

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11 N° de publication :

2 938 963

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national :

08 06550

51 Int Cl⁸ : G 12 B 21/02 (2006.01)

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 21.11.08.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 28.05.10 Bulletin 10/21.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : CAMECA Société par actions simplifiée — FR et CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) Etablissement public à caractère scientifique et technologique — FR.

72 Inventeur(s) : VURPILOT FRANCOIS et BOSTEL ALAIN.

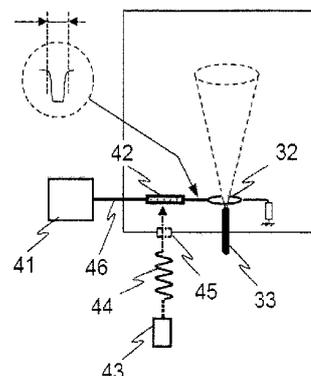
73 Titulaire(s) : CAMECA Société par actions simplifiée, CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) Etablissement public à caractère scientifique et technologique.

74 Mandataire(s) : MARKS & CLERK FRANCE.

54 SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE COMPORTANT UN GENERATEUR ELECTRO-OPTIQUE D'IMPULSIONS ELECTRIQUES HAUTE TENSION.

57 L'invention concerne le domaine général des sondes atomiques tomographiques et plus particulièrement les sondes atomiques tomographiques qui utilisent des impulsions électriques appliquées à une électrode pour réaliser l'évaporation de l'échantillon analysé.

Pour réaliser ces impulsions électriques la sonde atomique tomographique selon l'invention comporte un générateur de haute tension, relié à une électrode par une liaison électrique comportant une pastille de matériau semi-conducteur. La sonde comporte également une source lumineuse qui peut être commandée pour générer des impulsions lumineuses qui sont appliquées sur la pastille de semi-conducteur. Pendant toute la durée de l'éclairement la pastille est rendue conductrice ce qui met en contact électrique le générateur de haute tension et l'électrode de sorte qu'un échelon de potentiel est appliqué sur cette dernière. La sonde comporte encore des moyens pour appliquer au bout d'un intervalle de temps Δt_0 un échelon de tension d'amplitude opposée au précédent échelon, de sorte que l'électrode reçoit finalement une impulsion de tension de durée Δt_0 .



FR 2 938 963 - A1



Sonde atomique tomographique comportant un générateur électro-optique d'impulsions électriques haute tension.

L'invention concerne le domaine général des générateurs d'impulsions à haute tension. Elle concerne plus particulièrement les générateurs d'impulsions utilisés pour provoquer l'évaporation des atomes sur un échantillon de matériau placé dans une Sonde Atomique Tomographique en
5 vue de son analyse.

Une caractéristique essentielle d'une sonde atomique tomographique, est la valeur de la résolution en masse que l'on peut obtenir avec cette sonde. La résolution en masse d'une Sonde Atomique est une qualité
10 essentielle qui caractérise notamment:

- l'aptitude de la sonde à séparer sans ambiguïté les différents pics de masse des différents isotopes des éléments constituant le matériau à analyser. Cette faculté de discriminer est d'autant plus précieuse qu'elle concerne des pics de masses voisines d'amplitudes très différentes.

15 - l'aptitude de la sonde à augmenter la précision de mesure de la composition du matériau analysé, un alliage par exemple, en diminuant l'incorporation de bruit de détection au niveau d'un pic de masse correspondant à un élément du matériau analysé.

La résolution en masse s'exprime sous la forme d'un rapport $R=m/dm$
20 où m représente la masse correspondant au pic (i.e. à l'élément) considéré, et où dm représente la largeur du pic de masse pour une amplitude relative à ce pic donnée. Ainsi par exemple si m est égal à 28 et dm à 0,28 pour $h=0,5$ (largeur à mi-hauteur), on a $R=100$ à mi-hauteur.

