS Jacques	Géologie générale
DECRANCE Charles	Zoologie
DELOMAS Pierre	Pneumopathologie

MM. DEPORTES Charles	Chimie minérale
DESRE Pierre	Métallurgie
DESSAUX Georges	Physiologie animale
DODU Jacques	Mécanique appliquée (IUT A)
DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
DREYFUS Bernard	Thermodynamique
DUCROS Pierre	Cristallographie
DUGOIS Pierre	Clinique de dermatologie et syphiligraphie
GAGNAIRE Didier	Chimie physique
GALLISSOT François	Mathématiques Pures
GALVANI Octave	Mathématiques Pures
GASTINEL Noël	Analyse numérique
GAVEND Michel	Pharmacologie
GEINDRE Michel	Electroradiologie
GERBER Robert	Mathématiques Pures
GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
GIRAUD Pierre	Géologie
JANIN Bernard	Géographie
KAHANE André	Physique générale
KLEIN Joseph	Mathématiques pures
KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques pures
KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
KUNTZMANN Jean	Mathématiques appliquées
LACAZE Albert	Thermodynamique
LACHARME Jean	Biologie végétale
Mme LAJZEROWICZ Janine	Physique
MM. LAJZEROWICZ Joseph	Physique
LATREILLE René	Chirurgie générale
LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
LAURENT Pierre	Mathématiques appliquées
LEDRU Jean	Clinique médicale B
LLIBOUTRY Louis	Géophysique
LOISEAUX Pierre	Sciences nucléaires
LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
LOUP Jean	Géographie
Melle LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
MM. MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
MALINAS Yves	Clinique obstétricale
MARTIN-NOEL Pierre	Clinique cardiologique
MAZARE Yves	Clinique médicale A
MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
MICOUD Max	Clinique maladies infectieuses
MOURIQUAND Claude	Histologie
MOUSSA André	Chimie nucléaire
MULLER Jean-Michel	Thérapeutique (néphrologie)
NEEL Louis	Physique du Solide
OZENDA Paul	Botanique
PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
RASSAT André	Chimie systématique
RENARD Michel	Thermodynamique
REVOL Michel	Urologie
RINALDI Renaud	Physique
DE ROUGEMONT Jacques	Neuro-chirurgie
SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
SENGEL Philippe	Zoologie

MM. SIBILLE Robert	Construction mécanique (IUT A)
SOUTIF Michel	Physique générale
TANCHE Maurice	Physiologie
TRAYNARD Philippe	Chimie générale
VAILLANT François	Zoologie
VALENTIN Jacques	Physique nucléaire
VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme VERAIN Alice	Pharmacie galénique
MM. VERAIN André	Physique
VEYRET Paul	Géographie
VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM. CLARK Gilbert	Spectrométrie physique
CRABBE Pierre	CERMO
ENGLMAN Robert	Spectrométrie physique
HOLTZBERG Frédéric	Basses températures
DEMBICKI Eugéniuz	Mécanique
MATSUSHIMA Yozo	Mathématiques Pures

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mlle AGNIUS-DELDORD Claudine	Physique pharmaceutique
ALARY Josette	Chimie analytique
MM. AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
BELORIZKY Elie	Physique
BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
BILLET Jean	Géographie
BOUCHET Yves	Anatomie
BRUGEL Lucien	Energétique (IUT A)
BUISSON René	Physique (IUT A)
BUTEL Jean	Orthopédie
COHEN ADDAD Pierre	Spectrométrie physique
COLOMB Maurice	Biochimie
CONTE René	Physique (IUT A)
DEPASSEL Roger	Mécanique des fluides
FONTAINE Jean-Marc	Mathématiques Pures
GAUTHIER Yves	Sciences Biologiques
GAUTRON René	Chimie
GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
GLENAT René	Chimie organique
GROULADE Joseph	Biochimie médicale
HACQUES Gérard	Calcul numérique
HOLLARD Daniel	Hématologie
HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
IDELMAN Simon	Physiologie animale
JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
JULLIEN Pierre	Mathématiques appliquées
Mme KAHANE Josette	Physique
MM. KRAKOWIACK Sacha	Mathématiques appliquées
KUHN Gérard	Physique (IUT A)
LE ROY Philippe	Mécanique (IUT A)
LUU DUC Cuong	Chimie organique

MM. MAYNARD Roger	Physique du solide
Mme MINIER Colette	Physique (IUT A)
MM. PELMONT Jean	Biochimie
PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et Minéralogie
PFISTER Jean-Claude	Physique du solide
Mlle PIERY Yvette	Physiologie animale
MM. RAYNAUD Hervé	M.I.A.G.
REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
RICHARD Lucien	Biologie végétale
Mme RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM. ROBERT André	Chimie papetière
SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme SOUTIF Jeanne	Physique générale
MM. STREGLITZ Paul	Anesthésiologie
VIALON Pierre	Géologie
VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

MM. AMBLARD Pierre	Dermatologie
ARMAND Gilbert	Géographie
ARMAND Yves	Chimie (IUT A)
BACHELOT Yvan	Endocrinologie
BARGE Michel	Neuro chirurgie
BARJOLLE Michel	M.I.A.G.
BEGUIN Claude	Chimie organique
Mme BERIEL Hélène	Pharmacodynamie
MM. BOST Michel	Pédiatrie
BOUCHARLAT Jacques	Psychiatrie adultes
Mme BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM. BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
CHARDON Michel	Géographie
CHERADAME Hervé	Chimie papetière
CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
CONTAMIN Charles	Chirurgie thoracique et cardio-vasculaire
CONDONNIER Daniel	Néphrologie
COULOMB Max	Radiologie
CROUZET Guy	Radiologie
CYROT Michel	Physique du solide
DELOBEL Claude	M.I.A.G.
DENIS Bernard	Cardiologie
DOUCE Roland	Physiologie végétale
DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM. FAURE Jacques	Médecine légale
FAURE Gilbert	Urologie
GAUTIER Robert	Chirurgie générale
GENSAC Pierre	Botanique
GIDON Maurice	Géologie
GROS Yves	Physiques (IUT A)

MM. GUITTON Jacques	Chimie
HICTER Pierre	Chimie
IVANES Marcel	Electricité
JALBERT Pierre	Histologie
JUNIEN-LAVILLAVROY Claude	O.R.L.
KOLCDIE Lucien	Hématologie
LE NOC Pierre	Bactériologie-virologie
LEROY Philippe	IUT A
MACHE Régis	Physiologie végétale
MAGNIN Robert	Hygiène et médecine préventive
MALLION Jean-Michel	Médecine du travail
MARECHAL Jean	Mécanique (IUT A)
MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
MICHOULIER Jean	Physique (IUT A)
NEGRE Robert	Mécanique (IUT A)
NEMOZ Alain	Thermodynamique
NOUGARET Marcel	Automatique (IUT A)
PARAMELLE Bernard	Pneumologie
PECCOUD François	Analyse (IUT B)
PEFFEN René	Métallurgie (IUT A)
PERRET Jean	Neurologie
PERRIER Guy	Géophysique - Glaciologie
PHELIP Xavier	Rhumatologie
RACHAIL Michel	Médecine interne
RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
RAMBAUD André	Hygiène et hydrologie
RAMBAUD Pierre	Pédiatrie
Mme RENAUDET Jacqueline	Bactériologie
MM. ROBERT Jean-Bernard	Chimie Physique
ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
SHOM Jean-Claude	Chimie générale
STOEDNER Pierre	Anatomie pathologique
VROUSOS Constantin	Radiologie

MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIES

M. COLE Antony	Sciences nucléaires
----------------	---------------------

Fait à SAINT MARTIN D'HERES, AVRIL 1976.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

Président : M. Philippe TRAYNARD
Vice-Président : M. Pierre-Jean LAURENT

PROFESSEURS TITULAIRES

MM. BENOIT Jean	Radioélectricité
BESSON Jean	Electrochimie
BLOCH Daniel	Physique du solide
BONNETAIN Lucien	Chimie Minérale
BONNIER Etienne	Electrochimie et Electrometallurgie
BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
BRISSONNEAU Pierre	Physique du solide
BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
COUMES André	Radioélectricité
DURAND Francis	Métallurgie
FELICI Noël	Electrostatique
FOULARD Claude	Automatique
LESPINARD Georges	Mécanique
MOREAU René	Mécanique
PARIAUD Jean-Charles	Chimie-Physique
PAUTHENET René	Physique du solide
PERRET René	Servomécanismes
POLOUJADOFF Michel	Electrotechnique
SILBER Robert	Mécanique des Fluides

PROFESSEUR ASSOCIE

M. ROUXEL Roland Automatique

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM. BLIMAN Samuel	Electronique
BOUVARD Maurice	Génie Mécanique
COHEN Joseph	Electrotechnique
LACOUME Jean-Louis	Géophysique
LANCIA Roland	Electronique
ROBERT François	Analyse numérique
VEILLON Gérard	Informatique Fondamentale et appliquée
ZADWORNÝ François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES

MM. ANCEAU François	Mathématiques Appliquées
CHARTIER Germain	Electronique
GUYOT Pierre	Chimie Minérale
IVANES Marcel	Electrotechnique
JOUBERT Jean-Claude	Physique du solide
MORET Roger	Electrotechnique Nucléaire
PIERRARD Jean-Merie	Mécanique
SABONNADIÈRE Jean-Claude	Informatique Fondamentale et appliquée
Mme SAUCIER Gabrièle	Informatique Fondamentale et appliquée

MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIE

M. LANDAU Ioan Automatique

.../...

CHERCHEURS DU C.N.R.S. (Directeur et Maîtres de Recherche)

MM. FRUCHART Robert

Directeur de Recherche

ANSARA Ibrahim

Maître de Recherche

CARRE René

Maître de Recherche

DRIOLE Jean

Maître de Recherche

MATHIEU Jean-Claude

Maître de Recherche

MUNIER Jacques

Maître de Recherche

Ce travail a été réalisé au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures de Grenoble et je tiens à exprimer ma gratitude à Monsieur le Professeur A. LACAZE de m'y avoir accueilli.

Je remercie Monsieur J.D.N. CHEEKE de m'avoir initié à la Physique des Phonons, ainsi que Monsieur M. RENARD d'avoir accepté d'assurer l'encadrement scientifique de notre travail et d'y avoir donné une nouvelle orientation après le départ de Monsieur J.D.N. CHEEKE.

Madame A.M. DE GOER, Docteur es Science au S.B.T., et Monsieur M. VERDONE, Chef du Laboratoire M.E.P. au L.E.T.I. ont accepté de participer au Jury de cette thèse ; je Les remercie pour l'honneur qu'il me font.

Mes remerciements vont tout particulièrement à Monsieur J.C. SOLECKI pour sa collaboration sur le plan expérimental et son aide précieuse à la rédaction de ce manuscrit. Je souhaite que notre amitié dépasse le cadre de ce travail d'équipe.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur D. ZENATTI et à tout le groupe M.E.P-E.J. du L.E.T.I. pour l'ambiance amicale avec laquelle ils m'ont intégré au cours de la préparation de nos échantillons et pour leur assistance technique de tous les instants.

Il m'est agréable de remercier ici le service S.B.T. du C.E.N.G. et plus précisément Monsieur G. GUYOT avec qui j'ai partagé les moyens techniques d'évaporation et qui nous a toujours prêté bien amicalement certains appareils plus performants pour réaliser nos mesures.

Je ne voudrais pas oublier de citer aussi la part prépondérante qu'ont jouée les techniciens du Laboratoire tout au long de ces trois années de continuelles améliorations techniques, ainsi que toutes les personnes avec qui j'ai pu avoir des discussions fructueuses ou tout simplement amicales mais oh combien importantes. Je les en remercie tous très sincèrement.

Je remercie également Mademoiselle F. MAHIEUX pour le courage et la célérité avec lesquels elle a déchiffré et assuré la frappe de ce mémoire.

T A B L E D E S M A T I E R E S

	PAGES
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : PRINCIPE DES MESURES	2
I.1 Aspect pratique du problème	2
I.2 Aspect théorique	5
CHAPITRE II : REALISATION PRATIQUE	16
II.1 Technologie des couches minces	16
II.2 Fabrication des couches minces	21
II.3 Montage cryogénique	28
II.4 Montage électronique	36
CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX	45
III.1 Transmission directe sur alumine	45
III.2 Réflexion sur un interface solide-hélium	47
III.2.1. Réflexion sur un interface Alumine-Hélium	47
III.2.2. Réflexion sur un interface Silicium-Hélium	49
III.2.3. Réflexion sur ^4He et ^3He à 3,4 °K ; variation en fonction de la puissance émise	49
III.2.4. Réflexion sur ^4He et ^3He à 1,6 °K ; variation en fonction de la puissance émise	57
III.2.5. Réflexion en présence d'Argon à 3,4 °K	57
III.3 Transmission entre deux monocristaux de Silicium	61
III.3.1. Présentation	61
III.3.2. Résultats	63
III.3.3. Analyse	65
III.3.4. Réflexion dans le montage transmission	67
III.3.5. Analyse	67

III.4	Discussion des résultats	69
III.4.1.	Discussion sur les résultats graphiques et comparaison avec les résultats précédents	69
III.4.2.	Etude à faibles quantités d'hélium injectées	70
III.4.3.	Influence de la couche d'Argon	73
III.4.4.	Etude en fonction de la puissance émise	74
III.4.5.	Effet de la température sur l' ³ He	74
III.4.6.	Modèle d'interprétation	74
	CONCLUSION	76
	BIBLIOGRAPHIE	78

I N T R O D U C T I O N

L'étude des phonons de très haute fréquence (10^{11} , 10^{12} Hz : gamme des phonons thermiques) constitue la préoccupation principale d'un grand nombre de laboratoires et l'évolution de cette étude ne cesse de s'accroître grâce aux développements des techniques par impulsions de chaleur. De même, le mécanisme d'échange de chaleur entre un solide et l'Hélium gazeux ou liquide est l'objet de nombreuses discussions d'un grand intérêt.

Il est maintenant bien établi que la résistance de contact thermique solide-hélium vers 1-2 K est beaucoup plus faible que celle prévue par la théorie acoustique semi-classique de Khalatnikov. Ce résultat a été confirmé par des mesures de réflectivité par phonons thermiques et par phonons monochromatiques. L'ensemble des résultats tendrait à montrer que le coefficient de transmission est très élevé aux fréquences supérieures à 20 GHz : propriété caractéristique des systèmes quantiques.

Notre but a été de préciser les résultats expérimentaux obtenus avec l' ^4He et d'effectuer des mesures avec l' ^3He afin de vérifier si son comportement est lui aussi anormal.

C H A P I T R E I

PRINCIPE DES MESURES

I-1 ASPECT PRATIQUE DU PROBLEME

Notre premier souci fut de mettre au point les techniques d'émission et de détection de phonons thermiques. Il nous a fallu dominer les problèmes de fabrication de couches minces, choisir un type de régulation et optimiser les paramètres électriques et les réglages de la chaîne de mesure. Toute cette étude préliminaire s'est faite sur un montage d'essais permettant uniquement de réaliser des expériences de transmission d'impulsions de chaleur à l'intérieur d'un monocristal, l'ensemble étant placé sous vide (fig. 1).

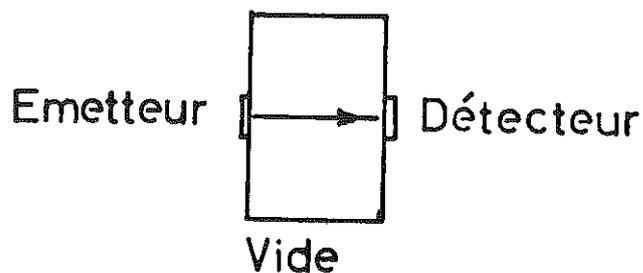


Fig. 1

Figure 1 : Principe de la transmission directe à travers un monocristal.

Un "émetteur" constitué par une couche mince métallique évaporée sur une face d'un monocristal, est soumis à des impulsions électriques de plusieurs volts et de très courte durée (≈ 100 ns). On détecte les phonons thermiques ainsi créés dans le cristal, grâce à la forte variation de résistance en fonction de la température dans la transition d'un bolomètre supraconducteur également évaporé sur l'autre face du cristal.

Nous avons ainsi étudié le temps de vol des divers modes de phonons dans des monocristaux d'Alumine d'axe quelconque.

Notre but fut ensuite de caractériser l'interface solide-gaz ou solide-liquide. Nous avons alors mesuré l'intensité des phonons réfléchis sur une face du monocristal lorsqu'elle est soumise à une pression croissante de gaz. Nous avons réalisé un montage où l'émetteur et le détecteur sont évaporés côte à côte sur une face du monocristal, cette face étant maintenue sous vide. L'autre face, isolée par étanchéité, est soumise à une pression plus ou moins élevée d' ^4He ou d' ^3He depuis le meilleur vide possible jusqu'à la pression de vapeur saturante (PVS) du gaz correspondant à la température moyenne du cristal (fig. 2).

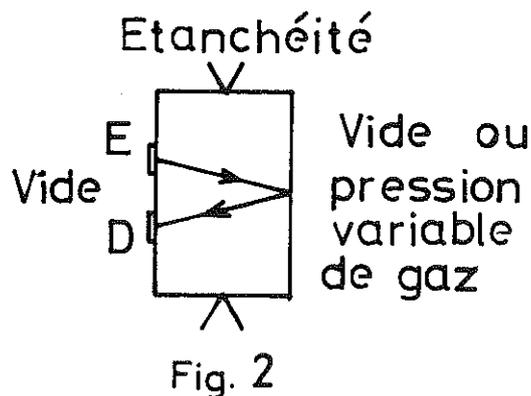


Figure 2 : Principe de la réflexion des phonons sur une face d'un monocristal.

Encouragés par les premiers résultats, nous avons alors tenté une expérience mettant encore plus en évidence le transfert d'énergie entre un solide et l'hélium. L'intention première aurait été de détecter les phonons transmis à l'He par un bolomètre situé dans le gaz à très faible distance du cristal (quelques μ). Devant la difficulté technique de réalisation d'un tel montage, nous avons plutôt choisi de détecter le signal de phonons après transmission entre deux monocristaux séparés par des cales de faible épaisseur permettant l'introduction progressive d'hélium gazeux entre les deux (fig. 3). Il était bien sûr nécessaire de préserver la qualité du vide sur les faces d'émission et de détection.

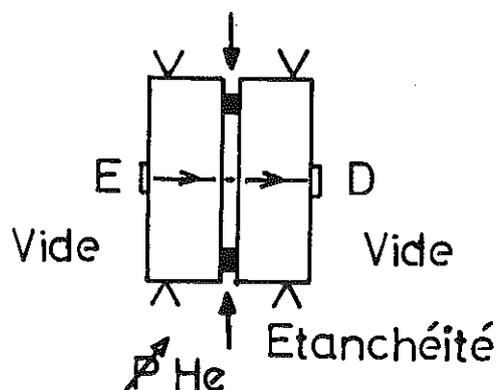


Fig. 3

Figure 3 : Principe de la transmission des phonons entre deux monocristaux.

Avant d'aller plus loin dans l'aspect technologique des expériences, il semble nécessaire de rappeler quelques uns des problèmes théoriques mis en jeu dans l'étude pratique de tels systèmes expérimentaux.

I-2 ASPECT THEORIQUE

Ces expériences posent le problème de connaître la nature et la forme du spectre de phonons émis, leur "température" par rapport à la puissance électrique envoyée dans "l'émetteur".

Emission de phonons par effet Joule .

Nous disposons, d'après la bibliographie, de deux théories différentes donnant une allure possible du spectre de phonons émis par effet Joule dans une couche mince métallique (1, 2), la théorie du "corps noir" et la théorie de l'interaction électron-phonon.

Théorie du corps noir (3), (4), (5).

L'hamiltonien de N atomes en interactions se transforme classiquement par la transformation unitaire :

$$\vec{U}_q = \frac{1}{\sqrt{N}} \sum_i e^{iqR_i} (U_i) \cdot \vec{\epsilon}_q \quad \vec{\epsilon}_q \text{ unitaire}$$

en une somme de 3N hamiltoniens indépendants, correspondant aux 3N modes propres de phonons, ayant la forme d'hamiltoniens d'oscillateurs harmoniques, donc :

$$E_q = (n + \frac{1}{2}) \hbar \omega_q$$

Chaque "q" (au nombre de N, situés dans la 1ère zone de Brillouin $q_{\text{Max}} \sim \frac{\pi}{a}$), correspond à 3 vecteurs $\vec{\epsilon}_q$:

- l'un parallèle à \vec{q} : mode longitudinal
- deux perpendiculaires à \vec{q} : modes transverses.

Chaque mode, quantifié, représente une excitation du cristal appelée "phonon".

En équilibre thermique, à la température T, la population d'un mode propre est donnée par la distribution de Bose-Einstein :

$$G(\omega) = \frac{1}{e^{\frac{\hbar\omega}{kT}} - 1}$$

La densité d'états dans la bande de fréquence $d\omega$ est donnée par

$D(\omega) \cdot d\omega =$

$$D(\omega) \cdot d\omega = \int_{V_q} b(q) d^3q \quad \text{où} \quad b(q) = \left(\frac{L}{2\pi}\right)^3 \text{ est le}$$

nombre de valeurs permises par unité de volume de l'espace des q pour un cristal cubique d'arête L .

$$d^3q = dS_\omega \cdot dq_\perp = dS_\omega \frac{d\omega}{v_g}$$

d'où
$$D(\omega) = \left(\frac{L}{2\pi}\right)^3 \int_S \frac{dS_\omega}{v_g}$$

Dans l'approximation de Debye, $v_g = \frac{\omega}{q}$, donc $N(\omega)$, nombre total de modes dans la sphère de rayon q , est donné par

$$N(\omega) = \left(\frac{L}{2\pi}\right)^3 \frac{4\pi}{3} q^3$$

Or
$$D(\omega) = \frac{dN(\omega)}{d\omega} = \frac{L^3 \omega^2}{2\pi^2 v_g^3}$$

L'énergie $\hbar\omega \cdot N(\omega)$ est de la forme $\hbar\omega \cdot G(\omega) \cdot D(\omega)$ car

$$E = \int_\omega \hbar\omega N(\omega) \cdot d\omega = \int_\omega \hbar\omega G(\omega) \cdot D(\omega) d\omega$$

et sa répartition en fréquence donnée par la relation

$$\hbar\omega \cdot N(\omega) = \frac{\hbar\omega^3 L^3}{2\pi^3 v_g^2 \left[\exp \frac{\hbar\omega}{kT} - 1 \right]}$$

Nous avons là la loi de Planck

$$N(\omega) = \frac{L^3}{2\pi^3 v_g^3} \frac{\omega^2}{\left[\exp \frac{\hbar\omega}{kT} - 1 \right]}$$

Les maxima se situent à une fréquence ω telle que $\hbar\omega = 2,8 kT$.

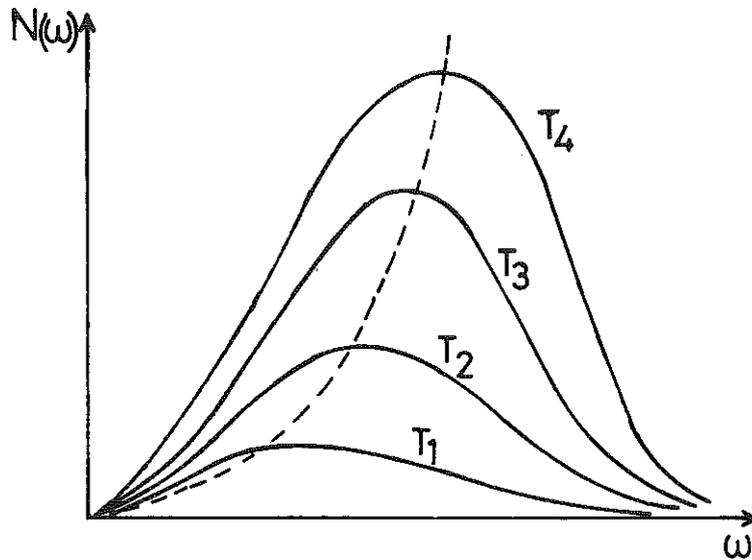


Fig. 4

Figure 4 : Spectre d'émission du corps noir.

Nous pouvons ainsi constater qu'une augmentation de la puissance émise entraîne une nette augmentation de la fréquence des phonons majoritaires.

Modèle de PERRIN et BUDD (6), (7), (8).

Au modèle à 1 température, PERRIN et BUDD opposent un second modèle introduisant un temps de relaxation entre les électrons et les phonons et ainsi donc des températures différentes. L'émission de phonons par effet Joule est alors donnée par la solution des équations de transport du couplage électron-phonon, tenant compte des conditions limites à l'interface. Sans entrer dans le détail des calculs, nous nous contenterons de donner les résultats principaux ainsi que quelques courbes que les auteurs ont obtenues par calculs sur ordinateur et permettant de faire la comparaison entre les deux écoles.

