

2269

135

Ann/135

T H E S E

présentée

à l'Université de Paris-Sud

Pour obtenir le Titre de Docteur 3ème cycle

Spécialité : ELECTRONIQUE

par-

Saloua AMMAR

Sujet: "TRAITEMENT DE SURFACE DES CAVITES SUPRACONDUCTRICES"

Soutenue le 13 juin 1977 devant la Commission d'Examen

MM. G. GAUTHERIN, Président

A. SEPTIER

NGUYEN TUONG Viet

J.J. JIMENEZ

P L A N

INTRODUCTION	1
<u>Chapitre I : RAPPELS THEORIQUES</u>	
1. Impédance de surface	2
1.1. Définition	2
1.2. Calcul théorique de l'impédance de surface	3
1.3. Influence des différents paramètres sur R_s	4
1.4. Valeurs expérimentales de R_s	5
2. Coefficient de surtension	6
2.1. Définition du coefficient de surtension à vide Q_o	6
2.2. Coefficient de surtension externe Q_e	6
2.3. Coefficient de surtension en charge Q_L	6
2.4. Relation entre Q_o , Q_L et Q_e	7
2.5. Coefficient de couplage β	7
2.6. Méthode de mesure de Q	7
2.6.1. Détermination de Q_L	7
2.6.2. Détermination de β	8
2.6.3. Réalisation et utilisation d'un générateur UHF stable	9
3. Relation entre R_s et Q pour le mode de fonctionnement choisi	11
3.1. Mode de fréquence et fonctionnement	11
3.2. Relation entre R_s et Q	12
<u>Chapitre II: TRAITEMENTS DE SURFACE</u>	14
1. Les défauts de surface	14
1.1. Les défauts sous forme de pointes	14
1.2. Les défauts sous forme de marches	14
2. Le traitement au four ultravide	15
3. Le polissage électrolytique	15
3.1. Description du procédé	15
3.2. Origine des oscillations du courant	16
3.3. Facteurs susceptibles de modifier les conditions de polissage	16

3.4. Montage de polissage de la cavité	17
3.5. Rinçage après polissage	18
4. Le polissage chimique	18
5. Oxydation anodique (ou anodisation)	18
5.1. Description du procédé	18
5.2. Procédé utilisé expérimentalement	19
5.3. Avantages de l'anodisation	20
5.4. Inconvénients de l'anodisation	20
6. La méthode dite oxypolissage	20
<u>Chapitre III : RESULTATS ET EXPERIENCES</u>	21
1. Détermination des conditions expérimentales pour la cavité	21
1.1. Choix du matériau	21
1.2. Choix de la forme de la cavité	21
1.3. Choix des dimensions de la cavité	22
1.4. Assemblage de la cavité	22
1.5. Pompage de la cavité	22
1.6. Choix du couplage	23
1.7. Installation cryogénique	23
2. Traitement au four	24
3. Essais de polissage électrolytique sur des échantillons en niobium	24
4. Traitement des cavités	25
4.1. Cavité A	25
4.1.1. Polissage électrolytique	25
4.1.2. Oxydation anodique	26
4.1.3. Oxypolissage	26
4.2. Cavité B	26
4.2.1. Polissage électrolytique	26
4.2.2. Oxydation anodique	26
4.2.3. Oxypolissage	27
5. Comportement de $Q = f(T)$ après divers traitements	27
5.1. Cavité A	27
5.2. Cavité B	28

6. Comparaison des courbes obtenues	28
CONCLUSION	30
BIBLIOGRAPHIE	31
<u>Annexe 1</u> : CALCUL DU COEFFICIENT DE COUPLAGE β	A-1
<u>Annexe 2</u> : EXPRESSION DE Q_c EN FONCTION DU DIAMETRE DU TROU DE COUPLAGE DE LA CAVITE	A-9

Remerciements

Ce travail a été effectué à l'Institut d'Electronique Fondamentale de la Faculté des Sciences d'Orsay, Université Paris-Sud, sous la direction de M. le Professeur P. Grivet. Qu'il en soit ici remercié.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur A. Septier, Professeur au CNAM, et Monsieur Nguyen Tuong Viet, Maître de Recherche au CNRS, qui m'ont guidée tout au long de ce travail.

Messieurs G. Gautherin et J.J. Jimenez ont bien voulu s'intéresser à ma thèse et faire partie du jury. Qu'ils veuillent bien trouver ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je suis profondément reconnaissante envers Messieurs J. Sayag, M. Boussoukaya, J. Bénéard et K. Kayyali, qui n'ont cessé, au cours de ce travail, de me prodiguer leurs encouragements et leur aide. Je les remercie bien sincèrement.

Je remercie vivement le groupe de chercheurs qui m'a accueillie en son sein et dont j'ai apprécié l'aide et la sympathie. Ces remerciements s'adressent à Messieurs H. Bergeret, Ha Duong Hung, P. Tavlitzki, M. Lavarec et Pham Tu Manh, pour leurs discussions profitables et leur aide.

Je dois à l'amabilité et à l'aide de tout le personnel de l'Institut d'Electronique Fondamentale, chercheurs, techniciens, et personnel administratif, d'avoir pu travailler dans une atmosphère de bonne camaraderie et d'avoir mené ce travail à bien.

Je remercie chaleureusement Messieurs D. Barbier et J-C. Lucenay, dont le dévouement et l'efficacité ont facilité ma tâche. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

Je remercie beaucoup Madame Hilaire, pour sa patience, pour transposer mon manuscrit sous une forme présentable.

INTRODUCTION

Les cavités supraconductrices ont trouvé une application récente dans la réalisation d'oscillateurs HF ultrastables et d'accélérateurs de particules. Ces cavités doivent avoir un coefficient de surtension aussi élevé que possible pour garantir une bonne stabilité de l'oscillateur, et rendre aussi faibles que possible les pertes de puissance HF, par effet Joule, dans l'accélérateur considéré. Pour cela, un soin particulier doit être apporté à l'état de surface de la cavité.

En effet, l'amélioration de l'état de surface de la cavité entraîne toujours, comme nous le verrons plus loin, une amélioration du coefficient de surtension.

Dans ce mémoire, nous présentons les résultats essentiels d'un travail de recherche sur le traitement de surface de deux cavités supraconductrices en niobium fonctionnant sur le mode TE_{011} et les résultats expérimentaux concernant les coefficients de surtension obtenus à la suite de différents traitements.

Nous avons divisé ce travail en deux parties : une première partie d'ordre théorique (ch. I) est consacrée aux notions concernant la résistance de surface et le coefficient de surtension ; une deuxième partie (ch. II et III) relatant les différentes méthodes de traitement de surface utilisées et les principaux résultats de mesure de coefficients de surtension correspondant à chacun de ces traitements.

Chapitre I

RAPPELS THEORIQUES

Avant de présenter les différents traitements effectués sur deux cavités supraconductrices en niobium fonctionnant sur le mode TE_{011} , et de montrer l'influence de ces traitements sur la résistance de surface R_s , et par conséquent sur le coefficient de surtension Q , nous nous proposons de faire un rappel succinct concernant R_s et Q .

1. IMPEDANCE DE SURFACE

1.1. Définition

On définit l'impédance de surface Z_s par le rapport du champ électrique tangentiel E_T au champ magnétique tangentiel H_T à la surface du métal.

$$Z_s = \frac{E_T}{H_T} = R_s + j X_s.$$

R_s représente la résistance de surface qui est le principal paramètre responsable des pertes Joule dans un métal obéissant à la loi d'Ohm

($P_j = \frac{1}{2} \iint_s R_s i_s^2 dS$) et X_s est la réactance de surface.

On montre que la variation de l'impédance de surface en fonction de la température est déterminée en partie par la dépendance du gap d'énergie Δ avec la température ⁽¹⁾. Une relation approchée donne :

$$\frac{\Delta(T)}{\Delta(0)} \approx \cos \left\{ \left(\frac{\pi}{2} t^2 \right) \right\}^{1/2}, \quad \text{avec } t = \frac{T}{T_c} = \text{température réduite,}$$

(T_c est la température critique du matériau. $T_c = 9,25^\circ K$ pour Nb)
et où $\Delta(0) = 3,52 k T_c$ d'après la théorie de BCS.

La réactance de surface X_s est liée à la profondeur de pénétration λ du champ magnétique tangentiel.

$$X_s = \omega \mu_0 \lambda \quad \text{avec } \omega, \text{ la pulsation et } \mu_0 \text{ la perméabilité du vide}$$

où

$$\lambda = \int_0^{\infty} \operatorname{Re} \left\{ \frac{H(z, t)}{H(0, t)} \right\} dz.$$

Si le libre parcours moyen est infini, λ est la longueur de pénétration de London λ_L .

$$\lambda_L (T = 0) = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 e^2 N}}$$

où m est la masse de l'électron, e est sa charge et N la densité d'électrons supraconducteurs.

1.2. Calcul théorique de l'impédance de surface

L'impédance de surface d'un supraconducteur a été calculée par Mattis et Bardeen⁽²⁾ et Abrikosov et al.⁽³⁾ à partir de la théorie de BCS. Elle est une fonction des paramètres suivants :

- la température T ;
- la température de transition T_c ;
- le gap d'énergie à 0°K , $\Delta(0)$;
- le libre parcours moyen des électrons dans le métal, ℓ ;
- la vitesse de Fermi des électrons, v_F (ou la longueur de cohérence, $\xi_F = \frac{\hbar v_F}{2\Delta(0)}$) ;
- la longueur de pénétration de London à 0°K , $\lambda_L(0)$;
- la fréquence de l'onde traversant le métal, f .

Les paramètres T , T_c et f sont déterminés expérimentalement. Les paramètres $\lambda_L(0)$ et v_F ne dépendent pas de la pureté du métal et se déterminent théoriquement. Les paramètres ℓ et $\Delta(0)$ sont déduits des mesures, par exemple en ajustant les valeurs expérimentales de R_s aux valeurs théoriques. Pour des fréquences $f \ll f_c$ (f_c étant la fréquence critique définie par $h f_c = 2 \Delta(0)$) et des températures suffisamment éloignées de T_c , R_s peut se mettre sous la forme :

$$R_s = \frac{f^2}{T} \exp. \left(\frac{-\Delta}{kT} \right).$$

En première approximation, R_s décroît exponentiellement avec T et s'anule en $T = 0$.

Les expressions théoriques de Mattis et Bardeen, et Abrikosov et al., ont pu être exploitées pour un calcul précis sur machine de R_s et X_s par Turneaure⁽⁴⁾ et Halbritter⁽⁵⁾.

En utilisant le programme de calcul de ce dernier⁽⁶⁾, nous avons calculé la valeur de R_s du niobium à différentes températures et à la fréquence de 9,246 GHz, fréquence de résonance de la cavité utilisée dans nos expériences. La figure 1 représente la courbe de R_s en fonction de T pour les paramètres suivants :

$$T_c = 9,2^\circ\text{K} ;$$

$$f = 9,246 \text{ GHz} ;$$

$$\frac{\Delta(0)}{k T_c} = 1,85 ;$$

$$\lambda_L(0) = 350 \text{ \AA} ;$$

$$l = 500 \text{ \AA} ;$$

$$\xi_F = 385 \text{ \AA} .$$

1.3. Influence des différents paramètres sur R_s

L'influence sur la résistance de surface des différents paramètres que nous avons énumérés dans le précédent paragraphe a été étudiée par Halbritter⁽⁷⁾ et Lyneis⁽⁸⁾.

On montre que la résistance de surface varie peu avec la longueur de pénétration de London. Par exemple, une variation de 10% de λ_L entraîne une même variation de R_s (soit 10%), à $f = 9,5 \text{ GHz}$ et $1,2^\circ\text{K} < T < 4,2^\circ\text{K}$.

La dépendance de R_s du libre parcours moyen l est plus étrange : quand l décroît, R_s décroît d'abord, atteint un minimum puis augmente.

Pour $t < 0,5$, le rapport $\frac{R_s(t, l)}{R_s(t, l')}$ varie très peu avec la température ; dans ce cas, pour la détermination expérimentale du gap d'énergie en utilisant la variation expérimentale de R_s en fonction de la température, on n'a pas besoin d'une valeur précise de l . Par contre, le rapport $\frac{X_s(t, l)}{X_s(t, l')}$

dépend fortement de la température pour $1,2^{\circ}\text{K} < T < 4,2^{\circ}\text{K}$, et on peut alors déterminer le libre parcours moyen à partir de la variation de X_s en fonction de T . Si le gap d'énergie est connu, une petite variation de T_c entraîne une large variation de R_s et X_s , car elles dépendent fortement de $(1 - T/T_c)$.

1.4. Valeurs expérimentales de R_s

Une méthode simple pour mesurer R_s consiste à mesurer le coefficient de surtension à vide Q_0 d'un résonateur fabriqué dans le matériau à étudier. Q_0 est lié à R_s par la relation $Q_0 = \frac{\Gamma}{R_s}$ (voir ch.I, 3.2), où Γ est une constante qui ne dépend que de la forme du résonateur et du mode de résonance. Théoriquement, $R_s = 0$ pour $T = 0$, mais pratiquement, elle ne s'annule pas, même pour $T = 0$. La valeur expérimentale de R_s peut s'écrire :

$$R_s (\text{exp}) = R_s (\text{th}) + R_0.$$

R_0 est appelée résistance résiduelle.

De nombreux travaux ont été consacrés à la diminution de R_0 , à l'identification et la compréhension des nombreux phénomènes physiques entraînant des pertes à la surface d'un métal réel, causes non prévues par la théorie de BCS.

Ces facteurs ayant des lois de variation en fréquence allant de f^0 à f^2 , il est difficile d'attribuer à R_0 une loi précise et les résultats expérimentaux sont souvent contradictoires. La seule contribution à R_0 bien connue, est celle des lignes de flux magnétiques piégés⁽⁹⁾ dans le supraconducteur au moment du refroidissement dans un champ magnétique statique B_0 (champ terrestre, par exemple). Ces lignes de flux (où $B = B_c$) forment alors des domaines normaux où R_s est égale à R_{normale} , et les pertes sont proportionnelles au nombre des domaines, c'est-à-dire grossièrement au rapport de la valeur du champ statique B_0 au champ critique B_c . Pour les rendre négligeables, il suffit de placer la cavité dans un blindage magnétique qui ramène B_0 à des valeurs inférieures à 10^{-7} Teslas.

Pour les autres causes de pertes résiduelles, nous citerons : un mauvais état de surface, les joints de grain dans un matériau polycristallin, les

impuretés, les défauts, le couplage entre le champ électromagnétique et les oscillations ioniques (phonons), les couches diélectriques de mauvaise qualité. Pour plus de détails sur R_o , on peut consulter les articles de Hartwig⁽¹⁰⁾, Pierce⁽¹¹⁾ et Halbritter⁽¹²⁾.

2. LE COEFFICIENT DE SURTENSION

2.1. Définition du coefficient de surtension à vide, Q_o

Pour caractériser la qualité d'une cavité résonnante, on est amené à introduire le coefficient de surtension Q_o , quotient de l'énergie emmagasinée dans la cavité W , multiplié par la pulsation ω_o , par la puissance perdue dans la cavité P_d .

Les pertes dans la cavité sont dues aux pertes Joule dans les parois.

$$\text{Soit } Q_o = \omega_o \frac{W}{P_d} \quad (1)$$

Le coefficient de surtension Q_o défini ainsi, représente le coefficient de surtension à vide.

2.2. Coefficient de surtension externe Q_e

Lorsque la cavité se trouve couplée à une charge extérieure, on définit le coefficient de surtension externe Q_e :

$$Q_e = \omega_o \frac{W}{P_{ch}} \quad (2)$$

où P_{ch} représente la puissance dissipée dans la charge.

2.3. Coefficient de surtension en charge Q_L

On définit Q_L :

$$Q_L = \omega_o \frac{W}{P_L} \quad (3)$$

où P_L représente la puissance dissipée dans la cavité et la charge.

2.4. Relation entre Q_0 , Q_L et Q_e

D'après les relations (1), (2) et (3), on déduit la relation entre Q_0 , Q_L et Q_e .

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_e} .$$

2.5. Coefficient de couplage β

On définit le coefficient de couplage β comme :

$$\beta = \frac{Q_0}{Q_e} = \frac{\text{puissance dissipée dans la charge}}{\text{puissance dissipée dans la cavité}}$$

2.6. Méthode de mesure de Q

Pour mesurer des coefficients de surtension supérieurs à 10^5 , on utilise la méthode dite du décrétement logarithmique.

Cette méthode consiste à exciter la cavité à l'aide d'un générateur accordé sur sa fréquence de résonance f_0 , en utilisant le montage de la figure 2, et à observer la décroissance de l'énergie lorsqu'on annule l'excitation ; en effet, on a la relation $W = W_0 \exp(-t/\tau)$ avec $\tau = Q/\omega_0$. C'est pourquoi la fréquence du générateur (y compris ses fluctuations) doit être contenue dans la courbe de résonance de la cavité.

$$\text{Soit } \frac{\Delta f}{f_0} \ll \frac{1}{Q_{\text{cavité}}}$$

Δf étant la fluctuation en fréquence du générateur.

En pratique, il suffit d'avoir $\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{1}{10 Q_{\text{cavité}}}$. C'est pourquoi il faut disposer d'un générateur de très haute stabilité en fréquence ($< 10^{-9}$ si l'on veut mesurer $Q_0 = 10^8$ et $< 10^{-10}$ pour $Q_0 = 10^9$).

2.6.1. Détermination de Q_L

L'onde fournie par le générateur UHF est modulée en amplitude avec un signal carré ; l'onde incidente dans la cavité est alors de la forme :

$$E = E_0 \sin \omega t \{ \gamma(t) - \gamma(t - \theta) \}$$

γ étant la fonction échelon unité.

Lorsque l'excitation cesse dans la cavité, l'énergie émise par celle-ci dans le guide de couplage, est de la forme :

$$W = W_0 e^{-t/\tau}$$

W_0 étant l'énergie émise à l'instant $t = 0$, et τ est une constante de temps.

