Stabilisation de la température d'un cryostat entre 1,6 K et 270 K pour spectrométrie dans l'infrarouge lointain

B. Wyncke, P. Strimer, M. El Shérif, F. Bréhat, C. Jacquot

► To cite this version:

B. Wyncke, P. Strimer, M. El Shérif, F. Bréhat, C. Jacquot. Stabilisation de la température d'un cryostat entre 1,6 K et 270 K pour spectrométrie dans l'infrarouge lointain. *Revue de Physique Appliquée*, 1983, 18 (6), pp.355-358. 10.1051/rphysap:01983001806035500 . jpa-00245102

HAL Id: jpa-00245102

<https://hal.science/jpa-00245102>

Submitted on 1 Jan 1983

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.

Classification

Physics Abstracts

07.656 — 07.62 — 07.20M — 78.30

Stabilisation de la température d'un cryostat entre 1,6 K et 270 K pour spectrométrie dans l'infrarouge lointain

B. Wyncke, P. Strimer, M. El Shérif, F. Bréhat et C. Jacquot (*)

Laboratoire Infrarouge Lointain, Université de Nancy I, B.P. 239, 54506 Vandœuvre-les-Nancy Cedex, France

(Reçu le 17 novembre 1982, révisé le 17 février 1983, accepté le 8 mars 1983)

Résumé. — Afin de pouvoir suivre d'une manière continue l'évolution des fréquences des modes de réseau de monocristaux en fonction de la température nous avons été amenés à modifier un spectromètre pour l'infrarouge lointain. Tout en conservant les performances de l'appareil nous avons adapté un cryostat à température variable (1,6-270 K). Une cellule de mesure pour l'étude de la transmission et une cellule pour l'étude de la réflexion sont décrites. La sensibilité du récepteur a été améliorée en remplaçant le détecteur de Golay par un bolomètre au germanium dopé au gallium.

Abstract. — In order to evaluate the variation of the lattice mode frequencies of single crystals with temperature a conventional infrared grating spectrometer has been modified. A regulated temperature cryostat is adapted to the apparatus; a transmission and a reflexion cell are described. All over the 1.6 to 270 K temperature range the performance of the spectrometer was preserved. The Golay cell was replaced by a cooled gallium doped germanium bolometer and thus the sensibility of the spectrometer is increased by 10.

1. Introduction.

L'étude de la transmission et de la réflexion de monocristaux dans l'infrarouge lointain présente un grand intérêt lorsque l'on peut faire varier la température des échantillons. Il est possible de suivre l'évolution des fréquences des modes de réseau et d'évaluer l'anharmonicité des vibrations. Pour réaliser ce travail nous avons été amenés à modifier un spectromètre CAMECA SI 36. Nous avons remplacé le récepteur de Golay par un bolomètre au germanium et nous avons adapté un cryostat à température variable (1,6-270 K).

2. Dispositif expérimental.

Le spectromètre CAMECA SI 36 [1] est assez compact et il n'est pas possible de disposer dans le système optique un cryostat et un bolomètre au germanium. Il a donc été nécessaire de sortir la lumière de l'enceinte où se trouve le monochromateur. La solution la plus simple consiste à guider la lumière, issue de la fente de sortie à l'aide d'un tube de diamètre approprié

et présentant le facteur de réflexion maximum. Deux solutions sont alors possibles :

- i) séparer le cryostat du bolomètre;
- ii) grouper dans un même cryostat le porte-échantillon et le bolomètre. Pour des raisons d'économie et de simplicité nous avons choisi la deuxième solution. Le porte-échantillon est situé dans la même enceinte que le bolomètre et évite ainsi la construction complète d'un cryostat. Ce dispositif permet de réduire la longueur des guides de lumière et le nombre de fenêtres. Le refroidissement de l'ensemble de mesure et du bolomètre ne nécessite plus qu'un seul transfert d'hélium liquide.