L'évolution temporelle de la distribution de phonons tenant compte des échanges avec le substrat et avec les électrons s'écrit :

SPECTRE D'EMISSION SELON PERRIN ET BUDD

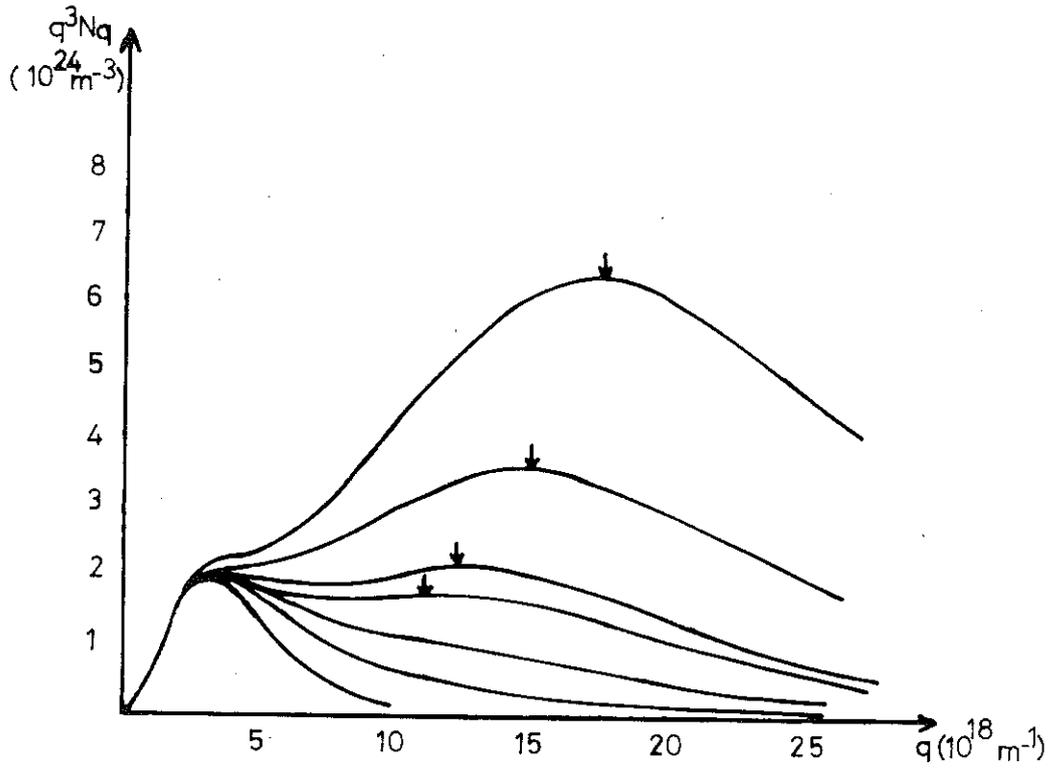


Fig. 5

COMPARAISON DES DEUX SPECTRES POUR 2 PUISSANCES D'EMISSION

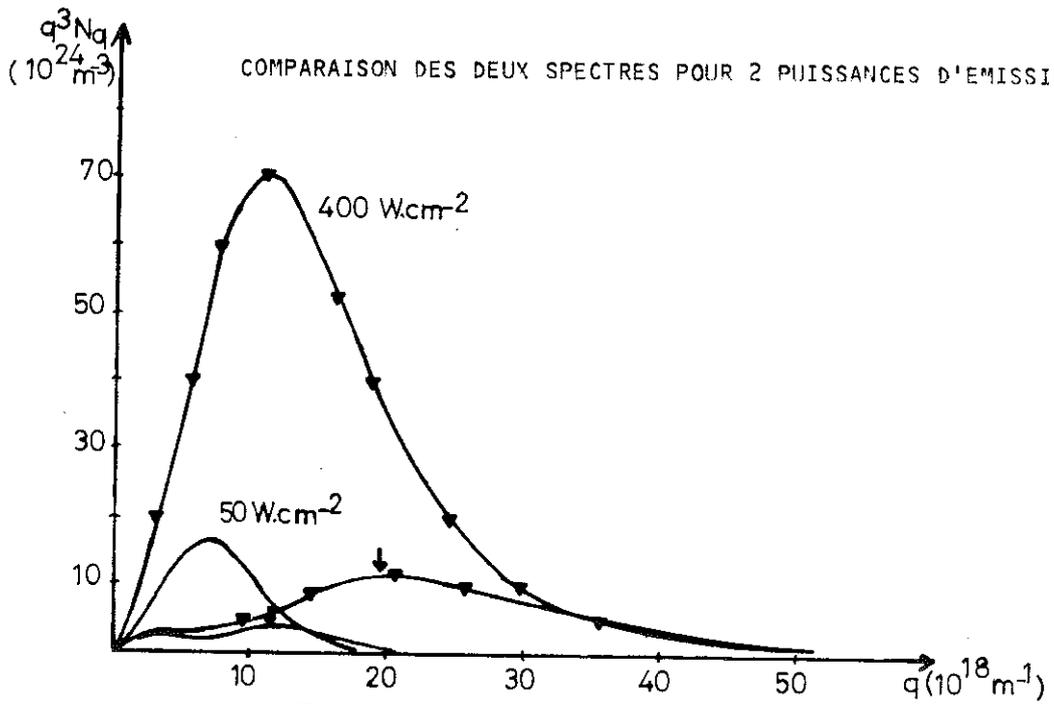


Fig. 6

$$\frac{\partial N_q}{\partial t} = \frac{\overline{N}_q(T_0) - N_q}{\tau_b} + \frac{\overline{N}_q(T_e) - N_q}{\tau_{ep}}$$

Où $\overline{N}_q(T_0)$ est la distribution de Bose à T_0

$\overline{N}_q(T_e)$ est la distribution de Fermi Dirac à T_e

avec τ_b : temps de relaxation d'un phonon, vers l'extérieur = $\eta \frac{d}{u}$

où η : mesure la désadaptation acoustique

d : épaisseur de la couche

u : vitesse du son dans la couche mince

τ_{ep} : temps de relaxation électrons-phonons, à l'intérieur de la résistance chauffante.

La température électronique T_e est déterminée par l'équation :

$$C_e \frac{dT_e}{dt} = P_e - \sum_q \hbar \omega_q \left[\frac{\partial N_q}{\partial t} \right]_{ep}$$

ou

$$C_e \frac{dT_e}{dt} = (\rho_j + \rho_{ph})^{-1} E^2 - \sum_q \hbar \omega_q \left[\frac{\partial N_q}{\partial t} \right]_{ep}$$

où ρ_{ph} contribution des phonons à la résistivité, est donnée par la relation :

$$\rho_{ph} = \frac{m}{ne^2} \frac{1}{k_F^2} \frac{mE_1^2}{4\pi\rho u \hbar^2} \left\{ - \int_0^q q^5 \frac{\partial \overline{N}_q(T_e)}{\partial q} dq + \int_0^q (N_q - \overline{N}_q(T_e)) q^4 dq \right\}$$

Corps noir et théorie de la désadaptation acoustique.

Il convient de compléter l'étude de l'émission de phonons par effet Joule dans un conducteur métallique par celle de la désadaptation acoustique entre ce film mince et le substrat, phénomène qui peut modifier fortement le spectre de phonons transmis réellement au cristal et qui intervient également à la détection entre le cristal et la couche supraconductrice.

Notion de résistance de contact :

A basse température, le flux de chaleur maximal issu d'une surface chauffée à une température donnée est limité par le nombre fini de phonons excités à cette température (déterminé par la fonction de distribution de phonons) et par leur vitesse de propagation. Ainsi, l'existence d'une discontinuité de température fut d'abord observée à travers un interface solide-liquide par KAPITZA (1941), (9) dans ses travaux sur l'hélium liquide. KHALATNIKOV (1952), (10) définit une dépendance en température en T^{-3} pour cette résistance de contact, fondée sur un modèle de rayonnement de phonons tenant compte de la réflexion de phonons à l'interface due à la désadaptation acoustique. La valeur de la résistance thermique est nettement plus faible pour un interface solide-solide.

Détermination de $\bar{\alpha}$ coefficient de transmission moyen entre 2 milieux (11).

Considérons le cas simple de deux fluides diélectriques en contact, traversés par des phonons que nous supposerons uniquement longitudinaux.

D'après la théorie cinétique, le flux de phonons arrivant du milieu 1 sur la surface est $\frac{1}{4} n_1 v_1$. L'énergie mise en oeuvre est alors $\frac{1}{4} V_1 v_1$ où V_1 : énergie des phonons par unité de volume dans le milieu 1
 v_1 : vitesse des phonons.

Si on appelle $\bar{\alpha}$ le coefficient de transmission, l'énergie passant dans le milieu 2 est alors

$$W_1 = \frac{1}{4} V_1 v_1 \bar{\alpha}_1$$

A l'équilibre thermique $W_1 = W_2$ mais si la température du milieu 1 est supérieure de δT à celle du milieu 2, la densité d'énergie est

$$\frac{\dot{Q}}{A} = \frac{dW_1}{dT} \delta T = \frac{1}{4} C_1 v_1 \bar{\alpha}_1 \delta T$$

où C_1 est la chaleur spécifique par unité de volume.

Ceci définit le coefficient de transmission $\overline{\alpha}_1$ à partir de la conductance de Kapitza

$$h_k = \frac{1}{4} c_1 v_1 \overline{\alpha}_1$$

Dans le cas où l'on a des phonons longitudinaux et transverses, nous pouvons écrire

$$h_k = \frac{1}{4} (c_l v_l + c_t v_t) \overline{\alpha}_1$$

Si on considère pour v_1 la vitesse de Debye dans le milieu 1 nous définissons le coefficient

$$\overline{\alpha}_1 = \frac{4h_k}{c_1 v_D}$$

Théorie de la désadaptation acoustique (1).

La vitesse d'échange de chaleur d'un film mince chauffé à $T_1 = T_2 + \Delta T$ où T_2 est la température du substrat isolant peut s'exprimer par une loi type rayonnement de phonons du corps noir de LITTLE (1959), (12). Pour appliquer ce modèle à un film mince chauffé par une impulsion de courte durée, il est nécessaire de s'assurer que le temps de relaxation électron-phonon est court, comparé au temps de relaxation thermique du film, de sorte qu'ainsi tout le film est constamment en équilibre thermique. La température y est donc partout uniforme et bien définie. Le libre parcours moyen des phonons dans le diélectrique doit être très supérieur à la distance parcourue par un phonon pendant le temps de relaxation thermique du film et très supérieur à la largeur de l'impulsion d'excitation pour ne pas entraîner un échauffement du film par les phonons diffusés dans le substrat. Si ces conditions sont remplies, le flux de phonons à travers l'interface est donné par :

$$\frac{dq}{dt} = 2\pi \int_0^{v_{\max}} \int_0^{\pi/2} \frac{h\nu^3}{v^2} \left[\frac{\alpha_1(\theta_1)}{\exp \frac{h\nu}{kT_1} - 1} - \frac{\alpha_2(\theta_2)}{\exp \frac{h\nu}{kT_2} - 1} \right] \cos\theta_2 \sin\theta_2 d\theta_2 v dv$$

où les indices 1 et 2 correspondent aux deux milieux

$\alpha(\theta)$: coefficient de transmission

Q : La quantité de chaleur par unité de surface

v_2 : la célérité des phonons dans le substrat.

Dans le cadre d'une extension à $v_{\max} \rightarrow \infty$ et $\alpha_2(\theta_2) = \alpha_1(\theta_1)$ tous deux égaux à :

$$\frac{4\rho_2 v_2 / \rho_1 v_1 \cdot \cos \theta_2 / \cos \theta_1}{[\rho_2 v_2 / \rho_1 v_1 + \cos \theta_2 / \cos \theta_1]^2}$$

où ρ_i et θ_i sont les densités et les angles d'incidence respectifs, nous pouvons donner le résultat sous la forme

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{8\pi^5}{15} \frac{k^4}{v_2^3 h^3} T_1^3 \Delta T \int_0^{\pi/2} \alpha_2(\theta) \cos \theta_2 \sin \theta_2 d\theta_2$$

Little obtint ces résultats pour $\frac{\Delta T}{T_1} \ll 1$.

Posant $\int_0^{\pi/2} \alpha_2(\theta) \cos \theta_2 \sin \theta_2 d\theta_2 = \Gamma$, nous pouvons écrire la relation ci-dessus en considérant l'action des modes longitudinaux et transverses séparément :

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{8\pi^5}{15} \frac{k^4}{h^3} \left[\frac{\Gamma_l}{v_{l2}} + 2 \frac{\Gamma_t}{v_{t2}} \right] T_1^3 \Delta T$$

Cette équation est solution du modèle idéal de rayonnement du corps noir.

La condition pour l'adaptation parfaite est $\rho_1 = \rho_2$ et $v_1 = v_2$ soit dans ce cas $\Gamma_1 = \Gamma_2 = \frac{1}{2}$.

Dans le cas contraire, c'est-à-dire quand il existe des réflexions, Γ_l et Γ_t peuvent être calculés numériquement et leurs valeurs sont comprises entre 0 et 1/2. Dans ce cas, l'équation ci-dessus correspond au modèle de désadaptation acoustique entre un solide et un isolant.

Elle est équivalente à une équation du type :

$$\frac{dQ}{dt} = K \Delta T$$

où K est la conductance thermique, proportionnelle à T^3 . Nous avons encore K_{\max} pour $\Gamma = 1/2$.

Nous pouvons faire apparaître la capacité calorifique de la couche mince chauffée :

$$\frac{dQ}{dt} = -C \frac{d(\Delta T)}{dt}, \text{ admettant pour solution}$$

$$\Delta T = \Delta T_0 e^{-t/\tau} \quad \text{avec } \tau = C/K$$

Ce temps τ constitue une description du temps de retour à l'équilibre du film après avoir été chauffé à T_0 .

VON GUTFELD et NETHERCOT (1) ont réalisé les mesures sur des détecteurs bolométriques en In-Sn et en Pb-Bi, selon l'épaisseur des couches. Ils n'ont pas trouvé de grandes différences dans les temps de relaxation correspondant aux deux théories, et les valeurs expérimentales sont en bon accord avec les valeurs théoriques. Ces résultats nous ont fortement influencés dans le choix de notre détecteur et dans ses caractéristiques physiques.

Application au calcul des températures d'émetteurs.

CHEEKE, HEBRAL et MARTINON (13, 14, 15) ont donné une relation en accord avec la théorie de WEISS (16, 17) plus générale que celle de LITTLE et ont calculé les divers coefficients Γ_i correspondant aux modes longitudinaux et transverses, en fonction des rapports $\frac{\rho_2}{\rho_1}$ et $\frac{v_2}{v_1}$.

La relation utile est la suivante :

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{2\pi k^4 S}{h^3} \frac{\pi^4}{15} \left(\frac{\Gamma_1 l}{v_1^2} + \frac{\Gamma_1 t_1}{v_1^2 t_1} + \frac{\Gamma_2 t_2}{v_2^2 t_2} \right) (T_1^4 - T_2^4)$$

où T_1 et T_2 sont les températures des solides 1 et 2.

Tenant compte du fait que les courbes donnant P/R_A ($R_A = R_{\text{ambiante}}$) pour l'or sur l'alumine ou sur le quartz sont quasiment horizontales

jusqu'à $T = 40^{\circ}\text{K}$, nous avons pu introduire les diverses valeurs caractéristiques de nos échantillons et de nos mesures électriques pour tirer les températures d'émission T_1 selon les températures de substrat T_2 en fonction de l'énergie dissipée.

T1	TS = 1.00	TS = 2.00	TS = 3.00	TS = 4.00	TS = 5.00
1.00	0.00	-0.00	-0.01	-0.04	-0.09
2.00	0.00	0.00	-0.01	-0.03	-0.09
3.00	0.01	0.01	0.00	-0.02	-0.08
4.00	0.04	0.03	0.02	0.00	-0.05
5.00	0.09	0.09	0.08	0.05	0.00
6.00	0.18	0.18	0.17	0.15	0.09
7.00	0.34	0.34	0.33	0.31	0.25
8.00	0.59	0.58	0.57	0.55	0.50
9.00	0.94	0.94	0.93	0.91	0.85
10.00	1.44	1.44	1.43	1.41	1.36
11.00	2.13	2.12	2.12	2.09	2.04
12.00	3.03	3.03	3.02	3.00	2.94
13.00	4.20	4.20	4.19	4.17	4.12
14.00	5.69	5.69	5.68	5.66	5.61
15.00	7.55	7.55	7.54	7.52	7.47
16.00	9.83	9.83	9.82	9.80	9.75
17.00	12.59	12.59	12.58	12.56	12.51
18.00	15.88	15.88	15.87	15.84	15.79
19.00	19.75	19.75	19.74	19.71	19.66
20.00	24.24	24.24	24.23	24.20	24.15
21.00	29.40	29.40	29.39	29.36	29.31
22.00	35.27	35.26	35.26	35.23	35.18
23.00	41.87	41.87	41.86	41.83	41.78
24.00	49.24	49.23	49.22	49.20	49.15
25.00	57.39	57.38	57.37	57.35	57.30

Cas d'un solide en contact avec l'hélium.

Nous avons vu que le coefficient de transmission est donné par

$$\alpha = 4 \frac{\frac{\rho_2 v_2}{\rho_1 v_1} \cdot \frac{\cos \theta_2}{\cos \theta_1}}{\left[\frac{\rho_2 v_2}{\rho_1 v_1} + \frac{\cos \theta_2}{\cos \theta_1} \right]^2}$$

Dans le cas où le milieu 1 serait un solide et le milieu 2 l'hélium, nous aurions $v_1 \gg v_2$, $\rho_1 \gg \rho_2$ et $\sin \theta_2 \ll 1$ soit $\cos \theta_2 \sim 1$ donc l'impédance acoustique

$$\frac{\rho_1 v_1}{\cos \theta_1} \gg \frac{\rho_2 v_2}{\cos \theta_2} \quad . \text{ Donc } \alpha_1 = \frac{4 \rho_2 v_2}{\rho_1 v_1} \cos \theta_1 .$$

Un calcul tenant compte de l'expression donnée par KHALATNIKOV pour h_k donne pour $\bar{\alpha}$:

$$\bar{\alpha} \neq \frac{\rho_2 v_2}{\rho_1 v_D}$$

CHAPITRE II

REALISATION PRATIQUE

I - TECHNOLOGIE DES COUCHES MINCES

Cette phase préliminaire mais importante de nos expériences s'est déroulée au L.E.T.I. dans le laboratoire de Microélectronique Physique. Nous avons disposé ainsi du matériel propre au laboratoire et d'une technologie déjà élaborée dans certains domaines ce qui a facilité en partie la résolution de nos problèmes d'évaporation.

a) Description du matériel utilisé.

Pour les évaporations de Niobium nécessitant une très grande qualité de vide et une température de substrat élevée nous avons utilisé un groupe ultra-vide RIBER. Ce groupe est équipé d'une pompe mécanique, de trois éléments de cryopompage à zéolithe et d'une pompe ionique à sublimation de titane.

Pour les autres évaporations, nous avons équipé au fur et à mesure de nos besoins un groupe d'évaporation type VEECO comprenant une pompe primaire de débit $5 \text{ m}^3/\text{h}$ et une pompe secondaire à diffusion d'huile de débit 2000 l/s . Ce groupe nous permet d'obtenir des vides de l'ordre de 10^{-6} Torr dans les meilleures conditions. Le vide est mesuré par une jauge à thermocouple classique dans la gamme du vide primaire. Deux jauges à ionisation, l'une au niveau de la pompe sous le piège à azote, l'autre dans l'enceinte à vide elle-même, contrôlent les vides secondaires.

Ce groupe est surmonté d'une cloche à vide posée sur une bride maintenant les supports de creusets et coiffée d'un ensemble étanche comportant le porte-substrat et les accessoires nécessaires aux évaporations.

La bride est équipée également d'un canon à électrons. Celui-ci comporte un creuset refroidi par une circulation d'eau et bombardé par un faisceau d'électrons. Le faisceau est émis par un filament chauffé sous 6V, accéléré sous 10 kV et défléchi de 180° par une bobine magnétique.

Le canon doit être utilisé avec de grandes précautions à cause du dégazage et de la métallisation des passages haute tension en porcelaine et des supports isolants en céramique.

b) Mesure de l'épaisseur des couches - Contrôle de la vitesse d'évaporation.

Le sommet de la cloche est muni, outre le porte-échantillon, d'un dispositif de mesure d'épaisseur et de contrôle de la vitesse d'évaporation SLOAN. C'est un quartz dont la masse varie en cours d'évaporation disposé près de l'échantillon et refroidi à l'eau qui permet de mesurer la fréquence de battement entre un oscillateur fixe à 5 MHz et sa fréquence propre. L'épaisseur est donnée par une formule empirique

$$\rho \cdot e = k \cdot \Delta f$$

e : épaisseur en Å
ρ : densité du matériau évaporé
Δf : variation de fréquence.

k est un facteur géométrique dépendant de la position relative du creuset et du substrat. Il est déterminé par un étalonnage préalable effectué en mesurant l'épaisseur d'une couche à l'aide d'un Talystep : c'est un système à palpeur mécanique autorisant des mesures à partir de 100 Å d'épaisseur.

Pour l'évaporation elle-même, nous affichons la variation de fréquence correspondant à l'épaisseur désirée ainsi que la vitesse d'évaporation. Un système de préchauffage permet le dégazage du creuset. Du début à la fin de l'évaporation, le courant de chauffage du creuset

est régulé électroniquement par contrôle de la vitesse. Un cache commandé manuellement permet la protection du substrat pendant le dégazage et après l'arrêt du courant de chauffage du creuset.

La méthode de mesure présente cependant un inconvénient. En effet, l'étalonnage dépend de la quantité de matière déjà évaporée sur le quartz ce qui entraîne une perte de sensibilité progressive. Pour la réalisation de couches très minces dont la résistivité varie vite dans une faible gamme d'épaisseurs, il nous a fallu recommencer plusieurs fois l'évaporation surtout lorsqu'elle est effectuée à grande vitesse comme c'est le cas pour les alliages.

c) Le porte-substrat (figure 7).

Il a été conçu de manière à favoriser le plus grand nombre de manipulations possibles sans casser le vide. Il devait donc nous permettre la réalisation de couches minces et de jonctions tunnel sur les deux faces du cristal cylindrique, tout en changeant les masques pour les diverses étapes des évaporations.

Ainsi, il se compose d'une tourelle mobile en rotation permettant de positionner les masques mécaniques sous le substrat. La tourelle est également mobile en translation pour éloigner les masques au cours de la manoeuvre, les repérer sur la position choisie et faciliter le retournement du cristal. Des ressorts sur la poignée extérieure et de petites languettes de clinquant au niveau des masques eux-mêmes apportent une certaine souplesse dans le contact entre le masque et l'échantillon afin de diminuer au maximum les ombrages et les rayures des couches. Le mouvement de rotation du cristal pour présenter les deux faces à l'évaporation se fait par l'intermédiaire d'une tige à vis sans fin entraînant un engrenage monté sur l'axe du porte-substrat. La tige est munie d'un compteur pour ajuster l'horizontalité de la face quand l'opacité de la cloche ne le permet plus par observation directe.

Un système de chauffage utilisant des lampes à quartz permet le dégazage de l'ensemble et éventuellement des évaporations sur substrat chaud.