On montre que

$$Q_L = \omega_0 \tau.$$

La détection de l'onde à la sortie de la cavité étant quadratique, la tension v observée sur l'oscilloscope est proportionnelle à la puissance P .

Q_L sera alors :

$$Q_L = \omega_0 \frac{t_2 - t_1}{\log_e \frac{P_1}{P_2}}$$

t_1 et t_2 sont les temps correspondant respectivement à P_1 et P_2 comme indiqué sur la figure 3.

2.6.2. Détermination de β

Le calcul du coefficient β que nous donnons en annexe 1 montre que , suivant les cas, les expressions de β sont :

- a) Cavité sous-couplée : $\beta < 1$ (voir fig. 4a)

$$\beta = \frac{1 - \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}{1 + \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}} \quad ; \quad \beta = \frac{\sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}{2 - \sqrt{\frac{P_e}{P_i}}} \quad ; \quad \beta = \frac{1}{1 + 2 \sqrt{\frac{P_r}{P_e}}}$$

où P_i est la puissance incidente ;

P_r est la puissance réfléchie ;

P_e est la puissance émise.

- b) Cavité sur-couplée : $\beta > 1$ (voir fig. 4b)

$$\beta = \frac{1 + \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}{1 - \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}} \quad ; \quad \beta = \frac{\sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}{2 - \sqrt{\frac{P_e}{P_i}}} \quad ; \quad \beta = \frac{1}{1 - 2\sqrt{\frac{P_r}{P_e}}}$$

- c) Couplage critique : $\beta = 1$ (voir fig. 4c)

La figure 5 montre l'allure d'une courbe obtenue expérimentalement.

2.6.3. Réalisation et utilisation d'un générateur UHF stable

Pour mesurer le coefficient de surtension Q , nous sommes amenés soit à utiliser des générateurs stables existants, soit à réaliser nous-mêmes un montage permettant d'avoir une très bonne stabilité.

- Premier montage -

On utilise le générateur UHF Schlumberger travaillant en bande S, muni d'un multiplicateur de fréquence, ce qui permet d'avoir une stabilité de 10^{-9} à $f = 9,2$ GHz.

- Deuxième montage -

Oscillateur à diode Gunn dont la fréquence est accordée sur la fréquence de résonance de la cavité. Le montage réalisé est schématisé sur la figure 6 :

On prélève une partie de l'onde incidente fournie par l'oscillateur à diode Gunn, et une partie de l'onde réfléchiée par la cavité à niveau de puissance égal, qu'on envoie dans un mélangeur équilibré.

La tension continue obtenue, ΔV , est proportionnelle à la différence de phase qui existe entre ces deux ondes. On superpose à la tension de polarisation du varactor V , la tension ΔV amplifiée.

Une variation de la phase du coefficient de réflexion de la cavité, consécutive à un glissement de fréquence de la diode, entraîne une variation $\Delta\phi$ de la phase de l'onde réfléchiée, d'où apparition d'une variation

de tension ΔV , qui est amplifiée puis réinjectée sur le varactor avec le signe convenable.

Dans un premier temps, la boucle étant ouverte, on agit sur la tension de polarisation V pour chercher la fréquence de résonance de la cavité f_0 .

On boucle ensuite le système puis on agit sur le déphaseur pour stabiliser la fréquence du générateur sur la fréquence f_0 . Le système se corrige alors de lui-même. La stabilité atteinte est de 10^{-9} .

- Troisième montage -

On peut stabiliser la fréquence d'un klystron sur une harmonique d'un quartz pilote de 5 MHz de très bonne stabilité (10^{-10} par jour) à l'aide d'un stabilisateur de fréquence MOS du commerce. L'appareil dont nous disposons ne permettant d'obtenir que des fréquences discrètes, nous sommes amenés à moduler le signal de sortie en amplitude à l'aide d'un signal de quelques MHz, réglable de façon continue, issu d'un synthétiseur de fréquence et à utiliser une des deux bandes latérales.

Le montage permettant le fonctionnement du stabilisateur de fréquence MOS est schématisé sur la figure 7. La fréquence du signal de référence 5 MHz fourni par l'oscillateur à quartz est multipliée par huit; la fréquence de 40 MHz obtenue est mélangée avec la fréquence de 5 MHz, ce qui fait apparaître les bandes 45 MHz et 35 MHz. On mélange une harmonique du signal à 45 MHz au signal microonde fourni par le générateur à klystron (Férisol) de stabilité 10^{-6} . Si l'onde UHF a une fréquence égale à $(N \times 45 \pm 35)$ MHz, une fréquence intermédiaire de 35 MHz apparaît à la sortie du limiteur, contenant les instabilités de l'onde UHF. On envoie ensuite cette fréquence, ainsi que la fréquence de 35 MHz stable de départ, à un détecteur de phase qui fournit une tension d'erreur proportionnelle à l'écart de phase entre les deux signaux; cette tension est amplifiée puis injectée convenablement dans le circuit réflecteur du klystron.

Ce système permet de stabiliser sur des fréquences discrètes $F = (N \times 45 \pm 35)$ MHz. Pour stabiliser sur des fréquences quelconques, on module le signal en réalisant le montage schématisé sur la figure 8 :

Si F_0 est la fréquence fournie par le générateur UHF, après modulation on obtient F_0 et les bandes latérales $F_0 \pm f$, f étant fournie par un générateur radiofréquence.

On choisit f , tel que $F_0 - f = F = (N \times 45 \pm 35)$ MHz. On envoie ce signal ($F_0 - f$) sur le stabilisateur. Si on veut faire varier F_0 de δF_0 , il suffit de faire varier f de la même quantité et dans le même sens.

Pour obtenir la raie $F_0 - f$, on prélève une partie du signal modulé pour l'étudier à l'analyseur de spectres. On élimine la porteuse F_0 en accordant les stubs du modulateur ; la bande latérale inutilisée est éliminée par le filtre.

3. RELATION ENTRE R_s et Q POUR LE MODE DE FONCTIONNEMENT CHOISI

3.1. Mode et fréquence de fonctionnement

Nous avons choisi, pour notre étude, d'utiliser une cavité cylindrique circulaire où le mode transverse électrique TE_{011} est excité à une fréquence proche de 9 GHz.

Le choix d'un mode TE pour notre cavité n'a été dicté que par l'absence de champ électrique sur les parois qui exclut les pertes pouvant exister si les parois sont couvertes d'un diélectrique (oxyde de niobium, par exemple). Ce qui permet d'espérer un coefficient de surtension élevé. Les composantes du champ électrique et magnétique dont la configuration dans la cavité est donnée sur la figure 9, sont données par les formules suivantes ⁽¹³⁾ :

$$E_z = E_r = 0$$

$$E_\theta = -\sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \frac{k}{k_1} H_0 J'_0(k_1 r) \sin k_3 z$$

$$H_r = \frac{k_3}{k_1} H_0 J'_0(k_1 r) \cos(k_3 z)$$

$$H_\theta = 0$$

$$H_z = H_0 J_0(k_1 r) \sin k_3 z$$

avec $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ (λ : longueur d'onde)

$$k_3 = \frac{\pi}{L} ; k_1 = \frac{x_{01}}{a}$$

x_{01} étant la première racine de la fonction de Bessel J_0 ;
 L , la longueur de la cavité ;
 a , le rayon de la cavité ;

et l'expression de la fréquence de résonance de la cavité f_0 , est :

$$f_0 = \frac{c}{2\pi} \sqrt{\left(\frac{x_{01}}{a}\right)^2 + \left(\frac{\pi}{L}\right)^2}$$

où c est la vitesse de la lumière.

3.2. Relation entre R_s et Q

La puissance dissipée dans une paroi conductrice P_d est reliée à la résistance de surface R_s et au champ magnétique sur la surface H_s , par la relation suivante :

$$P_d = \frac{1}{2} \iint_S R_s H_s^2 dS.$$

L'énergie emmagasinée dans la cavité étudiée est donnée par la relation :

$$W = \frac{\mu}{2} \iiint_V H^2 dv$$

ce qui nous permet de relier entre elles les grandeurs R_s et Q en écrivant

$$Q = 2\pi f_0 \frac{W}{P} = \frac{2\pi f_0 \frac{\mu}{2} \iiint_V H^2 dv}{\frac{1}{2} \iint_S R_s H_s^2 dS}.$$

Pour la cavité travaillant en mode TE_{011} , et d'après les expressions des champs, le calcul donne :

$$W = \frac{\mu}{4} H_0^2 a^2 L \pi J_0^2(x_{01}) \left\{ 1 + \left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 \right\}$$

$$\text{et } P_d = \frac{1}{2} H_0^2 R_s \pi a J_0^2(x_{01}) \left\{ 2\left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 a + L \right\}$$

Le coefficient de surtension sera alors :

$$Q = \frac{\pi f_0 \mu a L \left\{ 1 + \left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 \right\}}{R_s \left\{ 2\left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 a + L \right\}} .$$

On remarque que Q est inversement proportionnel à R_s :

$$Q = \frac{\Gamma}{R_s} \quad \text{où on a posé :}$$

$$\Gamma = \frac{\pi f_0 \mu a L \left\{ 1 + \left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 \right\}}{2\left(\frac{k_3}{k_1}\right)^2 a + L}$$

Dans notre cas, $L = 2 a$, $\Gamma = \pi \mu f_0 a$.

Pour la cavité que nous étudions, $L = 42,5 \text{ mm}$, ce qui donne :

$$\Gamma = 780 \Omega.$$

Chapitre II

TRAITEMENTS DE SURFACE

Dans le but d'obtenir un coefficient de surtension élevé, il est nécessaire d'éliminer ou d'atténuer au maximum les défauts géométriques superficiels de la cavité et les impuretés en surface.

1. LES DÉFAUTS DE SURFACE

Ils sont de deux sortes :

1.1. Les défauts sous forme de pointes

Ils sont fréquents dans les dépôts métalliques électrolytiques. Lorsque le niveau de puissance HF est suffisant, au niveau des pointes, le champ électrique est multiplié par un coefficient élevé. Sous l'effet de ce champ, les électrons sont extraits (émission de champ), accélérés, et leur impact sur les parois provoque un échauffement, une émission de rayons X, et une émission d'électrons secondaires, qui, à leur tour, reproduisent le phénomène. Cet effet cumulatif entraîne une réduction du facteur de qualité avant que le champ magnétique critique ne soit atteint.

Pour éliminer ces micropointes, on connaît divers procédés : le polissage chimique ou électrolytique et l'"oxypolissage" (polissage par oxydation anodique et élimination de l'oxyde).

1.2. Les défauts sous forme de marches

Ils sont présents à la limite des cristaux d'orientations différentes dans le niobium polycristallin. Ces défauts provoquent un renforcement local du champ magnétique alternatif⁽¹⁴⁾, celui-ci pouvant atteindre la valeur du champ magnétique critique H_c dans certaines zones, alors que le champ est inférieur à la valeur de H_c en d'autres points de la surface. Le traitement au four atténue les défauts de marches.

2. LE TRAITEMENT AU FOUR ULTRA-VIDE

Il consiste à placer l'échantillon à traiter dans un four sous ultra-
vide que l'on chauffe à une température de l'ordre de 2 000°C. Le traite-
ment au four atténue les défauts de marche car il entraîne l'augmentation
de la taille des grains, et favorise la formation de l'état monocristallin.
De plus, il réduit la concentration superficielle des impuretés volatiles
telles que : O_2 , N_2 , H_2O , CO , CO_2 , H_2 , NbO , NbO_2 .

3. LE POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

3.1. Description du procédé

Nous avons appliqué la méthode du polissage électrolytique du niobium,
développée par des chercheurs de Siemens⁽¹⁵⁾.

L'électrolyte que nous avons utilisé se compose d'un mélange de dix vo-
lumes de HF (à 49%), et 85 volumes de H_2SO_4 (à 95,97%). L'anode est formée
par la pièce à polir en niobium, la cathode est en aluminium pur.

On constate que pour certaines valeurs de la tension V appliquée aux
bornes des électrodes, il apparaît des oscillations périodiques du courant
traversant la cellule. Celles-ci s'arrêtent au bout d'un certain temps
(fig. 10). La qualité du polissage dépend de l'amplitude et de la fréquen-
ce des oscillations du courant. Ces deux paramètres sont fonction de la
concentration de la solution, de la température du bain, de la distance
entre les électrodes, de leur vitesse de rotation éventuellement, et de
l'agitation de l'électrolyte. L'agitation de la solution augmente de deux
à cinq fois la densité du courant. Un échantillon est mieux poli quand il
est déplacé à vitesse constante et faible, que quand il est fixe. Les con-
ditions optimales de polissage sont obtenues pour $T \approx 35^\circ C$, la distance
entre électrodes étant comprise entre 3 cm et 5 cm (s'il s'agit d'un é-
chantillon plan) ; une densité de courant moyenne de 0,15 à 0,20 A/cm^2 , et
une fréquence d'oscillation du courant de l'ordre de 20 à 30 oscillations
par minute.

Un cycle de polissage se compose d'une période active (la tension est
appliquée), et d'une période de repos avec circulation de l'électrolyte

au moyen d'une pompe. Pour un cycle de 5 mn, la période active dure environ une minute et demie.

3.2. Origine des oscillations du courant

On attribue les oscillations du courant à la croissance et à la destruction périodique d'un film fin d'oxyde à la surface de l'anode (épaisseur correspondant à quelques couches atomiques). Il est difficile d'avoir une preuve directe de l'existence d'un tel film parce qu'il se dissout dans l'électrolyte dès l'arrêt du courant. On peut cependant en avoir une preuve indirecte en étudiant la décroissance du potentiel d'anode quand la tension appliquée est coupée après polissage⁽¹⁶⁾. On a établi aussi que ce film n'est pas au contact direct de l'électrolyte car une couche visqueuse composée d'hydroxyde ou d'un composé complexe de niobium apparaît au voisinage de l'anode. Cette couche visqueuse aide à maintenir le film en réduisant l'attaque chimique. Un examen microscopique a montré dans le cas du cuivre, que cette couche est relativement épaisse par rapport aux irrégularités de la surface et qu'il existe une interface sensiblement plane entre la couche et la solution, de sorte que ses variations d'épaisseur permettent d'interpréter les possibilités de lissage de la surface. En effet, la densité de courant est plus élevée sur les pics où la couche visqueuse est mince que dans les vallées, d'où une vitesse d'attaque plus grande des aspérités.

3.3. Facteurs susceptibles de modifier les conditions de polissage

La résistance de l'électrolyte diminue quand la température augmente ; la tension pour obtenir le même courant est plus faible. ($V = \frac{K}{a\theta + b}$, θ étant la température ; a et b sont des constantes). Donc, la puissance fournie pour maintenir le courant constant diminue quand la température augmente. Or, à température élevée, la viscosité du bain diminue, et il est difficile de maintenir la couche visqueuse. Il faut donc choisir une température de travail la plus élevée possible, compatible avec l'existence de la couche visqueuse. En général, il se produit une élévation de température de l'électrolyte pendant le polissage due à la résistance de la solution et à la présence de couches fortement résistantes sur l'anode

(film et couche visqueuse), pour cela, il faut assurer une circulation d'eau pour refroidir la solution afin de garder la température constante.

En régime permanent pendant l'électrolyse, les produits tendent à s'accumuler autour des électrodes. Il est alors nécessaire d'agiter le bain pour enlever une partie des produits de réaction et maintenir la couche visqueuse sur l'anode. La précaution à prendre est de ne pas agiter trop fort, car on risque de détruire la couche visqueuse. L'agitation évite aussi l'échauffement local dû au passage du courant à travers les couches très résistantes sur l'anode et permet de maintenir une température plus uniforme.

Dans de nombreux cas, on obtient de meilleurs résultats par rotation et oscillation de l'anode. En effet, pour maintenir la couche visqueuse, dans le cas d'une anode en mouvement, le courant qui apparaît est plus fort que dans le cas d'une anode fixe.

La qualité du poli dépend beaucoup de la pureté du métal et de la taille moyenne du grain du métal.

3.4. Montage de polissage de la cavité

La cavité utilisée est circulaire et formée de deux parties distinctes : un fond de diamètre interne égal à 42,5 mm et de longueur égale à 42,5 mm (voir figure 11), et un couvercle circulaire de diamètre égal à 63,5 mm.

- a) Montage pour le fond cylindrique de la cavité

On réalise le montage schématisé par la figure 12a. La cathode est une tige cylindrique en aluminium de 2 cm de diamètre.

La minuterie permet de brancher la tension de polissage V pendant la période active du cycle, soit 1.5 mn, et de mettre en marche la circulation d'acide à l'aide d'une pompe munie d'un moteur à vitesse réglable, pendant la seconde période du cycle, soit 5 mn.

- b) Montage pour le couvercle de la cavité

On réalise le montage schématisé par la figure 12b.

3.5. Rinçage après polissage

On utilise deux méthodes :

- a) On rince plusieurs fois à l'eau distillée, puis à l'eau bouillante pour éliminer les ions fluor F^- qui polluent l'interface métal - oxyde.
- b) On met la pièce à rincer dans un récipient contenant de l'eau oxygénée (6% en poids), qu'on introduit dans une enceinte à ultra-sons pendant dix minutes, puis on rince plusieurs fois à l'eau distillée, en présence d'ultra-sons, comme il est indiqué dans l'article⁽¹⁷⁾.

4. LE POLISSAGE CHIMIQUE

Il consiste à placer la pièce à polir pendant un certain temps (de l'ordre de la minute) dans une solution de HF (40% en volume) et HNO_3 (60% en volume), portée à $T = 0^\circ C$, ce qui permet de dissoudre une épaisseur de l'ordre de $1 \mu m$ par minute.