25 Par suite le problème posé aux fabricants de telles sondes, qui constituent des spectromètres de masse à temps de vol est d'obtenir la meilleure résolution spectrale possible. L'obtention d'une bonne résolution en masse, passe de manière connue par la maîtrise de la vitesse de déplacement des particules de matériau, depuis l'échantillon d'où elles sont
30 arrachées, sous forme ionique généralement, jusqu'au détecteur. Autrement dit le problème posé consiste, de manière connue, à trouver un moyen permettant d'obtenir que les atomes évaporés sous forme d'ions soient

arrachés de l'échantillon avec la même énergie potentielle initiale et qu'ils volent ensuite sensiblement à la même vitesse vers le détecteur.

De manière connue également, l'apport d'énergie potentielle nécessaire à l'arrachement de quelques atomes d'une couche atomique de l'échantillon est réalisé par l'application au niveau de la zone d'extraction de l'échantillon (la pointe) d'une impulsion de tension de forte valeur (impulsion à haute tension) dont la durée est en pratique de l'ordre de la nanoseconde. Cette tension, ainsi que la courbure de l'extrémité de l'échantillon sont suffisants pour créer un champ électrique dont l'intensité est suffisante pour obtenir le phénomène "d'évaporation par effet de champ", effet connu de l'homme du métier. Cependant, en pratique, la production d'une impulsion atteignant de manière quasi instantanée le niveau de potentiel théorique requis et conservant constamment ce niveau pendant une durée donnée pour cesser de manière tout aussi instantanée, constitue un réel problème en l'état actuel de la technique. Par suite on produit généralement des impulsions dont la partie supérieure présente une forme approximativement parabolique qui se traduit, lorsqu'on utilise de telles impulsions dans une sonde atomique tomographique, par une dégradation de la résolution en masse. La variation de l'amplitude de l'impulsion appliquée à l'échantillon lors de l'évaporation, puis pendant les premiers nanomètres de la trajectoire des ions émis, se traduit ainsi par l'apparition d'un spectre d'énergie (de vitesse) plus ou moins large au lieu d'une raie d'énergie unique. La capacité de produire une impulsion rectangulaire de forte amplitude et à fronts raides, conditionne donc la résolution spectrale de la Sonde Atomique.

Les figures 1 et 2 illustrent cette dépendance au travers d'histogrammes de masses simulés pour une sonde atomique tomographique ou sonde "Watap" selon l'acronyme de l'expression anglo-saxonne "Wide Angle Tomographic Atomic Probe", la sonde simulée ayant une longueur de vol donnée de 0,11 m.

La figure 1 illustre un cas favorable typique, pris comme exemple, où les impulsions d'évaporation sont des impulsions rectangulaires comportant un plateau de 200ps et des fronts de 50ps.

La figure 2 quant à elle illustre le cas moins favorable où les impulsions d'évaporation sont des impulsions rectangulaires comportant un plateau de 200ps et des fronts de 1000ps.

On constate, sur chacune des figures, à la fois la présence d'un pic 11, 21 présentant une certaine largeur ainsi que la présence d'une traine 12, 22 plus étendue mais de niveau moindre. Le pic correspond ici à l'évaporation produite alors que l'impulsion d'évaporation a atteint son niveau maximum (plateau de l'impulsion), tandis que la traine correspond quant à elle à l'évaporation produite pendant les intervalles de temps correspondant aux fronts de montée et de descente, et pour lesquels on constate une perte d'énergie des ions évaporés.

Par suite, sachant que les amplitudes et les durées relatives du pic d'une part et de la traine (partie de l'impulsion située après le pic) d'autre part caractérisent la résolution de la sonde considérée, et que plus l'amplitude du pic est importante et sa largeur faible et plus la résolution de la sonde est grande, on peut constater, au travers de la figure 2, qu'un allongement des temps de montée et de descente de l'impulsion se traduit par une dégradation de la résolution. Autrement dit, plus la forme de l'impulsion d'évaporation se rapproche d'une forme rectangulaire et plus la résolution de la sonde peut être élevée.

Pour limiter ce phénomène, les fabricants cherchent des moyens pour produire des impulsions très brèves (typiquement inférieures à 500ps) un plateau d'amplitude constante et présentant des fronts raides, c'est-à-dire des temps de montée et de descente très courts (typiquement inférieurs à 100ps). L'art antérieur connu propose différentes approches pour réaliser de telles impulsions à haute tension.