PORTE SUBSTRATS

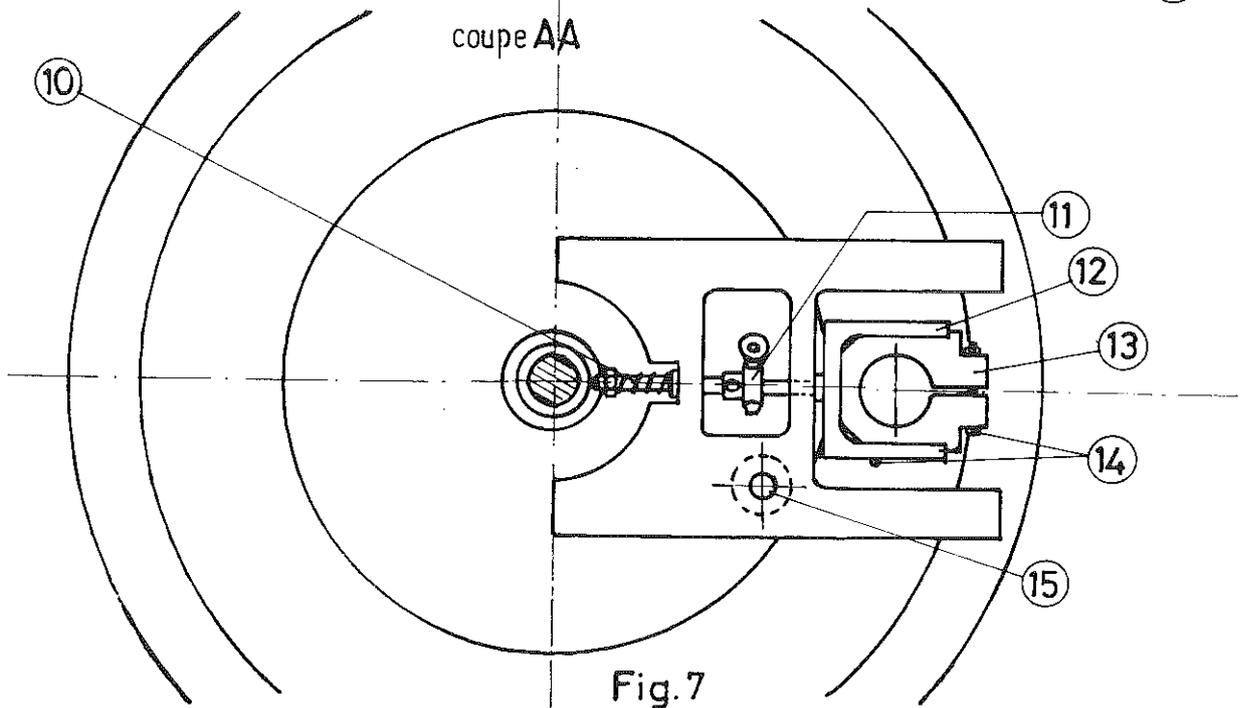
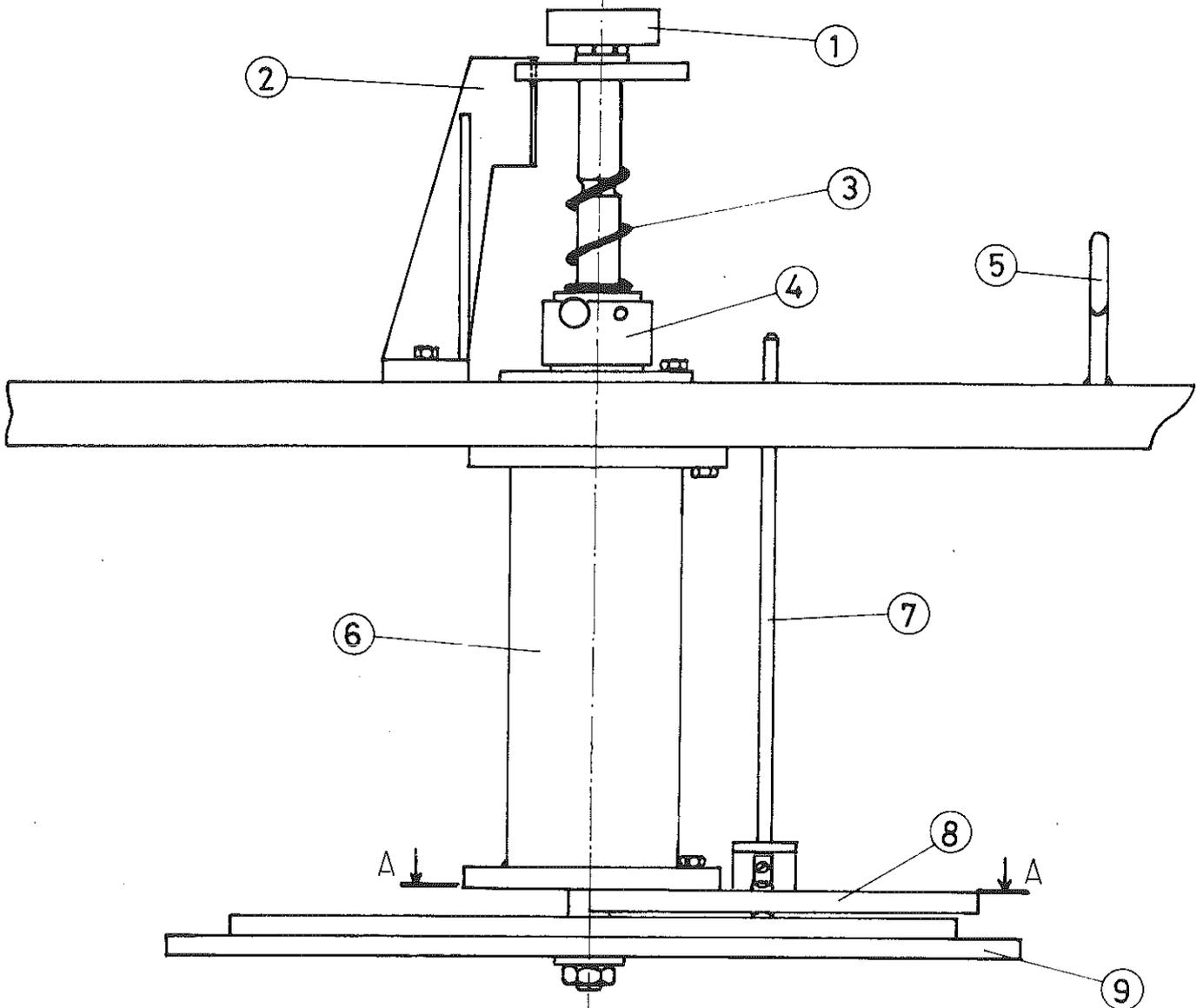


Fig.7

PORTE-SUBSTRAT - NOMENCLATURE

- (1) Bouton molleté
- (2) Positionnement des masques tous les 60°
- (3) Ressort de rappel
- (4) Presse-étoupe
- (5) Crochet de Levage
- (6) Chassis
- (7) Axe de commande du porte-échantillon
- (8) Plaque rotative
- (9) Plateau porte-masque
- (10) Ressort de positionnement horizontal
- (11) Engrenage et vis sans fin
- (12) Fourche rotative
- (13) Porte-échantillon
- (14) Vis de serrage
- (15) Vis de réglage du contact avec les masques.

II - FABRICATION DES COUCHES MINCES

1 - Préparation des échantillons.

Les monocristaux ont été fournis avec un polioptique par polissage mécanique à l'aide de pâtes diamantées de grosseur de grain décroissante. Avant chaque évaporation, nous avons nettoyé la face utilisée avec les acides et solutions caractéristiques du produit déposé. Le rinçage était effectué successivement à l'alconox, à l'acétone, à l'eau distillée puis à l'alcool isopropylique. Lorsque la face paraissait encore terne, un traitement aux ultra-sons dans un bain d'acétone ou de trichloréthylène achevait de la dégraisser. Le cristal était ensuite placé dans une étuve à 120°C pour dégazer.

2 - Masquage des couches.

Deux techniques différentes ont été employées :

a) Photomasquage :

Pendant la période de réalisation de l'ensemble porte-échantillon prévue pour des masques mécaniques, nous avons réalisé les évaporations en utilisant la technique du photomasquage avec attaque chimique sélective. Le processus est le suivant :

- 1 - Evaporation de la couche mince sur toute la face du monocristal.
- 2 - Dépôt d'une résine photosensible AZ 111 ou AZ 1350 à action positive ou KTRF à action négative sur toute la surface évaporée sur une épaisseur d'1 μ environ.
- 3 - Séchage de la résine dans une étuve à 80°C pendant 15 minutes.
- 4 - Insolation de la résine par rayons ultra-violets à travers un masque réalisé manuellement sur une plaque de verre, pendant 1 minute et demie à 3 minutes selon la résine utilisée.
- 5 - Passage au révélateur KODAK pour éliminer la résine inutile et rinçage à l'eau distillée. Seules les parties utiles restent protégées par la résine.

- 6 - Attaque chimique par un acide ou une solution sélective pour éliminer la partie inutile de l'évaporation tout en préservant les autres couches.
- 7 - Rinçage à l'acétone pour supprimer la résine protectrice.

b) Masquage mécanique :

Cette méthode est classique et facile à mettre en oeuvre. Elle nécessite des masques usinés avec une grande précision. Il suffit de repérer les divers masques dans leur logement pour les évaporations successives et les amener sur le cristal dans l'ordre voulu. Dans notre montage, les ombrages ont été minimisés en faisant plaquer les masques sur le substrat. Seule la position des creusets par rapport au porte-substrat a pu nuire parfois à l'élaboration de couches homogènes et de résistance contrôlée.

c) Comparaison des deux méthodes :

La technique de photomasquage permet un libre choix des formes et de la géométrie de l'élément évaporé, car les masques sont très faciles à réaliser. Elle nous a permis de mettre au point les problèmes de géométrie des plots pour les contacts, de dimensions de la couche pour ajuster l'impédance. Par contre, les évaporations successives de couches superposées sont très délicates à réaliser si l'on veut éviter les interférences et les attaques chimiques sélectives ainsi que la protection des couches déjà évaporées introduisant des risques de pollution du substrat. Nous avons donc utilisé la technique du masquage mécanique pour l'élaboration des échantillons utilisés lors des mesures car elle nécessite moins de manipulations du cristal.

Forme géométrique des films :

Nous avons testé différentes formes de films. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec un émetteur sous forme d'une bande de $4 \times 0,2 \text{ mm}^2$. Pour des raisons d'impédance nous avons utilisé 2 formes de détecteurs selon le matériau :

- soit la même forme que l'émetteur
- soit un "serpentin" de $0,1 \times 50 \text{ mm}$ environ.

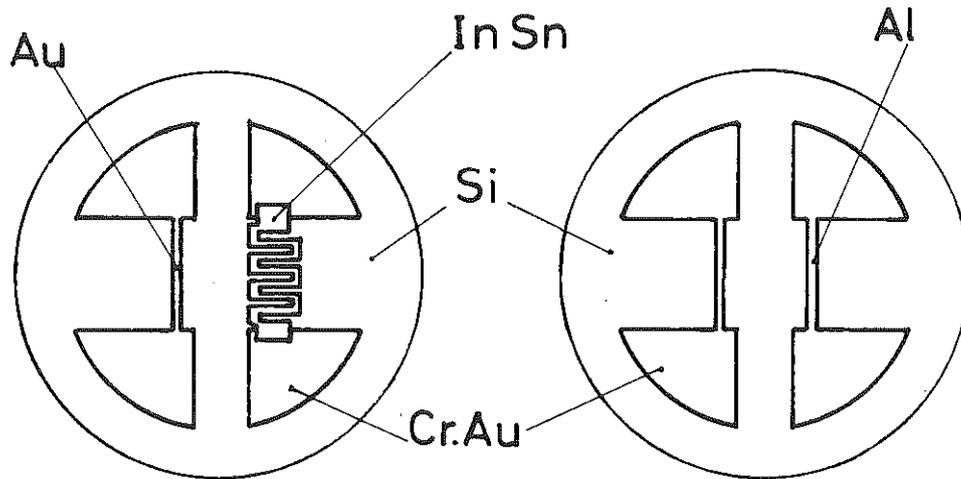


Fig. 8

3 - Matériaux utilisés.

a) Contacts :

Nous reviendrons ultérieurement sur le problème des contacts mais l'évaporation des plots pour ces contacts était effectuée en deux temps :

- Evaporation préalable d'une couche de chrome dite couche d'adhérence, d'épaisseur 300 \AA environ. Cette évaporation était faite en utilisant le canon à électrons, toute autre technique s'étant soldée par un échec dû à la rupture du creuset par surchauffage ou par formation d'alliages.
- Superposition d'une couche d'or d'épaisseur variable. Les premiers contacts réalisés par thermocompression de fils d'or nécessitaient une épaisseur de $4 \text{ à } 5000 \text{ \AA}$. Nous l'avons ramenée ensuite à 1000 \AA environ pour les contacts mécaniques à pression afin d'éviter la rupture de la couche émettrice ou détectrice créée par la "marche" au bord du plot.

Ces deux couches étaient évaporées à température élevée pour en améliorer la qualité et l'adhérence.

b) Emetteur :

Afin d'obtenir une couche émettrice de résistance constante malgré la variation de température, nous avons tout d'abord évaporé du

Constantan. Nous avons utilisé des creusets coniques en Oxyde de Béryllium chauffés par des supports en Tantale. A cause de la puissance de chauffage limitée, la composition de l'alliage ne se conservait pas avec une vitesse d'évaporation trop lente. Nous avons alors évaporé des couches émettrices en Or présentant l'avantage d'être réalisées en même temps que les plots de contact. D'autre part, la résistivité de l'Or ne varie pas dans la gamme de nos températures d'émission (13). Nous avons déterminé la géométrie des films d'après les courbes donnant la résistivité de l'Or en fonction de l'épaisseur (18).

Fig. 9

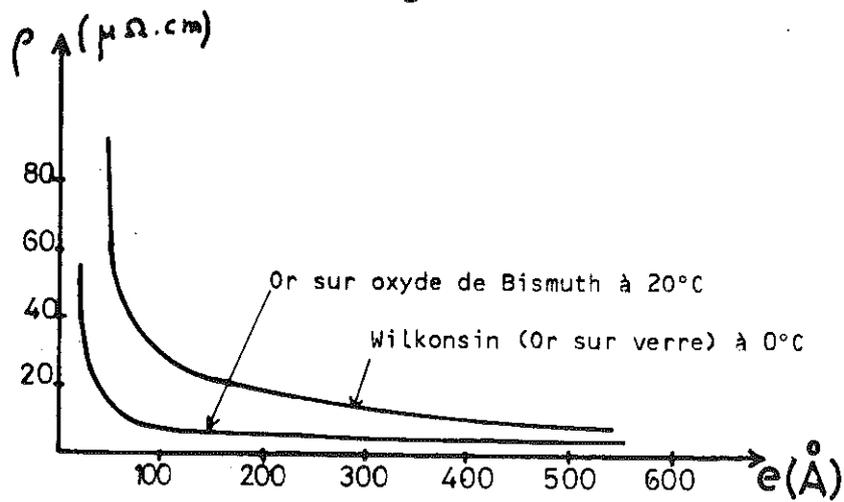
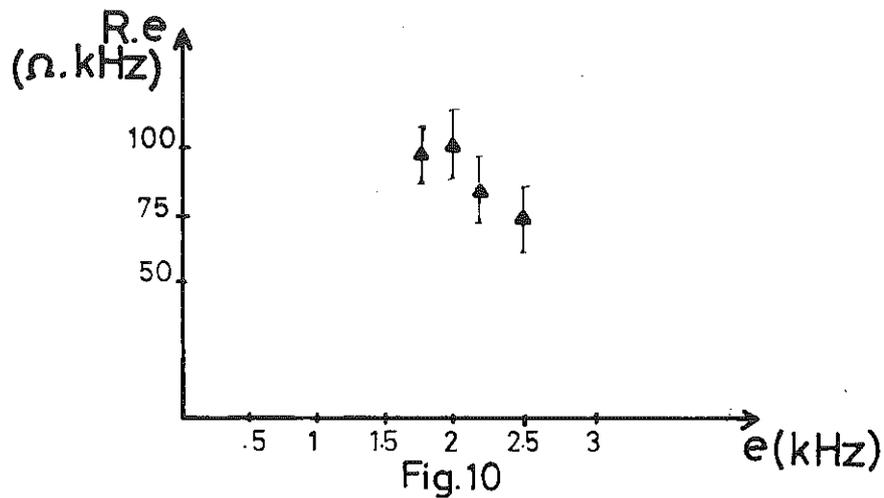


Figure 9 : Résistivité de films d'or en fonction de l'épaisseur.

De plus, nous avons réalisé un étalonnage du système de mesure d'épaisseur en fonction de la résistance de la couche.



Nous avons ainsi évaporé des couches de 300 \AA environ à une vitesse de $10 \text{ \AA}/\text{sec}$. Les valeurs des résistances obtenues ont été reproductibles à 35% environ.

c) Détecteurs (19) :

Nous avons testé un certain nombre de matériaux supraconducteurs et d'alliages divers pour réaliser des détecteurs. Il s'agissait essentiellement de pouvoir utiliser un matériau donnant une bonne reproductibilité et une transition bien adaptée à nos mesures.

- Bolomètres en Niobium :

Réalisés par la technique du photomasquage en couches minces de 20μ de large, ils furent utilisés sur les premières mesures de transmission directe à travers des monocristaux d'Alumine.

Ils ne furent pas utilisés en mesure de réflexion car la température critique élevée nuisait à une bonne stabilité thermique de l'ensemble. L'évaporation elle-même s'est faite au canon à électrons

dans un vide de quelques 10^{-7} Torr, sur substrat chaud ($\sim 300^\circ\text{C}$), à la vitesse de 10 Å/seconde.

- Bolomètres métalliques purs : Pb, Sn, In, Al

Divers métaux purs ont été évaporés en couches minces pour servir de bolomètres. Ils ont présenté deux inconvénients :

- vieillissement très rapide au recyclage thermique entre 2 expériences
- transition très étroite, critère d'une sensibilité très élevée pour la détection mais provoquant pratiquement un passage du bolomètre à l'état normal à l'arrivée du signal.

- Bolomètres en alliages métalliques :

Nous avons testé des alliages de Pb-In sans succès. Finalement, nous avons utilisé pour les mesures au-dessus du point λ un alliage d'In-Sn à 6% de Sn en poids. Cet alliage déjà utilisé par MARIS et GUO (20) nous a donné de bons résultats de reproductibilité avec une sensibilité élevée tout en conservant une largeur de transition suffisante pour éviter le passage à l'état normal. Les mesures en dessous du point λ ont été faites avec des détecteurs en Aluminium de type granulaire.

- Bolomètres en In-Sn :

L'alliage était évaporé à une vitesse relativement grande, environ 100 Å/sec afin de conserver son homogénéité. Avec la géométrie de l'émetteur nous avons obtenu des impédances inférieures à 50 Ω , ce qui conduisait à des impédances résiduelles faibles à 4,2 K. La forme en "serpentin" (cf fig. 8) ayant un rapport longueur/largeur de l'ordre de 500 nous a permis d'obtenir des impédances de plusieurs centaines d'ohms à l'ambiante d'où une meilleure latitude de réglage d'impédance sans travailler avec des épaisseurs de couches très faibles et fragiles à basse température. Des essais d'évaporation sur substrat chaud ont donné des transitions en escalier correspondant probablement à la formation de gros grains inhomogènes en surface.

ETALONNAGE DE LA RESISTANCE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR POUR LES ÉVAPORATIONS D'In-Sn.

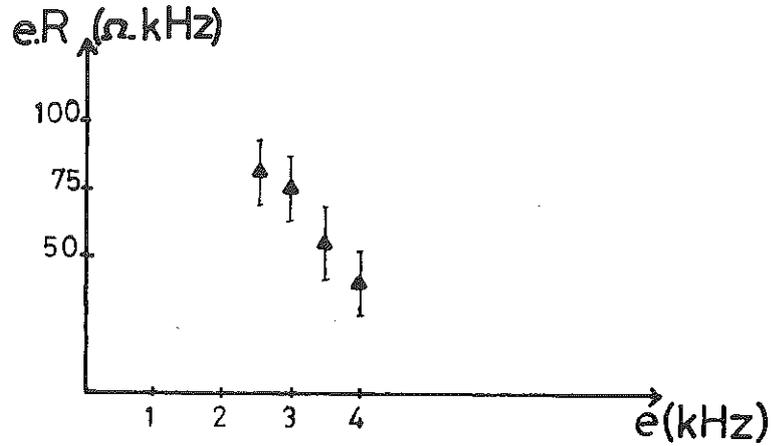


Fig.11

- Bolomètres en Aluminium :

Évaporés avec le même masque que l'émetteur, ils nécessitaient un Aluminium granulaire afin d'obtenir une température critique élevée et une largeur de transition acceptable. Nous avons d'abord essayé des creusets en Nitrure de Bore dont le dégazage était suffisant pour fournir l'Oxygène nécessaire à la formation d'Aluminium granulaire. Finalement, nous avons choisi des creusets en BeO plus solides et plus focalisants compte-tenu de la chaleur nécessaire et de la faible vitesse d'évaporation (quelques Å/s).

Dans la plupart des cas, nous avons rejeté les creusets en Tantale à cause de leur fragilité et de la formation d'alliages à bas point de fusion et ceux en Tungstène trop cassants.

- Cales de séparation :

Les cales de séparation entre les deux monocristaux pour les expériences de transmission à travers l'Hélium gazeux ont été évaporées en Cr-Au d'épaisseur variable entre 2000 et 10000 Å.

III - LE MONTAGE CRYOGENIQUE

Les trois problèmes fondamentaux à résoudre sur le montage cryogénique ont été :

- thermalisation correcte du cristal
- étanchéité aussi bonne que possible entre les faces du cristal
- contacts électriques sur les couches minces.

1 - Porte-échantillon - Fig. 12 - 13.

Nous avons utilisé 2 porte-échantillons différents selon le type de mesure.

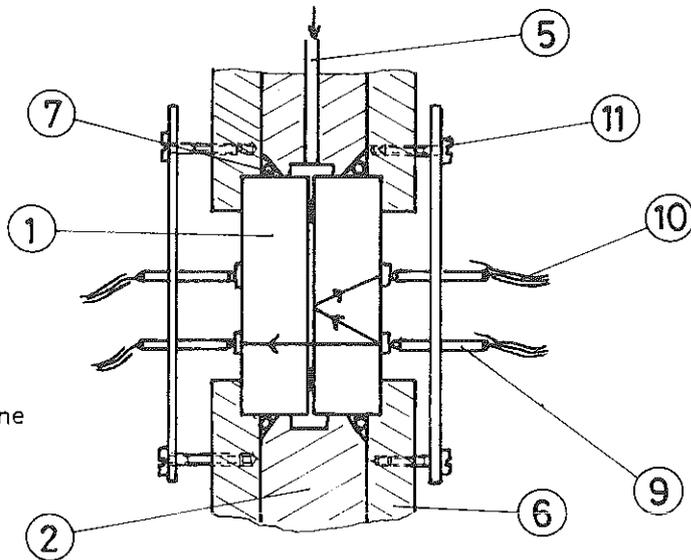
- Mesure de coefficient de réflexion :

Le porte-échantillon est un bloc cylindrique en cuivre comportant en son centre un trou correspondant à la dimension de l'échantillon. Six trous également répartis permettent le serrage du bloc sur la bride en cuivre servant de support à l'ensemble. Le monocristal est placé verticalement avec la face de réflexion tournée vers le haut. Il déborde d'environ 1 mm et vient s'emboîter dans la bride en écrasant le joint situé dans le chanfrein supérieur du bloc. Ce joint assure l'étanchéité entre la face supérieure et la face inférieure du cristal. Un deuxième joint placé dans une gorge creusée sur la face supérieure du bloc réalise le cloisonnement entre la chambre de mise en pression et l'enceinte extérieure du bloc. Le bloc comporte également les supports pour une résistance de mesure de température et la résistance de chauffage pour la régulation thermique. A la partie inférieure est fixé le support des contacts.

- Mesure du coefficient de transmission :

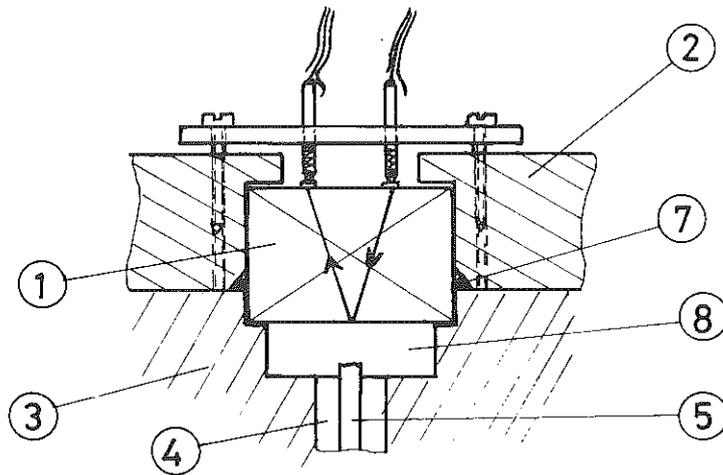
La conception de base du porte-échantillon procède de la même idée. Un bloc cylindrique en cuivre placé horizontalement cette fois, est percé selon son axe d'un trou du diamètre des monocristaux.

PORTE_ECHANTILLONS



- (1) Monocristaux
- (2) Porte-échantillon
- (3) Bride maîtresse de la canne
- (4) Tube de pompage
- (5) Admission de gaz
- (6) Plaques de serrage
- (7) Joints d'étanchéité
- (8) Enceinte sous pression
- (9) Contacts mécaniques
- (10) Support des contacts
- (11) Vis de serrage
- (12) Câbles coaxiaux.