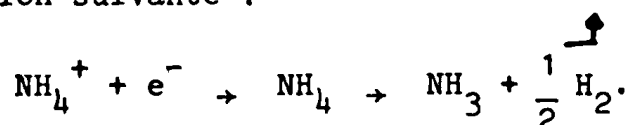
5. OXYDATION ANODIQUE (OU ANODISATION)

Au contact de l'air, le niobium poli s'oxyde et la nature de la couche d'oxyde superficielle est mal définie, ce qui pourrait contribuer à une perte HF élevée.

On a pensé protéger le niobium par des couches contrôlées de pentoxyde de niobium de faible épaisseur obtenues par oxydation anodique ou anodisation⁽¹⁸⁾, (Nb_2O_5 est un diélectrique à très faibles pertes).

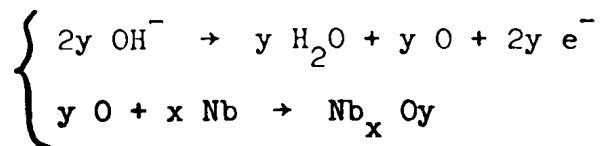
5.1. Description du procédé

Le bain est composé d'un mélange de 50% en volume d'eau et 50% de solution d'ammoniac à 28%. L'anode est formée par la pièce en niobium à oxyder et la cathode est en aluminium ou en niobium. A la cathode, il se produit la réaction suivante :

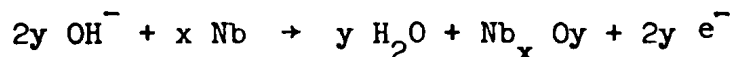


A l'anode, on pourrait interpréter l'oxydation du niobium par la formation intermédiaire d'oxygène naissant (à l'état atomique, donc très ac-

tif) de la manière suivante :



ce qui conduirait à la réaction globale :



On montre⁽¹⁹⁾ qu'à la surface il se forme du pentoxyde de niobium et qu'il existe une phase de transition d'environ 100 Å d'épaisseur, entre le métal et le pentoxyde. La surface du niobium est formée, plus ou moins, des couches suivantes :

- Une couche de deux phases non supraconductrices : $\text{Nb}_2\text{O}_5 + \text{NbO}_2$.
- Une couche d'environ 50 Å d'épaisseur et formée de deux phases : $\text{NbO}_2 + \text{NbO}$, ayant une température critique $T_c = 1,4^\circ\text{K}$.
- Une couche de 50 Å d'épaisseur et formée de deux phases : $\text{NbO} + \text{Nb}$, ayant une température critique de 6 à 7°K.
- Et une couche de niobium avec des atomes d'oxygène interstitiel ; la présence d'oxygène dans le niobium diminue sa température critique de 0,93°K par atome pour une concentration de un atome d'oxygène pour 100 atomes de niobium.

5.2. Procédé utilisé expérimentalement

On applique la tension V nécessaire pour produire l'épaisseur d'oxyde voulue, e , telle que⁽²⁰⁾

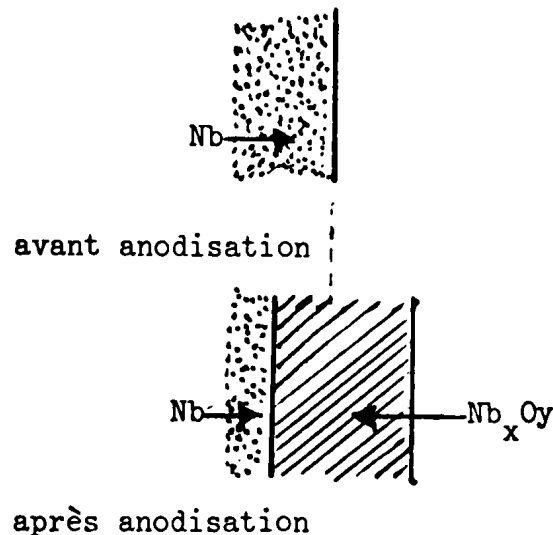
$$V \text{ (volts)} = \frac{e \text{ (Å)}}{24}$$

le courant étant limité à 120 mA ; celui-ci décroît ensuite jusqu'à la valeur zéro, d'une manière quasi-exponentielle. La surface du métal se recouvre d'une couche d'oxyde, principalement Nb_2O_5 .

5.3. Avantages de l'anodisation

La couche d'oxyde protège la surface (on montre que les surfaces anodisées ne sont pas détériorées même quand on les expose à l'air^(21, 22, 23) et que leur résistance de surface reste constante dans le temps, et entraîne une amélioration de l'état de surface selon le même principe que le polissage.

Dans la mesure où l'oxyde est un bon diélectrique (à faibles pertes), l'oxydation anodique repousse la surface conductrice vers l'intérieur du niobium massif qui est plus pur, d'où une amélioration des performances électriques.



5.4. Inconvénient de l'anodisation

L'anodisation entraîne une surface plus sensible aux chocs d'électrons, l'émission électronique secondaire étant plus élevée pour l'oxyde que pour le métal.

6. LA METHODE DITE "OXYPOLISSAGE"

Elle consiste en une série de 2 à 3 anodisations suivies de dissolutions de l'oxyde formé dans de l'acide fluorhydrique. L'oxyde Nb₂O₅ formé par anodisation est attaqué plus facilement par l'acide fluorhydrique que les oxydes qui se forment naturellement au contact de l'air.

Chapitre III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

1. DETERMINATION DES CONDITIONS EXPERIMENTALES POUR LA CAVITE

1.1. Choix du matériau

Les cavités que nous avons testées ont été réalisées en niobium. Ce matériau a une température critique $T_c = 9,2^\circ\text{K}$. Il est facile à usiner et possède une tenue mécanique acceptable. Sa dureté est suffisante pour permettre l'utilisation de joints d'indium entre les différentes parties de la cavité et entre la cavité et le guide.

Deux qualités légèrement différentes de niobium ont été utilisées :

- Le niobium Wah-Chang Albany, spécification Stanford, de pureté 99,9%. (Les impuretés sont formées plus spécialement de tantale : 270 ppm, les taux d'oxygène et de carbone s'élèvent respectivement à 100 ppm et 30 ppm).
- Le niobium Fansteel de pureté 99,9%. (Les impuretés de tantale s'élèvent à 500 ppm, celles d'oxygène et de carbone, respectivement à 58 ppm et 23 ppm).

1.2. Choix de la forme de la cavité

Nous avons utilisé une cavité cylindrique circulaire réalisée en deux parties distinctes. Un fond usiné à partir de niobium Wah-Chang et un couvercle usiné à partir de niobium Fansteel. Ceci évite au maximum l'utilisation de joints. En théorie, il n'existe pas de lignes de courant au niveau du joint d'indium.

Cependant, pour le mode TE_{011} le parallélisme des fonds doit être rigoureux, sinon il apparaît des courants au niveau des joints, ce qui entraîne l'apparition de pertes pouvant être assez importantes.

1.3. Choix des dimensions de la cavité

Nous avons choisi les dimensions de la cavité de telle sorte que le rapport de son diamètre ($2a$) sur sa longueur (L) soit égal à l'unité. Pour le mode TE_{011} , c'est la meilleure géométrie pour avoir Q maximum. Dans ces conditions, le facteur géométrique Γ est égal à 780Ω . (Voir chap. I, 3.2.).

1.4. Assemblage de la cavité

L'assemblage des différentes parties de la cavité, après leur avoir fait subir une suite de traitements, tels que polissage électrolytique ou chimique, recuit au four, polissage par oxydation et anodisation, nécessite un soin particulier.

La cavité est placée dans un récipient contenant du méthanol, puis assemblée encore humide dans une boîte à gants où circule un courant d'azote.

1.5. Pompage de la cavité

Un très bon vide doit régner dans la cavité avant sa mise à froid, car à basse température, les molécules résiduelles se condensent et contaminent la surface de la cavité, ce qui entraîne une diminution du coefficient de surtension.

D'autre part, la présence d'hélium dans la cavité se révèle néfaste, bien que les pertes HF qu'elle entraîne soient négligeables. En effet, sous l'effet du champ électrique HF, le gaz peut être ionisé et la présence d'ions entraîne des pertes et des fluctuations de la fréquence de résonance.

La cavité est pompée sur un bafi spécial, d'abord à l'aide d'une pompe turbomoléculaire, puis d'une pompe ionique permettant d'atteindre un vide de l'ordre de 10^{-9} Torr. Elle est ensuite scellée (fig. 13). Du côté du guide, l'étanchéité est assurée par une fenêtre en verre soudé sur

kovar (fig.14). La fenêtre doit rester étanche à l'ultravide, supporter des pressions de l'ordre de 10^{-9} Torr, avoir un taux de dégazage très faible, résister aux chocs thermiques et aux contraintes causées par les différences de dilatation.

Dans le guide, on réalise un vide primaire.

1.6. Choix du couplage

Le couplage avec le guide se fait par un trou placé à une distance égale à 0,47 fois le rayon de la cavité, à partir du centre du couvercle, endroit où le champ magnétique est maximum.

L'expression de $Q = f(d)$, où d est le diamètre du trou de couplage (voir annexe 2), permet de choisir d pour une valeur de Q choisie à l'avance, de façon à avoir un coefficient de couplage β convenable pour effectuer de bonnes mesures sur les courbes observées à l'oscilloscope si la valeur de Q mesurée est du même ordre de grandeur que celle choisie a priori.

1.7. Installation cryogénique (Fig.15)

Le cryostat utilisé est en verre ; il est formé de deux vases Dewar : un Dewar en verre externe contenant de l'azote ; un deuxième Dewar en verre contenant l'hélium.

Afin d'éviter l'existence de flux piégés au moment de la transition, on refroidit la cavité en champ magnétique faible. Pour cela, on dispose d'un ensemble de deux blindages magnétiques en mumétal, l'un placé à l'intérieur et l'autre placé à l'extérieur du cryostat.

Le champ résiduel mesuré après démagnétisation est de 5 mOe.

La cavité en niobium est reliée au circuit de mesure extérieur à travers un guide d'onde en cuivre muni de pièges hyperfréquences et thermiques (voir figure 15). Pour abaisser la température dans le cryostat, on abaisse la pression au-dessus du bain d'hélium, la valeur de la température

étant déterminée à partir de la pression de vapeur saturante suivant le tableau ci-dessous :

T (°K)	4,2	3	2	1,3
p (Torr)	750	182	24	1,2

On contrôle grossièrement la position du niveau d'hélium à l'aide de résistances de carbone placées à différentes hauteurs dans le cryostat, dont la valeur varie brutalement lorsqu'elles cessent d'être immergées dans l'hélium liquide.

2. TRAITEMENT AU FOUR

On place la cavité dans une enceinte où doit régner un vide de l'ordre de 10^{-10} Torr, obtenu en utilisant un groupe de pompage comprenant :

- une pompe à sorption ;
- une pompe ionique ;
- une pompe à titane.

Le chauffage du four se fait progressivement durant huit heures. On atteint alors une température de 1850°C . (A cette température, la pression dans le four reste comprise entre 10^{-7} et 10^{-8} Torr). On maintient la température stable pendant dix-huit heures. Après refroidissement lent d'une dizaine d'heures, on introduit préalablement de l'azote gazeux dans l'enceinte avant de retirer la cavité.

3. ESSAI DE POLISSAGE ELECTROLYTIQUE SUR DES ECHANTILLONS EN NIOBIUM

Avant de polir électrolytiquement notre cavité, nous avons fait un grand nombre de polissages électrolytiques sur des échantillons en niobium de même origine, afin de déterminer les conditions optimales.

Nous avons utilisé la méthode de polissage électrolytique Siemens⁽¹⁴⁾. (Pour un cycle de polissage, le temps de polissage est de 1,5 mn ; celui du pompage de la solution est de 4,5 mn).

L'intensité du courant traversant la cellule oscille avec une faible amplitude et une fréquence voisine de 30 oscillations/mn lorsque la tension entre électrodes est comprise entre 1 V et 3,5 V (fig. 16a , 16b).

Cette zone de tensions ne correspond pas à un bon polissage de l'échantillon.

Une deuxième plage de tensions comprises entre 10V et 20 V, fait apparaître des oscillations du courant de plus grande amplitude et de fréquence moins élevée que les précédentes (10 à 20 oscillations/mn) (fig. 17a, 17b) et correspond à un bon polissage (fig. 18a, 18b).

La température optimale du bain trouvé est comprise entre 30°C et 40°C.

4. TRAITEMENTS DES CAVITES

4.1. Cavité A

4.1.1. Polissage électrolytique

- a) Conditions de polissage

Le mélange des deux acides HF et H₂SO₄ s'effectue avec dégagement de chaleur. Pour limiter l'élévation de température, on refroidit le bécher en polyéthylène servant à la préparation en le plaçant dans l'eau à la température ambiante. Le passage du courant dans la cellule au cours du polissage, ainsi que le bain de refroidissement, maintiennent la température du bain approximativement constante. La tension entre électrodes utilisée est comprise entre 14 V et 17 V.

Après polissage, la cavité est rincée comme il est indiqué au chapitre II, § 3.5.b).

- b) Détermination de l'épaisseur de la couche de niobium enlevée par polissage

La mesure de la variation de fréquence de résonance de la cavité avant et après polissage, permet de déterminer l'épaisseur de la couche de niobium enlevée par le polissage, soit 5 μm par heure de marche globale de polissage.

4.1.2. Oxydation anodique

Elle est faite à courant constant $i = 150 \text{ mA}$ (soit 2 mA/cm^2) pour le fond de la cavité et $i = 250 \text{ mA}$ (soit 9 mA/cm^2) pour le couvercle.

4.1.3. Oxypolissage

On dissout l'oxyde formé par anodisation dans de l'acide fluorhydrique à 25%. La pièce anodisée immergée dans la solution d'acide HF, est introduite dans une enceinte à ultra-sons pendant quelques minutes. On rince ensuite à l'eau oxygénée. Cette opération est favorisée par les ultra-sons⁽¹⁶⁾.

L'épaisseur de la couche de niobium enlevée par oxypolissage est de 0,5 μm environ (mesure déduite de la variation de fréquence de résonance de la cavité avant et après oxypolissage).

4.2. Cavité B

4.2.1. Polissage électrolytique

Durant sa préparation, le bain électrolytique est refroidi à $T = 0^\circ\text{C}$ par immersion dans la glace fondante, pour éviter une modification éventuelle de la concentration initiale par vaporisation de l'acide volatil.

On rétablit ensuite la température voulue (35°C) au bain-marie.

La tension de polissage utilisée est comprise entre 14 V et 17 V.

Après polissage, la cavité est rincée comme il est indiqué au chapitre II, § 3.5.a).

4.2.3. Oxypolissage

La dissolution de la couche d'oxyde se fait en plongeant la pièce déjà anodisée dans une solution de HF (50%) pendant une minute. On rince ensuite plusieurs fois à l'eau distillée et à l'eau distillée bouillante.

5. COMPORTEMENT DE $Q = f(T)$ APRES DIVERS TRAITEMENTS

5.1. Cavité A

Après usinage, la cavité est polie électrolytiquement pendant douze heures à $V = 16$ V et $T = 35^\circ\text{C}$, puis soumise à l'oxypolissage deux fois à $V = 100$ V, afin d'éliminer la couche de métal écrouie par l'usinage (soit environ $120 \mu\text{m}$). La mesure de Q_0 donne :

$$\text{à } T = 4,2^\circ\text{K}, Q_0 = 4 \cdot 10^7 \pm 0,3 \cdot 10^7$$

$$\text{à } T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 = 2,1 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8.$$

Un traitement ultérieur au four entraîne une légère détérioration des résultats en-dessous de $4,2^\circ\text{K}$, soit :

$$\text{à } T = 4,2^\circ\text{K}, Q_0 = 4 \cdot 10^7 \pm 0,3 \cdot 10^7$$

$$\text{à } T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 = 1,5 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8.$$

Dans ce cas, on obtient la courbe Q'_1 de la figure 19.

On s'attendrait plutôt à une évolution de sens opposé par le recuit. En réalité, deux causes possibles de contamination ont modifié le résultat attendu :

- l'action de l'air au cours des manipulations à la sortie du four ultra-
vide jusqu'à introduction dans la boîte à gants ;
- la condensation sur le niobium de vapeur de titane en provenance de la
pompe.

Cette hypothèse est confirmée par le fait qu'un nouveau polissage électrolytique après recuit provoque une légère amélioration du coefficient de surtension par rapport à la mesure précédente, soit :

$$\begin{aligned} \text{à } T = 4,2^\circ\text{K}, Q_0 &= 4 \cdot 10^7 \pm 0,3 \cdot 10^7 \\ \text{à } T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 &= 1,75 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8. \end{aligned}$$

5.2. Cavité B

Avec la cavité B, on étudie l'influence des couches d'oxyde sur le facteur de qualité de la cavité.

Après usinage, la cavité est polie électrolytiquement pendant dix heures, traitée au four, polie chimiquement, oxypolie à $V = 20 \text{ V}$, et finalement anodisée à $V = 20 \text{ V}$ (épaisseur d'oxyde $e \approx 500 \text{ \AA}$).

La mesure de Q_0 à $T = 1,3^\circ\text{K}$ donne :

$$T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 = 3,2 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8.$$

Si on refait l'expérience dix jours plus tard, on constate une légère détérioration de Q_0 par rapport à la mesure précédente, soit :

$$T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 = 2,7 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8.$$

Cette détérioration de Q_0 est assez faible grâce au rôle protecteur de la couche d'oxyde, et cela malgré l'existence de microfuites au niveau des joints d'indium.

On enlève ensuite cette couche d'oxyde ; on polit chimiquement la cavité ; on l'anodise à $V = 40 \text{ V}$ ($e \approx 1000 \text{ \AA}$). La valeur de Q_0 est alors moins bonne que la précédente. :

$$\text{à } T = 1,3^\circ\text{K}, Q_0 = 2,4 \cdot 10^8 \pm 0,15 \cdot 10^8.$$

6. COMPARAISON DES COURBES OBTENUES (fig.20, 21)

La courbe C'_2 représente la variation de Q_0 en fonction de T , la cavité étant polie, traitée au four, polie de nouveau et enfin oxydée avec élimination de la dernière couche d'oxyde ($e = 0$).

