Dispositif pour mesures de réflexion ou de transmission jusqu'à 10 eV à basse température (10 °k) sur échantillons clivés en ultravide

Y. Petroff, R. Pinchaux, D. Dagneaux, M. Balkanski

► To cite this version:

Y. Petroff, R. Pinchaux, D. Dagneaux, M. Balkanski. Dispositif pour mesures de réflexion ou de transmission jusqu'à 10 eV à basse température (10 °k) sur échantillons clivés en ultravide. *Revue de Physique Appliquée*, 1970, 5 (5), pp.727-729. 10.1051/rphysap:0197000505072700 . jpa-00243447

HAL Id: jpa-00243447

<https://hal.science/jpa-00243447>

Submitted on 1 Jan 1970

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

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

REVUE DE PHYSIQUE APPLIQUÉE

Supplément au « Journal de Physique »

DISPOSITIF POUR MESURES DE RÉFLEXION OU DE TRANSMISSION JUSQU'À 10 eV À BASSE TEMPÉRATURE (10°K) SUR ÉCHANTILLONS CLIVÉS EN ULTRAVIDE

Y. PETROFF, R. PINCHAUX, D. DAGNEAUX et M. BALKANSKI

Laboratoire de Physique des Solides de la Faculté des Sciences de Paris, France

Equipe de Recherches Associée au C. N. R. S.

(Reçu le 4 mai 1970)

Résumé. — Nous décrivons un réflectomètre permettant de faire des mesures de transmission et de réflexion en lumière polarisée, à la température de l'hélium liquide. La pollution de l'échantillon est évitée par l'emploi d'une pompe ionique et de cryopompage ; un système simple permet le clivage de l'échantillon lorsque cela est nécessaire.

Abstract. — A reflectometer is described, which allows to perform transmission and reflection measurements, using polarised light, at liquid helium temperature. Pollution of the sample is avoided by the use of an ion pump and cryopumping. When necessary, the sample can be cleaved with the help of a simple device.

Introduction. — Il y a plusieurs années déjà, l'intérêt des mesures de réflexion à basse température avait été mis en évidence [1] ; elles permettaient en particulier l'observation de structures inexistantes à la température ambiante. Nous décrivons un système de mesure, assez différent de celui employé initialement par W. J. Scouler [2].

La principale difficulté provient de la contamination de la surface par les gaz résiduels (vapeur d'eau, d'huile, de graisse).

Dans notre système ceci est évité par :

a) l'emploi d'une pompe ionique et d'un cryopompage qui permettent de travailler dans un vide de l'ordre de 10^{-9} mm de Hg ;

b) par clivage de l'échantillon à basse température, lorsque celui-ci ne présente pas une dureté trop grande.

Description du montage expérimental. — Le réflectomètre que nous allons décrire était monté à la suite d'un monochromateur Mac-Pherson 218 ; l'emploi de miroirs limitait notre domaine de travail à 10 eV ; la source est une lampe à décharge à gaz, travaillant dans les conditions usuelles avec 600 V et 500 mA. L'alimentation est suffisamment stable pour que la variation d'intensité soit de l'ordre de 1 % sur une demi-heure (à condition de contrôler avec soin le débit d'hydrogène, qui est le gaz le plus couramment employé). Avec ce dernier on peut travailler aisément entre 3 et 10 eV.

Le réflectomètre (Fig. 1) est relié au monochromateur par un tube cylindrique à l'extrémité duquel se trouve une fenêtre en LiF, serré par un joint en indium,

FIG. 1. — Réflectomètre.

- A = Fenêtre en LiF.
- B = Polariseur.
- C = Miroir torique.
- D = Cache.
- E = Echantillon.
- G = Hublot de visée.
- P. M₁ = Faisceau réfléchi.
- P. M₂ = Faisceau incident.

afin d'assurer l'étanchéité entre le monochromateur et le réflectomètre.

Un premier miroir plan, qui peut être remplacé par rotation de 180° par un polariseur en biotite, travaillant sous incidence brewstérienne envoie la lumière sur un miroir elliptique. Ce dernier focalise le faisceau sur l'échantillon.

L'ouverture finie du faisceau ne change pas le degré de polarisation de la lumière. Ceci a été vérifié en comparant les spectres obtenus sur un cristal uniaxe (le CdS) très anisotrope avant et après interposition du miroir.

Un cache permet de limiter la tache à une surface $2 \times 1 \text{ mm}^2$, ce qui laisse la possibilité d'employer de très petits échantillons ; d'autre part, il sert à limiter l'incidence du faisceau sur l'échantillon. Du fait de la concentration du faisceau, le réglage de la tache lumineuse sur l'échantillon est très aisé ; il suffit de se placer dans l'ordre zéro ou sur une raie de l'hydrogène dans le visible ($4858 \text{ \AA}$) et de régler les cales extérieures. Après introduction d'azote et d'hélium dans le cryostat il est nécessaire de retoucher légèrement ce réglage, en observant le faisceau réfléchi par le hublot latéral.

Le cryostat (Fig. 2) est classique avec un vase à azote et un vase à hélium. La montée et la descente de

FIG. 2. — Cryostat.

l'échantillon (sur une plage de 4 cm) sont assurées par un système à soufflet en inox, actionné par de l'air comprimé ; la hauteur choisie est réglée par des cales extérieures.