On dispose ainsi de dispositifs de génération d'impulsions haute tension utilisant un relais mouillé au mercure. La fréquence de répétition des impulsions produites par de tels dispositifs, de conception relativement ancienne, est cependant extrêmement faible (de l'ordre de la centaine de hertz) au regard des caractéristiques souhaitées, ce qui rend l'analyse de l'échantillon relativement lente.

On dispose également de dispositifs semi-conducteurs, de conception plus récente, qui permettent de produire des impulsions de courte durée dont l'amplitude est réglable dans une large plage de tension, typiquement entre une tension voisine de 0V et une tension de 4kV. Ces dispositifs permettent par ailleurs d'obtenir des fréquences de répétition allant jusqu'à quelques

dizaines de kilohertz.

Cependant, ces performances sont obtenues au prix d'une dégradation des temps de montée et de descente, c'est-à-dire de la raideur des fronts des impulsions ainsi produites. En l'état actuel de l'art, de tels dispositifs ne permettent donc pas de produire des impulsions rectangulaires de courte durée à haute tension, c'est à dire des impulsions présentant des fronts raides (typiquement inférieurs à 100pS) et un sommet bref (typiquement inférieur à 500ps) et de niveau constant.

On dispose d'autre part de systèmes générateurs d'impulsions capables de produire des impulsions ayant les caractéristiques temporelles voulues, mais une amplitude plus faible et fixe ou difficilement réglable. Ces systèmes sont donc pas ou peu adaptés à une utilisation dans le cadre d'une sonde atomique tomographique qui par nature est destinée à l'analyse de matériaux divers, chaque matériau nécessitant la production d'impulsions dont la valeur de tension est proportionnelle à la haute tension qui polarise l'échantillon.

Aucun dispositif connu de l'art antérieur n'est donc réellement satisfaisant dans le contexte de la production de sondes atomiques à haute résolution en masse.

Un but de l'invention est de répondre au problème spécifique de la production d'impulsions à haute tension ayant les caractéristiques énoncées précédemment et de permettre ainsi une amélioration de la résolution en masse des sondes atomiques tomographiques.

A cet effet l'invention a pour objet une onde atomique tomographique comportant des moyens pour appliquer une impulsion électrique d'évaporation d'amplitude V_p , de durée Δt_0 sur un échantillon porté à un potentiel V_0 . Selon l'invention, ces moyens comportent:

- une électrode portée à un potentiel initial V_i , configurée et agencée pour appliquer l'impulsion électrique sur l'échantillon;

- un générateur de tension capable de produire la tension nécessaire à la production d'une impulsion d'amplitude V_p , le générateur de tension étant relié à l'électrode par l'intermédiaire d'une liaison électrique pouvant être ouverte ou fermée;

- des moyens pour commander la fermeture de la liaison électrique en en un temps τ donné de façon à appliquer un échelon de tension V_p sur l'électrode, ces moyens comportant une pastille de matériau semi-conducteur placée sur la liaison électrique entre le générateur et l'électrode, au voisinage de l'électrode et une première source émettant des impulsions lumineuses de longueur d'onde λ_1 sur la pastille de semi-conducteur, ladite pastille devenant conductrice et fermant la liaison électrique lorsqu'elle est illuminée par une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_1 , la durée de conduction étant fonction de la durée de l'impulsion lumineuse appliquée;
- des moyens pour appliquer sur l'électrode, au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture de la liaison électrique, un échelon de tension d'amplitude $(-V_p)$ de façon à porter l'électrode au potentiel V_i , lesdits moyens étant configurés pour que l'échelon de tension soit appliqué en un temps τ' sensiblement égal au temps τ .

15

Selon un mode de réalisation particulier de la sonde atomique tomographique selon l'invention, les moyens pour appliquer sur l'électrode un échelon de tension d'amplitude $-V_p$ au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture du circuit, sont constitués par une ligne de transmission d'impédance caractéristique Z_c reliant le générateur à la pastille, terminée en aval de l'électrode par une impédance égale à Z_c .