Les courbes C'_3 et C'_4 représentent les variations de $Q_0 = f(T)$, de la cavité ayant subi les mêmes traitements que précédemment, mais avec une anodisation finale à $V = 20$ V ($i \approx 500$ A) pour C'_3 et $V = 40$ V ($i \approx 1000$ A) pour C'_4 .

Les courbes C'_3 et C'_4 étant au-dessus de C'_2 , la présence de la couche d'oxyde sur la surface de la cavité, entraîne une amélioration de Q_0 par rapport aux résultats de la cavité dépourvue de la couche d'oxyde.

La courbe C'_4 étant en-dessous de C'_3 traduit le fait que pour une couche d'oxyde assez épaisse (épaisseur de la couche proportionnelle à la tension d'anodisation), les pertes diélectriques dans la couche deviennent assez appréciables pour diminuer le coefficient de qualité de la cavité.

On conclut que la présence de la couche d'oxyde dans la cavité est nécessaire pour l'amélioration de son coefficient de surtension et le maintien de ses propriétés dans le temps.

Cependant, l'épaisseur de la couche ne doit pas dépasser une certaine valeur limite au-delà de laquelle les pertes diélectriques (dans la couche d'oxyde) deviennent importantes.

CONCLUSION

Ce travail de recherche sur l'amélioration des performances des cavités supraconductrices en niobium massif et notamment du coefficient de surtension, ne nous a pas permis d'établir la nécessité du recuit, mais nous a confirmé l'utilité du polissage électrolytique.

Il nous a conduit en outre, à mettre en évidence l'avantage d'un revêtement d'oxyde d'épaisseur moyenne (de l'ordre de 500 Å), les épaisseurs trop faibles ou trop élevées étant à proscrire.

Il a contribué à déterminer sur des échantillons de niobium (disques) les conditions optimales de polissage électrolytique. Toutefois, l'application de ces conditions aux cavités n'a été faite que dans quelques cas particuliers.

On pourrait envisager, dans une étude ultérieure, le traitement simultané de deux cavités avec modification d'un seul paramètre à la fois, ce qui permettrait de mieux séparer l'influence spécifique de chacun des paramètres : (concentration et température de l'électrolyte, tension inter-électrodes, épaisseur de la couche, ...).

BIBLIOGRAPHIE

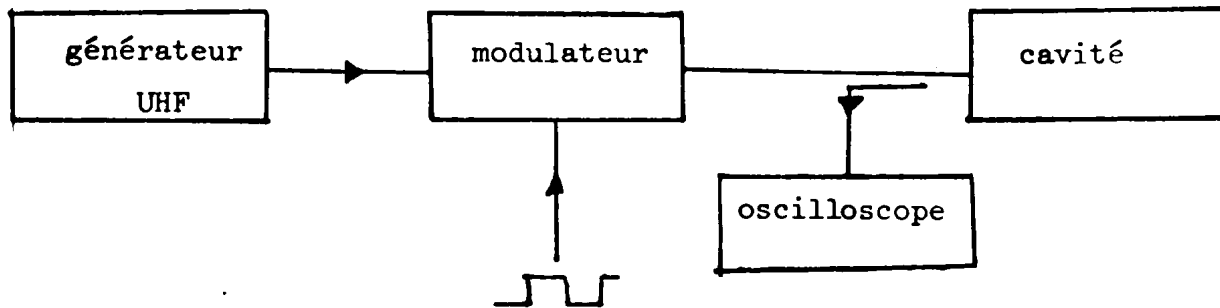
1. SEPTIER A., LAPOSTOLLE M. - 1970, "Linear Accelerators", ed. North Holland Publishing Co, Amsterdam, pp. 1089-1105.
2. MATTIS D.C., BARDEEN J. - 1958, Phys. Rev. 111, pp.412-417.
3. ABRIKOSOV A.A., GRO'KOV L.P., KAHLATNIKOV I.M. - 1959, Sov. Phys. JETP 8, pp.182-189.
4. TURNEAURE J.P. - 1967, Ph. D. Dissertation, Stanford University (HEPL Report n°507, High Energy Physics Lab., Stanford University, Stanford, CA, 94305 (USA)).
5. HALBRITTER J. - 1969, ext. Bericht 3/69-2, Kernforschungszentrum, Karlsruhe, Postfach 3640 (Allemagne).
6. HALBRITTER J. - 1970, ext. Bericht 3/70 - 6. Kernforschungszentrum Karlsruhe, Postfach 3640 (Allemagne).
7. HALBRITTER J. - 1970, Z. Phys. 238, pp.466-476.
8. LYNEIS C.M. - 1974, Ph. D. Dissertation, Stanford University. (HEPL Report n°737, High Energy Physics Lab., Stanford University, Stanford, CA 94305 (USA)).
9. PIERCE J.M. - 1973, J. Appl. Phys. 44, pp.1342-1347.
10. HARTWIG W.H. - 1973, Proc. IEEE 61, pp.58-70.
11. PIERCE J.M. - 1974, Method of Experimental Physics, vol.11 (New York and London, Academic Press), pp.541-594.
12. HALBRITTER J. - 1975, IEEE Trans. Magn. MAG-11, pp.427-430.
13. SALAÜN M. - 1969, thèse de Docteur-Ingénieur, Orsay (Université de Paris) "Détermination de coefficients de surtension très élevés. Application à la mesure en UHF de la résistance superficielle de matériaux supraconducteurs", p.117.

14. BERGERET H., SEPTIER A - 1970, C.R. Ac. Sci. Paris 271, pp.1048-1050.
15. DIEPERS H., SCHMIDT O., MARTENS H., SUN F. - 1971, Phys. Lett. 37A, n°2, pp.139-140.
16. TEGART W,J.Mc.G. - 1960 "Polissage électrolytique et chimique des métaux au laboratoire et dans l'industrie", Dunod Paris, ed. pp.9-16.
17. HILLENBRAND B., MARTENS H., SCHNITZKE K., DIEPERS H. - 1974. Proc. 9th. Int. Conf. High Energy Accelerators, SLAC pp.143-146.
18. MARTENS H., DIEPERS H., SUN R.K. - 1971, Phys. Lett. 34A, n°7, pp.439-440.
19. HAHN H., HALAMA H.J. - 1976, J. Appl. Phys. 47, n°10, pp.4629-4634.
20. CHIOU Y.L. - 1971, Thin Solid Films, 8, pp. R37-R39.
21. ARON J., BENAROYA R., BOLLINGER L.M., CLIFT B.E., DESPE O., JAFFEY A.H., JOHNSON K.W., KHOE T.K., LIVINGOOD J.J., MARKOVICH P.J., NIXON J.M., PARKER G.W., WESOLOWSKI W.A. - 1974, IX Int. Conf. High Energy Accelerators, SLAC pp.159-163.
22. SHNITZKE K., MARTENS H., HILLENBRAND B., DIEPERS H. - 1973, Phys. Lett. 45A, n°3, pp.241-242.
23. DIEPERS H., MARTENS H. - 1972, Phys. Lett. 38A, n°5, pp.337-338.
24. WARNECKE R., GUENARD P. - 1951, "Tubes à modulation de vitesse", Gauthier-Villars, ed. , p. 185.

Annexe 1

CALCUL DU COEFFICIENT DE COUPLAGE DE LA CAVITE

On considère le montage (cavité en réflexion) réalisé pour mesurer Q_0 avec la méthode de décroissement :



La cavité est excitée par une onde modulée en créneaux par un modulateur à diode PIN. Cette onde est de la forme :

$$E(t) = E_0 \cdot \sin \omega t \cdot [\gamma(t) - \gamma(t - \theta)]$$

γ étant la fonction échelon unité, et $\theta \gg \frac{2\pi}{\omega}$.

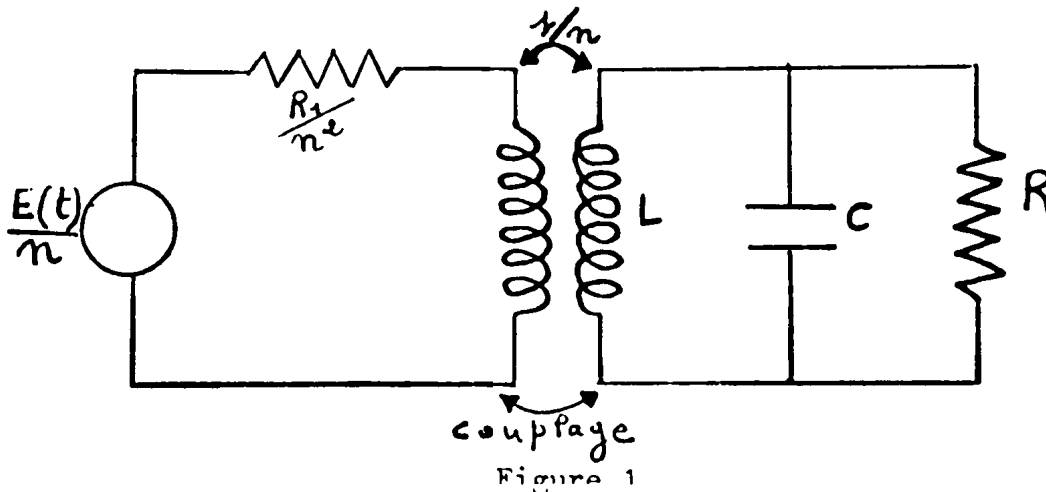
$$\text{Soit : } E(t) = E_0 \sin \omega t \quad \text{pour } 0 < t < \theta$$

$$\text{et } E(t) = 0 \quad \text{pour } t > \theta.$$

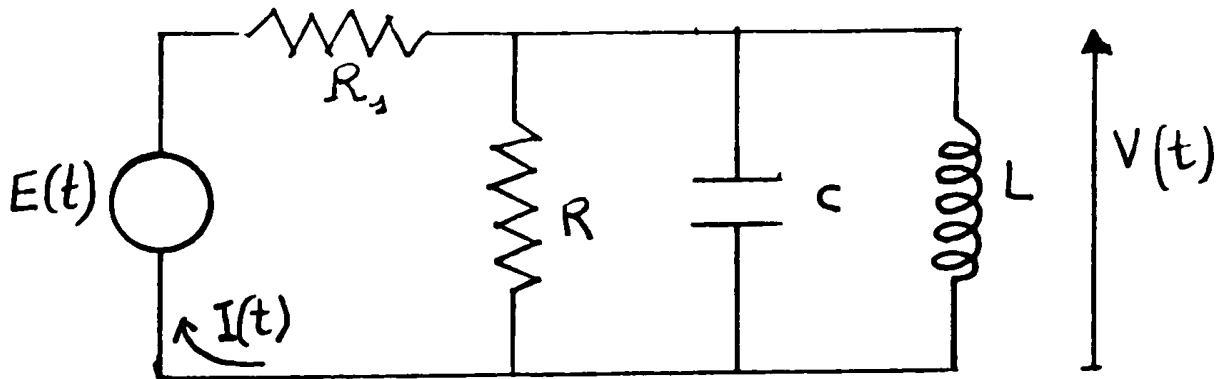
1. CALCUL DE LA REPONSE DE LA CAVITE A $E(t)$ POUR $0 < t < \theta$:

1.1. Calcul de la puissance absorbée par la cavité

Pour calculer la puissance absorbée par la cavité P_a , on considère le circuit équivalent à la cavité ci-dessous :



Si on se place du côté du circuit secondaire, le circuit équivalent au circuit schématisé par la figure 1, est :



Pour $0 < t < \theta$, l'expression de P_a est :

$$P_a = V(t) \cdot I(t) \quad (1)$$

1.1.1. Calcul de $V(t)$

Soit Z_1 , l'impédance équivalente à R , L , C placées en parallèle.

$$Z_1(p) = \frac{R \cdot L \cdot p}{RLC p^2 + Lp + R}$$

et

$$V(p) = \frac{\mathcal{E}(p) \cdot Z_1(p)}{Z_1(p) + R_1}$$

$V(p)$ et $\mathcal{E}(p)$ étant les transformées de Laplace de $V(t)$ et $E(t)$.

D'après les transformées de Laplace :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} f(p) \cdot e^{-pt} dp = f(t).$$

$$\text{et } \frac{Ap + B}{p^2 + \omega^2} = \left(A \cos \omega t + \frac{B}{\omega} \sin \omega t \right) \gamma(t).$$

et

$$\frac{Ap + D}{p^2 + 2\alpha p + \omega_0^2} = e^{-\alpha t} \left[A \cos \omega_1 t + \frac{D - \alpha A}{\omega_1} \sin \omega_1 t \right] \gamma(t).$$

avec

$$\omega_1^2 = \omega_0^2 - \alpha^2.$$

et en posant :

$$\alpha = \frac{1 + \beta}{2RC}.$$

β étant le coefficient de couplage de la cavité au générateur. (Soit $\beta = R/R_1$).

Et en tenant compte de la relation $LC \omega_0^2 = 1$ (ω_0 est la pulsation de résonance). Tout calcul fait, on trouve :

$$V(t) = \frac{E_0 \beta}{1 + \beta} \cdot (\cos \varphi) \left[\sin(\omega t + \varphi) - e^{-\alpha t} \cdot \sin(\omega_1 t + \varphi) \right] \gamma(t)$$

avec

$$\omega_1^2 = \omega_0^2 - \alpha^2$$

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{\varepsilon}{\alpha}$$

$$\varepsilon = \omega_0 - \omega.$$

Si on se place à la résonance ($\omega = \omega_0$, $\varepsilon = \operatorname{tg} \varphi = 0$) et si Q est élevé ($\alpha \ll \omega_0$ car $Q_0 = RC \omega_0$ et $Q_L = \frac{Q_0}{1 + \beta} = \frac{\omega_0}{2\alpha}$), l'expression de $V(t)$ devient :

$$V(t) = \frac{E_0 \beta}{1 + \beta} (\sin \omega_0 t) \left[1 - e^{-\alpha t} \right] \gamma(t) \quad (2)$$

1.1.2. Calcul de $I(t)$

Soit :

$$I(p) = I(t).$$

$$I(p) = \frac{\mathcal{E}(p)}{R_1 + Z_1(p)}$$

Si $\omega = \omega_0$, le calcul donne :

$$I(t) = \frac{E_0}{R_1(1+\beta)} \left[\sin \omega_0 t + \beta e^{-\alpha t} \cdot \sin \omega_0 t \right] \gamma(t) \quad (3)$$

1.1.3. Expression de P_a

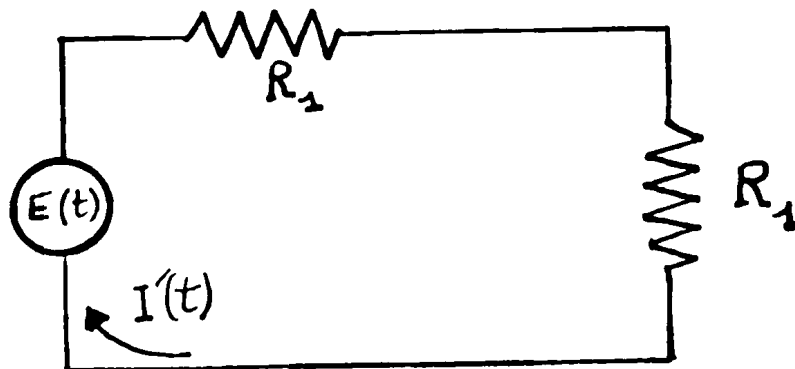
Les relations (1), (2) et (3), donnent :

$$P_a = \frac{E_0^2 \beta}{R_1(1+\beta)^2} \left[\sin^2 \omega_0 t (1 - e^{-\alpha t})(1 + \beta e^{-\alpha t}) \right] \gamma(t) \quad (4)$$

1.2. Calcul de la puissance envoyée par le générateur P_0

La puissance envoyée par le générateur P_0 est égale à la puissance dissipée dans une impédance égale à son impédance interne. (Le générateur étant supposé adapté).

Le circuit équivalent au générateur est le suivant :



L'expression de $I'(t)$ est :

$$I'(t) = \frac{E_0 \sin \omega_0 t}{2 R_1} \cdot \gamma(t).$$

et

$$P_o(t) = R_1 \cdot [I'(t)]^2 = \frac{E_0^2 \sin^2 \omega_0 t}{4 R_1} \gamma(t).$$

1.3. Calcul de la puissance réfléchie par la cavité P_r

La puissance réfléchie par la cavité P_r est égale à la puissance fournie par le générateur diminuée de la puissance absorbée par la cavité.

