(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

PCT

(43) Date de la publication internationale
27 juillet 2006 (27.07.2006)

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/077329 A1

(51) Classification internationale des brevets :
G21K 1/06 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2006/000133

(22) Date de dépôt international :
20 janvier 2006 (20.01.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0500657 21 janvier 2005 (21.01.2005) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)* : **COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** [FR/FR]; 31-33, rue de la Fédération, F-75752 Paris Cedex 15 (FR).

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant *(pour US seulement)* : **RIEUTORD, François** [FR/FR]; 20, rue de Chantemerle, F-38120 Saint Egreve (FR).

(74) Mandataire : **SANTARELLI**; 14, avenue de la Grande-Armée, Boîte postale 237, F-75822 Paris Cedex 17 (FR).

(81) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

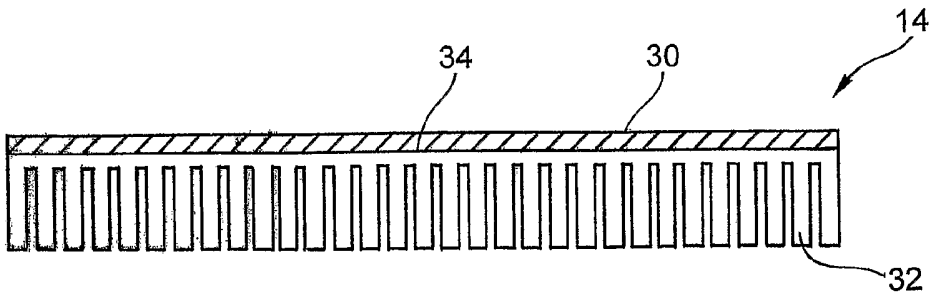
— *avec rapport de recherche internationale*

— *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues*

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: X-RAY OR NEUTRON MONOCHROMATOR

(54) Titre : MONOCHROMATEUR A RAYONS X OU A NEUTRONS



(57) Abstract: The invention relates to a monochromator device (14) for selecting at least one wavelength band from incident radiation in a given wavelength range. The invention is characterised in that it comprises: at least one optical layer (30) of a monocrystalline material having a crystallographic line that is adapted to said at least one wavelength band to be selected; and a mechanical substrate (32). According to the invention, said at least one optical layer and the mechanical substrate are assembled by means of molecular bonding.

(57) Abrégé : L'invention concerne un dispositif monochromateur (14) de sélection d'au moins une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée, caractérisé en ce qu'il comporte : - au moins une couche optique (30) d'un matériau monocristallin dont la raie cristallographique est adaptée à ladite au moins une bande de longueurs d'onde à sélectionner, - un substrat mécanique (32), ladite au moins une couche optique et le substrat mécanique étant assemblés par collage moléculaire.

WO 2006/077329 A1

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

Monochromateur à rayons X ou à neutrons

L'invention concerne un dispositif monochromateur de sélection d'une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée.

Il est connu d'utiliser des rayons X ou des faisceaux de neutrons pour effectuer diverses analyses sur des matériaux.

Pour ce faire, une source de rayons X ou de neutrons est nécessaire et, généralement, on utilise un dispositif monochromateur dont le but est de sélectionner une bande de longueurs d'onde (c'est-à-dire en énergie) plus ou moins étroite à partir du spectre de la source dont l'étendue en longueur d'onde est trop large pour l'application envisagée.

Pour le rayonnement X, la sélection d'une bande de longueurs d'onde est réalisée en utilisant le phénomène de la diffraction des rayons X par un cristal parfait.

Ainsi, un rayonnement X incident dont le spectre s'étend sur une gamme de longueurs d'onde donnée et qui est reçu par un cristal parfait avec un angle d'incidence donné donne lieu à une diffraction du rayonnement dans une bande de longueur d'onde plus étroite.

On notera que la largeur de la bande de longueurs d'onde diffractée par le cristal dépend de la nature du cristal utilisé (paramètre de maille, symétrie du cristal) et de la raie cristallographique choisie.

Il est notamment connu d'utiliser comme cristal parfait le Silicium, matériau réputé pour la qualité et la taille suffisante de ses cristaux, pour la facilité avec laquelle on peut le travailler, ainsi que pour son faible coût.