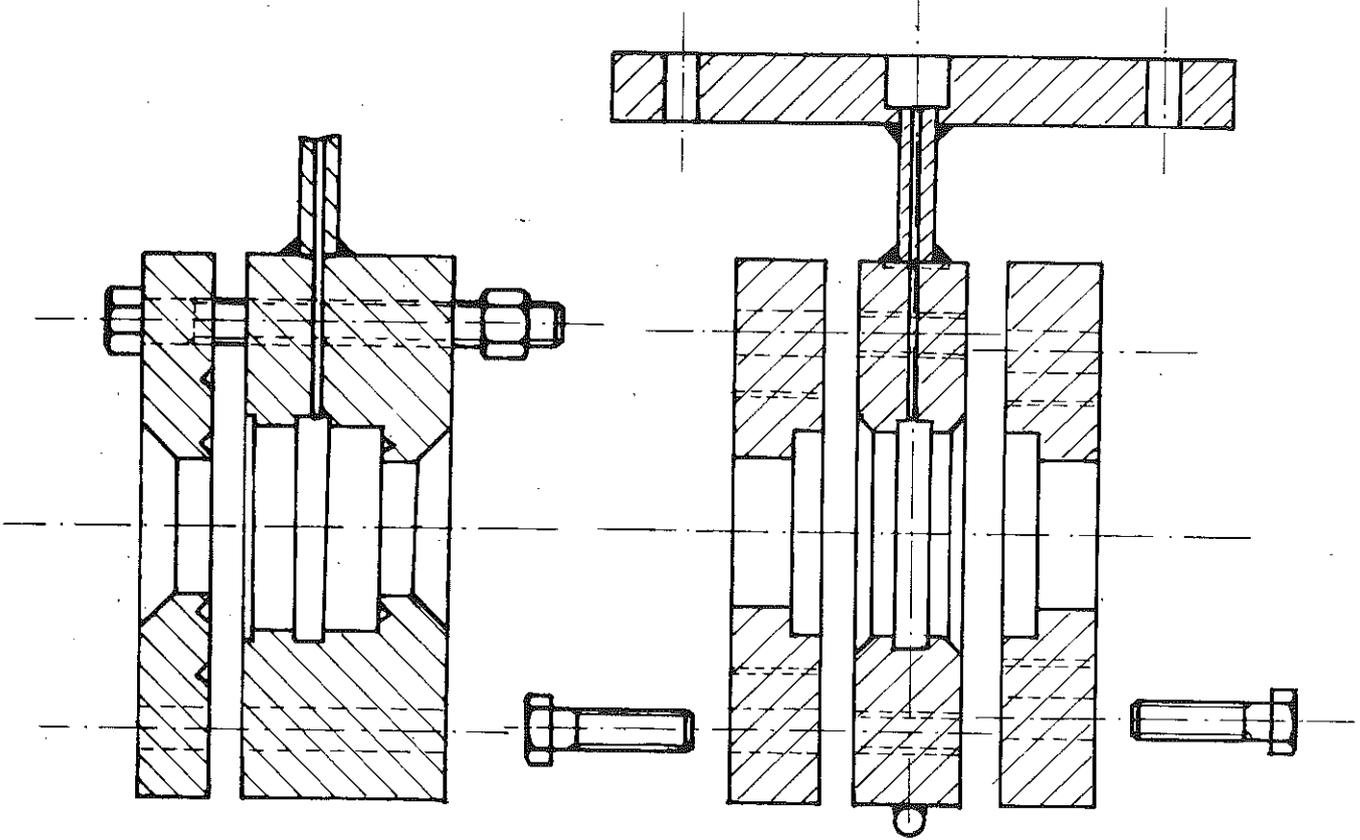
TRANSMISSION



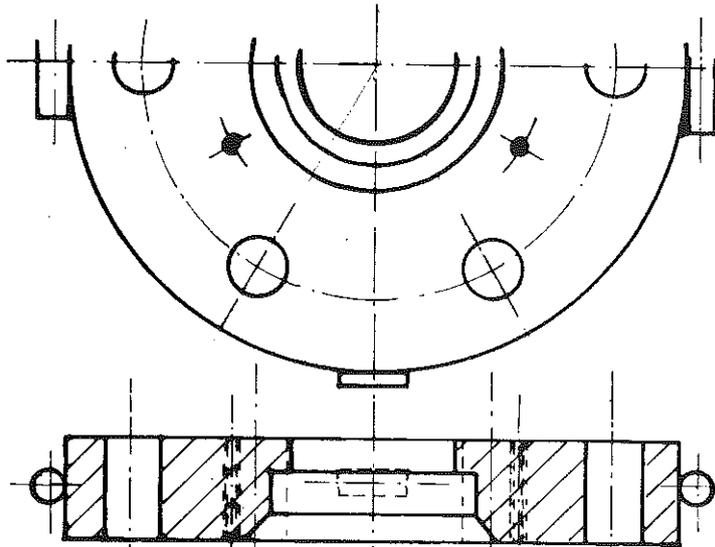
REFLEXION

Fig.12

PORTE_ECHANTILLONS



MONTAGES TRANSMISSION



MONTAGE REFLEXION

Fig.13

La longueur est telle que les deux échantillons débordent d'environ 1 mm de chaque côté. Lorsqu'ils sont positionnés, la séparation due aux cales entre les deux monocristaux correspond à une gorge reliée à un tube en cuivre percé qui assure le support du bloc et le passage du gaz dans l'espace intermédiaire. Deux brides du diamètre du bloc viennent coiffer les échantillons de chaque côté en assurant l'écrasement de deux points selon le même principe que le porte-échantillon précédent. Ces deux brides servent également de support aux platines porte-contacts. Une troisième bride brasée en bout du tube assure la fixation de l'ensemble et l'étanchéité du passage du gaz sur la bride maîtresse.

2 - Réalisation des étanchéités.

Nous avons primitivement utilisé des joints d'indium, technique classique au Laboratoire mais la nécessité d'un serrage important et bien réparti a créé de nombreux problèmes avec l'utilisation de brides en cuivre dont les filetages sont un peu "tendres". De plus, les contraintes mécaniques ainsi imposées étaient trop fortes sur les monocristaux de Silicium occasionnant des fêlures, voire des ruptures complètes des échantillons. Nous avons alors utilisé pour la réalisation des joints une pâte aux silicones CAF 538. Cette pâte facile à mettre en oeuvre ne durcit pas exagérément à basse température et assure une étanchéité parfaite avec un serrage modéré. Elle a résolu tous les problèmes sur le porte-échantillon de mesure de réflexion et nous a permis quelques bonnes conditions de mesure sur le montage transmission entre cristaux : le problème principal de ce dernier étant essentiellement le démontage et l'extraction des monocristaux qui s'avérait impossible lorsque l'étanchéité était bonne sans fracture des échantillons.

3 - Réalisation des contacts.

Nous avons expérimenté quatre techniques différentes pour assurer un bon contact électrique avec les couches minces. Le point commun à ces méthodes est l'évaporation préalable d'une couche de Cr-Au sous le contact de façon à obtenir une bonne résistance mécanique.

a) Soudure à bas point de fusion : In ou Métal de WOOD

Cette méthode nécessite un échauffement du plot pour une bonne adhérence à la couche et a occasionné de nombreuses ruptures des films minces.

b) Laque argent :

Cette méthode plus facile à mettre en oeuvre que la précédente n'a pas donné non plus de bons résultats pour deux raisons :

- surface de contact insuffisante et arrachement des plots au refroidissement
- qualité du contact électrique défectueuse avec un "bruit" parasite important.

c) Thermocompression de fils d'Or :

C'est certainement la technique la plus fiable pour un bon contact électrique ; elle permet de travailler avec une grande précision à petite échelle, le fil mesurant 30 à 50 μ d'épaisseur.

Elle s'effectue sur une machine RIBER qui présente un creuset traversé par le fil à souder et parcouru par un courant de chauffage. Le creuset écrase alors le fil sur le plot avec une pression réglable. Le creuset remonte et le fil est coupé par un jet d'Hydrogène enflammé qui laisse une petite boule prête pour la soudure suivante.

Nous avons dû abandonner également cette méthode car la soudure se fait mal sur les monocristaux d'Alumine et surtout de Silicium qui évacuent trop vite la chaleur nécessaire à la fusion locale de l'Or. Pour y remédier en augmentant l'épaisseur des plots, nous avons alors créé une "marche" trop importante pour assurer une continuité correcte de la couche émettrice ou détectrice.

- Contacts mécaniques par pression :

Nous avons opté définitivement pour les contacts mécaniques par pression. L'usure des plots par ces derniers a été diminuée en adoucissant la pointe souple au moyen d'indium déposé au fer à souder. Des plots relativement peu épais suffisent pour donner un contact électrique sans perforation jusqu'au substrat. Le principal problème de ces contacts est le montage sur l'échantillon car il faut un positionnement très précis du cristal et du porte-contact et il importe de régler avec soin et de répartir équitablement la pression des contacts sur les couches.

4 - Montage cryogénique - Fig. 14.

L'enceinte autour du porte-échantillon est fermée par un calorimètre en acier inoxydable fixé à la bride maîtresse par une couronne de 16 boulons avec joint d'étanchéité en indium. Le serrage est assuré sur une contre-bride en acier afin d'éviter des déformations de la bride en cuivre. Trois tubes en acier inoxydable de gros diamètre assurent le pompage et le passage des câbles coaxiaux. Le tube central sert au pompage de la chambre de mise en pression sur la face réflexion du monocristal. Il comporte selon son axe un capillaire de 2 mm de diamètre pour la mise sous He_4 ou He_3 de la chambre. Un des tubes latéraux sert au maintien sous vide de l'enceinte autour du porte-échantillon. Les quatre câbles coaxiaux passent à travers le 3ème tube et sont thermalisés sur la bride maîtresse par une tresse de cuivre. Plusieurs tentatives pour passer directement ces câbles à travers le bain d'Hélium se sont soldées par des échecs car les parois en acier inoxydable de ces câbles coaxiaux se sont révélées poreuses à l'Hélium.

L'ensemble des trois tubes passe à travers une bride supérieure et plonge dans un cryostat Hélium classique de gros diamètre. Il s'agit d'un cryostat double-bain précédemment utilisé dans des mesures d'effet tunnel et dont nous avons supprimé le bain intérieur.

La tête du montage comporte les raccordements aux diverses canalisations de pompage et de mise en pression. Le vide dans l'enceinte extérieure du porte-échantillon est contrôlé par une jauge

MONTAGE CRYOGENIQUE

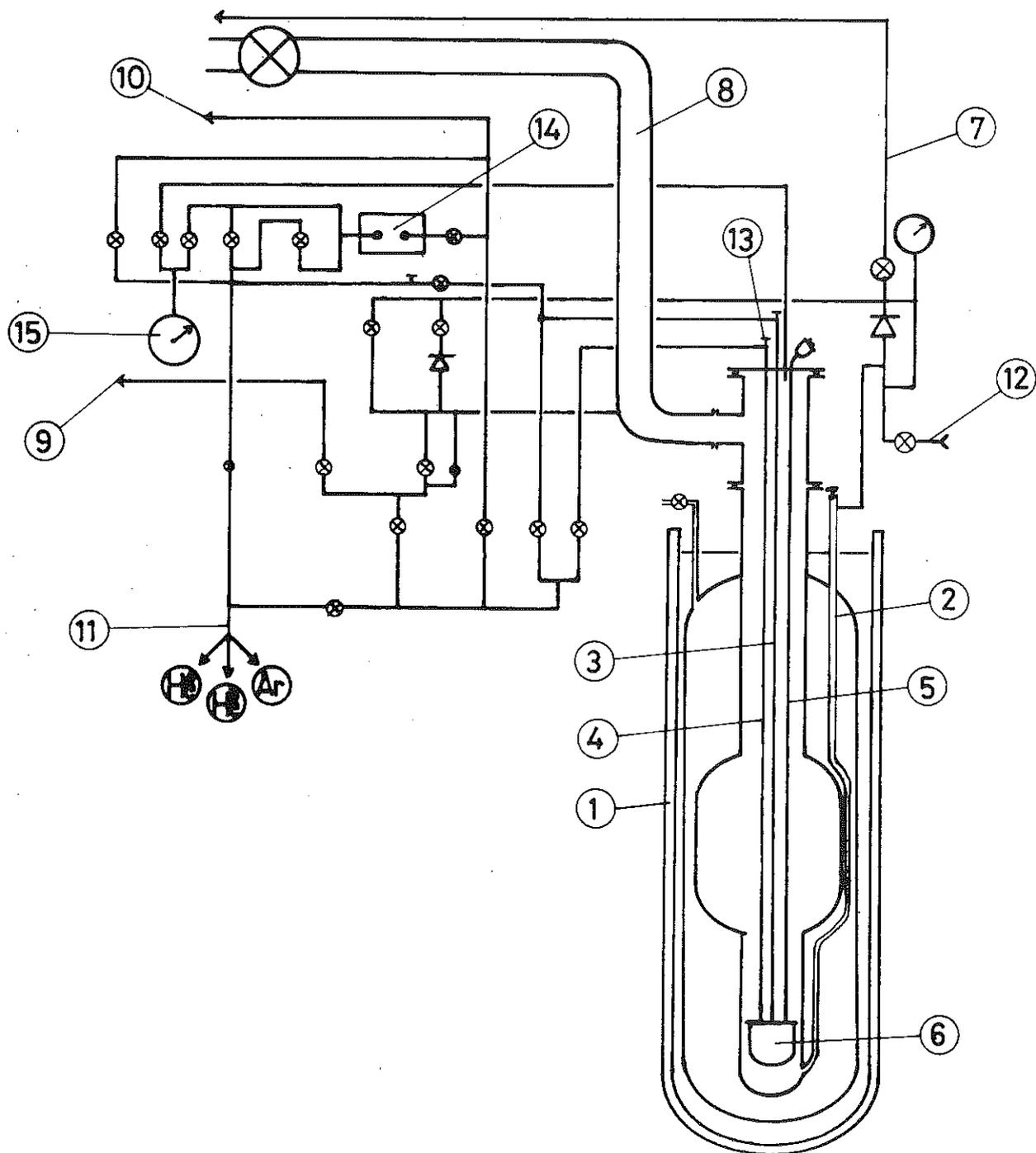


Fig.14

MONTAGE CRYOGENIQUE - NOMENCLATURE

- (1) Cryostat
- (2) Tube de siphonage
- (3) Pompage sur face réflexion
- (4) Pompage calorimètre
- (5) Passage câbles coaxiaux
- (6) Calorimètre
- (7) Récupération d'Hélium
- (8) Pompage bain hélium (fort)
- (9) Pompage bain hélium (fin)
- (10) Pompage air
- (11) Entrées de gaz
- (12) Remise sous air
- (13) Jauges de pression à thermocouple
- (14) Jauge Texas Instruments
- (15) Manomètre bain.

Médiovac. Sur le tube de mise en pression, nous utilisons une jauge Médiovac pour les faibles pressions et une jauge à tube de bourdon TEXAS Instruments, pour les pressions les plus élevées ; pour les très faibles pressions, une chambre de faible volume et de pression contrôlée permet d'injecter des quantités déterminées de gaz sur le monocristal.

IV - MONTAGE ELECTRONIQUE - FIG. 15

Il comprend 2 parties fondamentales, le circuit émetteur et le circuit détecteur.

1 - Circuit émetteur.

Il comprend essentiellement un générateur d'impulsions HEWLETT PACKARD délivrant des impulsions de durée variable à partir de 50 ns et d'amplitude 0 à 50 V. Le signal est envoyé à travers un atténuateur calibré et une ligne adaptée à 50 Ω sur l'émetteur. Le signal émis est contrôlé par un oscilloscope à deux voies, l'autre voie étant réservée au contrôle du signal détecté.

Nous avons travaillé typiquement avec des impulsions de largeur 100 ns, d'amplitude entre 2 et 30 V et de fréquence de répétition comprise entre 600 Hz et 1 kHz.

Malgré un temps de montée relativement lent (10 ns) dans le circuit détecteur, l'impulsion émise induit un signal parasite important, que nous avons réduit par un écrantage en cuivre entre les pointes des contacts.

Avec un circuit adapté sur 50 Ω , l'émetteur devrait dans un cas idéal faire 50 Ω pour réaliser le meilleur transfert de puissance sans déformation du signal. En fait, le coefficient de réflexion ρ du signal sur l'émetteur d'impédance Z_E intervient au carré dans la transmission de l'énergie de l'impulsion dans l'émetteur. Or

$$\rho^2 = \left[\frac{Z_E - Z_0}{Z_E + Z_0} \right]^2$$

MONTAGE ELECTRONIQUE

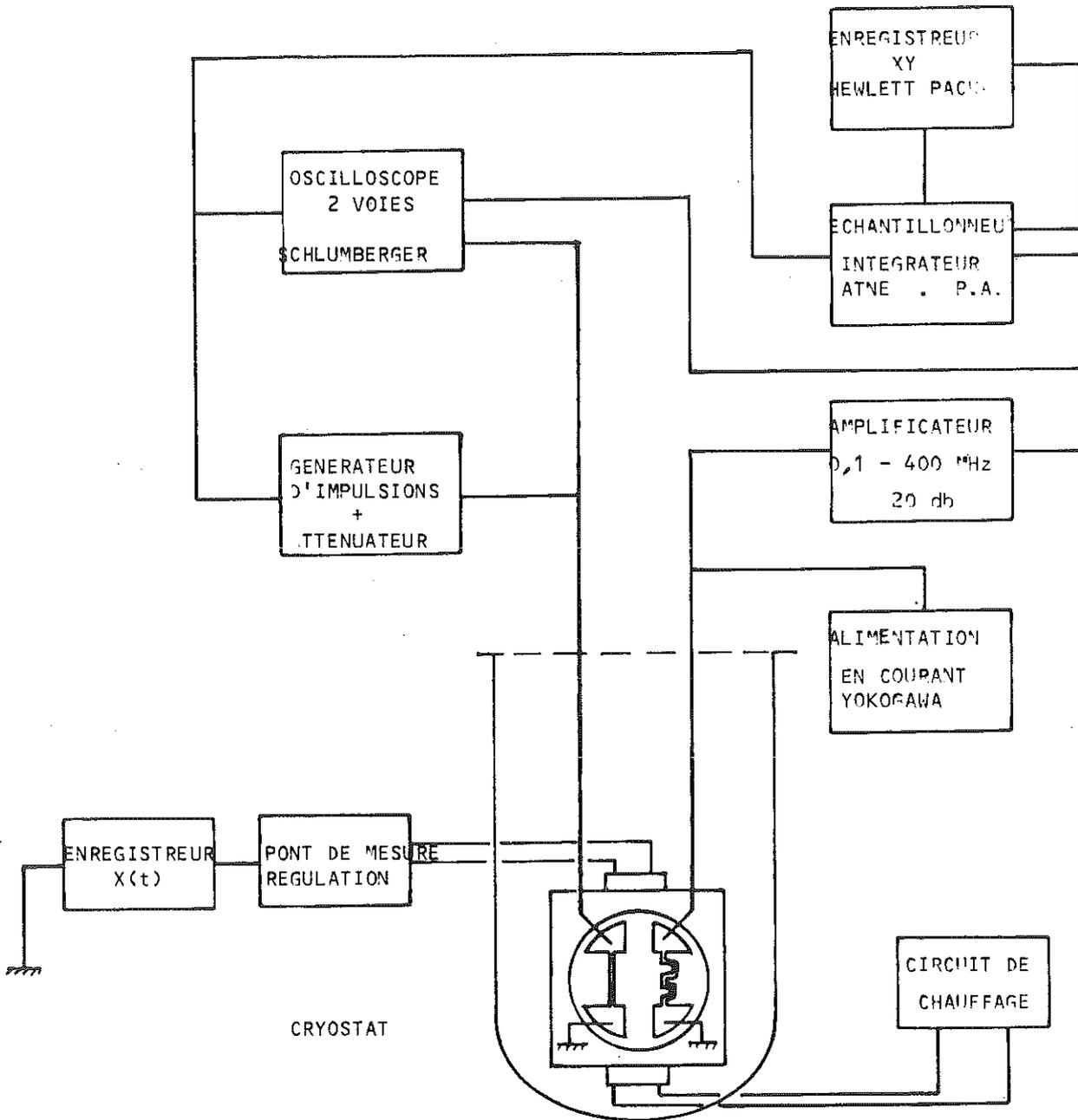


Fig.15

donc si l'on tolère une désadaptation de 10% sur l'énergie, Z_E peut être compris entre 25 et 100 Ω . Dans la plupart des cas, notre émetteur d'or avait une impédance voisine de 30 à 35 Ω .

2 - Le circuit détecteur.

Il comprend le détecteur lui-même, le circuit de polarisation du bolomètre détecteur, le circuit de mesure du signal détecté.

a) Le détecteur :

C'est un bolomètre supraconducteur dont on utilise la forte variation de résistivité en fonction de la température dans la transition normal-supraconducteur. Nous nous sommes efforcés d'avoir une impédance résiduelle à l'état normal à 4,2 K aussi élevée que possible de façon à pouvoir travailler en impédance adaptée à 50 Ω sur le circuit détection. Les transitions obtenues sont représentées figure 16.

Schéma électrique équivalent d'un bolomètre (21), (22) :

Nous pouvons définir un coefficient de température

$$\chi = R^{-1} \left(\frac{dR}{dT} \right)$$

où R est la résistance électrique à une température T, pour exprimer la propriété physique liant étroitement la résistance à la température. Dans le cas d'un supraconducteur R est proportionnel à T, donc $\chi = \frac{1}{T}$.

Une augmentation de température de ΔT entraîne un changement de résistance $\Delta R = \chi R \Delta T$. Dans le cas d'un bolomètre supraconducteur où le courant de polarisation a aussi une influence sur la courbe R(T), nous pouvons généraliser la relation ci-dessus pour écrire :

$$\Delta R = \left(\frac{\partial R}{\partial T} \right) \Delta T + \left(\frac{\partial R}{\partial i} \right) \Delta i$$

L'équation déterminant la réponse thermique d'un bolomètre à une

BOLOMETRES

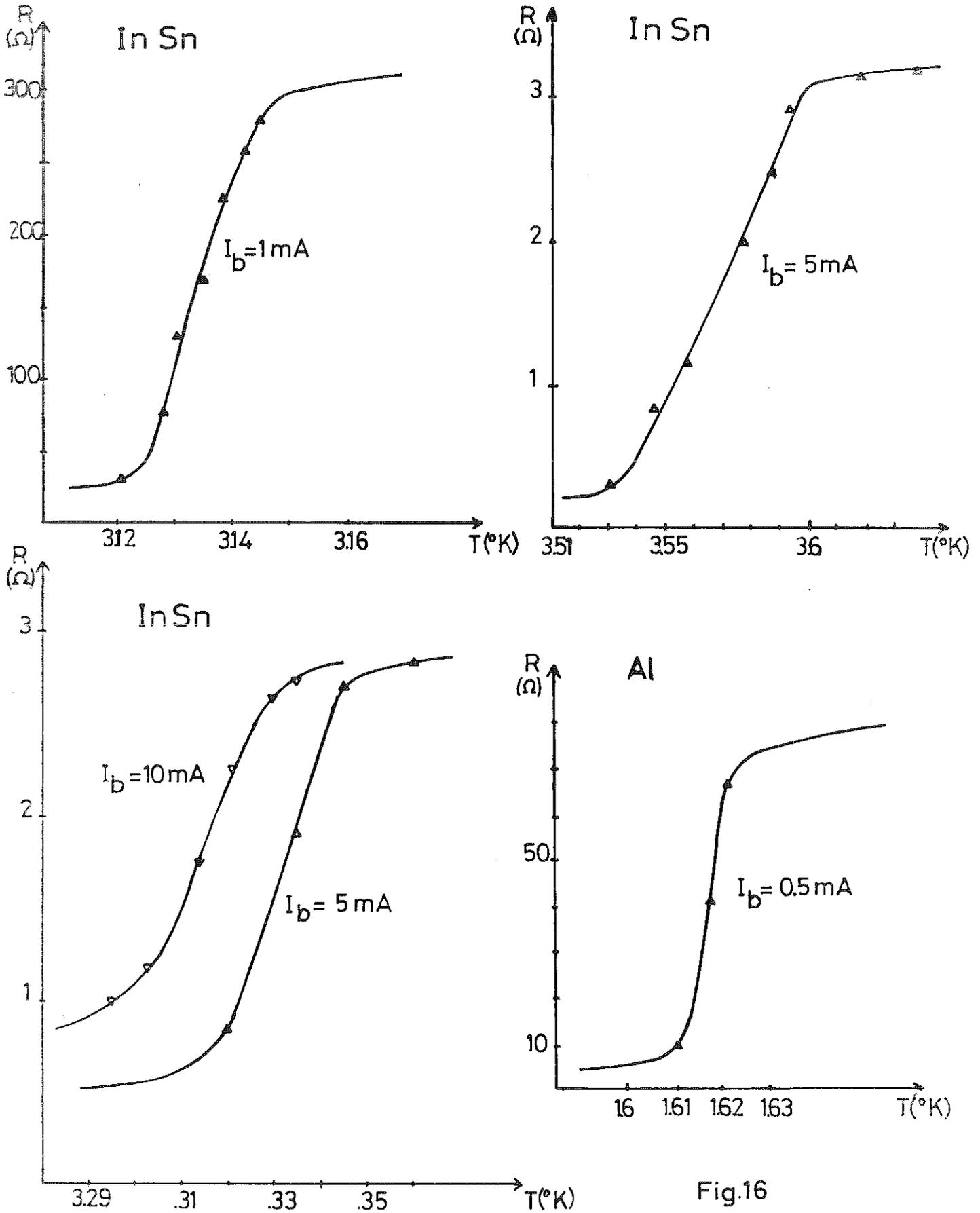


Fig.16

impulsion de chaleur incidente est :

$$C \left(\frac{dT}{dt} \right) + G(T - T_B) = i^2 R + a \left(\frac{dQ}{dt} \right) + \Delta(vi)$$

où C est la capacité thermique de l'élément

T est sa température

G est la conductance de Kapitza

T_B est la température du substrat

i est le courant dans le bolomètre

R est sa résistance électrique

a est un coefficient d'absorption de la surface du bolomètre

v est la tension à ses bornes.