Soit $P_r = P_o - P_a.$

$$P_r = \frac{E_0^2 \sin^2 \omega_0 t}{4 R_1} \left[1 - \frac{4\beta}{(1+\beta)^2} (1 - e^{-\gamma t}) (1 + \beta e^{-\alpha t}) \right] \gamma(t).$$

La détection étant quadratique, la tension détectée à l'oscilloscope est proportionnelle à la puissance réfléchie par la cavité. L'enveloppe de la courbe $P_r = f(t)$ a pour expression :

$$P(t) = \frac{E_0^2}{4 R_1 (1+\beta)^2} \left[(1+\beta)^2 - 4\beta (1 - e^{-\alpha t}) (1 + \beta e^{-\alpha t}) \right]$$

à l'instant $t = 0,$

$$P(0) = P_i = \frac{E_0^2}{4 R_1} \quad (5)$$

et à $t = \theta, e^{-\alpha \theta} \approx 0,$ d'où :

$$P(\theta) = P_r = \frac{E_0^2 (1-\beta)^2}{4 R_1 (1+\beta)^2} \quad (6)$$

2. CALCUL DE LA REPONSE A $E(t)$ POUR $t > \theta$

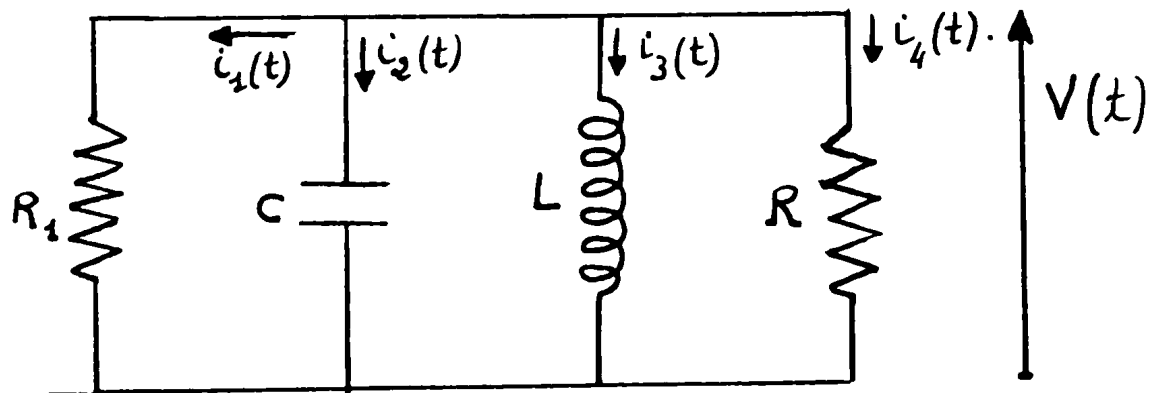
On prend comme nouvelle origine des temps, le temps $t = \theta$. La différence de potentiel aux bornes du circuit oscillant, est alors :

$$V(t) = \frac{\beta \cdot E_0}{1 + \beta} \sin \omega t$$

et la charge de la capacité est $q(t)$:

$$q(t) = V(t) \cdot C.$$

Quand la tension du générateur est annulée, le circuit schématisé par la figure 1 est équivalent à :



On suppose que la charge de la capacité au moment de la coupure est :

$$q(0) = \frac{\beta \cdot E_0 \cdot C}{1 + \beta}.$$

La relation des noeuds dans le réseau :

$$i_1 + i_2 + i_3 + i_4 = 0$$

et
$$v(t) = R_1 i_1 = R i_4 = \frac{q^2}{C} = L \frac{di_3}{dt}.$$

déterminent l'équation du circuit :

$$\boxed{\frac{d^2 q}{dt^2} + \frac{1}{RC} (1 + \beta) \frac{dq}{dt} + \omega_0^2 q = 0} \quad (7)$$

si $Q(p) = q(t).$

$$pQ(p) - q(0) = \frac{dq}{dt}$$

$$p^2 Q(p) - pq(0) - q'(0) = \frac{d^2 q}{dt^2}$$

en résolvant l'équation 7 et en tenant compte des conditions initiales :

$$q(0) = \beta \frac{E_0 C}{1 + \beta}$$

et $q'(0) = 0$ (le courant dans la capacité nul),

on trouve :

$$q(t) = \frac{\beta}{1 + \beta} E_0 C e^{-\alpha t} (\cos \omega_0 t) \left[\cos \omega_0 t + \frac{\alpha}{\sqrt{\omega_0^2 - \alpha^2}} \cdot \sin(\omega_0^2 - \alpha^2)^{1/2} t \right] \gamma(t).$$

si $\alpha \ll \omega_0$, $q(t)$ devient :

$$\boxed{q(t) = \frac{\beta}{1 + \beta} E_0 C (\cos \omega_0 t) e^{-\alpha t} \cdot \gamma(t)} \quad (8)$$

La puissance émise par la cavité, est :

$$P_e = R_1 \cdot I_1^2 = R_1 \cdot \left(\frac{q}{R_1 C} \right)^2$$

Soit
$$P_e(t) = \frac{\beta^2}{R_1(1+\beta)^2} E_0^2 \cos^2(\omega t) \cdot e^{-2\alpha t} \cdot \gamma(t)$$

L'enveloppe de $P_e(t)$ est $P'(t)$:

$$P'(t) = \frac{\beta^2}{R_1(1+\beta)^2} \cdot E_0^2 \cdot e^{-2\alpha t} \quad (9)$$

A l'instant $t = 0$,

$$P'(0) = P_e = \frac{\beta^2}{R_2(1+\beta)^2} E_0^2 \quad (10)$$

3. CALCUL DE β :

A partir des relations (5), (6) et (10), on déduit les valeurs suivantes de β :

Cas $\beta < 1$	Cas $\beta > 1$
$\beta = \frac{1 - \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}{1 + \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}$	$\beta = \frac{1 + \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}{1 - \sqrt{\frac{P_r}{P_i}}}$
$\beta = \frac{\sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}{2 - \sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}$	$\beta = \frac{\sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}{2 - \sqrt{\frac{P_e}{P_i}}}$
$\beta = \frac{1}{1 + 2\sqrt{\frac{P_r}{P_e}}}$	$\beta = \frac{1}{1 - 2\sqrt{\frac{P_r}{P_e}}}$

Annexe 2

EXPRESSION DU COEFFICIENT DE SURTENSION EXTERNE Q_e
 FONCTION DU DIAMETRE DU TROU DE COUPLAGE DE LA CAVITE

1. TROU DANS UN DIAPHRAGME INFINIMENT MINCE

Le coefficient de surtension externe est donné par la relation :

$$Q_e = \omega_0 \frac{W}{P_r} \quad (11)$$

W étant l'énergie emmagasinée dans la cavité, et P_r la puissance rayonnée à travers le trou dans le guide.

1.1. Expression de W

L'expression de W pour la cavité étudiée est, d'après 1.3.2. :

$$W = \frac{\mu}{4} H_0^2 a^2 L \pi J_0^2(x_{01}) \left[1 + \left(\frac{k_3}{k_1} \right)^2 \right] -$$

$$J_0(x_{01}) = 0,4028.$$

L est la longueur de la cavité ;

a est son rayon

$$k_1 = \frac{x_{01}}{a} \quad \text{et} \quad k_3 = \frac{\pi}{L}$$

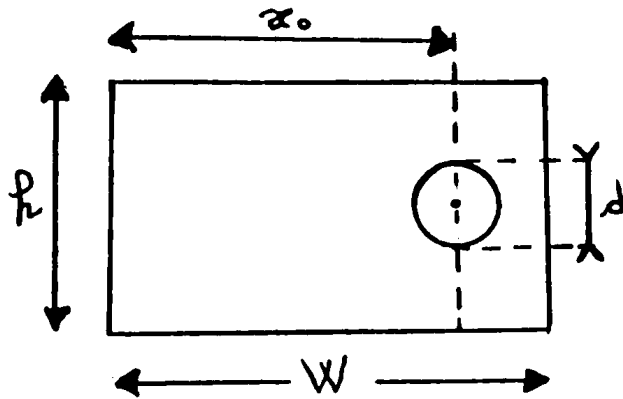
H_0 est la valeur maximale du champ magnétique sur l'axe de la cavité.

1.2. Expression de P_r

Dans le cas d'un trou circulaire de diamètre d, percé dans une paroi d'épaisseur nulle, la puissance P_r est : (24) :

$$P_r = \frac{4\pi^2}{\lambda^2} \left(\frac{d^3}{6} \right)^2 \frac{1}{W.R} \cdot \sin^2 \frac{\pi x_0}{W} \cdot \sin \theta \cdot H_m^2 Z_0.$$

où h et W sont la largeur et la longueur de la section du guide (voir figure ci-après) :



θ est définie par : $\cos \theta = \frac{\lambda}{\lambda_c}$

H_m est le champ magnétique au centre du trou, et Z_0 est l'impédance caractéristique.

Soit $Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 377 \Omega$.

Si le trou est au centre du guide, $x_0 = W/2$ et, en tenant compte des relations suivantes

$$\frac{1}{\lambda_g^2} = \frac{1}{\lambda^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \quad (\lambda_g \text{ étant la longueur d'onde dans le guide})$$

$$\frac{2\pi}{\lambda} = k$$

$$k^2 = k_1^2 + k_3^2$$

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{\lambda_g}$$

$$J'_0 = -J_1.$$

$$H_m = \frac{k_3}{k_1} \cdot H_0 \cdot J'_0(k_1 \cdot r_h).$$

r_h étant la distance entre l'axe de la cavité et l'axe du trou. Pour avoir le champ magnétique maximum au niveau du trou, il faut choisir r_h tel que :

$$r_h = 0,47 a.$$

L'expression de P_r devient alors :

$$P_r = \frac{4\pi^2}{\lambda^2} \cdot \frac{d^6}{36} \cdot \frac{1}{Wk} \cdot \frac{\lambda}{\lambda_g} \cdot Z_0 \left[\frac{k_3}{k_1} \cdot H_0 J_0'(k_1 \cdot r_R) \right]^2 \quad (13)$$

1.4. Expression de Q_e

Les relations (11), (12) et (13) nous donnent :

$$Q_e = 18 \cdot C \cdot \epsilon_0 \cdot Z_0 \cdot J_0^2(\alpha_{01}) \frac{1}{J_1^2(k_1 r_R)} \cdot \frac{\lambda_g \cdot W \cdot k \cdot a^2 \cdot L^3}{\lambda^2 d^6}$$

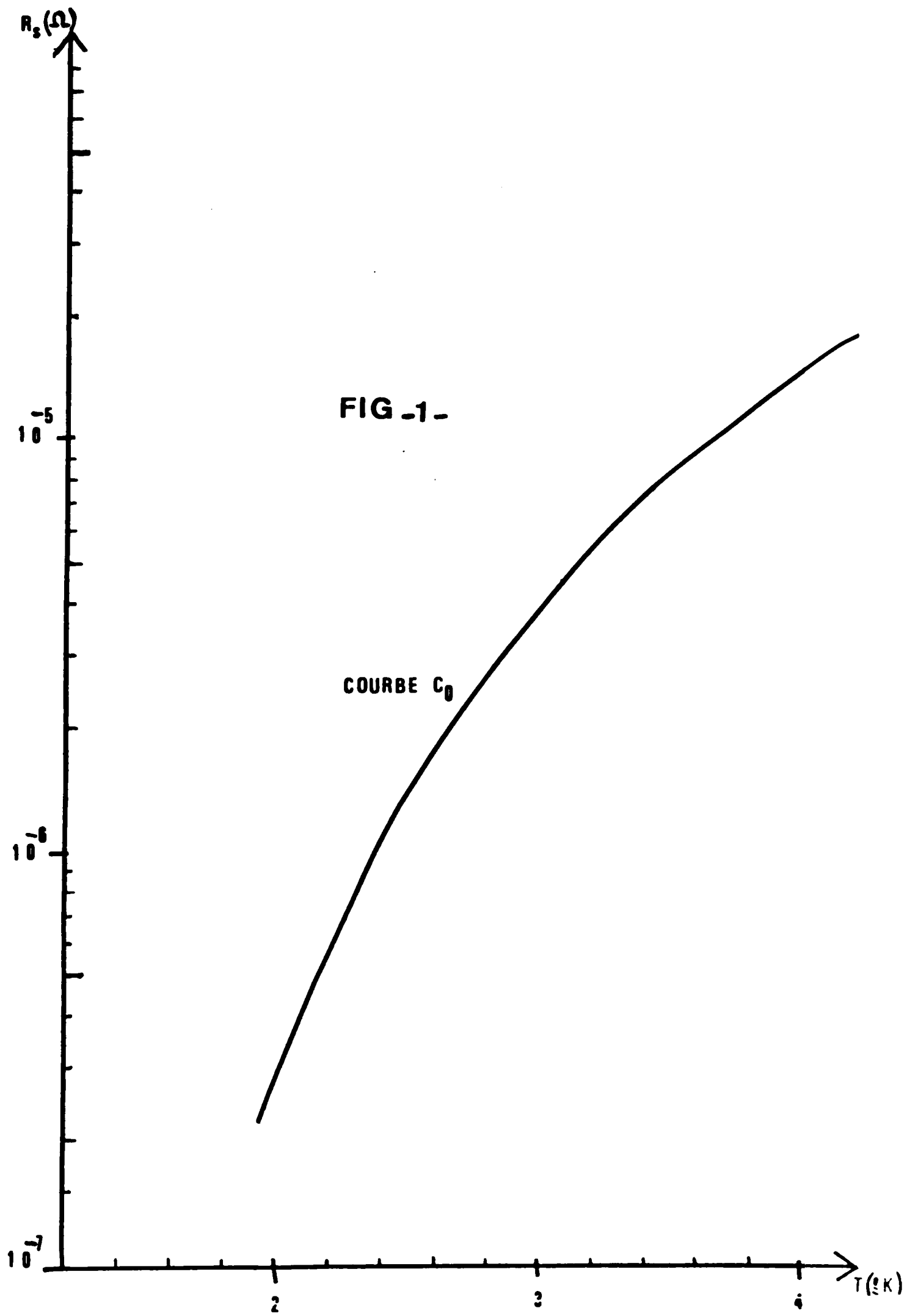
C , étant la vitesse de la lumière ($f_0 = \frac{c}{\lambda}$).

2. TROU DANS UNE PAROI D'ÉPAISSEUR NON NULLE

L'expression de la puissance rayonnée dans le guide devient P'_r , tel que :

$$P'_r = P_r \cdot e^{-\frac{4\pi}{\lambda_c} \cdot l}$$

avec $\lambda_c = 1,706 d$.