Cependant, la bande passante du Silicium s'avère trop petite par rapport à la largeur spectrale des sources utilisées et il s'ensuit une perte de flux considérable. Ainsi, par exemple, pour une source de rayons X obtenue en laboratoire (par exemple au moyen d'un tube cathodique ou d'une anode tournante), à partir d'une raie d'émission d'un métal tel que le Cuivre ou le

Molybdène, la largeur d'une raie de fluorescence est classiquement de l'ordre de $\Delta E/E=3\text{-}5.10^{-4}$, tandis que la bande passante du Silicium 111 est de $1,3\ 10^{-4}$, ce qui signifie que les deux tiers de l'intensité du rayonnement incident sont perdus. Le Silicium présente en effet une résolution trop élevée pour les applications utilisant la technique de diffraction des rayons X.

Il est également connu d'utiliser comme cristal parfait le Germanium qui est un matériau disponible sous la forme de cristaux parfaits de grandes tailles et qui, en raison d'une densité électronique plus élevée que celle du Silicium, et donc, de largeurs de raie plus grandes, transmet un flux trois fois plus élevé que celui transmis par un cristal en Silicium.

Ainsi, par exemple, la largeur de raie du Germanium 111 ($\Delta\lambda/\lambda=3.10^{-4}$) est bien adaptée au cas d'une source formée de raies de fluorescence dont la largeur est, comme on l'a vu ci-dessus, de l'ordre de $3\text{-}5.10^{-4}$.

Toutefois, le coût d'un matériau tel que le Germanium est plus élevé que celui du Silicium et ses caractéristiques mécaniques (sa limite élastique en particulier) et thermiques (sa conductivité thermique en particulier) sont moins performantes que celles du Silicium. De ce fait, il est difficile d'envisager, avec le Germanium comme cristal, des applications où la courbure du cristal doit être variable et changer en fonction de l'application. De telles applications se rencontrent lorsque l'on souhaite, par exemple, focaliser des rayons X à des distances variables pour adapter l'optique à l'appareillage ou focaliser à distance fixe des énergies différentes.

La focalisation recherchée a pour but de réduire la taille du faisceau produit au niveau de l'échantillon à analyser.

La présente invention vise à remédier à au moins un des inconvénients précités en proposant un dispositif monochromateur de sélection d'au moins une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée, caractérisé en ce qu'il comporte :

– au moins une couche optique d'un matériau monocristallin dont la raie cristallographique est adaptée à la dite au moins une bande de longueurs d'onde à sélectionner,

– un substrat mécanique,

ladite au moins une couche optique et le substrat mécanique étant assemblés par collage moléculaire.

Le caractère monocristallin du matériau de la couche optique assure, du fait de l'arrangement du cristal, la diffraction du rayonnement incident.

L'invention permet ainsi d'obtenir un dispositif monochromateur dont les propriétés optiques, vis-à-vis des rayons X ou des faisceaux de neutrons, sont découplées des propriétés mécaniques et/ou thermiques du substrat.

Pour permettre ce découplage, la couche optique doit être suffisamment mince. Elle doit cependant contenir suffisamment de plans cristallins pour assurer la diffraction. Pour cela, son épaisseur est, par exemple, supérieure à la longueur d'extinction du matériau qui est fonction de la raie cristallographique du matériau choisi.

Ainsi, le dispositif monochromateur selon l'invention est bien adapté optiquement au rayonnement incident grâce à la ou aux couches optiques diffractantes en matériau(x) monocristallin(s). Grâce au substrat mécanique, le dispositif se manipule facilement et peut être utilisé dans des applications où il est déformé et, par exemple, courbé, le substrat mécanique pouvant servir à imposer une flexion à la couche diffractante.

En outre, en solidarisant une couche de matériau monocristallin au substrat mécanique par collage moléculaire, il n'y a aucun apport d'une substance adhésive qui serait susceptible de dégrader les propriétés optiques du dispositif monochromateur (focalisation fluctuante dans le temps et/ou sur l'étendue du dispositif), de mal supporter le flux élevé de radiations présent au niveau du cristal et de donner lieu, de ce fait, à des propriétés notamment thermiques (conductivité thermique ...) et/ou mécaniques (résistance mécanique ...) dégradées.