20

Selon ce mode de réalisation particulier, la longueur L_0 de la ligne de transmission est déterminée par la valeur de l'intervalle de temps Δt_0 considéré, intervalle de temps égal à la durée de l'impulsion électrique produite.

25

Selon un autre mode de réalisation particulier de la sonde atomique tomographique selon l'invention, les moyens pour appliquer sur l'électrode au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture du circuit, un échelon de tension d'amplitude $-V_p$ sont constitués par une seconde source émettant des impulsions lumineuses de longueur d'onde λ_2 sur la pastille de semi-conducteur, ladite pastille devenant isolante et ouvrant la liaison électrique lorsqu'elle est illuminée par une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_2 .

35

Selon ce mode de réalisation particulier, l'intervalle de temps Δt_0 séparant l'émission d'une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_1 de l'émission d'une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_2 , détermine la durée de l'impulsion électrique produite.

5

Selon un mode de réalisation particulier de la sonde atomique tomographique selon l'invention, l'électrode sur laquelle est produite l'impulsion électrique est positionnée en regard de l'extrémité de l'échantillon au niveau de laquelle l'évaporation est attendue.

10

Selon un autre mode de réalisation particulier de la sonde atomique tomographique selon l'invention, l'électrode sur laquelle est produite l'impulsion électrique est constituée par l'échantillon lui-même.

15 Le dispositif selon l'invention permet de former des impulsions électriques, en particulier des impulsions à haute tension, présentant des temps de montée et de descente extrêmement brefs, typiquement de l'ordre de quelques picosecondes. Cette méthode permet aussi de contrôler et de maintenir constante l'amplitude maximale de cette impulsion pendant la
20 durée du plateau. Il permet également de créer des impulsions électriques d'évaporation dont la forme particulière permet d'optimiser la résolution en masse de la Sonde Atomique et notamment de sa variante Grand Angle.

Les caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux
25 appréciés grâce à la description qui suit, description qui expose l'invention au travers de modes de réalisation particuliers pris comme exemples non limitatifs et qui s'appuient sur les figures annexées, figures qui présentent:

- les figures 1 et 2, deux histogrammes de masse présentés comme
30 illustrations du problème de résolution posé par les dispositifs de production des impulsions électriques d'évaporation des sondes atomiques existantes;

- la figure 3, un schéma de principe illustrant la façon dont les impulsions électriques d'évaporation sont généralement produites dans une sonde atomique selon l'art antérieur connu;

35 - la figure 4, un schéma de principe analogue au schéma de la figure 3

illustrant au travers d'un mode de réalisation préféré, le principe général de fonctionnement du dispositif selon l'invention;

- les figures 5, un schéma équivalent de l'ensemble pointe échantillon - contre-électrode dans une sonde atomique;

5 - la figure 6, un schéma équivalent de la pastille de semi-conducteur réalisant la fonction d'interrupteur commandé dans le mode de réalisation préféré du dispositif selon l'invention;

- les figures 7 à 10, des illustrations relatives à une première variante du mode de réalisation préféré du dispositif selon l'invention;

10 - la figure 11, une illustration relative à une deuxième variante du mode de réalisation préféré du dispositif selon l'invention;

- la figure 12, une illustration relative à une troisième variante du mode de réalisation préféré du dispositif selon l'invention;

15 Comme l'illustre le schéma de la figure 4, le dispositif générateur d'impulsions électriques selon l'invention comporte en premier lieu un générateur de tension 41 capable de produire la tension nécessaire à la production d'une impulsion d'amplitude V_2 au niveau d'une électrode 32, impulsion capable compte tenu du potentiel auquel est porté l'échantillon de
20 provoquer l'évaporation de celui-ci. Ce générateur de tension est relié à l'électrode 32 par l'intermédiaire d'une liaison électrique 46 pouvant être ouverte ou fermée.