2.1 LE BOLOMÈTRE. — La plaquette de germanium dont les dimensions sont $7 \times 7 \times 0,8 \text{ mm}^3$ est suspendue par quatre fils de cuivre dans une enceinte vidée (Fig. 1) [2]. Le lingot de germanium dopé au gallium a été préparé au laboratoire de la Compagnie Thomson CSF [3] par la méthode Czochralski ou acheté chez Hoboken. La concentration en dopant est voisine de $3,66 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$. La cellule contenant le récepteur est plongée dans l'hélium liquide. La température du bain est obtenue par abaissement de la pression au moyen d'une pompe mécanique à deux

(*) Equipe de Recherche Associée au C.N.R.S. n° 14.

Fig. 1. — Le bolomètre et son dispositif de polarisation. A = amplificateur à détection synchrone. $C = 2 \mu\text{F}$. CR = dispositif de contre-réaction. IR = rayonnement infrarouge. F = fenêtre de saphir taillée en coin. Ge = plaquette de germanium. PA = préamplificateur. Q_1 = demi-coquille isolée électriquement de la masse. Q_2 = demi-coquille reliée à la masse. R = résistance de filtrage ($4,7 \text{ M}\Omega$). R_L = résistance de charge ($8 \text{ M}\Omega$). $R_1 = 6,8 \text{ k}\Omega$, $R_2 = 68 \Omega$. T = traversées hermétiques. V_0 = tension de polarisation.

[Bolometer and bias system. A = lock-in amplifier. $C = 2 \mu\text{F}$. CR = feed-back device. IR = infrared radiation. F = corner cutted sapphire window. Ge = germanium single crystal. PA = preamplifier. Q = half shells isolated (Q_1) and related (Q_2) to the earth. R = filter resistor ($4.7 \text{ M}\Omega$). R_L = load resistor ($8 \text{ M}\Omega$). $R_1 = 6.8 \text{ k}\Omega$, $R_2 = 68 \Omega$. T = isolated junctions. V_0 = bias voltage.]

étages CGR de $80 \text{ m}^3/\text{h}$ de débit. Un ballast d'un volume de 50 l isole la pompe du cryostat. La pression au-dessus du bain est mesurée par une jauge de MacLeod. Après 30 min. de fonctionnement la pression limite atteinte est de 5,6 torr, la température du bain est donc de 1,6 K. La résistance de la plaquette de germanium atteint $60 \text{ M}\Omega$. Nous avons tracé la courbe $R = f(T)$ qui correspond bien à $R = R_0 e^{E/kT}$, et trouvé un rapport E/k voisin de 11 K. Nous avons éliminé les échantillons dont les valeurs de E/k sont inférieures à 10 et qui ne sont pas assez sensibles.

Pour que le refroidissement du bolomètre soit optimum il est nécessaire de choisir des fils de cuivre de 0,1 mm de diamètre pour assurer la liaison entre la plaquette de germanium et les supports. Un des supports est relié à la masse, l'autre est isolé de la masse du point de vue électrique et conduit le signal à détecter au préamplificateur. Le support isolé est planté sur une coquille annulaire venant coiffer le fond de la cellule (Fig. 1). Le déséquilibre thermique

entre les deux supports est minimisé en évitant le fond de la cellule. L'isolant électrique situé entre la coquille et le fond de la cuve est du polyéthylène noir de $100 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Un compromis est nécessaire entre l'épaisseur du polyéthylène et le diamètre des fils d'amenée de courant, la température de la plaquette de germanium doit être voisine de celle du bain (1,6 K). La liaison électrique entre le support et le préamplificateur est réalisée à l'aide d'un fil de constantan. Nous effectuons un dépôt d'indium sur les tranches de la plaquette qui recevront les fils de cuivre [2]. Le chlorure de zinc peut être utilisé comme décapant mais nous lui avons préféré le décapant utilisé en électronique (Castolin 157 NC).