Par ailleurs, la couche optique du dispositif monochromateur qui est réalisée dans un matériau généralement plus coûteux que le matériau

constitutif du substrat mécanique ne constitue qu'une partie de ce dispositif, ce qui contribue à réduire le coût de ce dernier par rapport à un dispositif monochromateur qui serait constitué d'un seul matériau monocristallin comme, par exemple, du Germanium.

Selon une caractéristique, le substrat mécanique est réalisé dans un matériau ayant des caractéristiques mécaniques supérieures à celles du matériau constitutif de ladite au moins une couche optique.

Plus particulièrement, ledit au moins un matériau constitutif du substrat mécanique présente une résistance mécanique à la flexion supérieure à celle du matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique.

Selon une caractéristique, ladite au moins une couche optique a une épaisseur comprise entre 0,2 et 100 µm.

Selon une caractéristique, le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est du Germanium.

Selon une caractéristique, le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est choisi notamment parmi les matériaux suivants : AsGa, InSb, GaN, InP.

Selon une caractéristique, le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est choisi notamment parmi les matériaux suivants : carbure de Silicium, diamant, saphir, Fluorure de Lithium, Quartz, BGO (Germanate de Bismuth), YAG (Grenat d'Yttrium aluminium), GGG (Grenat de Gallium Gadolinium), GSGG (Grenat de Scandium Gallium Gadolinium), oxyde de Zirconium, Titanate de Strontium.

Selon une caractéristique, le dispositif comporte au moins deux couches optiques collées l'une au-dessus de l'autre et permettant de sélectionner des bandes de longueurs d'ondes différentes, le matériau monocristallin de l'une des couches optiques ayant une orientation cristalline différente du matériau monocristallin de l'autre couche optique. Ces deux couches peuvent être constituées du même matériau cristallin : dans ce cas, ces couches auront des orientations cristallographiques différentes qui seront fonction des bandes de longueurs d'onde à sélectionner.

Avantageusement, la deuxième couche optique peut être le substrat mécanique qui est, dans ce cas, en matériau monocristallin.

Un dispositif optique complémentaire peut également être associé au monochromateur pour permettre de choisir l'une des deux bandes de longueurs d'onde sélectionnées.

Selon une caractéristique, ledit au moins un matériau constitutif du substrat mécanique est du Silicium.

Selon une caractéristique, le substrat mécanique a une forme générale de peigne et présente, en face arrière, une série de rainures qui sont sensiblement parallèles les unes aux autres et perpendiculaires à ladite au moins une couche optique collée en face avant dudit substrat.

Selon une caractéristique, le rayonnement diffracté par la couche optique est réfléchi par cette couche optique. Selon une variante, le rayonnement diffracté peut être transmis par le monochromateur : on s'assure dans ce cas que le substrat mécanique est apte à permettre cette transmission, soit par son caractère transparent à la bande de longueurs d'onde sélectionnée, soit par la réalisation d'ouverture(s) dans ledit substrat.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'un dispositif monochromateur de sélection d'au moins une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'assemblage par collage moléculaire d'un substrat mécanique avec au moins une couche optique d'un matériau monocristallin possédant une raie cristallographique adaptée à ladite au moins une bande de longueurs d'onde à sélectionner.

Selon une caractéristique, le substrat mécanique est réalisé dans au moins un matériau ayant des caractéristiques mécaniques supérieures à celles du matériau constitutif de ladite au moins une couche optique.

Selon une caractéristique, le procédé comporte une étape de traitement thermique en vue de consolider les forces de collage moléculaire entre les deux surfaces respectives collées l'une avec l'autre de la couche optique et du substrat.

La température de ce traitement thermique doit être en particulier fonction de la différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux matériaux (celui de la couche optique et celui du substrat mécanique) afin de garantir l'intégrité du monochromateur pendant cette étape.

Selon une autre caractéristique, le procédé comporte une étape d'amincissement de ladite au moins une couche optique.

D'autres caractéristiques et avantages apparaîtront au cours de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple non limitatif et faite en référence aux dessins annexés, sur lesquels :

– la figure 1 illustre un exemple de mise en situation d'un dispositif monochromateur selon l'invention,

– la figure 2 représente de façon schématique le dispositif monochromateur de la figure 1.

Comme représenté sur la **figure 1** et désigné par la référence générale notée 10, un système optique comprend une source 12 de rayons X qui est, par exemple, un tube de rayons X basé sur la raie d'émission du cuivre et dont la largeur d'une raie de fluorescence $\Delta E/E$ est de l'ordre de 3.10^{-4}. Cette source peut être également une source synchrotronique qui émet des rayons X suivant un spectre continu d'énergie qui est, par exemple, compris entre 5 et 50 KeV.