En l'absence d'impulsion de chaleur,

$$G(T - T_B) = i^2 R$$

soit $T = T_S = T_B + \frac{i^2 R}{G}$

Si maintenant nous considérons une variation ΔT à partir de cette température d'équilibre T_S , nous obtenons

$$C \left[d \left(\frac{\Delta T}{dt} \right) \right] + G \Delta T = a \left(\frac{dQ}{dt} \right) + \Delta(vi)$$

Introduisant les équations :

$$\Delta v = i \Delta R + R \Delta i$$

et $\Delta R = \chi R \Delta T + \psi R \Delta i$

avec $\chi = R^{-1} \left(\frac{\partial R}{\partial T} \right)$ et $\psi = R^{-1} \left(\frac{\partial R}{\partial i} \right)$

L'équation ci-dessus devient :

$$C \left[d \left(\frac{\Delta T}{dt} \right) \right] + (G - \chi P) \Delta T = a \frac{dQ}{dt} + (\psi P + 2v) \Delta i \text{ où } P = Ri^2$$

Si nous prenons une notation complexe

$$\Delta T = \Delta T \exp. (j\omega t)$$

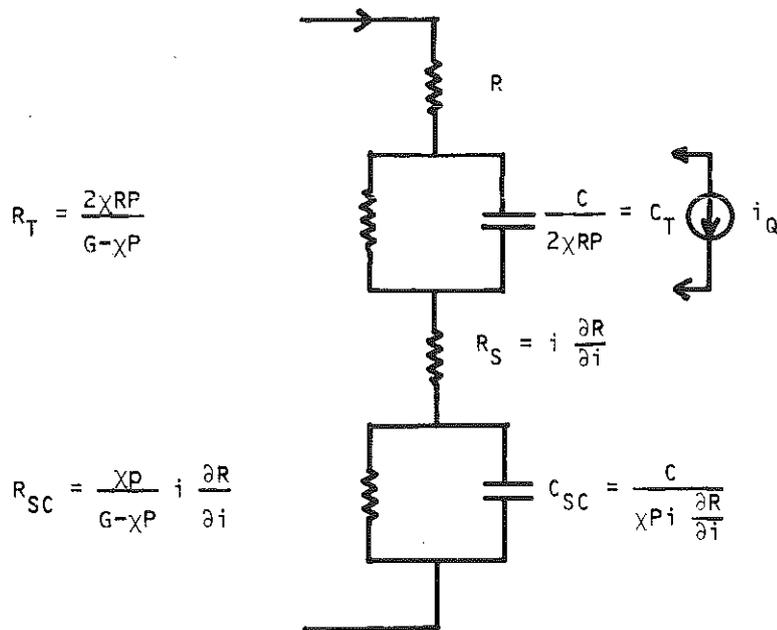
Nous obtenons :

$$(Cj\omega + G - \chi P) \Delta T = (\psi P + 2v) \Delta i + a \frac{dQ}{dt}$$

Eliminant ΔT en fonction de Δi et Δv nous obtenons, en posant $\frac{dQ}{dt} = 0$

$$Z(\omega) = R \left(\frac{G + \chi P + j\omega C}{G - \chi P + j\omega C} \right) + i \frac{\partial R}{\partial i} \left(\frac{G + j\omega C}{G - \chi P + j\omega C} \right)$$

Nous pouvons maintenant décrire le schéma équivalent du bolomètre, avec les valeurs indiquées pour les éléments.



La partie supérieure est représentative des effets thermiques et la partie inférieure des effets supraconducteurs.

Pour faire apparaître l'action d'une source de rayonnement sur le circuit électrique ci-dessus, il convient de rajouter un générateur de courant en parallèle sur R_T et C_T .

b) Circuit de polarisation :

Nous avons utilisé une alimentation régulée en courant YOKOGAWA. Un filtre passe-bas placé à l'entrée évite que le signal détecté passe dans l'alimentation.

Lorsqu'une impulsion de chaleur chauffe un bolomètre de ΔT entraînant une variation de résistance ΔR_b , la tension ΔV récupérée aux bornes est $\Delta V = I_o \Delta Z$ où Z est l'impédance équivalente au système $[R_b, Z_o]$, I_o courant de polarisation et Z_o impédance caractéristique de la ligne (50 Ω).

$$Z = \frac{R_b \cdot Z_o}{R_b + Z_o} \quad \text{d'où} \quad \Delta Z = \frac{Z_o^2}{(R_b + Z_o)^2} \Delta R_b$$

Avec la plupart des bolomètres utilisés $R_b \approx \frac{Z_o}{10}$ d'où $\Delta Z \approx \Delta R_b$, donc finalement

$$\Delta V = I_o \left(\frac{dR}{dT} \right) \frac{1}{R_o} \times \Delta T$$

Le signal détecté est proportionnel au courant de polarisation et à la pente de la transition du bolomètre.

Nous avons déjà vu l'inconvénient de travailler avec des bolomètres ayant un $\left(\frac{dR}{dT}\right)$ très élevé parce que R étant limité à la résistive du bolomètre à l'état normal, c'est l'écart de température $\Delta T \Big|_S^N$ qui devient très faible et l'arrivée du flux de chaleur peut le rendre normal.

D'autre part, une augmentation du courant de polarisation amène un déplacement de la température moyenne de transition, un élargissement de la transition. Nous avons travaillé avec des courants de polarisation entre 0,5 mA et 5 mA.

c) Circuit de mesure :

Le signal venant du bolomètre traverse un amplificateur de gain 10 et de bande passante 0,1 - 400 MHz. La fréquence de coupure basse permet d'obtenir les pics de phonons avec une meilleure définition en éliminant le fond continu de phonons basse fréquence. A la sortie de l'amplificateur, il est contrôlé sur l'oscilloscope à deux voies, et envoyé sur un échantillonneur intégrateur qui a pour fonction d'extraire le signal du bruit. Nous avons d'abord utilisé un appareil ATNE mais très vite ses médiocres qualités de rapport Signal/Bruit et la fragilité de son électronique nous ont conduit à utiliser un boxcar P.A.R. dont le rapport S/B est donné par une relation liant la durée de la porte à la constante de temps d'intégration. Pour cela, une porte de largeur réglable (5 ns) synchronisée par l'impulsion du générateur, explore le temps suivant l'impulsion dans une gamme typique de 0 à 10 μ s, en échantillonnant le signal détecté. Compte-tenu de la fréquence de répétition du phénomène : 1 kHz environ, de la durée d'exploration de la porte : 3 minutes environ il est possible avec une constante de temps de l'amplificateur moyenneur de sortie de 0,1 sec. d'obtenir un rapport Signal/Bruit = 20.

Le signal ainsi mesuré est envoyé sur l'entrée Y d'un enregistreur XY HEWLETT PACKARD dont l'entrée X est commandée par la rampe de balayage de la porte.

d) Régulation de température :

La régulation en température est commandée par un pont de mesure du type couramment utilisé dans le Laboratoire. Une mesure de température est effectuée sur le bloc porte-échantillon par une résistance 47 Ω Allen Bradley 1/10 Watts. Très vite, il est apparu au cours des mesures que l'amplitude du signal détecté dépend étroitement du point de fonctionnement du bolomètre et que la résistance de mesure est trop découplée du bolomètre pour lui assurer une stabilité thermique suffisante aussi nous avons utilisé comme point de régulation un point de polarisation choisi sur la caractéristique de transition normal-

supraconducteur. Ce point déterminé en appliquant une tension réglable à l'entrée d'un amplificateur différentiel par rapport à la tension disponible sur le bolomètre, tension due au courant de polarisation, commande directement le courant de chauffage à travers le tiroir de régulation.

La constante de temps de la régulation étant très supérieure au temps de relaxation du bolomètre, ce système n'introduit pas de perturbation sur le signal détecté et nous permet pour chaque condition de mesure, un réglage optimum du point de fonctionnement du bolomètre. Nous avons pu également grâce à ce système attendre après chaque introduction de gaz chaud le retour à l'équilibre thermique du bolomètre.

C H A P I T R E I I I

RESULTATS EXPERIMENTAUX

I - TRANSMISSION DIRECTE SUR ALUMINE

Dans un premier temps, nous présentons les résultats obtenus par transmission directe à travers un cristal d'Alumine d'axe C ou d'axe quelconque, fig. 17.

Les échantillons de diamètre 15 mm ont une longueur de 9 mm ou de 15 mm selon le cas. Le signal électromagnétique parasite induit dans les fils de contact sert de référence de temps pour le pulse de départ. Chaque pic correspond à un mode de propagation différent des phonons balistiques : mode longitudinal, transverse rapide, transverse lent. Nous avons pu constater que la direction C a ses deux modes de propagation transverses dégénérés.

Les différences d'amplitude sont dues à la "réfraction conique interne" ou "self focussing". Cet effet est lié directement à l'anisotropie du cristal.

Les courbes ont été obtenues avec divers types de bolomètres. Nous donnons 3 courbes typiques obtenues respectivement avec un bolomètre d'Etain, un bolomètre d'Aluminium et un bolomètre de Niobium. Les bolomètres d'Etain et de Niobium étaient très performants et se caractérisaient par des temps de montée de quelques ns.

Les vitesses de propagation le long de l'axe C, déduites de ces courbes, sont 10,8 km/s pour le mode longitudinal et 6,6 km/s pour

DETECTION DE PHONONS SUR Al_2O_3

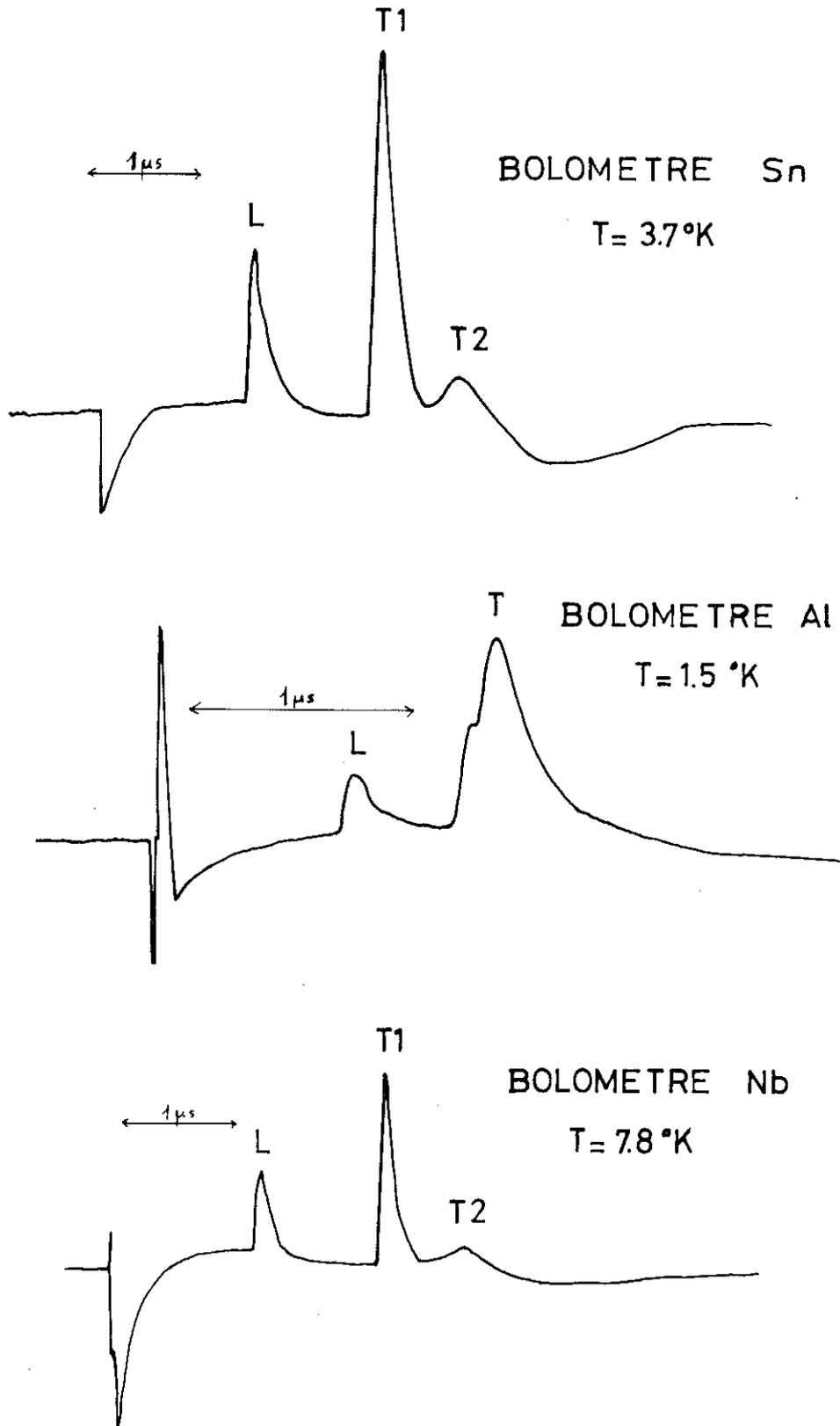


Fig. 17

Le mode transverse. Elles sont en bon accord avec celles données par PANNETIER (23).

Remarque : Il est à noter que le cristal d'Alumine de 15 mm présentait en son milieu une fracture transversale sur 60% de sa section. Ceci ne semblait pas affecter la propagation des phonons balistiques.

II - REFLEXION SUR UN INTERFACE SOLIDE-HELIUM

1 - Réflexion sur un interface alumine-Hélium - Fig. 18.

Suite à nos expériences en transmission directe, nous avons entrepris de faire nos mesures en réflexion sur des cristaux d'alumine d'axe C ou d'axe perpendiculaire à C, de longueur 10 mm et diamètre 15 mm. Les nouveaux porte-échantillons posèrent alors des problèmes techniques de contact thermique qui entraînèrent des difficultés de régulation. De plus, l'état de polissage des surfaces, nettement moins bon que celui des cristaux de silicium fut probablement la cause d'un fond continu de pics parasites sur les enregistrements, pics qui rendirent le dépouillement et l'étude des amplitudes très délicats. Ajoutons à cela une forte limitation du libre parcours moyen due à l'effet isotopique, aux impuretés, défauts et dislocations dans l'alumine.

Les divers pics longitudinaux et transverses furent identifiés par comparaison avec les temps de propagation donnés par les expériences précédentes. Il est apparu en outre des pics supplémentaires dits modes de conversion dont les temps de vol correspondaient à un aller-retour aux vitesses des deux modes L puis T, ou T puis L successivement. Enfin, l'utilisation de bolomètres très sensibles en étain et niobium s'est avérée impossible à cause de la présence d'un énorme pic de phonons directs, dits phonons de surface, ou de phonons ayant subi une ou plusieurs diffractions à l'intérieur du cristal, et renvoyés sur le bolomètre avant d'avoir atteint les faces opposées. Ce pic saturait le bolomètre et l'échauffement produit l'empêchait de détecter les phonons balistiques réfléchis. Nous avons alors mis au point la réalisation de bolomètres en In-Sn et en aluminium granulaire, de sensibilité plus faible que celle

REFLEXION DE PHONONS

MONOCRISTAL Al_2O_3 AXE \perp C

T = 34 °K

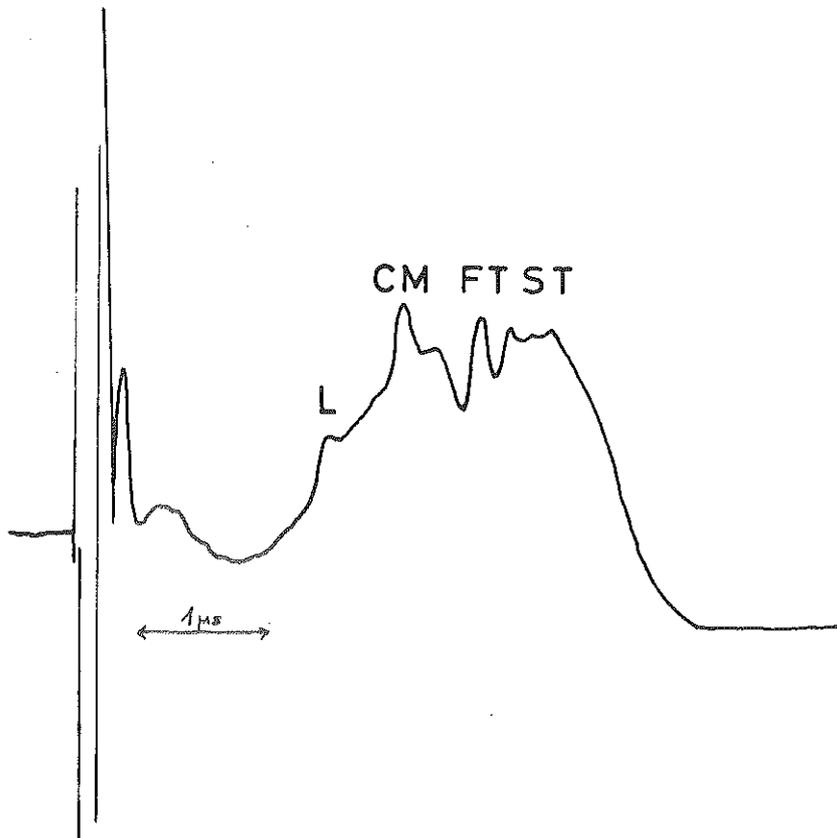


Fig.18

obtenue avec des métaux purs mais mieux adaptés à la détection de signaux réfléchis.

2 - Réflexion sur un interface Silicium-Hélium - Fig. 19.

Nos mesures de réflectivité en présence d'Hélium ont été effectuées sur des monocristaux de Silicium de \emptyset 15 mm et de longueur 10 mm, d'orientation [1,0,0].

Selon HUET (3), la propagation dans la direction [1,0,0] dans un cristal possédant la maille de la blende donne une amplitude de phonons longitudinaux très réduite par rapport à celle des phonons transverses. Nous avons constaté ce résultat sur les courbes de mesure de réflectivité sur une surface propre.

Cependant, nous avons noté la présence d'un pic provenant d'un mode de conversion de type $L \rightarrow L + T$ ou $T \rightarrow T + L$. Ce pic s'accroît lorsque l'angle d'incidence augmente (24). Il faut mentionner également le pic direct dont nous avons parlé dans le paragraphe précédent.

Tous ces pics très distincts sont superposés à un fond continu de phonons provenant de réflexions multiples ou de diffusions à l'intérieur même du cristal et ayant parcouru des distances plus ou moins grandes.

A partir de ces résultats expérimentaux, nous avons défini un coefficient de réflexion selon l'amplitude des pics. Afin de comparer des résultats obtenus dans diverses conditions d'émissions et de détection, nous avons considéré $R = 1$ pour une réflexion sur une surface soumise à un vide aussi bon que possible. Nous avons ainsi normé tous nos résultats.

3 - Réflexion sur interface Silicium-⁴He et Silicium-³He.

La figure 20 représente la variation du coefficient de réflectivité du mode transverse lorsqu'on fait varier la pression d'⁴He sur la face réfléchissante depuis le vide jusqu'à la pression de vapeur saturante. Les mêmes mesures ont été effectuées avec l'³He dans des

SIGNAL DE PHONONS REFLECHIS

- 1 : sur surface propre
- 2.7 : sur films d'He
- 8 : sur He liquide

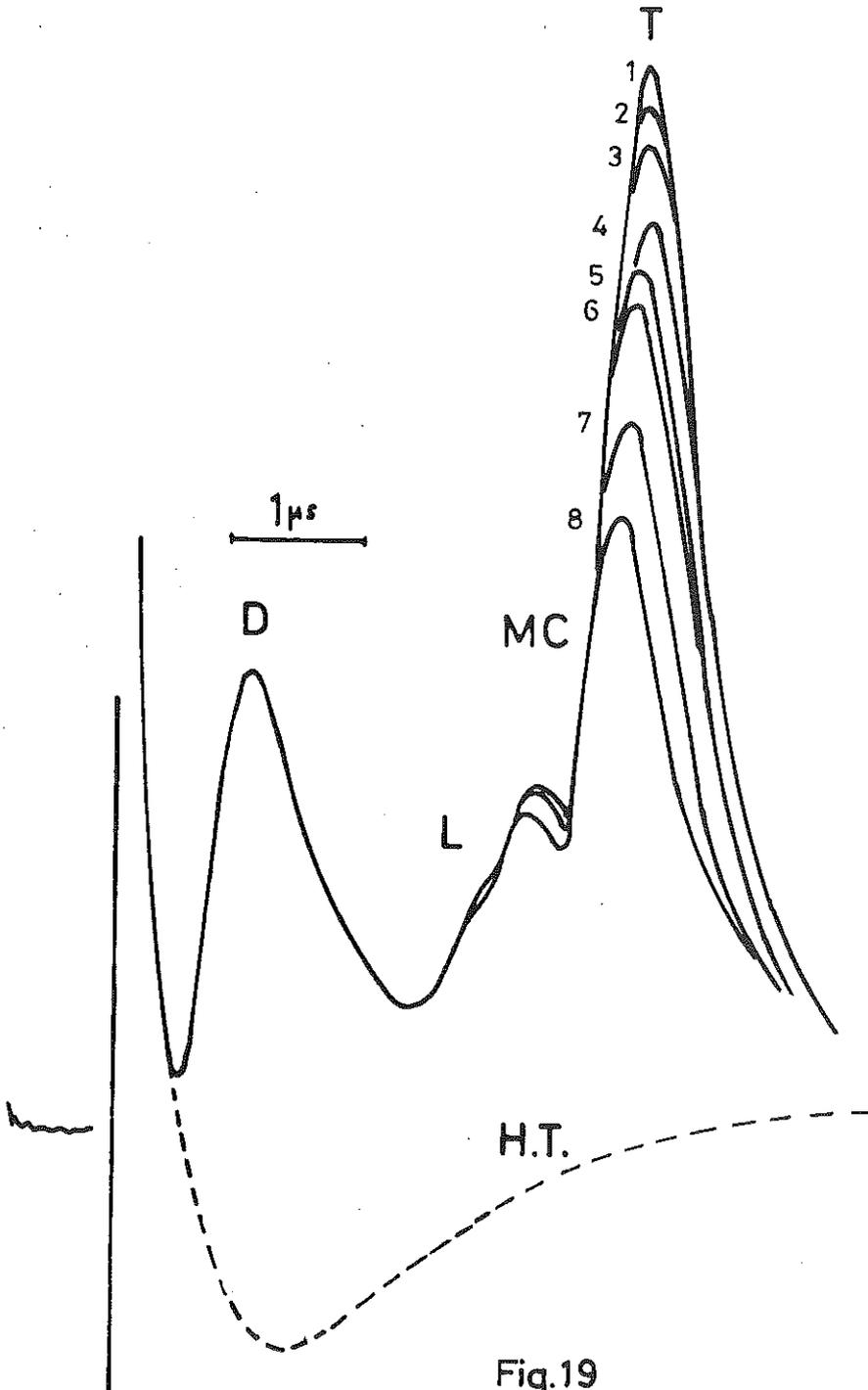


Fig.19

REFLEXION sur un interface Si-He

Comparaison He³-He⁴

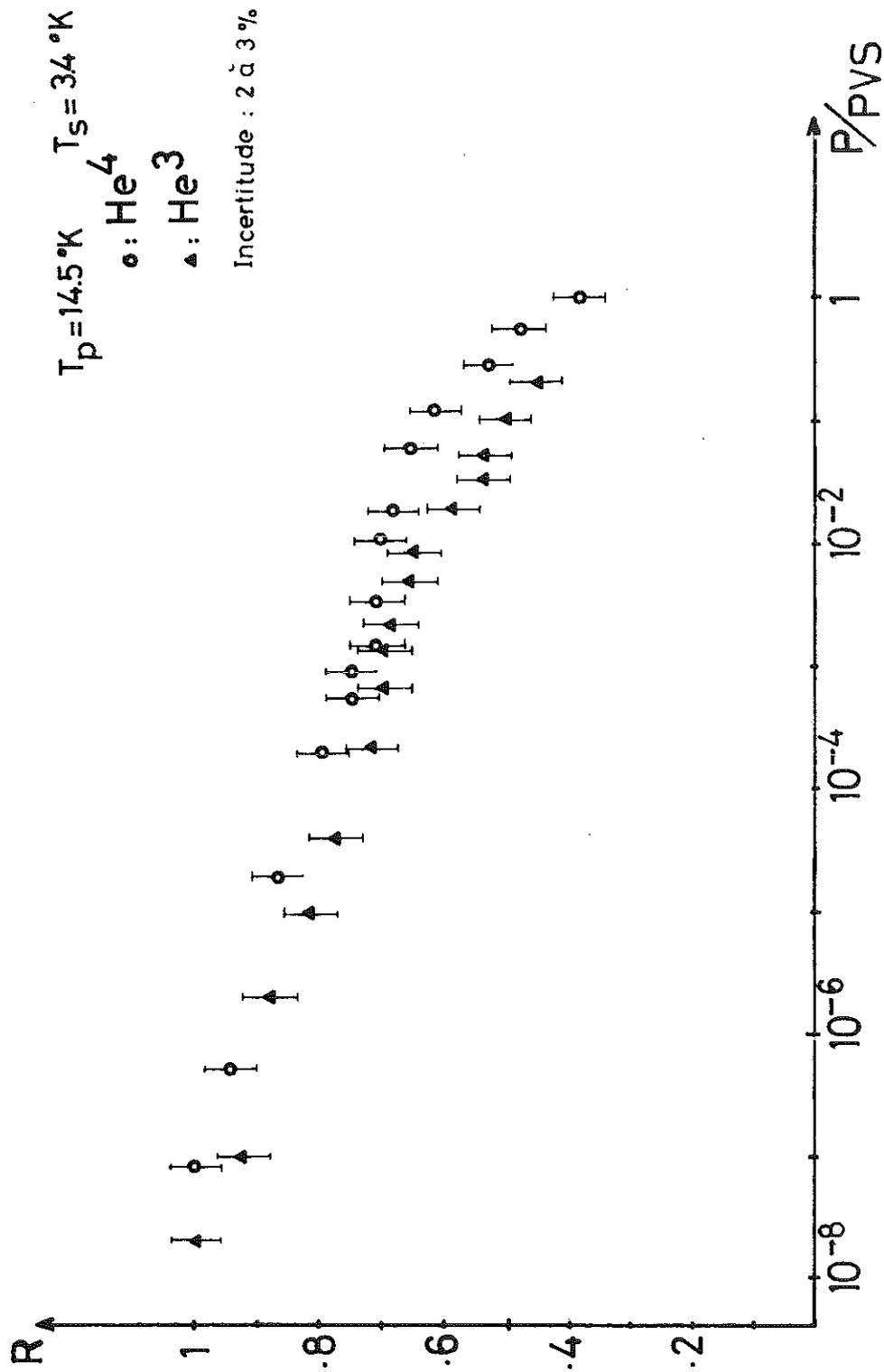


Fig. 20

conditions très proches, c'est-à-dire avec le même cristal, le même détecteur sans démontage ni remise sous air mais simplement dégazage à chaud de l'⁴He pendant deux jours. La tension sur l'émetteur était de 14 V pour une impédance de 30 Ω, ce qui nous donne une "température" de phonons de 14,5°K, dans l'hypothèse du corps noir. Nous avons porté les valeurs de la pression de gaz en coordonnées réduites par rapport à la pression de vapeur saturante. Les mesures des pressions les plus basses sont peu précisées en raison des erreurs cumulatives que l'on fait sur la mesure de la pression, l'étalonnage de la jauge, les corrections thermomoléculaires et l'équilibre du système en régime de cryopompage.