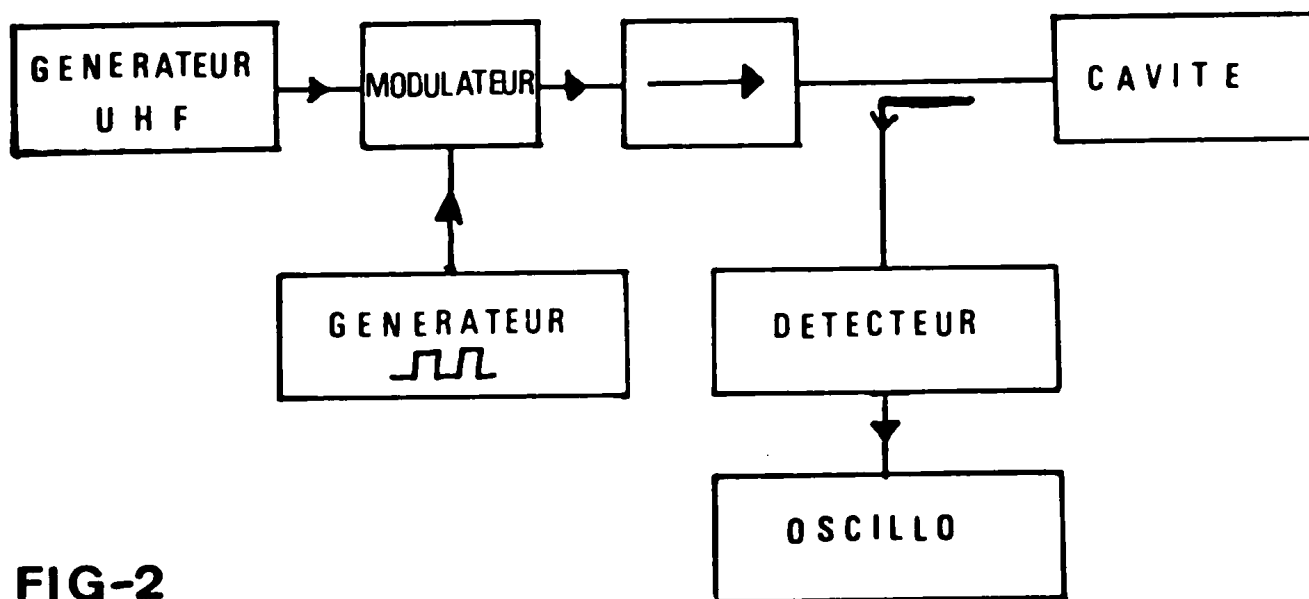


FIG-2

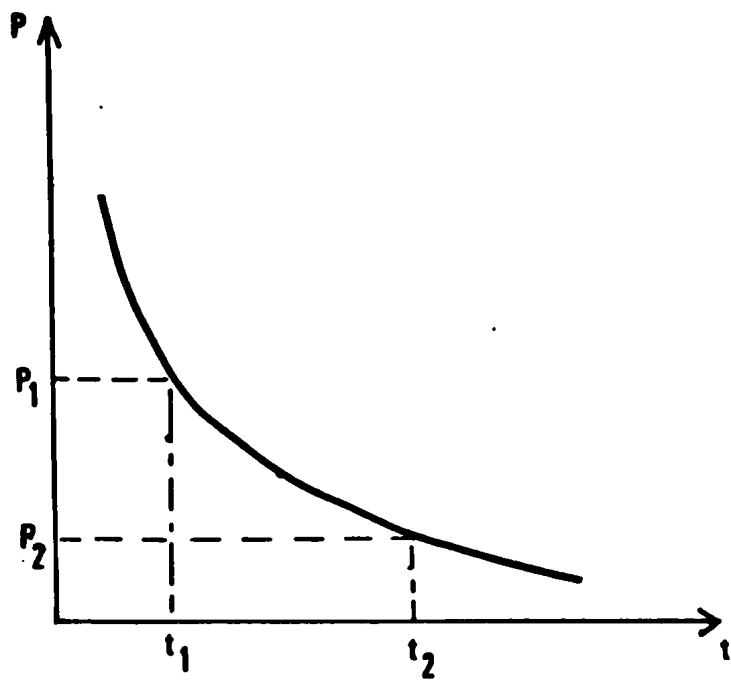


FIG-3

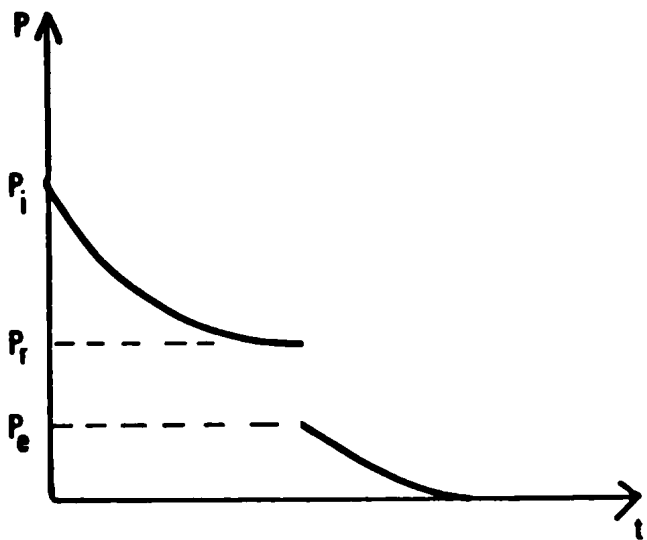


FIG-4a

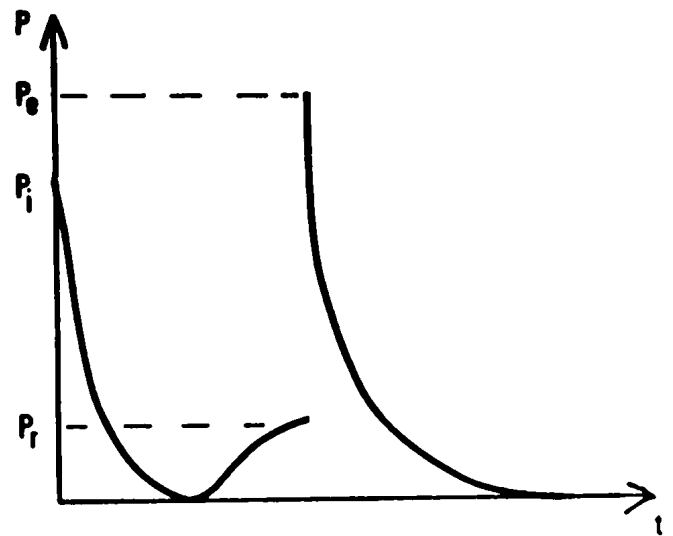


FIG-4b

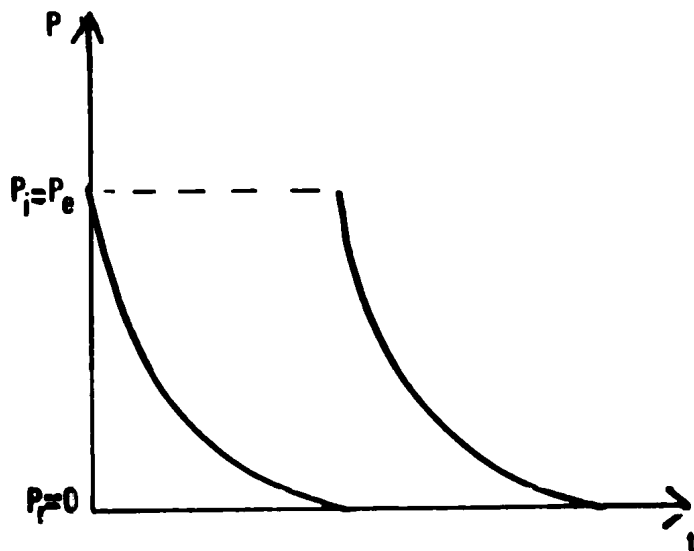


FIG-4c



FIG-5 -

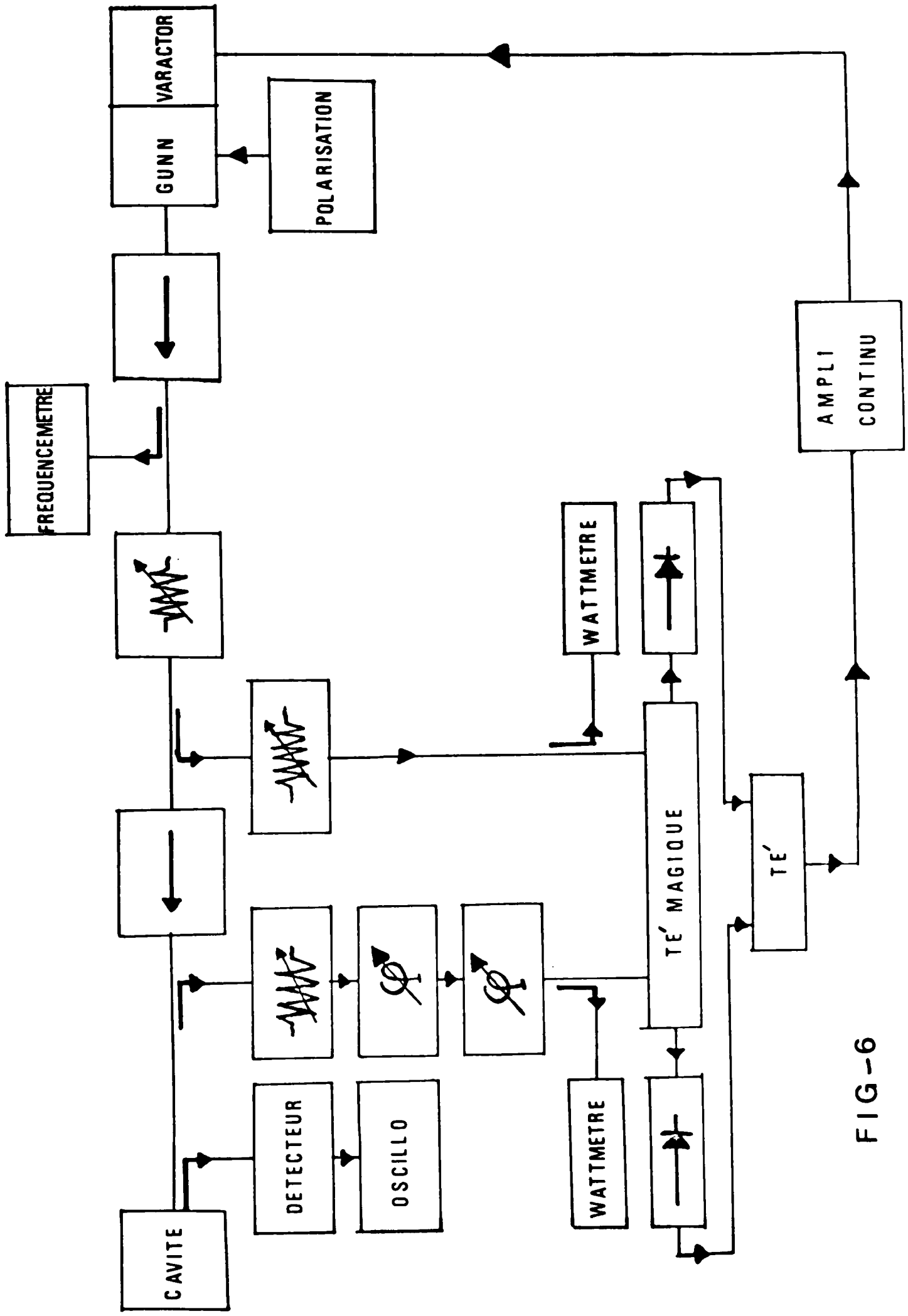


FIG-6

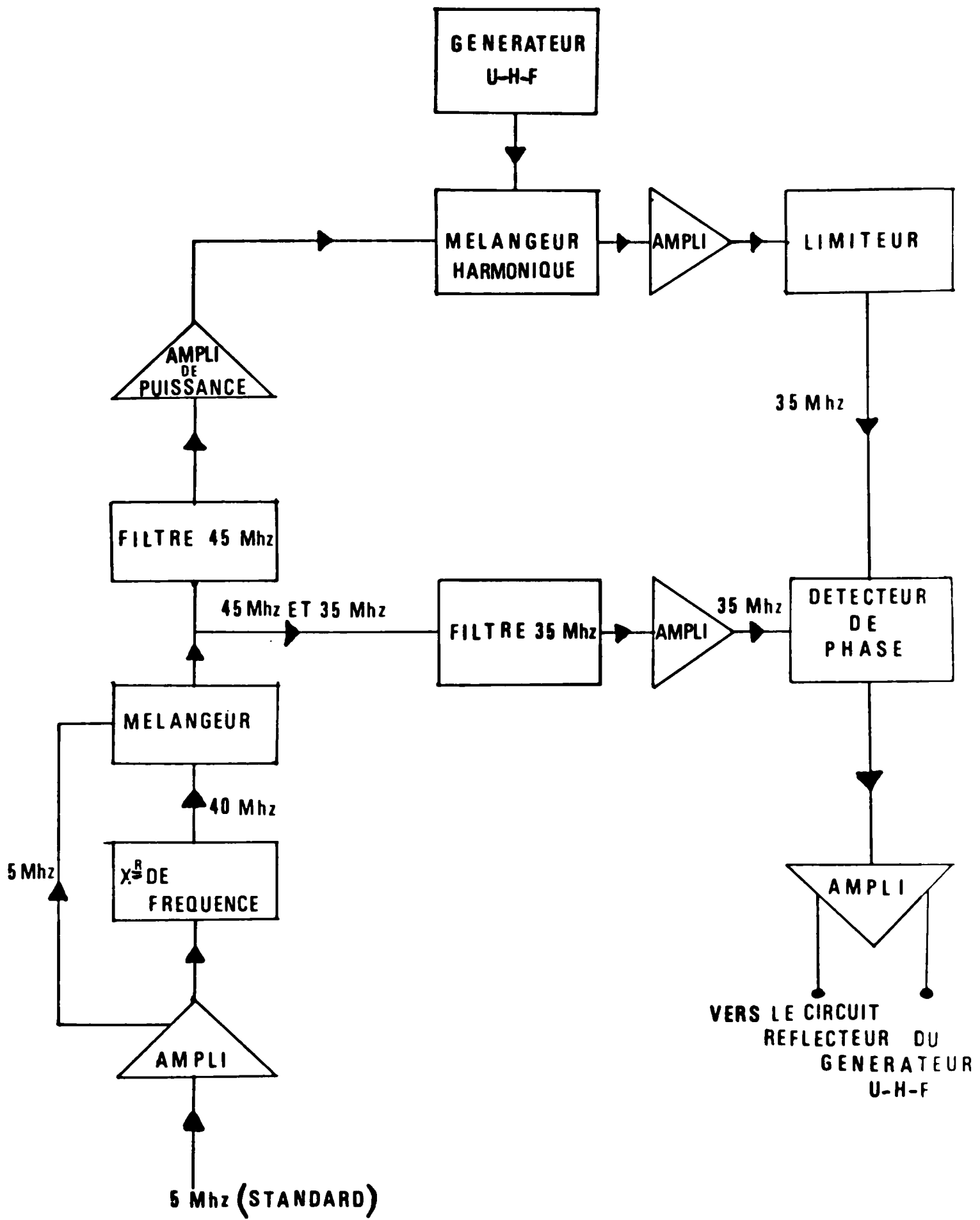


FIG-7

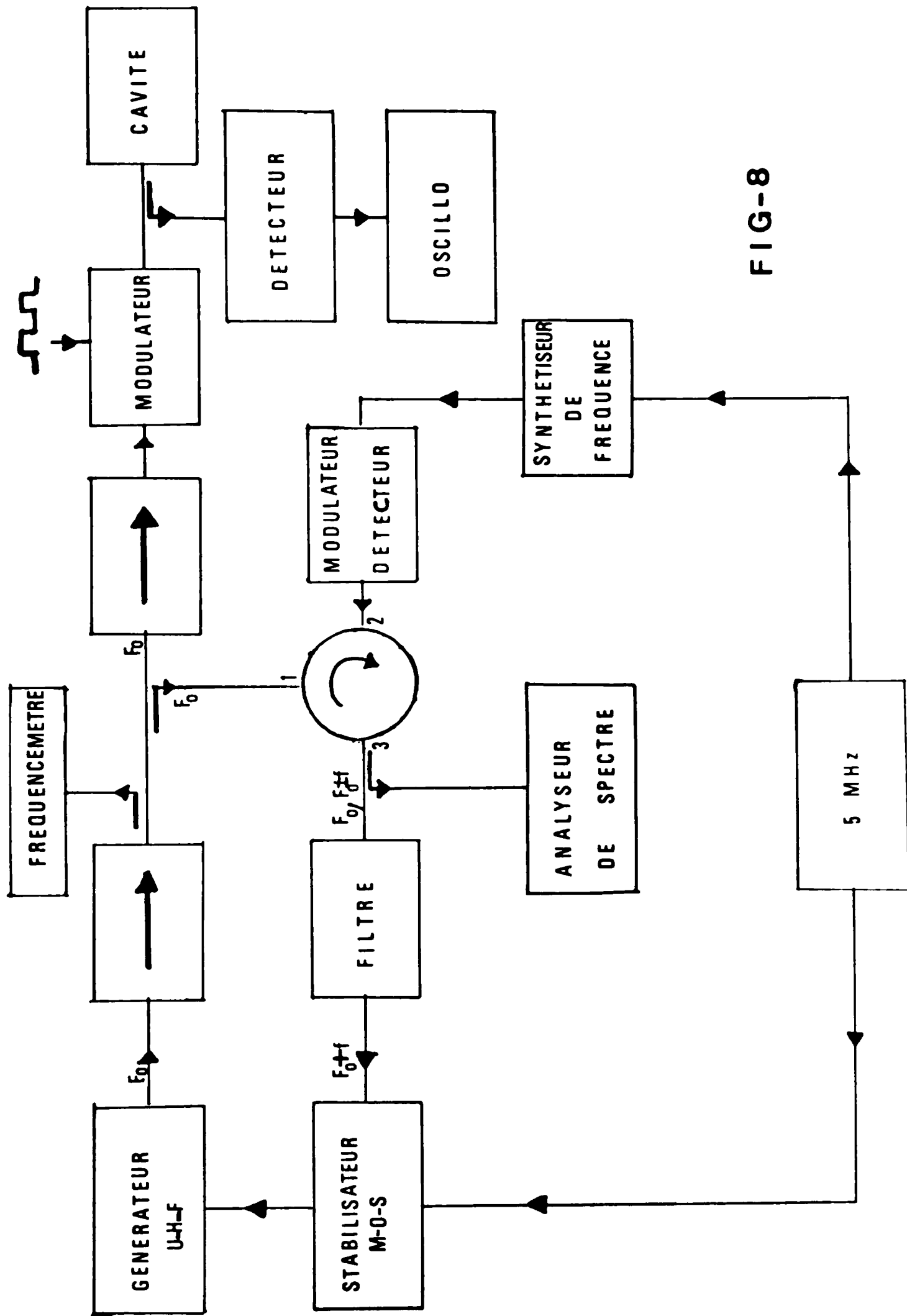
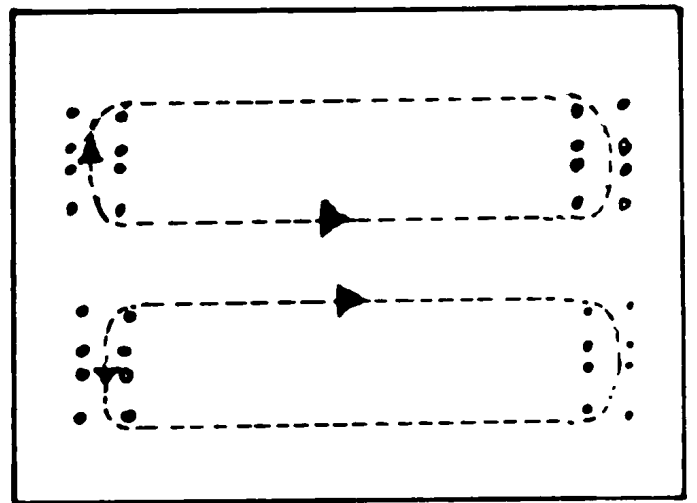
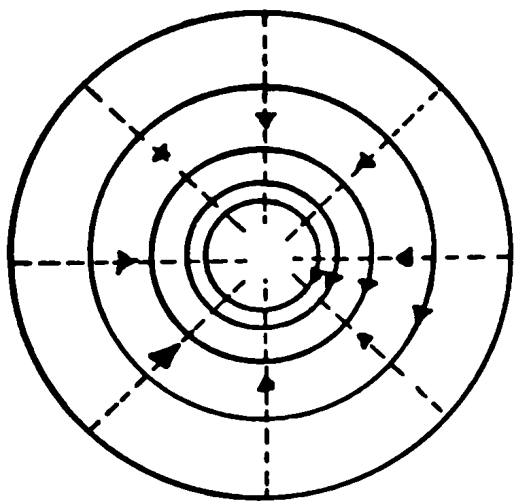


FIG-8

CAVITE TE₀₁₁



- LIGNE DE CHAMP MAGNETIQUE
- LIGNE DE CHAMP ELECTRIQUE
- LIGNE DE CHAMP ELECTRIQUE ENTRANT
- LIGNE DE CHAMP ELECTRIQUE SORTANT