Le système 10 comprend également un dispositif monochromateur 14 qui est apte à sélectionner au moins une bande de longueurs d'onde, en fonction de la raie cristallographique, du matériau constitutif de la couche optique et de l'angle d'incidence du rayonnement incident 16. Le dispositif 14 réfléchit ainsi un faisceau diffracté 18 dans une bande de longueurs d'onde de largeur $\Delta E/E$, par exemple, égale à 10^{-4} en direction d'un objet 20 à analyser (échantillon). A titre de variante, le dispositif 14 peut transmettre le faisceau diffracté.

On notera que la bande sélectionnée peut être plus ou moins étroite dans la largeur spectrale de la source.

Comme représenté sur la figure 1, la courbure du dispositif monochromateur 14 permet de focaliser, selon les lois classiques de l'optique, le rayonnement X incident 16 émis par la source 12 sur l'échantillon 20.

Si l'angle d'incidence est modifié pour sélectionner une bande de longueurs d'onde différente, il peut être utile de modifier la courbure du monochromateur pour permettre de focaliser le rayonnement à la même distance qu'avec la bande de longueurs d'onde précédente.

Le dispositif monochromateur 14 est, par exemple, représenté de façon schématique sur la **figure 2** en position non courbée.

Ce dispositif comprend une couche optique 30 réalisée dans un matériau monocristallin apte à diffracter le rayonnement X et ce matériau est choisi de telle sorte que son paramètre de maille, sa symétrie cristalline et sa raie cristallographique sont adaptés à la bande de longueurs d'onde du rayonnement X à sélectionner.

Cette couche optique est, par exemple, réalisée en Germanium monocristallin et, plus particulièrement, en Germanium 111.

On notera que le matériau cristallin constitutif de la couche optique peut être remplacé par l'un des matériaux suivants : AsGa, InSb, InP, GaN pour obtenir des bandes de longueurs d'onde spécifiques.

Si l'on souhaite améliorer la résolution en énergie du dispositif monochromateur, alors le matériau monocristallin utilisé comme couche optique peut être de plus faible densité électronique que celle du Germanium et l'on peut, par exemple, utiliser à la place, le carbure de silicium, le diamant, le saphir, le Fluorure de Lithium, le Quartz, BGO, YAG, GGG, GSGG, oxyde de Zirconium, Titanate de Strontium.

La couche optique a une épaisseur généralement comprise entre 0,2 et 100 µm et, par exemple, égale à 10 µm.

L'épaisseur de matériau monocristallin qui est nécessaire à la diffraction du rayonnement X est faible (de l'ordre de quelques plans cristallins), ce qui explique la faible épaisseur de la couche optique qui peut ainsi être qualifiée de couche mince. Ceci est d'ailleurs avantageux dans la mesure où le

coût du matériau monocristallin utilisé pour constituer la couche optique s'en trouve réduit.

Le dispositif monochromateur 14 de la figure 2 comprend également un substrat mécanique 32 qui est assemblé à la couche optique 30 par collage moléculaire à l'interface 34 entre les deux composants de l'assemblage.

Grâce à cette technique d'assemblage, aucune substance adhésive n'est nécessaire pour lier la couche optique et le substrat mécanique.

Ceci est donc particulièrement intéressant pour les applications envisagées du dispositif monochromateur dans la mesure où ce dernier est susceptible d'être soumis à un rayonnement intense qui risque de dégrader les propriétés mécaniques et thermiques d'une substance adhésive. Un tel rayonnement pourrait également entraîner des répercussions sur les performances du dispositif monochromateur. Par ailleurs, l'ajout de colle pourrait, par exemple, entraîner des fluctuations d'épaisseur et donc de comportement optique sur l'étendue du monochromateur, et/ou au cours du temps.

Le substrat mécanique 32 est réalisé avantageusement dans au moins un matériau qui présente des caractéristiques mécaniques supérieures à celles du matériau monocristallin constituant la couche optique 30 et qui est compatible directement, ou via une couche intermédiaire, avec un collage moléculaire.