Nos résultats sur l'⁴He peuvent être comparés à ceux obtenus par GUO et MARIS (25). Les ordres de grandeur des coefficients de réflexion sont les mêmes avec des valeurs décroissant jusqu'à 0,5 environ au voisinage de la P.V.S. Nous avons constaté la présence systématique d'un plateau ou du moins d'un net changement de pente vers 10^{-3} - 10^{-2} . MARIS signale plusieurs plateaux sur toute la gamme de pression mais n'écarte pas l'hypothèse de dérives thermiques pour les expliquer.

Le comportement au voisinage de la pression de vapeur saturante est notablement différent de celui montré par MARIS dont les courbes se terminent par une partie plate alors que nous avons noté une nette décroissance de R dans cette zone.

Comme nous l'avons expliqué ci-dessus nous n'avons pas de résultats sur les modes longitudinaux à cause de l'orientation du cristal.

La variation du coefficient de réflexion des modes de conversion est similaire à celle relevée par MARIS mais la précision des résultats est relativement faible et on ne peut tirer de conclusions nettes.

Les mesures effectuées avec l'³He montrent une variation similaire du coefficient de réflexion mais les valeurs sont toujours légèrement inférieures à celles obtenues avec l'⁴He. Pour comparer les courbes ³He, ⁴He, nous avons travaillé en pression réduite P/pvs, la PVS de l'³He à 3,4°K ayant été obtenue par extrapolation des valeurs

REFLEXION sur un interface Si-He⁴

NOUS	MARIS
$T_p = 7^\circ\text{K}$	$T_p = 6.8^\circ\text{K}$
$\circ: T_s = 3.4^\circ\text{K}$	$\circ: T_s = 3.35^\circ\text{K}$
$\blacktriangle: T_s = 1.6^\circ\text{K}$	$\blacktriangle: T_s = 1.85^\circ\text{K}$

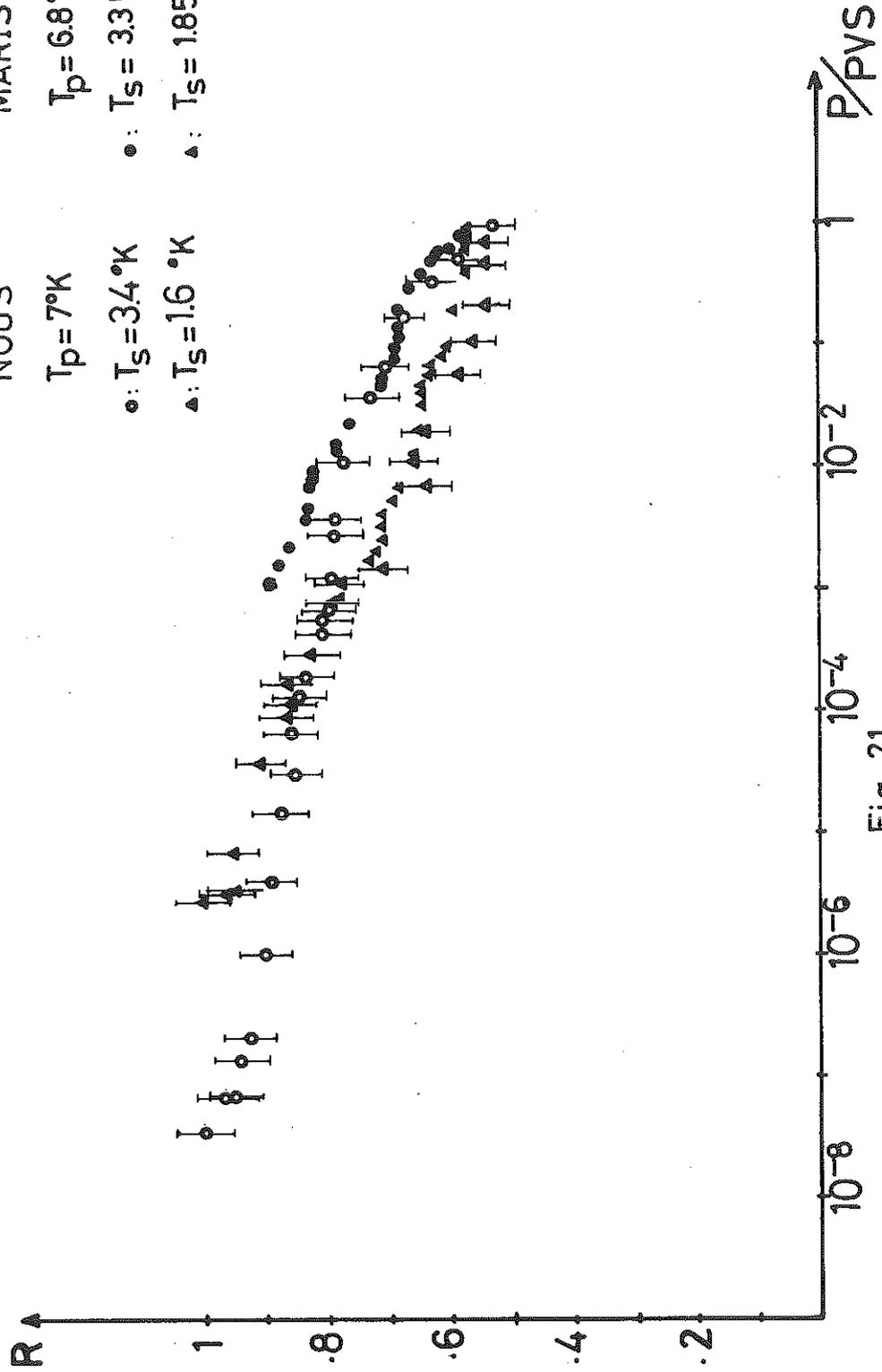


Fig. 21

REFLEXION sur un interface Si-He³

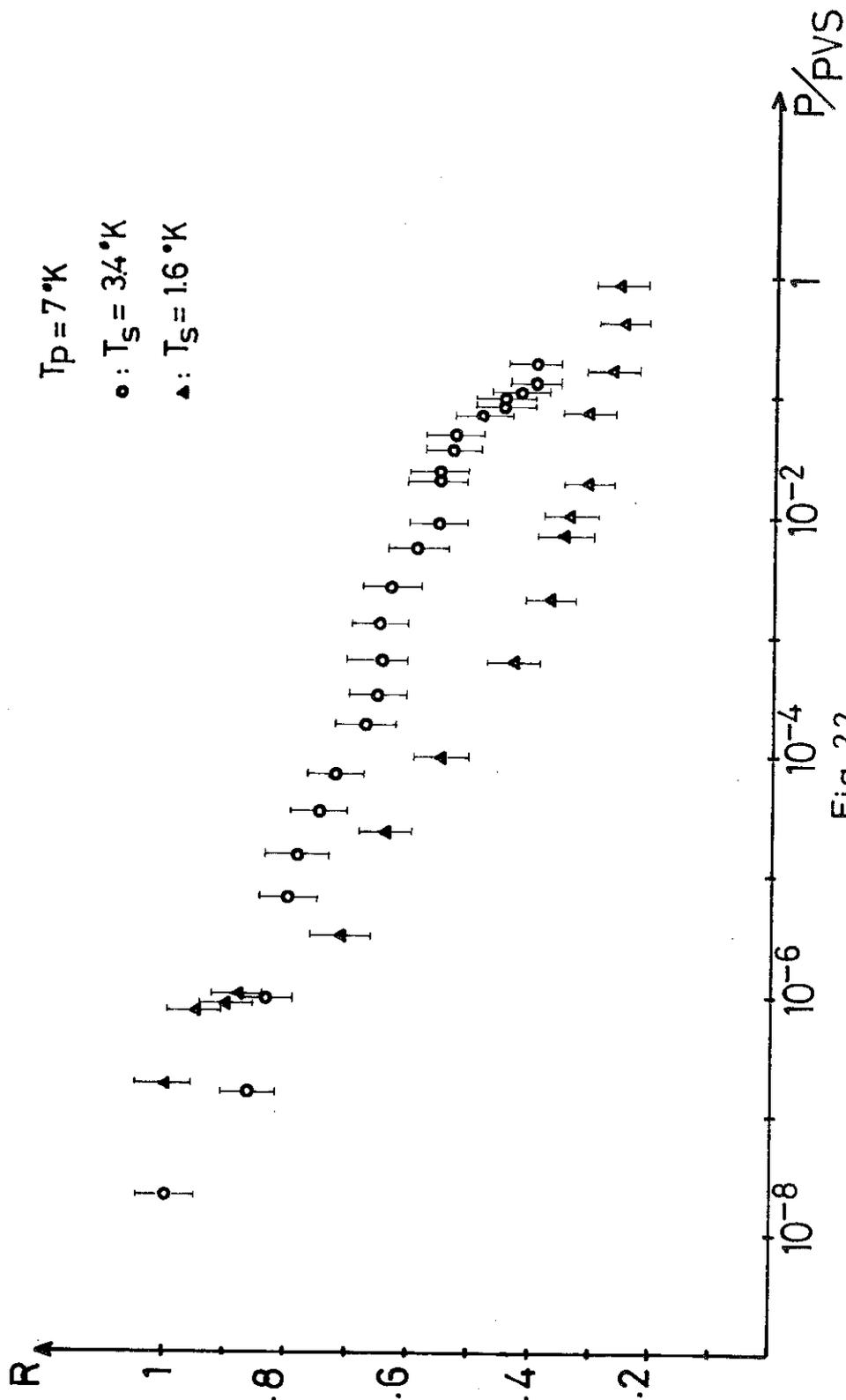


Fig. 22

REFLEXION
VARIATION DE LA PUISSANCE EMISE
He⁴ T_S = 34°K

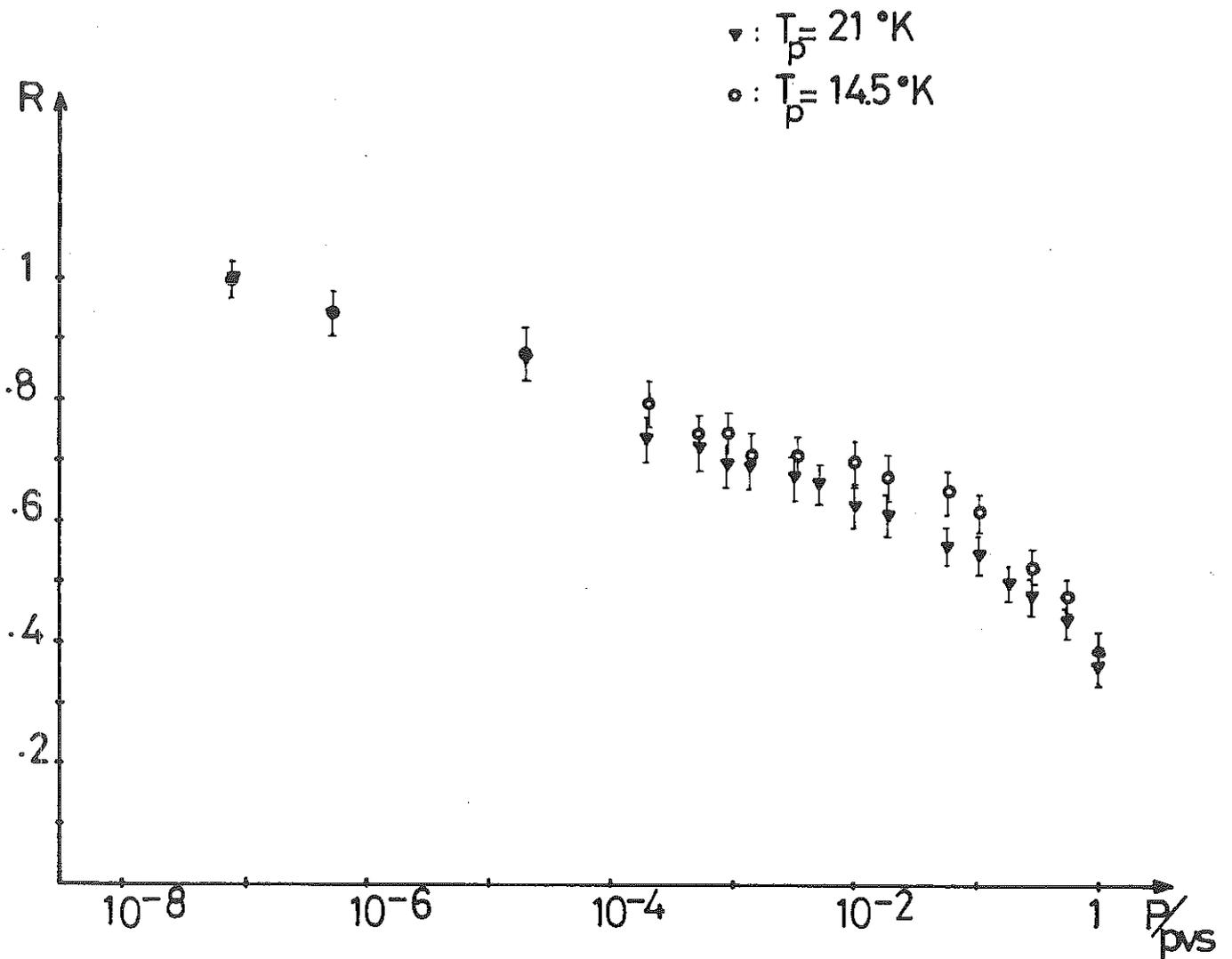


Fig. 23

REFLEXION

VARIATION DE LA PUISSANCE EMISE

He³ T_S = 34°K

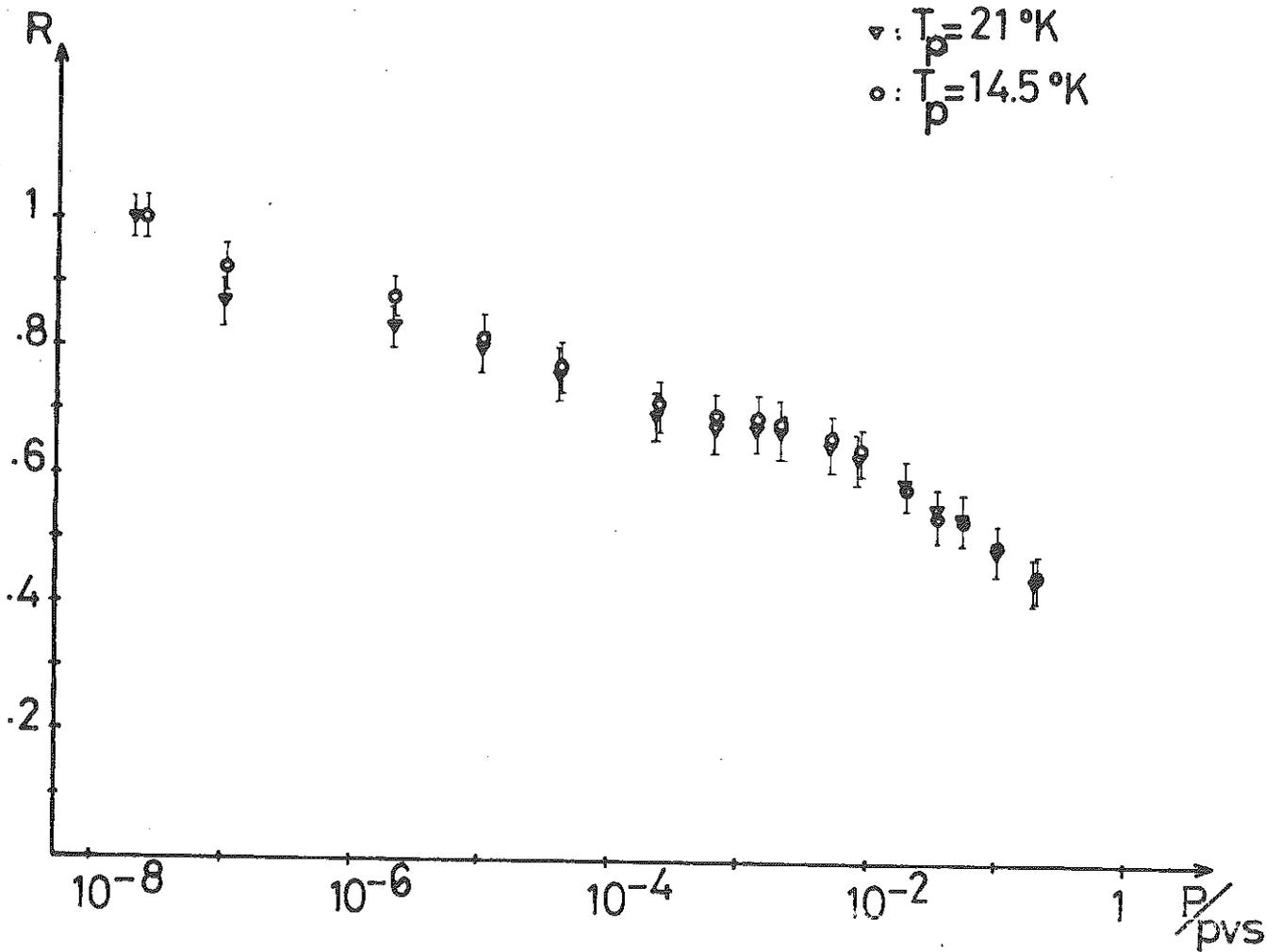


Fig. 24

données par les tables jusqu'à 3,2°K, Fig. 21 et 22.

Variation avec la puissance ($^4\text{He} - ^3\text{He}$) - Fig. 23 et 24 :

Nous avons fait varier la tension sur l'émetteur dans une plage telle que nous avons pu explorer le comportement des courbes de réflexion dans la gamme 7 - 20°K. Nous avons constaté une très légère décroissance du coefficient de réflectivité avec l'augmentation d'énergie émise correspondant à une élévation de fréquence des phonons majoritaires de 400 à 1200 GHz.

4 - Réflexion sur un interface Si - ^4He et Si - ^3He à 1,6°K - Variation avec la puissance émise - Fig. 25-26.

Nous avons porté en pression réduite les courbes de réflexion pour l' ^4He et l' ^3He à 1,6°K pour des températures d'émission de 7°K. L'allure générale de la courbe ^4He correspond à celle que nous avons précédemment à 3,4°K. Pour P = PVS, nous sommes en bon accord avec les résultats de MARIS puisque le coefficient de réflexion ne décroît plus pour les derniers points de mesure.

En ce qui concerne l' ^3He , nous avons constaté une descente brutale aux basses pressions, puis, comme pour l' ^4He , un plateau à la PVS. Par contre, le coefficient de réflexion à la PVS est de l'ordre de 0,25, valeur assez surprenante en égard les 0,5 que nous obtenons systématiquement dans les autres cas de figure.

Pour des raisons purement techniques, notre variation de puissance à 1,6°K s'est faite dans une gamme nettement plus réduite puisque nous avons exploré la plage 4-10°K. Nous n'avons pas noté d'écart très significatifs sur l'ensemble des courbes.

5 - Réflexion en présence d'Argon à 3,4°K - Fig. 27.

Nous avons réalisé l'expérience en trois étapes. Dans un premier temps, nous avons enregistré la courbe de réflectivité à puissance donnée (T = 7°K). Puis, nous avons laissé réchauffer le montage en repompant jusqu'à ce que tout l'hélium adsorbé soit parfaitement