La queue en cuivre étant creuse, permet d'obtenir des températures minimum de 8°K pour des échantillons suffisamment minces. Cette température est mesurée à l'aide d'un thermocouple. La queue, qui est fixée au bas du vase à hélium par une bride avec un joint en indium, peut être remplacée par un système à fenêtres en LiF pour effectuer des mesures de transmission à la température de l'hélium pompé ($1,5^\circ\text{K}$).

La détection du faisceau incident et réfléchi se fait à l'aide d'un photomultiplicateur E. M. I. 9662 B, recouvert d'une couche de salicylate de sodium ; le fait qu'il se trouve près du cache à azote diminue le bruit du photomultiplicateur mais change peu les caractéristiques du salicylate. Sa rotation est assurée par un passage tournant à ultra-vidé ; les fils allant aux différentes dynodes sont isolés par des gaines en téflon.

Dans les premières mesures le courant du photomultiplicateur était détecté à l'aide d'un pico-ampèremètre Keithley ; nous avons depuis abandonné ce procédé pour un système beaucoup plus simple, et particulièrement fiable (Fig. 3). A la sortie du détecteur, on mesure la tension aux bornes d'une résistance de $100 \text{ K}\Omega$ et on passe par un adaptateur d'impédance avant l'enregistreur ; il s'agit d'un amplificateur opérationnel, contre-réactionné, pour avoir un gain unitaire avec inversion. On peut régler le niveau zéro de manière à compenser le courant noir du P. M. tout en intégrant le bruit ; le changement de sensibilité sur l'enregistreur n'entraîne aucun décalage de zéro entre 5 mV et 10 V. D'autre part, il n'y a aucune dérive.

Le pompage du cryostat est assuré par une pompe à zéolithes et une pompe ionique de 80 I/S (C. S. F.). Nous avons choisi ce modèle car le champ magnétique en son voisinage est pour ainsi dire négligeable ; nos premières expériences avaient été faites avec une 80 I/S Varian où le champ près de l'aimant est de plusieurs centaines de gauss. Ceci nécessite une compensation du champ magnétique. Il faut d'autre part éviter de mettre en regard direct le photomultiplicateur et la pompe ionique à cause de la lumière émise au cours de l'ionisation.

A cause du détecteur et des 2 joints viton du cryostat, le système peut difficilement être étuvé à des températures supérieures à 90°C . Nous avons donc adjoint à la pompe un cryopompage ; ce système permet d'obtenir des vides de l'ordre de 10^{-9} mm Hg en moins de 3 heures.

Nous avons effectué des mesures au spectromètre de masse à différents vides :

à $1 \times 10^{-6} \text{ mm Hg}$ (sans cryopompage à l'hélium (Fig. 4a)).

$1 \times 10^{-9} \text{ mm Hg}$ (avec cryopompage à l'hélium (Fig. 4b)).

On remarque que malgré le piège à hélium il reste une forte quantité de vapeur d'eau (que seul l'étuvage à des températures assez élevées peut enlever).

La forte proportion d'azote résiduel provient du fait que le bâti est purgé avec ce gaz avant les rentrées d'air.

Il est donc nécessaire, même dans des vides de l'ordre de $1 \times 10^{-7} \text{ mm Hg}$, de mettre des écrans froids, si on veut ne pas polluer l'échantillon en dessous de $1700 \text{ \AA}$.

Dans le cas de cristaux se clivant assez facilement (halogénures alcalins, CdS...), on fait descendre brutalement l'échantillon (par l'intermédiaire du

FIG. 3. — Adaptateur d'impédance.

FIG. 4a. — Distribution de gaz résiduels sans étuvage (Pression 1×10^{-6} torr). FIG. 4b. — Distribution de gaz résiduels avec piège à hélium liquide (Pression 1×10^{-9} torr).

système à air comprimé) sur un couteau de clivage, fixé sur l'axe du passage tournant supportant le photomultiplicateur (Fig. 2). Ceci nécessite l'emploi d'un cache à azote avec une couverture vers le bas.

Ce système nous a servi à l'étude de différents semi-

conducteurs et isolants à 10 °K (ZnSe, ZnTe [3], HgTe, CdTe, HgS [4], TLCl, TLBr).

Nous avons représenté sur la figure 5 le spectre obtenu à 15 °K pour ZnTe (structure blende) ; il permet de mettre en évidence les excitons au point L à 3,76 et 4,33 eV (caractérisés par la forme asymétrique des pics suivis d'un point M_1) ainsi qu'une nouvelle structure à 5,08 et 5,28 eV, non observée à la température ambiante.

FIG. 5. — Réflectivité de ZnTe à 15 °K.

Bibliographie

- [1] SCOULER (W. J.) and WRIGHT (G. B.), *Phys. Rev.*, 1964, **133**, A 736.
- [2] SCOULER (W. J.), *Applied Optics*, 1964, **3**, 341.
- [3] WALTER (J. P.), COHEN (M. L.), PETROFF (Y.) and BALKANSKI (M.), *Phys. Rev.* 1970, **B1**, 2661.
- [4] PETROFF (Y.) and BALKANSKI (M.), (à paraître).