En particulier, pour l'application envisagée dans la figure 1, il est souhaitable que le ou les matériau(x) constitutif(s) du substrat mécanique présente(nt) une résistance à la flexion supérieure à celle du matériau constitutif de la couche optique 30, afin que la structure obtenue (figure 2) puisse être mise en flexion de façon répétée sans endommager le dispositif monochromateur.

On utilisera, par exemple, comme matériau pour constituer le substrat 32, du Silicium dont le coût est bien inférieur à celui du matériau diffractant utilisé pour la couche optique 30.

Ainsi, on constate que la plus grande partie de la structure du dispositif monochromateur 14 est réalisée dans un matériau peu onéreux, si

bien que la fabrication de l'ensemble de la structure a un coût plus faible que celui d'une structure constituée uniquement dans un matériau tel que le Germanium.

Par ailleurs, pour que le dispositif monochromateur 14 puisse être courbé pour des applications telles que celles représentées sur la figure 1 et, notamment, subir des cycles de mise en flexion et de retour à l'état plan dans des gammes de rayons de courbure allant de 1 m à l'infini, sans fatigue ni dégradation des propriétés, le substrat 32 présente, par exemple, une forme générale adaptée de peigne.

Ainsi, en face arrière du substrat 32 on trouve une série de rainures qui sont sensiblement parallèles les unes aux autres et perpendiculaires à la face avant du substrat collé à la couche optique 30.

Une telle structure est donc particulièrement adaptée à adopter une courbure variable en raison de la grande souplesse conférée par les rainures dans une direction perpendiculaire à ces dernières.

En outre, la structure présente une grande rigidité dans une direction parallèle aux rainures, ce qui définit parfaitement l'angle d'incidence du faisceau incident et donc la bande de longueurs d'onde sélectionnée.

Le substrat mécanique a une épaisseur, par exemple, de l'ordre du centimètre afin de permettre une manipulation aisée de la couche optique et du monochromateur en général. L'épaisseur peut toutefois avoisiner plusieurs centimètres selon les applications envisagées.

Le dispositif monochromateur selon l'invention peut également trouver des applications intéressantes lorsqu'il est nécessaire d'obtenir, avec un système optique, plusieurs bandes de longueurs d'onde à partir d'un même faisceau incident de rayons X.

Ainsi, par exemple, lorsque l'on éclaire un système optique comprenant un dispositif monochromateur comportant au moins deux couches optiques adaptées (l'une des couches optiques pouvant être le substrat si celui-ci est adapté et, en particulier, s'il est en matériau monocristallin) à l'aide d'un rayonnement synchrotron "blanc" (un tel rayonnement possède, par exemple, toutes les énergies allant de 5 à 50 KeV), les deux couches optiques

réfléchiront chacune une bande de longueurs d'onde différente. Un dispositif optique pourra être joint alors au monochromateur si l'on souhaite pouvoir sélectionner à loisir l'une ou l'autre des bandes accessibles.

Il est par exemple possible d'ajuster ces deux bandes de longueurs d'onde de part et d'autre d'un seuil d'absorption avec un système optique très simple.

En effet, la structure du dispositif monochromateur 16 utilisée dans cette application peut être réalisée en assemblant, par exemple, une couche optique de Germanium sur un substrat mécanique en Silicium, ces deux matériaux ayant des orientations cristallines différentes et des paramètres cristallins respectifs de 5,43 Å et 5,65 Å.

Il est ainsi possible de réaliser avec le système optique précité simplifié des mesures de contraste différentiel, par exemple, pour réaliser une angiographie au seuil de l'iode. Le principe de cette analyse est d'observer au travers des tissus du corps humain les zones (par exemple les artères) dans lesquelles circule de l'iode. En utilisant un rayonnement présentant deux bandes de longueurs d'onde agencées de part et d'autre du seuil d'absorption de l'iode, on peut, grâce à une exploitation différentielle des résultats, s'affranchir des rayonnements émanant des tissus non iodés pour localiser les zones contenant de l'iode.

La structure à deux couches optiques superposées permet d'adapter le dispositif monochromateur à la résolution souhaitée dans la mesure où les raies du matériau monocristallin dont l'indice est élevé donnent des réflexions plus étroites que celles des raies du matériau dont l'indice est plus faible.

Il convient de noter que l'on peut également envisager de superposer plus de deux couches optiques si nécessaire en fonction de l'application envisagée.