FIG-9

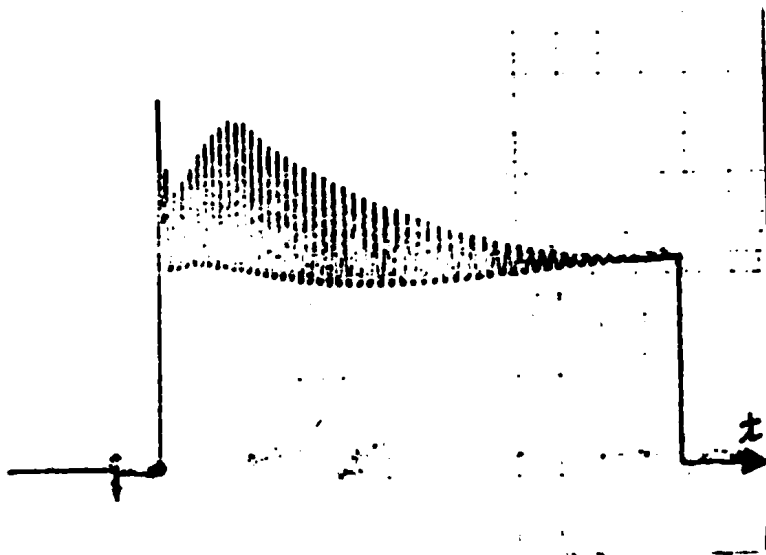


FIG-10

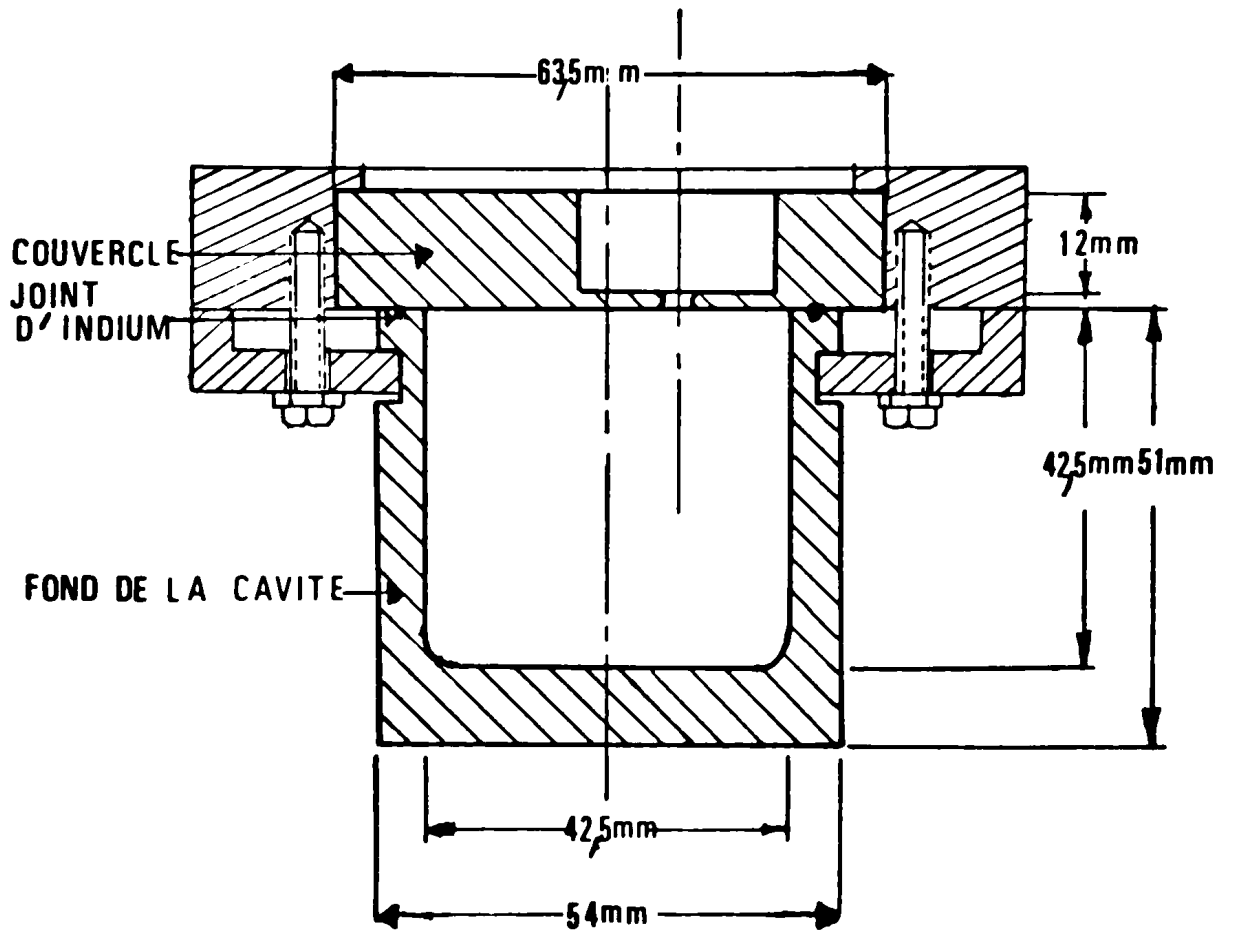


FIG-11

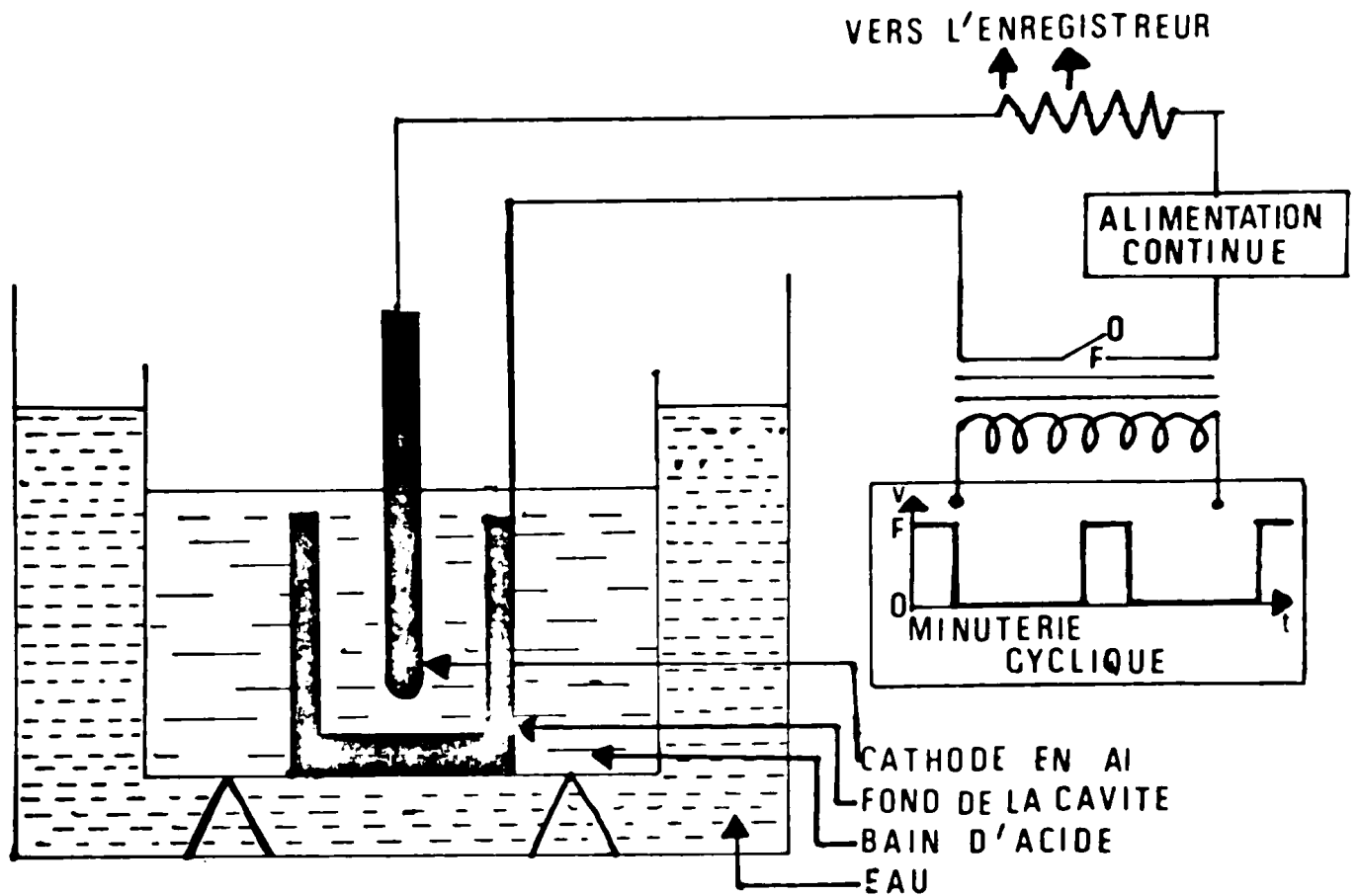


FIG-12- a -

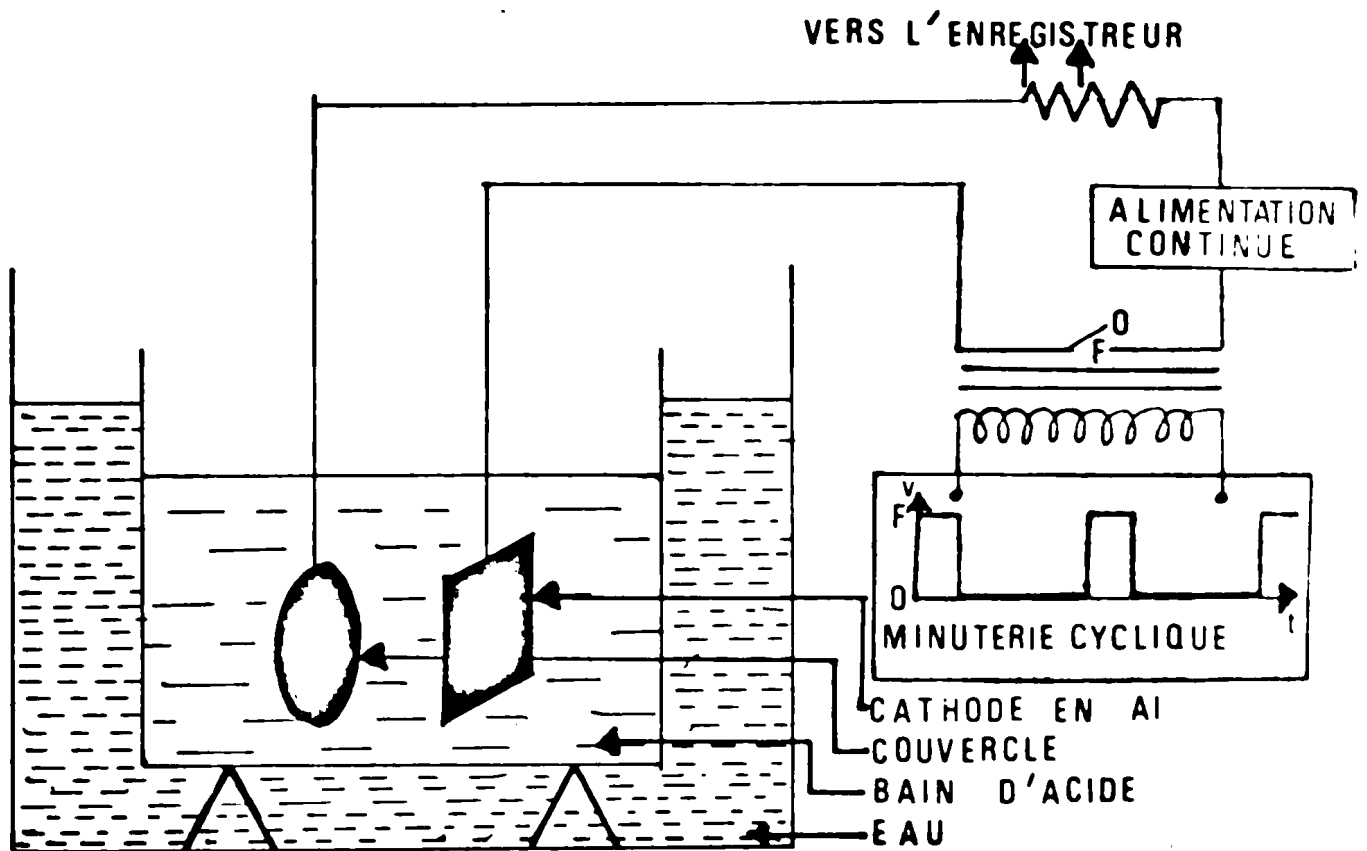


FIG-12- b -

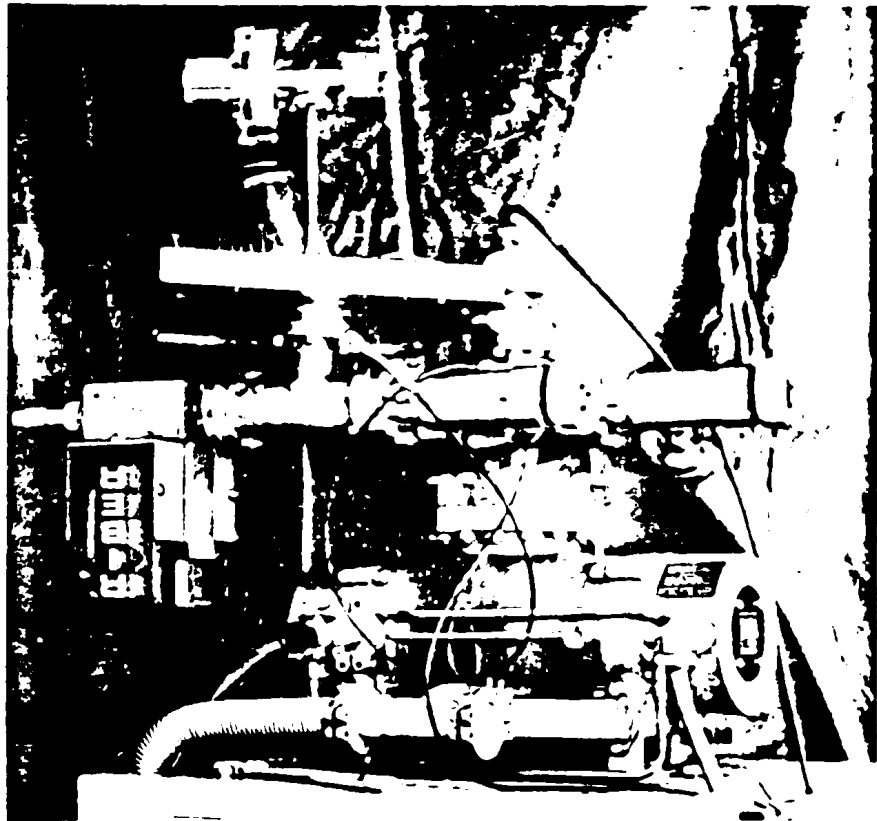


FIG -13

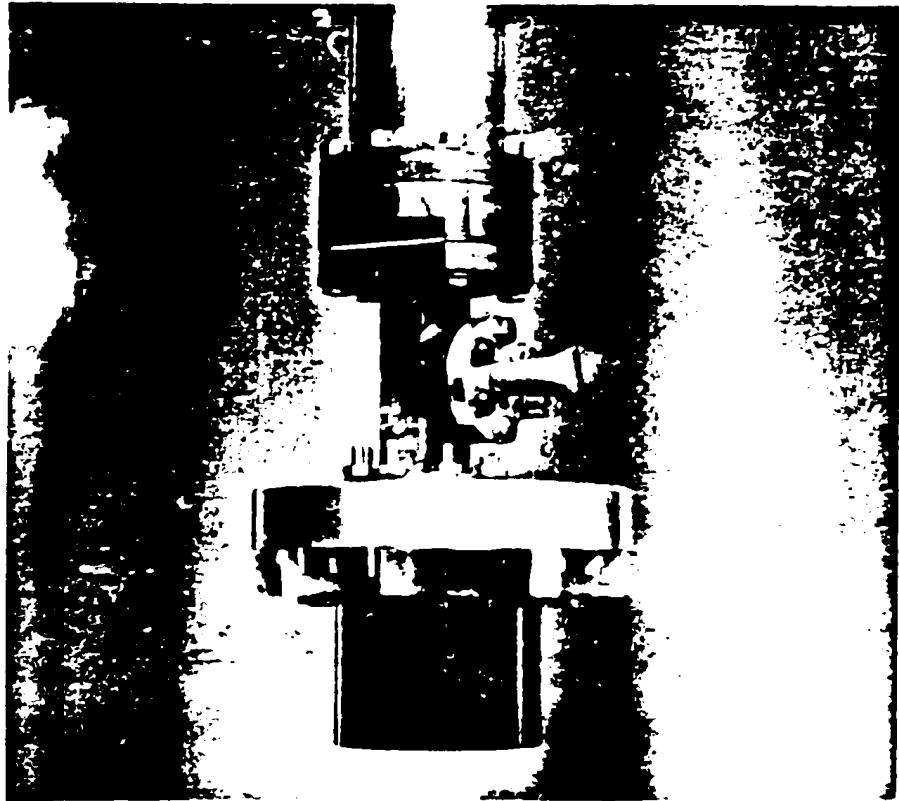


FIG -14

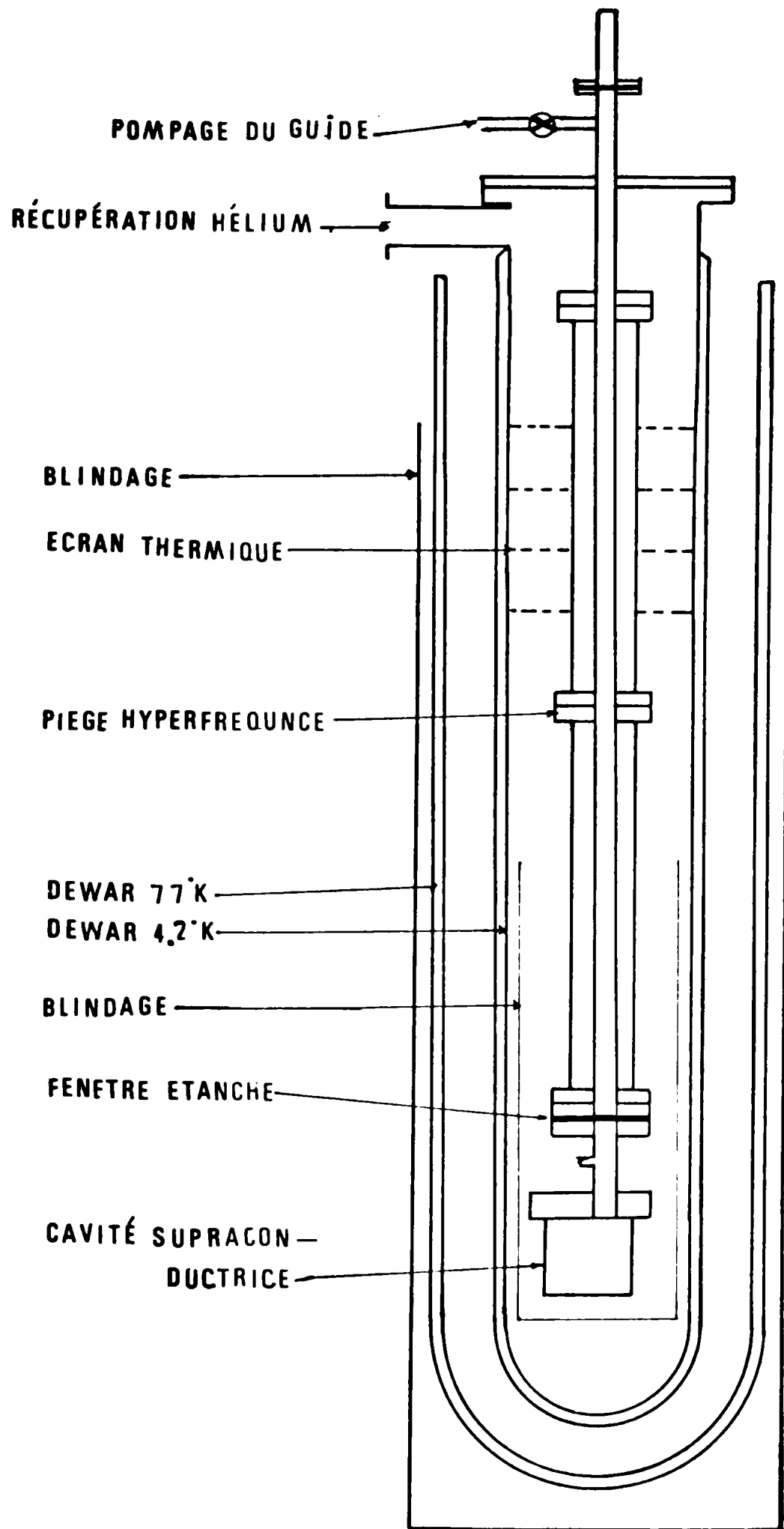
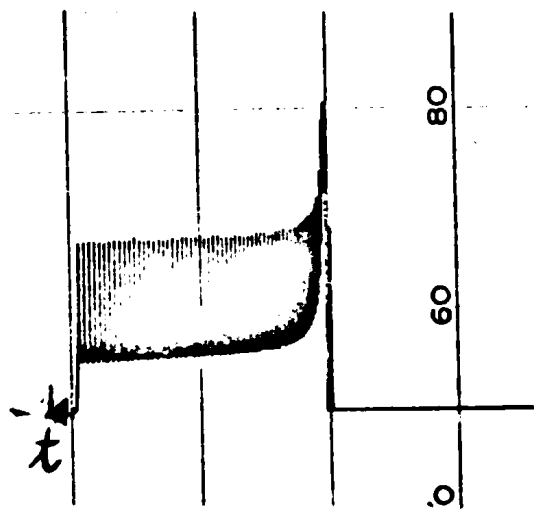


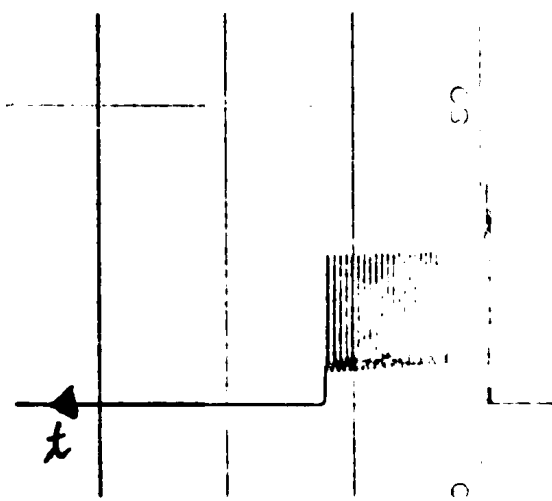
FIG-15

OSCILLATIONS DU COURANT D'ELECTROPOLISSAGE DE L'ECHANTILLON EN NIOBIUM



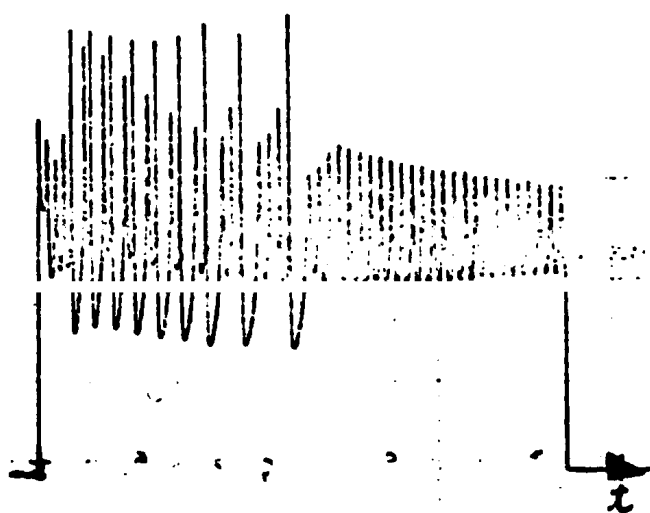