Fig. 2. — Schéma de principe du cryostat à hélium pompé. e = écrans en cuivre. P = cuve porte-échantillon. B = bolomètre au germanium. C = charbons actifs. N_2 = réservoir à azote liquide. O_2 = orifice de pompage sur le bain d'hélium. O_1 = contrôle du gaz d'échange dans le porte-échantillon. T = commande du passeur d'échantillon. CR = dispositif de polarisation du bolomètre.

[Helium pumped cryostat scheme. e = screens. P = sample holder. B = gallium doped germanium bolometer. C = charcoal. N_2 = liquid nitrogen vessel. O_2 = pumping aperture. O_1 = exchange gas control in the sample holder. T = sample holder trigger mechanism. CR = bolometer bias system.]

La réponse du bolomètre en fonction de la fréquence de modulation diminue rapidement dès que l'on dépasse 200 Hz [2], nous nous sommes limités au domaine 8-100 Hz qui comprend les fréquences des

cycles de pompage des pompes à palettes servant à abaisser la pression au-dessus du bain d'hélium liquide. Or nous savons que l'alternance des temps de pompage et des temps morts des pompes à vide mécaniques entraîne une fluctuation de la pression au-dessus de ce bain [4]. Il en résulte une variation de température du bain que le bolomètre transforme en signal périodique qui s'ajoute au bruit. La fréquence de modulation du signal infrarouge devra être éloignée de la fréquence fondamentale de la perturbation et également de ses harmoniques (détection synchrone).

Le bruit à l'entrée du préamplificateur peut être diminué par un dispositif de contre-réaction (Fig. 1) qui permet de réduire la capacité parasite du fil de sortie du signal provenant du bolomètre.

2.2 LE CRYOSTAT. — L'ensemble de mesure comprend une enceinte à azote liquide, un corps de cryostat ⁽¹⁾ recevant l'hélium liquide, une enceinte porte-échantillon traversée par un guide de lumière et se terminant par la cellule bolométrique.

Fig. 3. — Schéma de principe de la cuve porte-échantillon servant aux mesures de transmission. E = échantillon. L = lamelles en acier inoxydable. P = polariseur à fils. R = résistance chauffante. S = sonde CLTS pour le repérage de la température. C = câbles électriques de la régulation de température. D = tiges de positionnement de l'échantillon.

[Transmission sample holder scheme. E = sample. L = thin stainless steel plate. P = grid polarizer. R = heating resistor. S = cryogenic-linear-temperature-sensor (CLTS). C = electrical wires for temperature control. D = positioning rods.]

⁽¹⁾ Le corps de cryostat a été construit par la Société SMC/Orly Fret 748, 94398 Orly Aéro-gare-Cedex.

La cellule de mesure représentée sur la figure 3 est utilisée pour les mesures de transmission. Un barillet porte-échantillon commandé de l'extérieur permet d'interposer sur le trajet optique l'échantillon ou la référence. L'échantillon et le polariseur sont placés entre deux lames de quartz ou de TPX. La figure 3 donne la disposition relative des différents éléments.

Le chauffage de l'échantillon est assuré par deux résistances au carbone de 10 Ω et la régulation par un appareil SMC type BT 300 équipé d'une sonde CLTS (Cryogenic-Linear-Temperature-Sensor). Suivant la position de la cellule de mesure dans le cryostat il est possible de couvrir la gamme de température 1,6-270 K. Deux positions extrêmes sont prévues. Lorsque la cellule est située à 60 cm de la partie supérieure du cryostat la température de l'échantillon varie de 1,6 à 150 K ; lorsqu'elle est située à 30 cm seulement la température varie de 90 à 270 K. L'orifice O_1 (Fig. 2) permet d'introduire du gaz d'échange dans la cellule.

Sur la figure 4 nous avons représenté le schéma de principe d'une cuve porte-échantillon servant aux mesures par réflexion. Cette cellule peut être remplie à l'aide d'un gaz d'échange et suivant sa position dans le cryostat la température de l'échantillon varie de 4 à 270 K.