On va maintenant décrire un mode de réalisation du procédé de fabrication du dispositif monochromateur représenté sur la figure 2.

Ainsi, le procédé de fabrication prévoit d'utiliser un substrat mécanique, par exemple en Silicium, de forme par exemple parallélépipédique et qui possède, par exemple, une longueur de 120 mm, une hauteur de 12 mm

et une largeur de 80 mm (la largeur correspond à la dimension perpendiculaire au plan de la figure 2).

Comme représenté sur la figure 2, le substrat présente en face arrière une pluralité de rainures, par exemple, espacées d'un pas de 1,5 mm, ayant une largeur de 1 mm et une profondeur de 11,3 mm.

Un tel agencement confère au substrat des propriétés de flexion particulièrement intéressantes, notamment, une rigidité suffisante dans la direction des rainures et une grande souplesse dans la direction perpendiculaire à ces dernières.

On notera que d'autres substrats avec des agencements différents de pas, de largeur et de profondeur des rainures peuvent également conférer des propriétés de flexion satisfaisantes.

Par ailleurs, il convient de noter que d'autres agencements permettent de conférer à un substrat mécanique des propriétés de flexion satisfaisantes lui permettant ultérieurement de pouvoir être mis en flexion de façon répétée en vue, par exemple, d'applications requérant des focalisations de rayonnement X à des distances variables.

La couche optique 30 de matériau monocristallin diffractant le rayonnement X peut être réalisée à partir d'un substrat de Germanium monocristallin.

Une couche d'oxyde d'une épaisseur de 500 Å est par exemple déposée sur la face du substrat de Germanium qui est destinée à être solidarisée avec la face avant du substrat mécanique 32, afin de faciliter le collage moléculaire ultérieur.

Cette couche d'oxyde est, par exemple, formée par un dépôt chimique de type PECVD ("Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition" en terminologie anglosaxonne), c'est-à-dire un dépôt en phase vapeur assisté par plasma.

La face avant du substrat mécanique peut également, si on le souhaite, revêtir une couche d'oxyde.

Les faces des substrats de Silicium et de Germanium destinées à être solidarisées l'une avec l'autre au niveau de l'interface 34 de la figure 2 sont

ensuite préparées par des traitements chimiques connus (humides ou secs) afin d'obtenir un état de surface compatible avec une adhésion moléculaire directe entre les faces de ces deux substrats, en particulier en termes de rugosité de surface et d'hydrophilie ou d'hydrophobie.

On notera que les traitements appliqués aux substrats peuvent être de type mécano-chimique.

Les substrats à assembler sont ensuite mis en contact en vue du collage moléculaire.

Dès lors que le collage moléculaire est effectué, le procédé de fabrication comporte une étape de traitement thermique qui permet de consolider les forces de collage entre les deux faces en contact des deux substrats respectifs.

Ce traitement thermique consiste par exemple à chauffer les deux substrats à une température comprise entre 150 et 250° C, température qui est adaptée à la différence entre les coefficients de dilatation thermique du Silicium et du Germanium.

Le procédé de fabrication prévoit également une étape ultérieure d'amincissement du substrat en Germanium pour obtenir une couche optique mince d'une épaisseur par exemple égale à 10 µm.

L'étape d'amincissement peut être réalisée de façon mécanique, par exemple, par rectification, ou par voie chimique, en utilisant des techniques de gravure humide ou sèche, ou bien encore de façon mécano-chimique.

Une fois l'amincissement obtenu, on peut effectuer un polissage mécano-chimique de la couche optique 30 pour obtenir une couche de faible écrouissage et de faible rugosité de surface représentée à la figure 2.

Le procédé de fabrication précédemment décrit conduit ainsi à la structure du dispositif monochromateur de la figure 2 dans laquelle :

- le support 32, par exemple en Silicium, est peu cher et possède des propriétés mécaniques compatibles avec des mises en flexion répétées, et
- la couche superficielle 30, par exemple en Germanium, constitue un film apte à diffracter le rayonnement X et qui est particulièrement adapté au

rayonnement incident, permettant ainsi d'utiliser de manière efficace l'intensité de la source de rayonnement X utilisée.

Le pouvoir de résolution d'un tel dispositif monochromateur 14 qui est mesuré par le rapport $\lambda / \Delta\lambda$ de la longueur d'onde au plus petit écart de longueur d'onde que peut distinguer le dispositif est, par exemple, de $1/3.10^{-4}$=3 300 (pour une couche optique en Germanium sur du Silicium).