Le dispositif selon l'invention comporte également des moyens pour commander la fermeture et l'ouverture de la liaison 46, de façon à appliquer
25 un échelon de tension V_2 à l'électrode et porter le potentiel de l'électrode, initialement égal à une valeur V_1 , à V_1+V_2 . Les moyens pour commander la fermeture de la liaison 46 comportent un interrupteur commandé, inséré dans le circuit électrique entre le générateur 41 et l'électrode 32, au voisinage de l'électrode, et des moyens pour commander cet interrupteur.

30

Un mode de réalisation préféré, mais non exclusif, de ces moyens consiste à utiliser une pastille d'un matériau semi-conducteur 42 implantée sur le circuit reliant le générateur de haute tension 41 et l'électrode 32 sur laquelle l'impulsion électrique est appliquée.

[La description se poursuit sur 10 pages supplémentaires, sur le même modèle : "Selon l'invention...", "De la sorte...", "Les variantes du dispositif...", "Comme illustré par la figure..."]

On obtient ainsi une impulsion électrique dont la durée est fonction de l'intervalle de temps séparant les deux impulsions lumineuses, et dont les fronts montant et descendant ont des durées, de l'ordre de quelques picosecondes, qui dépendent uniquement du temps de mise en conduction
5 du semi-conducteur et du temps de recombinaison des porteurs libres créés par la première impulsion lumineuse.

REVENDEICATIONS

1. Sonde atomique tomographique comportant des moyens pour appliquer une impulsion électrique d'évaporation d'amplitude V_p , de durée Δt_0 sur un échantillon porté à un potentiel V_0 , caractérisée en ce que ces moyens comportent:
- 5 - une électrode portée à un potentiel initial V_i , configurée et agencée pour appliquer l'impulsion électrique sur l'échantillon;
- un générateur de tension capable de produire la tension nécessaire à la production d'une impulsion d'amplitude V_p , le générateur de tension étant relié à l'électrode par l'intermédiaire d'une liaison électrique pouvant être
- 10 ouverte ou fermée;
- des moyens pour commander la fermeture de la liaison électrique en un temps τ donné de façon à appliquer un échelon de tension V_p sur l'électrode, ces moyens comportant une pastille de matériau semi-conducteur placée sur la liaison électrique entre le générateur et l'électrode,
- 15 au voisinage de l'électrode et une première source émettant des impulsions lumineuses de longueur d'onde λ_1 sur la pastille de semi-conducteur, ladite pastille devenant conductrice et fermant la liaison électrique lorsqu'elle est illuminée par une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_1 , la durée de conduction étant fonction de la durée de l'impulsion lumineuse appliquée;
- 20 - des moyens pour appliquer sur l'électrode, au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture de la liaison électrique, un échelon de tension d'amplitude $(-V_p)$ de façon à porter l'électrode au potentiel V_i , lesdits moyens étant configurés pour que l'échelon de tension soit appliqué en un temps τ' sensiblement égal au temps τ .
- 25
2. Sonde atomique tomographique selon la revendication 1, caractérisée en ce que les moyens pour appliquer sur l'électrode au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture du circuit, un échelon de tension d'amplitude $-V_p$ sont constitués par une ligne de transmission d'impédance
- 30 caractéristique Z_c reliant le générateur à la pastille, terminée en aval de l'électrode par une impédance égale à Z_c .

3. Sonde atomique tomographique selon la revendication 2, caractérisée en ce que la longueur L_0 de la ligne de transmission est déterminée par la valeur de l'intervalle de temps Δt_0 considéré, intervalle de temps égal à la durée de l'impulsion électrique produite.
- 5
4. Sonde atomique tomographique selon la revendication 1, caractérisée en ce que les moyens pour appliquer sur l'électrode au bout d'un temps Δt_0 après la fermeture du circuit, un échelon de tension d'amplitude $-V_p$ sont constitués par une seconde source émettant des
10 impulsions lumineuses de longueur d'onde λ_2 sur la pastille de semi-conducteur, ladite pastille devenant isolante et ouvrant la liaison électrique lorsqu'elle est illuminée par une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_2 .
5. Sonde atomique tomographique selon la revendication 4,
15 caractérisée en ce que l'intervalle de temps Δt_0 séparant l'émission d'une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_1 de l'émission d'une impulsion lumineuse de longueur d'onde λ_2 , détermine la durée de l'impulsion électrique produite.
- 20 6. Sonde atomique tomographique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'électrode sur laquelle est produite l'impulsion électrique est positionnée en regard de l'extrémité de l'échantillon au niveau de laquelle l'évaporation est attendue.
- 25 7. Sonde atomique tomographique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'électrode sur laquelle est produite l'impulsion électrique est constituée par l'échantillon lui-même.