$V=2,5V$
 $T=20^{\circ}C$

FIG-16 a



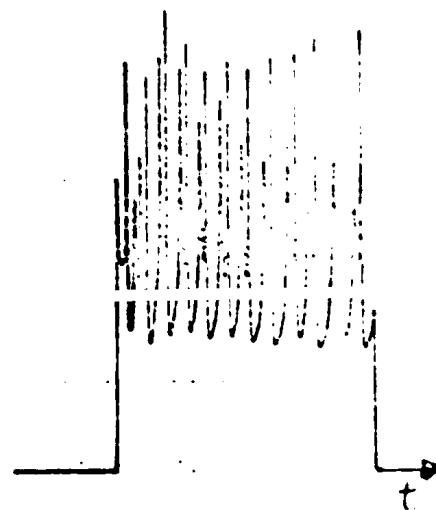
$V=2,5V$
 $T=30^{\circ}C$

FIG-16 b



$V=11V$
 $T=30^{\circ}C$

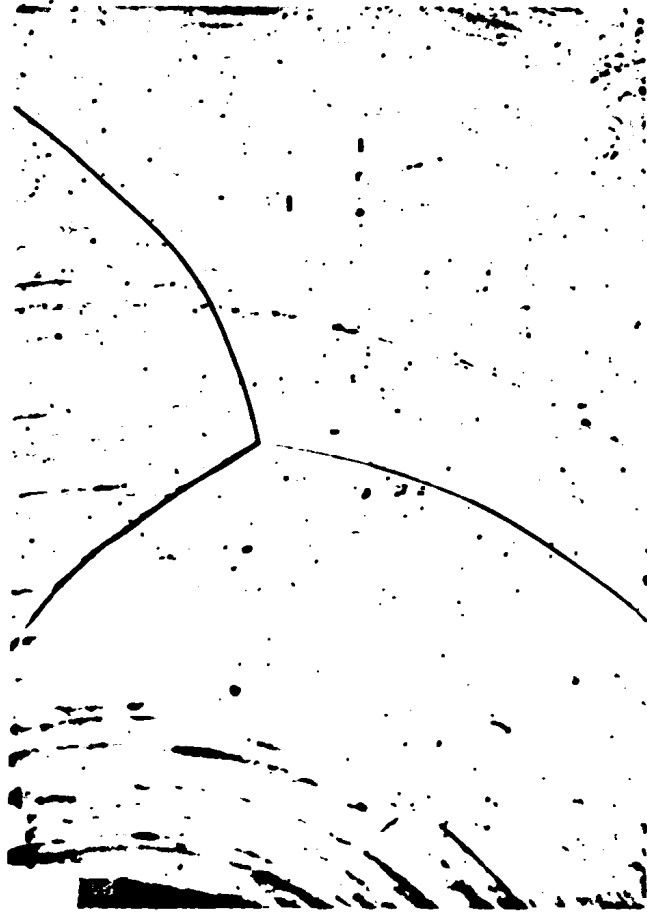
FIG-17 a



$V=14V$
 $T=30^{\circ}C$

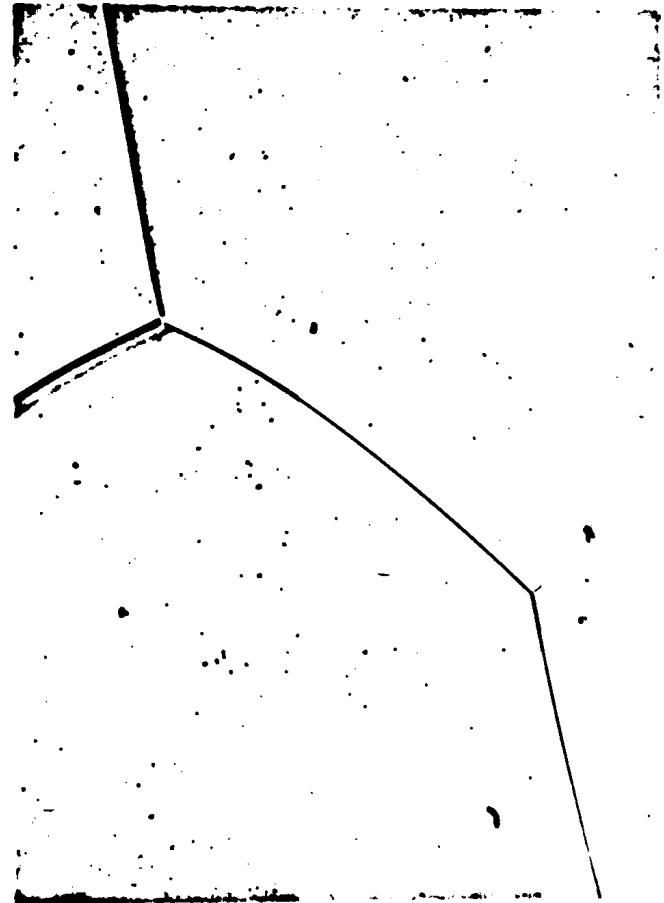
FIG-17 b

PHOTO. DE LA SURFACE DE L'ECHANTILLON DE NIÓBIUM



AVANT POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

FIG-18 a



APRES POLISSAGE ELECTROLYTIQUE

FIG-18 a

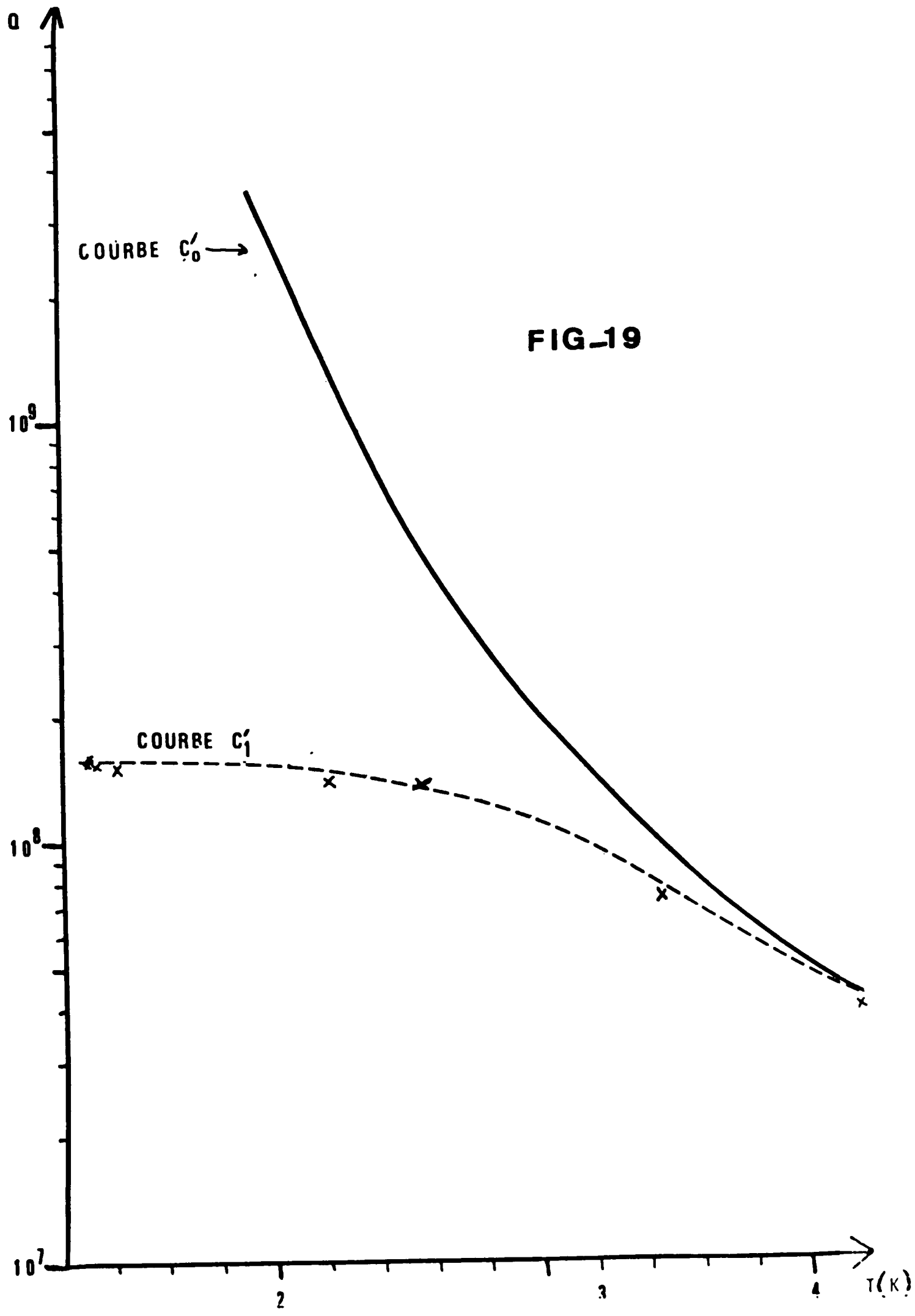


FIG-19

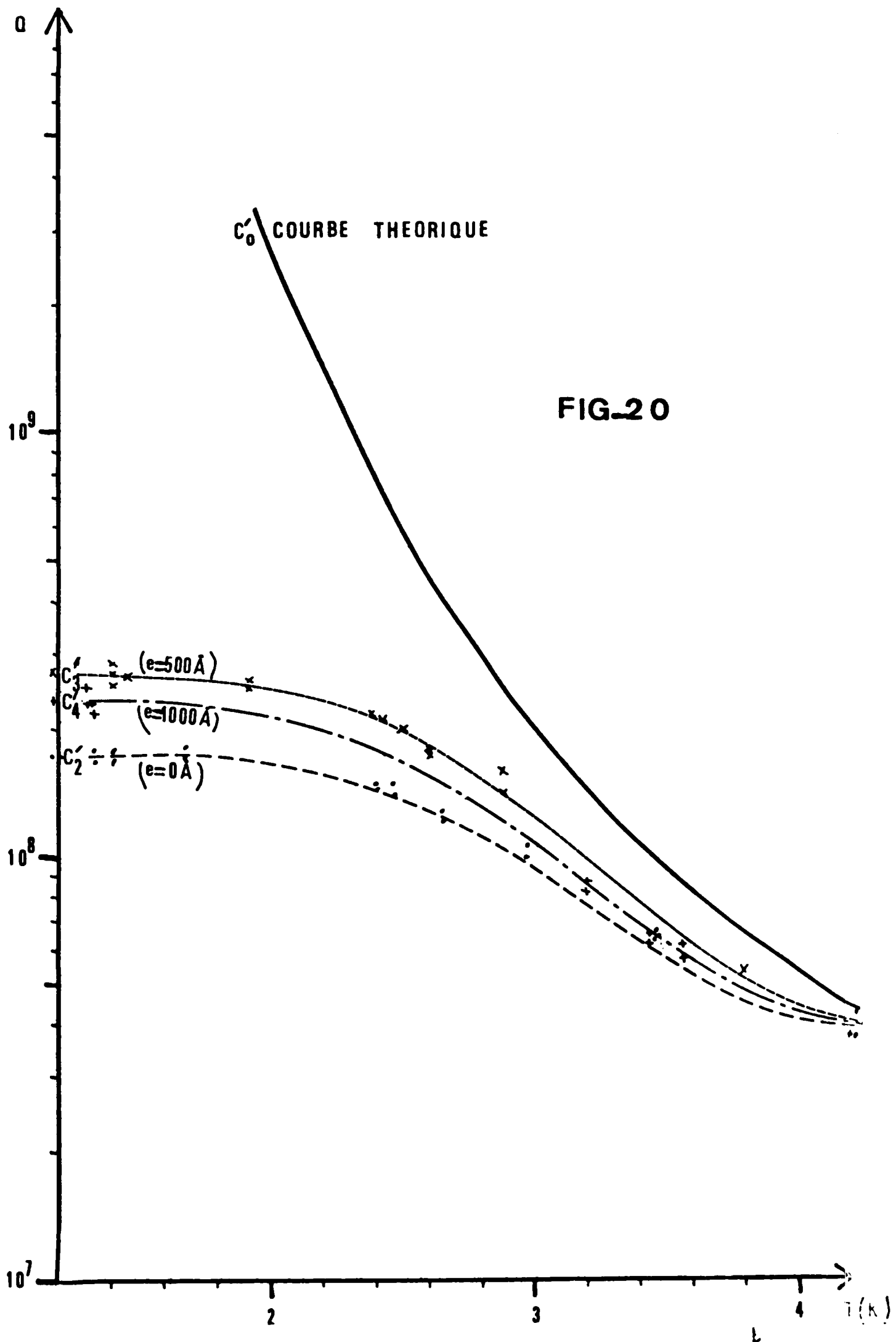


FIG-20