Fig. 4. — Schéma de principe de la cuve porte-échantillon servant aux mesures de réflexion. M_0 = miroir de référence. T = commande de translation du porte-échantillon et passage des fils pour la régulation de température (identique à celui du porte-échantillon par transmission). M = miroirs plans.

[Reflexion sample holder scheme. M_0 = reference mirror. T = sample holder trigger mechanism. M = plane mirrors.]

Fig. 5. — Variation en fonction de la température de la transmission de l'acétamide rhomboédrique.

[Temperature dependence of the infrared transmission of rhombohedral acetamide.]

Le système de régulation qui équipe les deux types de cuves permet de stabiliser la température du porte-échantillon à 0,02 K près. Un thermocouple placé à l'intérieur de l'échantillon indique une fluctuation de $\pm 0,3$ K dans le cas de mesures par réflexion et de $\pm 0,1$ K dans le cas de mesures par transmission. Lorsque la conductivité thermique des échantillons est faible nous introduisons de l'hélium dans la cellule.

L'évolution en fonction de la température des spectres de réflexion et de transmission dans l'infrarouge lointain ne se traduit pas en général par des modifications spectaculaires des courbes de transmission et de réflexion. La figure 5 illustre la disparition en fonction de l'augmentation de la température de la raie à 84 cm^{-1} ($T = 2,4\text{ K}$) de l'acétamide rhomboédrique. Dans la majeure partie des cas l'intensité de la raie diminue et augmente l'imprécision de la température à laquelle la raie disparaît.

La figure 6 montre l'évolution du pouvoir réflecteur du phosphate diacide de potassium au voisinage

Fig. 6. — Spectre de réflexion de basse fréquence du phosphate diacide de potassium au voisinage de la transition de phase.

[Low frequency reflexion spectra of potassium dihydrogen phosphate near the phase transition.]

de la transition de phase. Les valeurs de R à fréquence nulle sont calculées à partir de mesures diélectriques à $9,2\text{ Gc/s}$.

3. Conclusion.

Les cellules basse température que nous avons construites pour l'étude de la transmission et de la réflexion de monocristaux dans l'infrarouge lointain nous ont permis d'étudier l'évolution des modes de réseau en fonction de la température, de l'acétamide [5], du nitrite et du nitrate de sodium [6]. La stabilité de la température nous permet actuellement de préciser la variation de fréquence du mode mou du benzile [7] au voisinage de la transition de phase à $83,5\text{ K}$.

Les performances de l'appareil ont été améliorées par l'adjonction d'écrans de cuivre disposés régulièrement le long de l'axe du cryostat. C'est ainsi qu'il est possible de travailler trente heures sans effectuer de transfert d'hélium liquide dans le cryostat.

Bibliographie

- [1] HADNI, A., *Ann. Phys. (Paris)* **13** 1 (1956) 765.
- [2] HADNI, A., STRIMER, P. et THOMAS, R., *Nouv. Rev. Opt. Appl.* **2** 6 (1971) 379.
- [3] HADNI, A., STRIMER, P., THOMAS, R., DUGUE, M., GOULLIN, J. F., GREMILLET, M. and MOULIN, M., *Phys. Status Solidi (a)* **5** (1971) 707.
- [4] WYNCKE, B., STRIMER, P., EL SHÉRIF, M., BRÉHAT, F. and HADNI, A., A paraître dans *Infrared Phys.* (1982).
- [5] WYNCKE, B., BRÉHAT, F. and HADNI, A., A paraître dans *Int. J. IR Millimeter Waves* en janvier 1983.
- [6] BRÉHAT, F., EL SHÉRIF, M. and WYNCKE, B., Communication présentée à la 7^e Conférence Internationale sur les Ondes Infrarouges et Millimétriques, Marseille, 14-18 février 1983.
- [7] WYNCKE, B., BRÉHAT, F. and HADNI, A., *Ferroelectrics* **25** (1980) 617.