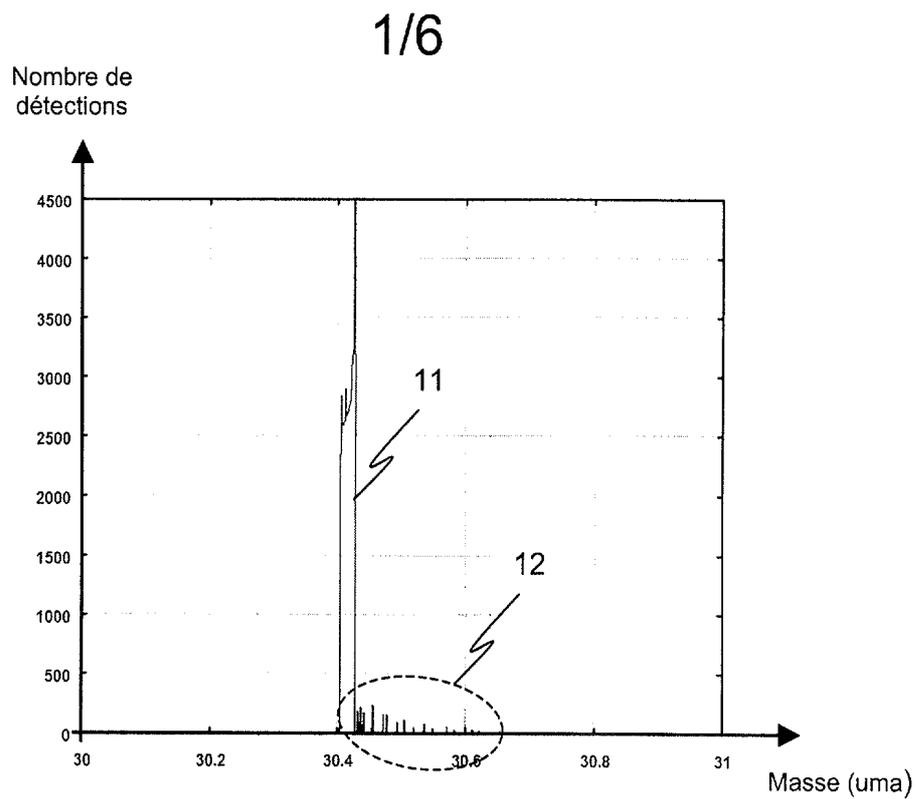


Fig. 1

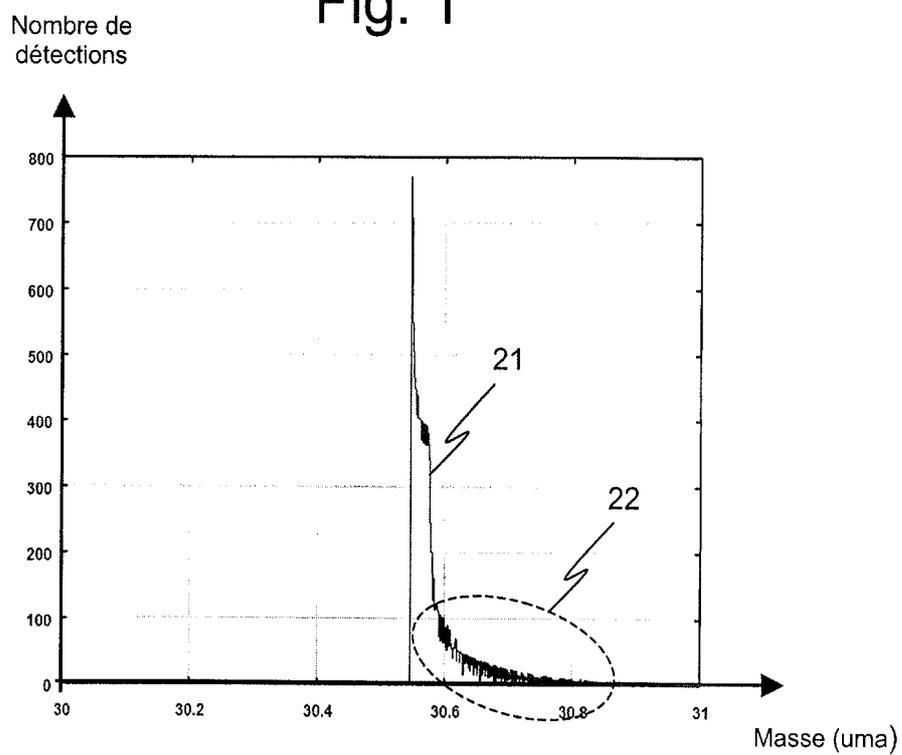


Fig. 2

2/6

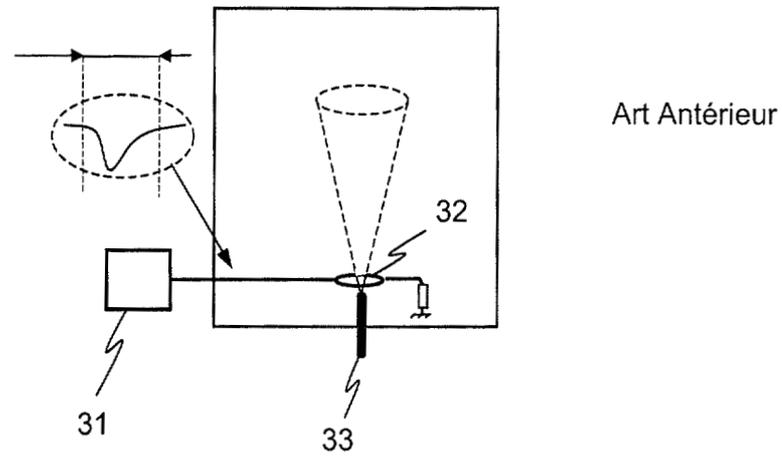


Fig. 3

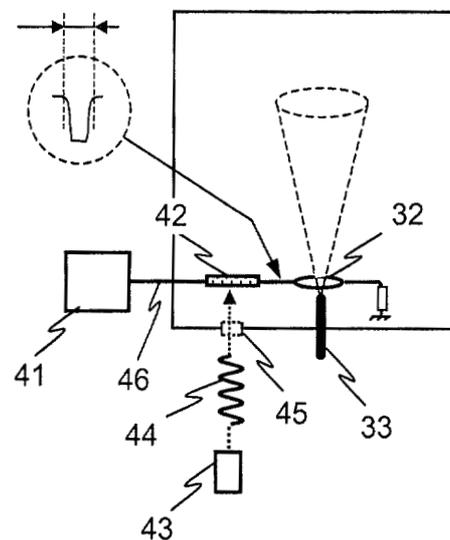


Fig. 4

[suivent 4 autres pages de dessins du même type]



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 716232
FR 0806550

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	JP 2007 273401 A (KANAZAWA INST OF TECHNOLOGY) 18 octobre 2007 (2007-10-18) * abrégé *	1-7	G12B21/02
A	----- JP 2006 260780 A (JAPAN ATOMIC ENERGY AGENCY) 28 septembre 2006 (2006-09-28) * abrégé *	1-7	
A	----- JP 2005 290510 A (SODICK CO LTD) 20 octobre 2005 (2005-10-20) * abrégé *	1-7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			H03K H01J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
30 juillet 2009		Kassner, Holger	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0806550 FA 716232**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **30-07-2009**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2007273401 A	18-10-2007	AUCUN	

JP 2006260780 A	28-09-2006	AUCUN	

JP 2005290510 A	20-10-2005	AUCUN	