REFLEXION

VARIATION DE LA PUISSANCE EMISE

He³ T_S = 1.6 °K

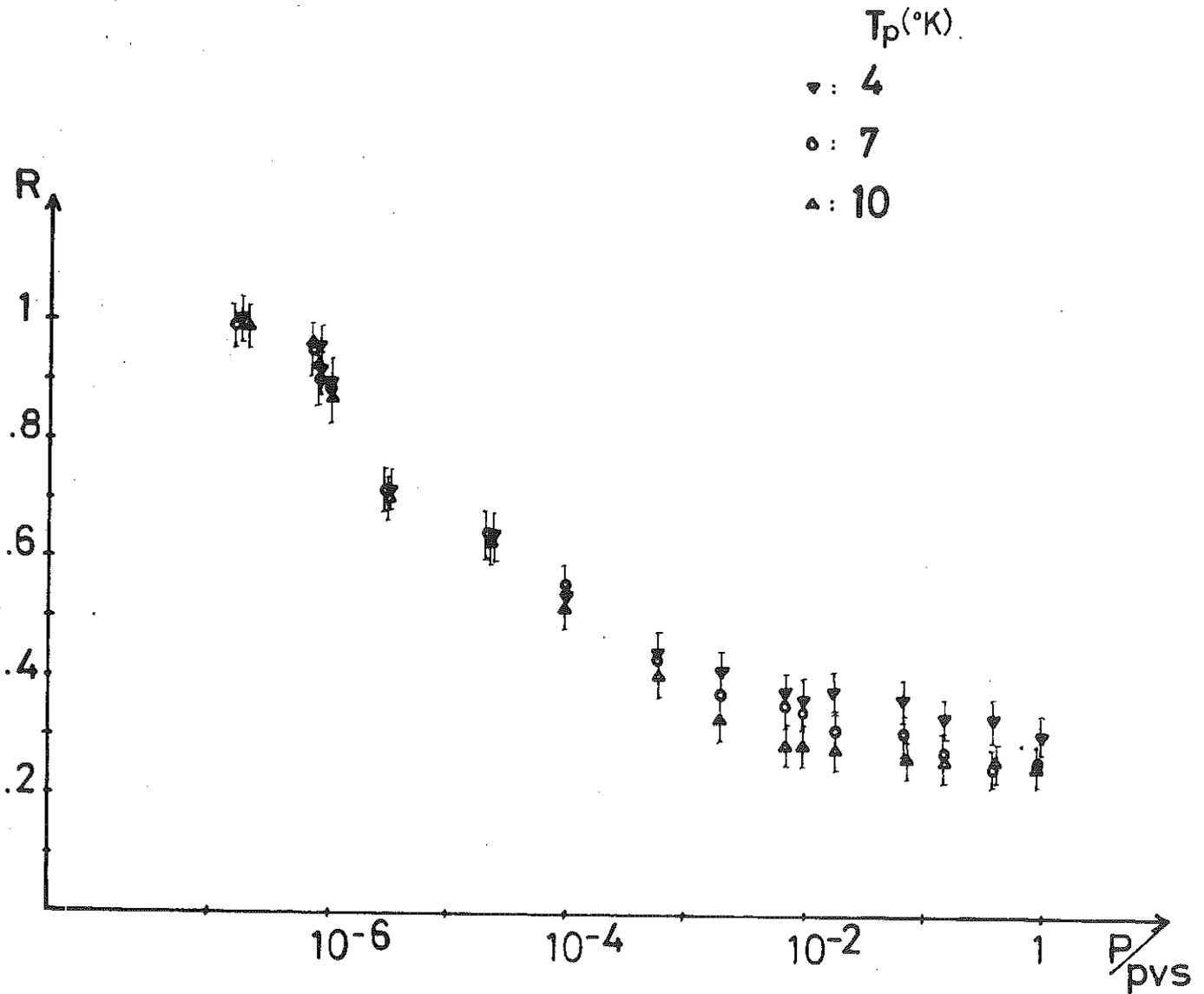


Fig. 25

REFLEXION

VARIATION DE LA PUISSANCE EMISE

He⁴ T_S = 1.6°K

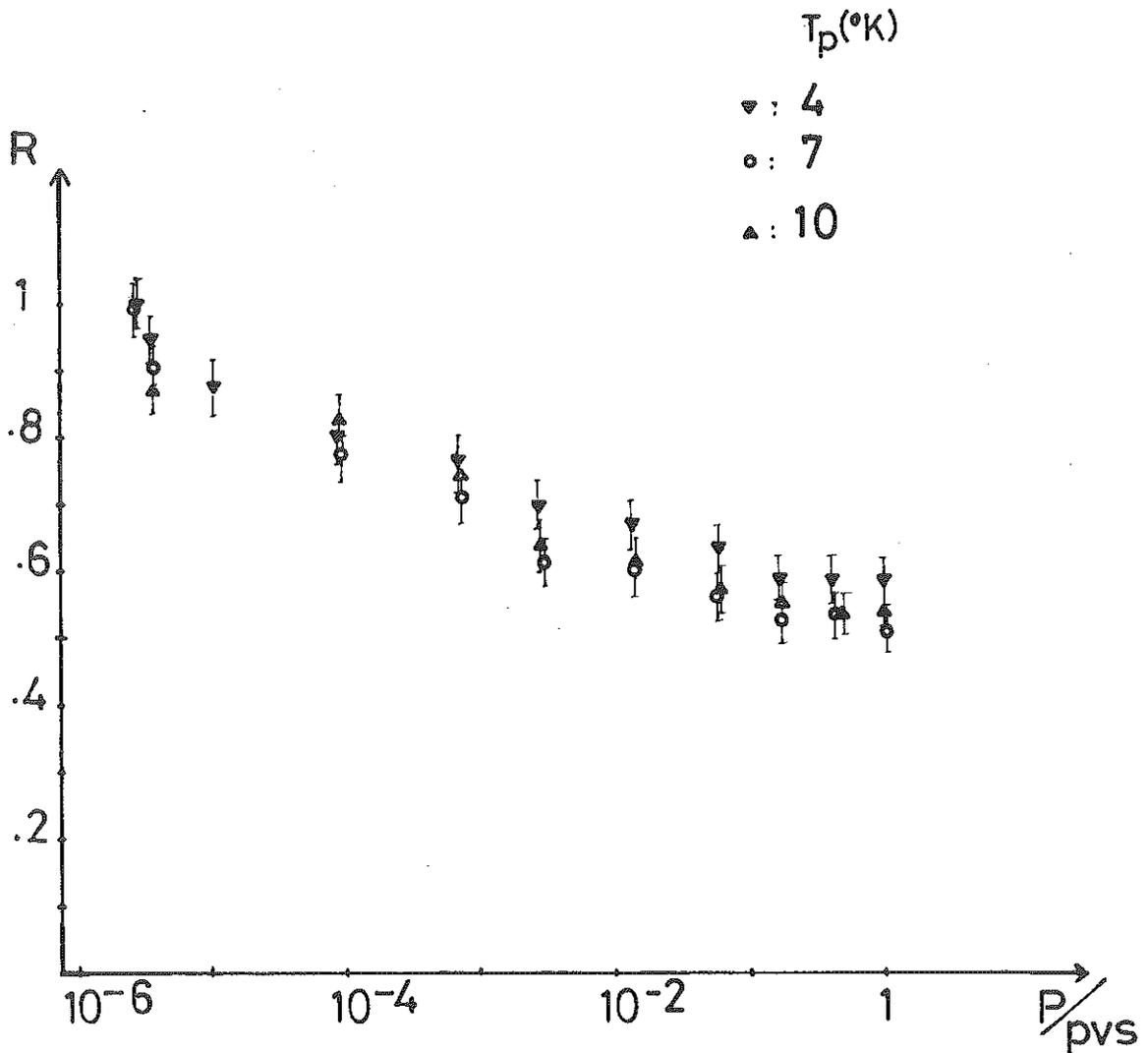


Fig. 26

REFLEXION

Influence d'une couche d'argon adsorbée

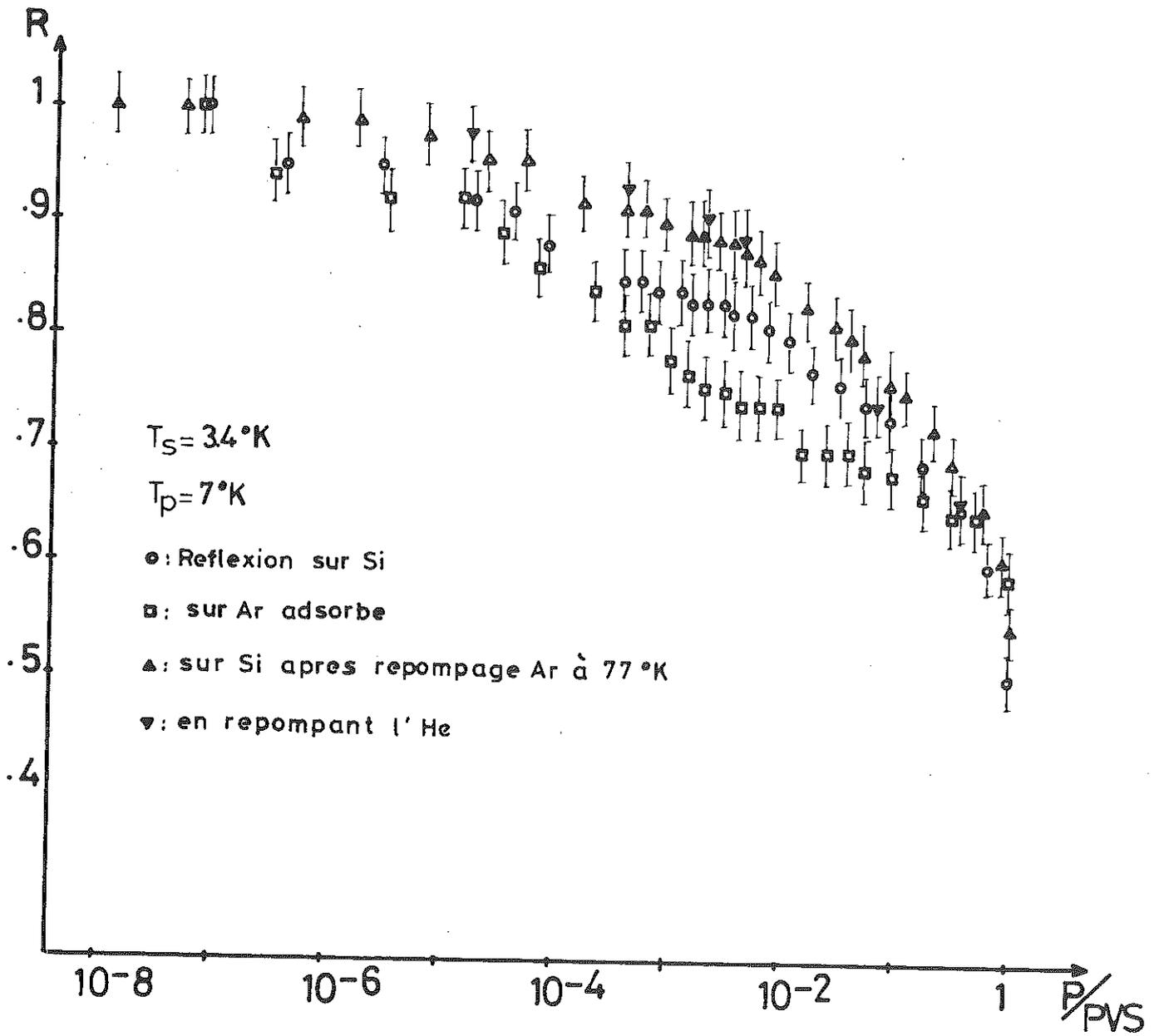


Fig. 27

dégazé. Ensuite, nous avons refroidit à 77°K et injecté 20 Torr d'Argon dans le montage. Nous avons refroidit à l'hélium pour que l'argon soit cryopompé sur les parois et donc sur notre surface et couvert le pompage pour évacuer les atomes d'Argon qui n'auraient pas été fixés. Nous avons alors réalisé la même mesure de réflectivité que précédemment, qui nous a donné des coefficients R très voisins de ceux obtenus sans argon, excepté pour la partie de courbe où nous avons un palier et qui semble s'être linéarisée.

Dans un troisième temps, nous avons repompé hélium et argon en maintenant la température à 77°K afin d'éviter une modification trop importante de la caractéristique du bolomètre dans le but de réaliser une étude comparative des amplitudes de phonons détectés à vide, en présence d'argon et en présence d'hélium. En fait, nous n'avons rien pu conclure de cette tentative, les conditions d'expérience identiques étant toujours très difficiles à retrouver pour ce qui est du point de fonctionnement du bolomètre et une mesure absolue de l'amplitude n'a pas grande signification si elle n'est pas faite au cours d'un même cycle.

Nous avons alors réalisé une série de mesures en réflexion sans hélium pour vérifier si nous retrouvions la courbe de départ. En fait les nouveaux coefficients de réflexion se sont avérés plus forts que lors du premier cycle de mesures.

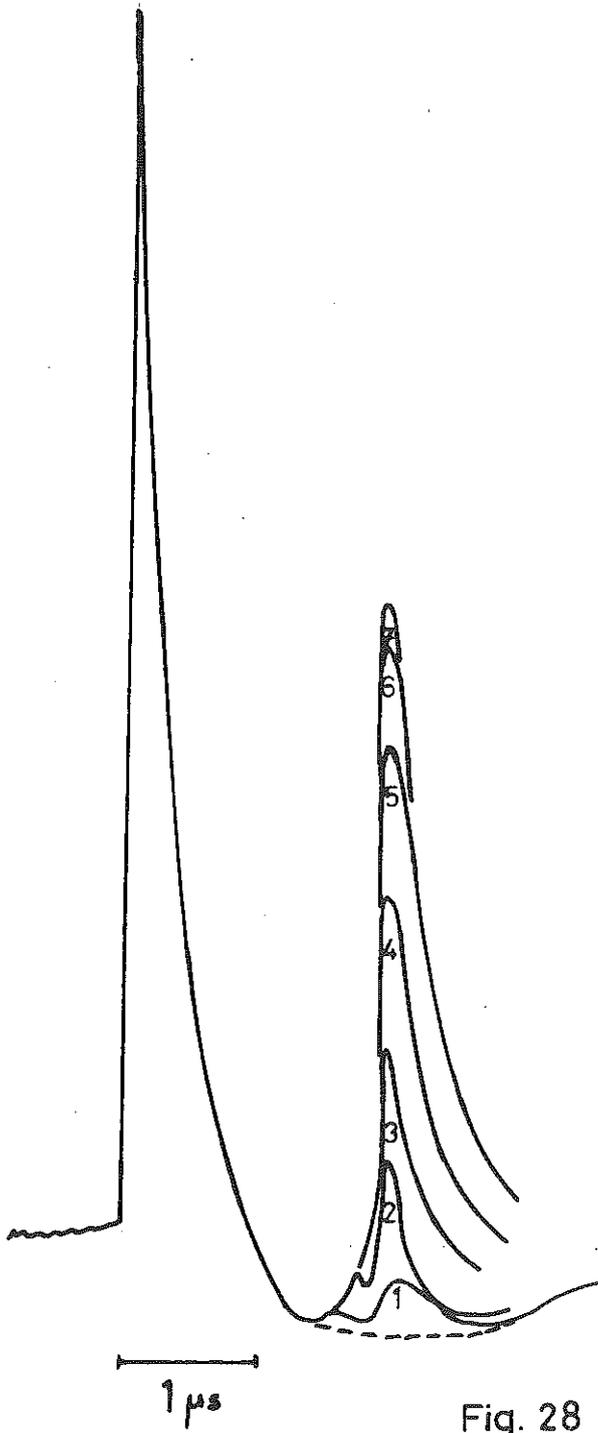
III - TRANSMISSION ENTRE DEUX MONOCRISTAUX DE SILICIUM - FIG. 28

1 - Présentation.

Cette étude a pour but de compléter les renseignements donnés par la réflectivité en ce qui concerne l'observation de la génération de phonons dans l'hélium ainsi que la formation successive des "monocouches". Un problème est toujours présent dans ces observations : la mesure par réflexion donne une diminution du signal soit si une partie de l'énergie a été transmise au gaz, soit si une partie de l'énergie a été convertie

SIGNAL DE PHONONS

Transmission par l'hélium entre deux monocristaux de silicium



n°	p/pvs
1	5 10 ⁻⁶
2	2 10 ⁻⁴
3	8 10 ⁻³
4	3 10 ⁻²
5	7 10 ⁻²
6	1.6 10 ⁻¹
7	1

Fig. 28

en modes de surface, impliquant plus ou moins d'atomes d'Hélium et de durée de vie suffisante pour ne relaxer leur énergie qu'à la fin du pulse, ce qui décroît sa hauteur. Dans l'impossibilité de mesurer la surface d'un pulse de façon significative (présence d'un signal à vide, de la "queue" des autres pulses, en particulier longitudinal et de conversion, de phonons diffusés dans la masse, etc...), nous avons tenté de résoudre ce problème directement en plaçant émetteur et détecteur sur deux cristaux de Silicium différents séparés par quelques milliers d'Angströms, intervalle mis en communication avec He gazeux. Un signal à vide passe par les "cales" nécessitées pour maintenir l'équidistance de l'intervalle. Ici naturellement, toute augmentation de ce signal, est liée à un transfert d'énergie à travers la phase gazeuse.

Quelques renseignements sur la transmission à He gaz ont été obtenus par SHERLOCK et al. (35), par détection bolométrique dans le gaz à grande distance de la face de réflexion (6 mm).

Nos mesures ont été effectuées avec l'⁴He à 3,4°K, mais il paraît nécessaire de mesurer l'influence de la hauteur des cales sur la forme des courbes obtenues.

2 - Résultats.

a) Transmission entre deux cristaux d'alumine :

Nous avons réalisé cette première expérience avec une hauteur de cales de 4000 Å environ. La courbe obtenue présente deux paliers aux basses et hautes pressions réunis par une portion rectiligne à pente croissante avec la pression.

b) Transmission entre deux cristaux de Silicium - Fig. 29 :

Nous avons opéré avec deux monocristaux d'orientation [100] séparés par des cales d'1 μ. La courbe présente l'allure générale indiquée ci-dessus avec en plus un palier autour de $10^{-3} - 10^{-2}$ en échelle de pressions réduites.

Transmission par He₄ entre deux monocristaux de Si

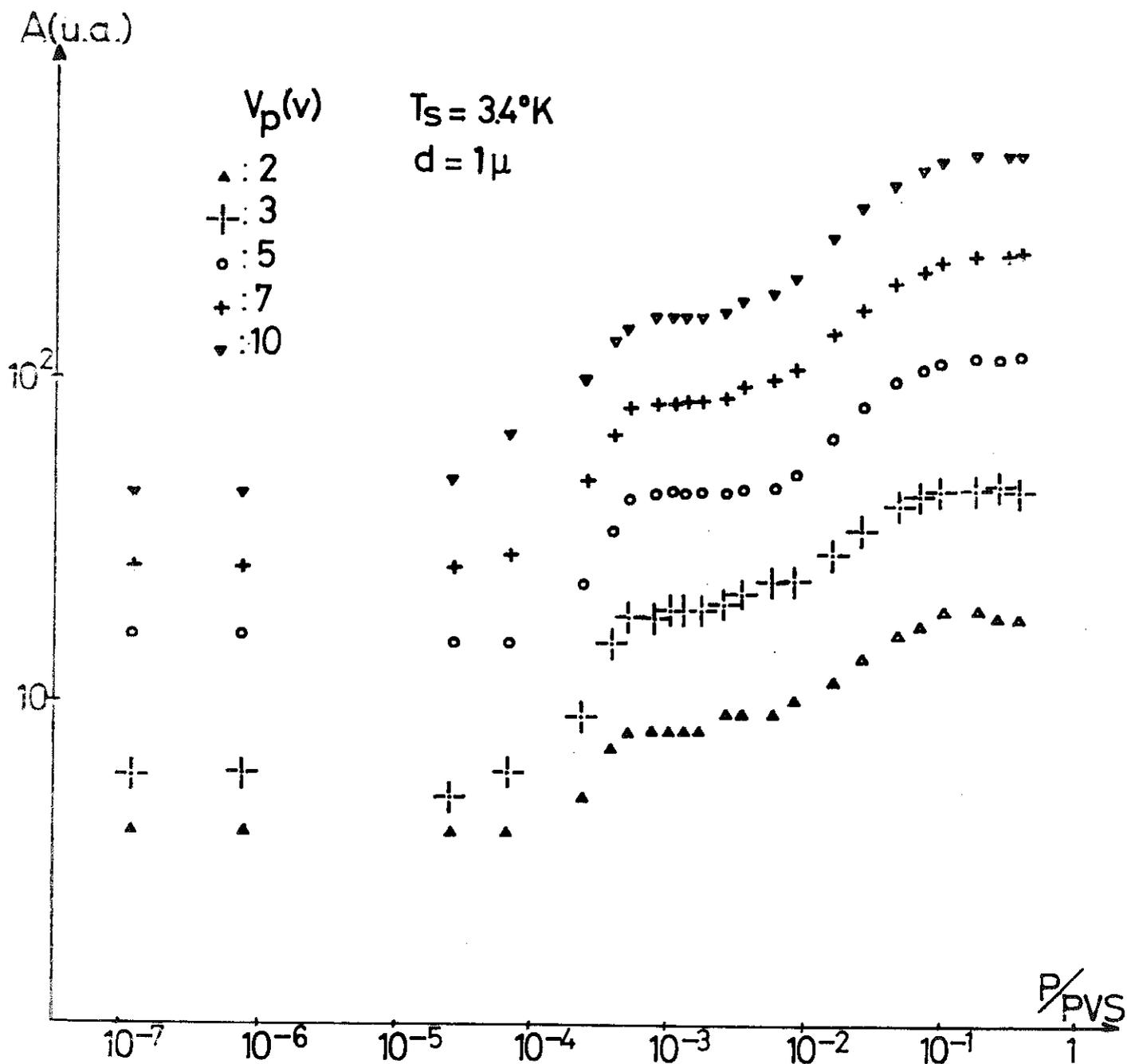


Fig. 29

L'étude a été menée pour plusieurs puissances d'émission dans le même but que les expériences de réflexion. La même série de mesures a été réalisée après cryopompage par le montage d'une quantité d'Argon correspondant à une pression dans tout l'espace disponible de 0,1 Torr. Aucune modification n'a été apportée à la forme des courbes.

3 - Analyse.

La mesure du temps de propagation du pic détecté correspond à la transmission du mode transverse. Comme pour la réflexion, nous attribuons ce fait à la focalisation des phonons dans les deux milieux.

Le plateau aux basses pressions est probablement lié à la transmission directe par les plots qui se superpose au démarrage faible de la transmission par le gaz.

La saturation vers la pression de vapeur saturante a été attribuée aux effets de libre parcours dans l'hélium, l'augmentation de résistance thermique avec la concentration diminuant le transfert d'énergie.

Pour ce qui est du palier, son interprétation n'a pas trouvé de solution définitive entre un comportement voisin de celui de la réflexion, vue la gamme de pressions considérée, et un effet de libre parcours moyen dans l'hélium gazeux. D'autres expériences avec des hauteurs de cales différentes nous éclaireront probablement sur ce dernier point. Par contre, l'absence de palier pour la première expérience sur l'alumine a été attribué au fait que les cristaux n'avaient pas un état de surface suffisant par rapport à l'épaisseur des cales.

Le réseau de courbes pour des températures de phonons variant de 6 à 13°K ne présente pas de seuil d'énergie et l'analyse des amplitudes détectées en fonction de T^4 (fig. 30) donne une droite pour chaque portion de courbe considérée. Le phénomène est donc linéaire en énergie quelle que soit la température de phonons. La seule modification appréciable est une diminution de la largeur du palier avec l'augmentation de puissance, diminution très nette dans le cas d'un tracé des amplitudes en échelle linéaire. Si l'on trace les variations d'amplitude en échelle

COURBES $A=F(T^4)$

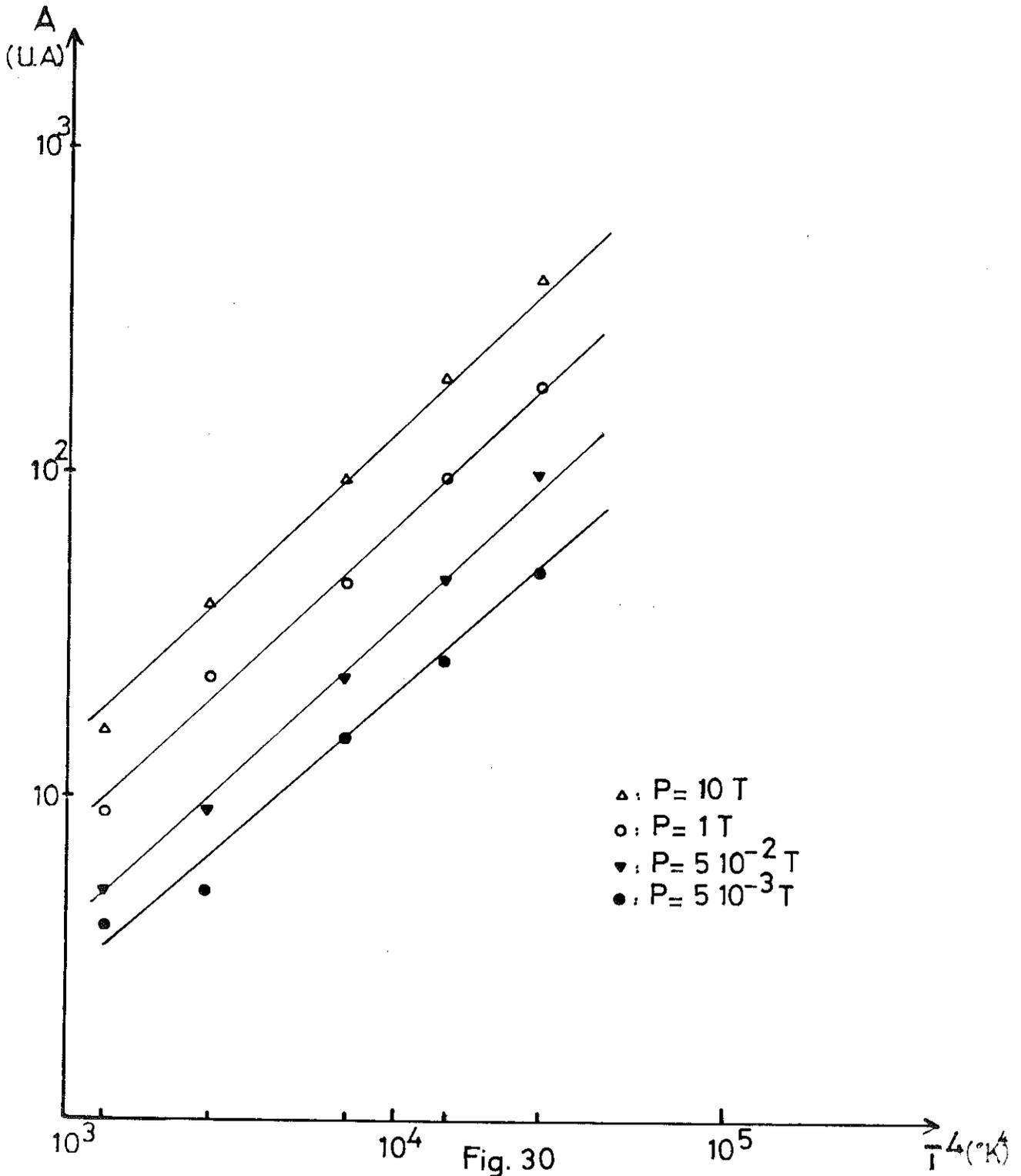


Fig. 30

réduite, prenant pour référence l'amplitude maximale à la PVS, la grande similitude des courbes est alors évidente.

4 - Réflexion dans le montage transmission - Fig. 31.

Quand les conditions techniques l'ont permis, c'est-à-dire dans le cas le plus favorable où nous avons deux bolomètres ayant une caractéristique linéaire avec une transition assez large, nous avons réalisé une expérience de réflexion sur l'un des deux cristaux du montage transmission. Nous avons alors constaté que les coefficients de réflexion R étaient plus grands dans le domaine $P/PVS \sim 10^{-4} - 10^{-2}$ que dans les montages habituels où l'espace au-dessus de la surface étudiée était plus important.

5 - Analyse.

L'augmentation de R va bien dans le sens attendu, si l'on interprète le phénomène comme une restitution d'une partie de l'énergie à la surface par les atomes qui seraient allés se thermaliser partiellement sur la seconde face pour rebondir sur la première. Ce phénomène est tout à fait compatible avec un modèle qualitatif donné par KINDER (34) qui interprète la différence sur R entre les détections par jonction qui est un détecteur monochromatique d'une part, et par bolomètre d'autre part, par une restitution d'énergie du gaz au solide, énergie qui ne serait pas vue par une jonction puisqu'elle correspondrait à une énergie en retour plus faible, par quantum.

Nous avons en outre envisagé la solution où cette baisse de R serait due uniquement à une translation sur l'axe des pressions. En effet, on ne peut exclure l'idée où P dans l'interstice serait inférieur à P que dans l'espace extérieur. Mais ceci semble peu probable à cette température, l'hélium diffusant très rapidement.

REFLEXION (montage transmission)

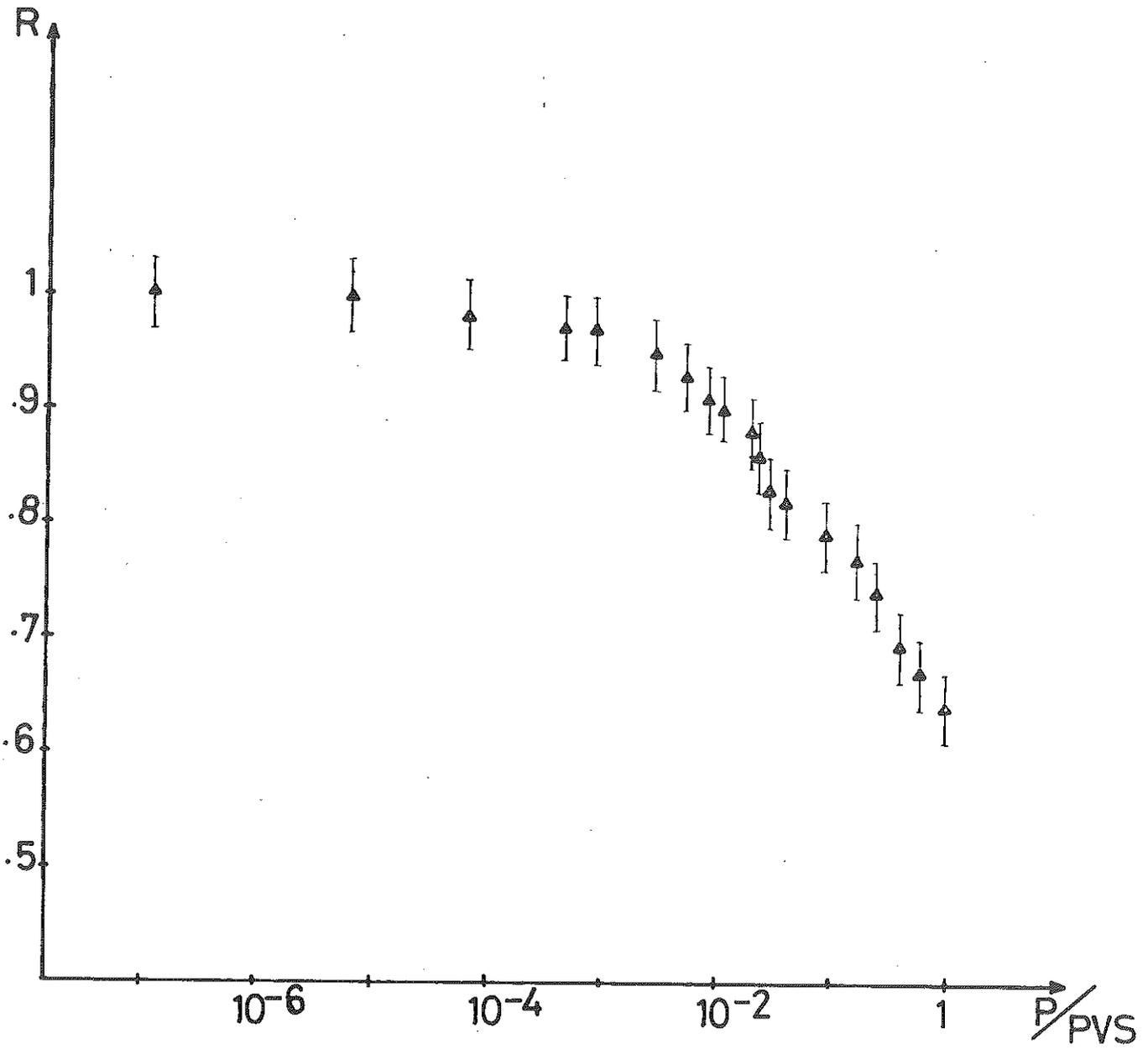


Fig. 31

IV - DISCUSSION

1 - Discussion sur les résultats graphiques et comparaison avec les résultats précédents.

Si l'on se réfère aux résultats de MARIS et al. (20), (25), (26), on peut retenir comme fait saillant la grande variation du mode de conversion. Nous n'avons malheureusement pas assez de sensibilité et de précision pour la voir ici, ou du moins pour porter des points de mesure ayant une certaine valeur physique. En fait, nous attribuons cette carence aux effets de la focalisation des phonons, car nous avons travaillé sur des cristaux d'orientation [100] alors que MARIS et al. ont plutôt travaillé sur des cristaux d'orientation [110] ou [111]. Pour notre part, nous avions le choix entre les deux orientations [100] et [111] mais des difficultés techniques dans les expériences initiales sur la seconde ont axé la suite de notre travail sur des cristaux du premier type.

Pour ce qui est des courbes elles-mêmes, nous pouvons tout d'abord conclure sur la grande similitude de comportement entre l'³He et l'⁴He. En effet, comme la variation de réflectivité se fait essentiellement pendant la formation de deux ou trois couches et considérant le fait que les constantes de VAN DER WAALS entre le Silicium et l'³He ou l'⁴He sont du même ordre de grandeur vu leurs configurations électroniques très voisines, il apparaît normal de trouver des courbes de réflectivité présentant une allure générale identique.

Si l'on compare le début des courbes aux publications de DAUNT et al. (27), (28), (29), sur les isothermes d'adsorption d'⁴He sur graphite, nous pouvons conclure à la formation quasiment immédiate de la première monocouche (30), (31), le pseudo-palier coïncidant peut-être avec la fin de la formation des deuxième et troisième monocouches.

Il pourrait fort bien correspondre à une anomalie constatée dans la partie de l'isotherme relevé à 4,2°K, anomalie qui s'accroît à 3,4°K.

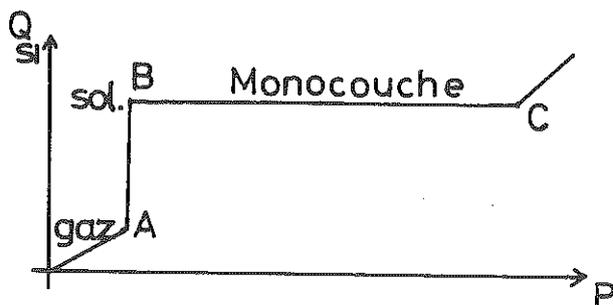
Au-delà de cette troisième monocouche, le comportement est indépendant de la formation de couches successives, les faibles énergies de liaison et la nature quantique de l'hélium empêchant l'établissement de structures bien définies.

Afin de tester un effet de "mémoire" dû à la formation de ces monocouches, nous avons pris quelques points de mesure en repomant l'hélium jusqu'à des pressions de l'ordre de quelques 10^{-3} Torr. Nous n'avons pas remarqué de différence entre les cycles aller et retour, le coefficient R n'ayant évidemment pas retrouvé sa valeur initiale à cause des atomes adsorbés par cryopompage (Fig. 27).

2 - Etude à faibles quantités d'Hélium injectées.

Dans ce domaine (figure 32), il faut noter qu'avec des chiffres raisonnables (S_0 atomique égale 10 \AA^2 comme chez DASH (30)), l'unité de quantité injectée est telle que même si les molécules He restaient fixées uniquement sur Si, une monocouche correspondrait à 2 unités en abscisse. Une estimation de la surface froide totale donnerait une monocouche pour environ 200 unités en abscisse.

Nous pensons que bien que le Silicium soit oxydé en surface, cette surface est parfaitement homogène, ayant crû sur une face orientée d'un monocristal, dans des conditions mal contrôlées, mais identiques partout. Il semblerait donc qu'on puisse sans risques, utiliser les résultats de THOMY et DUVAL (32), relatifs à des graphites exfoliés, avec transition brutale : gaz-liquide bidimensionnel en fonction du taux de couverture, ou peut-être gaz 2D-Solide 2D, (DASH, (30)). Si l'on se



souvent que les énergies de fixation de l'He sur des substrats de masse moyenne comme Ar, Cu... (DAUNT, (29)) sont de l'ordre de 100 K pour la 1ère monocouche, cette échelle de pression à 3 K est ridiculement faible et probablement non mesurable dans nos conditions expérimentales,

COEFFICIENT DE REFLEXION
à très faibles quantités d'He injectées

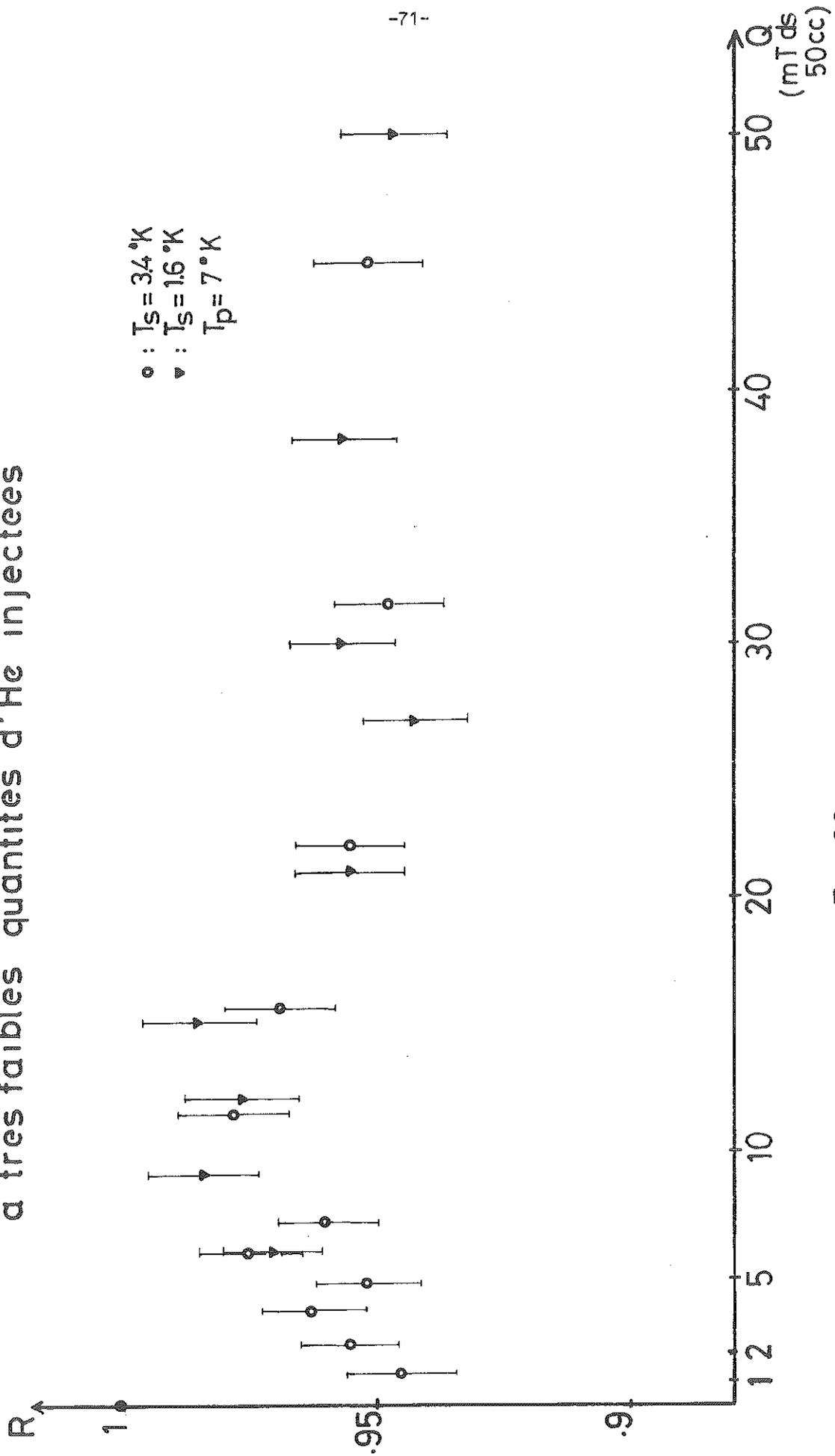
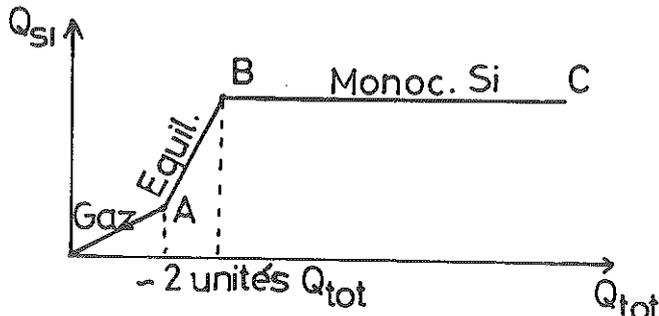


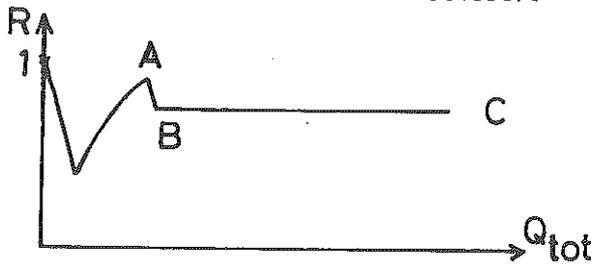
Fig. 32

avant d'atteindre le point C où débuteraient les couches suivantes. Par contre, le cristal est dans une partie froide (calorimètre, capillaires), hétérogène et de surface environ 100 fois plus grande, avec une courbe d'adsorption continue, qui pour P faible est assimilable à une droite.



Comme nous contrôlons en fait Q_{Total} et non P, on aurait donc le diagramme ci-contre. Par ailleurs, on ignore la position de A. Nous pensons que A est de l'ordre de quelques unités en abscisse. Sur AB, tout le gaz se dépose

sur le cristal, donc AB où il y a équilibre gaz-solide est une partie très étroite (2 unités d'abscisse).



Nous interprétons la courbe obtenue de la façon suivante : étant données les températures de phonons il est exclu de désorber les atomes d'Hélium

(Energie = 100 Kelvin). On est dans une zone où R décroît par excitation de degrés de liberté de surface, à temps de relaxation supérieur à la durée de pulse ce qui l'atténue.

- Dans la partie gaz dilué, DASH a montré une chaleur spécifique de gaz bidimensionnel correspondant à 2 degrés de liberté, cinétiques. Un phonon excite une molécule en surface qui garderait son excitation ou la thermaliserait sur ses voisines, mais lentement vers le cristal, d'où diminution rapide du pulse.

- Dès que le gaz 2D est légèrement plus concentré, la durée de vie des excitations diminue, ou éventuellement le couplage phonon-molécule décroît : la réflectivité s'améliore. Cette concentration peut d'ailleurs être encore faible numériquement : à un taux de couverture de 0,1, l'équidistance moyenne n'est que de $3R_0$!

- Il devrait y avoir une zone de décroissance linéaire, mais tellement étroite qu'elle passe inaperçue.

- Pendant un long moment le résultat ne change plus : on a une monocouche stable sur le Silicium. Le mécanisme serait alors l'excitation d'un phonon 2D dans la monocouche à durée de vie supérieure à la durée du pulse. On peut fixer R pour la monocouche à 0,955, et ceci à 3,4°K comme à 1,6°K. On pourrait l'expliquer par un calcul au 2ème ordre mettant en évidence le fait que le transfert d'énergie est indépendant du nombre de phonons excités, donc de la température du film.

3 - Influence de la couche d'Argon.

D'après les données expérimentales de DAUNT et LERNER (29), il apparaît que la présence d'une monocouche d'Argon sur la surface diminue le taux de couverture en ^4He . Cependant, nous n'avons pas à faire à un phénomène de désorption directe des atomes de la première monocouche par les phonons à cause de la grosse différence entre l'énergie transportée par ces derniers et l'énergie mise en jeu par les forces attractives ($\sim 100^\circ\text{K}$), et il semble normal que le coefficient de réflexion reste quasiment insensible à cet effet.

Par contre, l'effet de linéarisation que nous avons constaté au niveau du palier semble être en accord avec la forme d'isotherme à 4,2°K donnée par les mêmes auteurs, isotherme où l'anomalie de pente a disparu avec l'argon.

Cependant, le fait que la réflectivité soit plus importante après pompage de l'argon suggère un effet d'entraînement des impuretés par le gaz, changeant ainsi l'aspect microscopique de la surface. Ce fait corrobore une augmentation systématique des coefficients de réflexion au cours d'une expérience répétition d'une autre du même type. Cette constatation nous a suggéré l'idée de procéder à un ou plusieurs "balayages" au cours du pompage sur la chambre à vide.

4 - Etude en fonction de la puissance émise.

Si nous extrapolons la courbe théorique donnée par CHALLIS (11), représentant la variation de $\bar{\alpha}$, coefficient de transmission moyen, en fonction de la fréquence des phonons émis, nous trouvons un plateau pour la gamme de fréquences étudiées. En effet, la plupart de nos résultats n'indiquent pas de grandes différences d'amplitude entre les diverses courbes. Cependant, les mesures de R pour des températures de phonons voisines de 20°K comparées à des mesures obtenues pour 7°K correspondent à l'hypothèse de MARIS, c'est-à-dire que le plateau n'est pas encore atteint et que le coefficient de transmission croît encore légèrement de 400 GHz à 1200 GHz.

En fait notre intention était de mettre en évidence la présence d'une fréquence critique liée à une énergie d'adsorption d'atomes de gaz sur la surface. Comme nous l'avons vu plus haut, l'énergie associée à la première monocouche est bien trop importante et probablement en est-il de même pour la seconde, par rapport à l'énergie des phonons émis.

5 - Effet de la température sur l'³He.

Alors que l'⁴He donne des valeurs de R du même ordre de grandeur pour les deux températures étudiées, l'³He présente une diminution extraordinaire de 3,4°K à 1,6°K.

* Ce résultat sur l'³He manque totalement de points de comparaison bibliographiques et ce comportement anormal est totalement inexplicable dans l'état actuel de nos études.

* Pourtant seul ⁴He subit une transition de phase qui pourrait éventuellement expliquer une variation rapide des propriétés.

6 - Modèle d'interprétation.

CHEEKE et ETTINGER (33) ont élaboré un modèle mathématique tendant à se rapprocher de la valeur expérimentale trouvée pour $\bar{\alpha}$. En fait, les calculs ne sont pas encore faits explicitement pour le cas de

La réflectivité, mais donnent R_K proportionnel à $\frac{1}{\bar{\alpha}}$, où $\bar{\alpha}$ est obtenu en moyennant sur tous les angles, la surface n'étant en fait pas plane à l'échelle de la longueur d'onde des phonons incidents.

a) Modèle :

Ils supposent la présence de deux couches solides d'He sur la surface, ces couches correspondant aux deux premières monocouches fortement liées par forces de VAN DER WAALS.

Ces deux couches joueraient alors le rôle de guide d'onde pour les phonons incidents dans les angles $\theta > \theta_{\text{crit}}$ où $\sin \theta_{\text{crit}} = \frac{v_2}{v_1}$. L'absorption de ces phonons entraîne alors une thermalisation des deux couches et une émission de phonons dans tous les sens. Cette émission peut s'interpréter comme une désorption des atomes d'hélium formant la troisième couche qui n'est pas trop fortement liée. Cette désorption correspondrait en fait à un interface liquide-gaz, ou à une convection des atomes de gaz au-dessus des deux couches.

La transmission des phonons au liquide ou au solide selon le choix de la direction d'émission se ferait ensuite dans le rapport des impédances acoustiques.

Le résultat des calculs effectués pour un interface Alumine-Hélium donne $1-R \sim 0,1$, valeur qui approche l'ordre de grandeur des résultats expérimentaux.

b) Application à la réflectivité :

Nous rejoignons par ce modèle une hypothèse purement qualitative de KINDER (34) selon laquelle les phonons qui arrivent du solide se thermalisent dans la couche et sont ensuite émis dans le gaz.

C O N C L U S I O N

Plus que par les résultats expérimentaux qu'elle nous a fournis, cette étude nous a permis de mettre l'accent sur plusieurs points technologiques très délicats. En effet, outre le fait de réaliser des couches minces à caractéristique électrique linéaire pour permettre des mesures quantitatives reproductibles, et de réussir une étanchéité parfaite à basse température, la réflexion de phonons sur un interface quel qu'il soit demande une connaissance parfaite de l'état de surface considéré et nécessiterait un moyen d'obtention et de contrôle d'une surface propre et reproductible. Comme nous l'avons signalé dans le texte, il est difficile d'avoir une idée exacte de l'état d'adsorption du monocristal étudié, faute d'avoir dans la littérature, trouvé des courbes d'adsorption He sur Si [100]. De plus, il est apparu évident que la succession des expériences influait sur l'état de surface, comme sur les propriétés des couches minces, demandant une extrême prudence dans les comparaisons de résultats.

En plus de l'amélioration de l'état de surface et de la mesure des courbes d'adsorption, un certain nombre de points incontestables sur le plan expérimental, devraient trouver une interprétation théorique qui pour l'instant paraît délicate :

- La présence du "plateau" de transmission sur environ une décade de pression (de 10^{-1} à 1 Torr environ), (voir 3.3) paraît difficile à concilier avec l'allure uniformément descendante des courbes de réflexion dans le même domaine.
- L'observation d'un signal transmis proportionnel à l'énergie incidente, sans effet de seuil, et ceci pour des pressions de 10^{-3} à 1 Torr paraît également difficile à interpréter : on sait que la première couche possède une énergie de fixation de l'ordre de 100 K, bien sûr les couches suivantes sont de moins en moins fixées, et pour une certaine pression l'énergie de fixation doit tendre vers la chaleur d'ébullition de

L'ordre de 12 K : on s'attendrait donc en fait, pour des températures de phonons évaluées de 7 K à 20 K, à traverser une température caractéristique, et à passer d'un comportement proportionnel à T^4 , à un comportement d'énergie activée en $\exp(-\frac{T}{T_c})$. Ce n'est pas du tout ce qui est observé.

B I B L I O G R A P H I E

- 1 - R.J. VON GUTFELD, Phys. Acoustics, Vol. V (Acad. Press, New York, 1968).
- 2 - H.J. MARIS, J. Phys. C4 33, 3 (1972).
- 3 - D. HUET, Thèse CNAM (1972).
- 4 - C. KITTEL, Thermal Physics, Wiley, 9, 15-16 (1969).
- 5 - P.G. KLEMENS, Solid State Physics, 7, 1-98 (1958).
- 6 - N. PERRIN et H. BUDD, Phys. Rev. Lett. 28, 1701 (1972).
- 7 - N. PERRIN, Thèse d'Etat, Paris VI (1974).
- 8 - N. PERRIN et H. BUDD, J. Phys. C4, 33 (1972).
- 9 - P.L. KAPITZA, Journ. Phys. USSR, 4, 181 (1941).
- 10 - I.M. KHALATNIKOV, Zh. Eksp. Tesr. Fig., 22, 687 (1952).
- 11 - J.L. CHALLIS, Sol. Stat. Phys. 7, 481 (1974).
- 12 - W.A. LITTLE, Can J. Phys. 37, 334 (1959).
- 13 - J.D.N. CHEEKE, B. HEBRAL, C. MARTINON, J. Phys. C4, 33, 57 (1972).
- 14 - J.D.N. CHEEKE, B. HEBRAL, C. MARTINON, J. Phys. 34, 257.
- 15 - J.D.N. CHEEKE, J. Phys. C3, 31, 129 (1970).
- 16 - O. WEISS, Z. Angerv. Physik 26, 325 (1969).

- 17 - P. HERTH et O. WEISS, Z. Angew. Physik 29, Kept 2, 101 (1970).
- 18 - L. HOLLAND, Vacuum deposition of thin films, Chapman & Hall.
- 19 - D.H. LIEBENBERG et L.D.F. ALLEN, J. Applied Phys. 41, 4050 (1970).
- 20 - Ch.J.GUO et H.J. MARIS, Phys. Rev. A 10, 960 (1974).
- 21 - M.K. MAUL, M.W.P. STRANDBERG et R.L. KYHL, Phys. Rev. 182, 522 (1969).
- 22 - M.W. MAUL et M.P. STRANDBERG, J. Appl. Phys. 40, 2822 (1969).
- 23 - B. PANNETIER, Thèse 3ème Cycle, Paris (1972).
- 24 - A.R. LONG, R.A. SHERLOCK et A.F.C. WYATT, J.L.T. Phys. 15, 523 (1974).
- 25 - C.J. GUO et H.J. MARIS, Phys. Rev. Lett. 29, 855 (1972).
- 26 - J.C. BUECHNER et H.J. MARIS, Phys. Rev. Lett. 34, 316 (1975).
- 27 - J.G. DAUNT, Phys. Lett. 41 A, 223 (1972).
- 28 - J.G. DAUNT et al., Phys. Lett. 41 A, 221 (1972).
- 29 - E. LERNER et J.G. DAUNT, J.L.T. Phys. 8, 79 (1972).
- 30 - M. BRETZ, J.G. DASH et al., Phys. Rev. A 8, 1589 (1971).
- 31 - M. BRETZ, J.G. DASH, Phys. Rev. Lett. 26, 963 (1971).
- 32 - A. THOMY et X. DUVAL, J. Chim. Phys. 67 n° 6, 1201 (1970).
- 33 - J. ETTINGER, à paraître.
- 34 - H. KINDER et W. DIETSCH, Phys. Rev. Lett. 33, 578 (1974).
- 35 - R.A. SHERLOCK, A.F.G. WYATT, N.G. MILLS et N.A. LOCKERBIE, Phys. Rev. Lett. 29, 1299 (1972).

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le

Le Président de la thèse

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

Le Président de l'Institut
National Polytechnique

Le Président de l'Université
Scientifique et Médicale