On notera que le dispositif monochromateur peut être utilisé en fluorescence X.

Le dispositif peut également être utilisé dans une chambre de type Seeman-Bohlin en réflexion.

Le dispositif monochromateur 14 qui vient d'être décrit peut en outre être utilisé avec un faisceau de neutrons.

Les faisceaux de neutrons sont généralement obtenus par un réacteur nucléaire et ont généralement une énergie comprise entre 1 et 500 meV.

Pour la plupart des éléments, l'absorption des neutrons est très faible par rapport à celle des rayons X, si bien que l'on peut travailler avec des faisceaux de neutrons sur des échantillons de grand volume.

Avec les neutrons, il est possible d'obtenir un contraste entre atomes différent de celui des rayons X, ce qui peut s'avérer intéressant si l'on souhaite étudier des structures formées d'éléments de numéros atomiques voisins.

On notera qu'un faisceau monochromatique de rayons X ou de neutrons obtenu avec un dispositif monochromateur selon l'invention permet, par exemple :

- la détermination de paramètres cristallins d'un matériau,
- l'identification de phases cristallines dans un matériau,
- la détermination de structures cristallines dans un matériau.

REVENDICATIONS

1. Dispositif monochromateur (14) de sélection d'au moins une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée, caractérisé en ce qu'il comporte :

– au moins une couche optique (30) d'un matériau monocristallin dont la raie cristallographique est adaptée à ladite au moins une bande de longueurs d'onde à sélectionner,

– un substrat mécanique (32),

ladite au moins une couche optique et le substrat mécanique étant assemblés par collage moléculaire.

2. Dispositif monochromateur selon la revendication 1, caractérisé en ce que le substrat mécanique (32) est réalisé dans un matériau ayant des caractéristiques mécaniques supérieures à celles du matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique.

3. Dispositif monochromateur selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit au moins un matériau constitutif du substrat mécanique présente une résistance mécanique à la flexion supérieure à celle du matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique.

4. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ladite au moins une couche optique (30) a une épaisseur comprise entre 0,2 et 100 µm.

5. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est du Germanium.

6. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est choisi notamment parmi les matériaux suivants : AsGa, InSb, GaN, InP.

7. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique est choisi notamment parmi les matériaux suivants :

carbure de Silicium, diamant, saphir, Fluorure de Lithium, Quartz, BGO, YAG, GGG, GSGG, oxyde de Zirconium, Titanate de Strontium.

8. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comporte au moins deux couches optiques collées l'une au-dessus de l'autre et permettant de sélectionner des bandes de longueurs d'onde différentes, le matériau monocristallin de l'une des couches optiques ayant une orientation cristalline différente du matériau monocristallin de l'autre couche optique.

9. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que ledit au moins un matériau constitutif du substrat mécanique est du Silicium.

10. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que le substrat mécanique (32) a une forme générale de peigne et présente, en face arrière, une série de rainures qui sont sensiblement parallèles les unes aux autres et perpendiculaires à ladite au moins une couche optique (30) collée en face avant dudit substrat.

11. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le rayonnement diffracté par ledit dispositif est réfléchi par ladite au moins une couche optique.

12. Dispositif monochromateur selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le rayonnement diffracté par ledit dispositif est transmis par ladite au moins une couche optique.

13. Procédé de fabrication d'un dispositif monochromateur de sélection d'au moins une bande de longueurs d'onde à partir d'un rayonnement incident dans une gamme de longueurs d'onde donnée, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'assemblage par collage moléculaire d'un substrat mécanique avec au moins une couche optique d'un matériau monocristallin possédant une raie cristallographique adaptée à ladite au moins une bande de longueurs d'onde à sélectionner.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que le substrat mécanique est réalisé dans au moins un matériau ayant des

caractéristiques mécaniques supérieures à celles du matériau monocristallin constitutif de ladite au moins une couche optique.

15. Procédé selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce qu'il comporte une étape de traitement thermique en vue de consolider les forces de collage moléculaire entre les deux surfaces respectives collées l'une avec l'autre de la couche optique et du substrat.

16. Procédé selon l'une des revendications 13 à 15, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'amincissement de ladite au moins une couche optique.

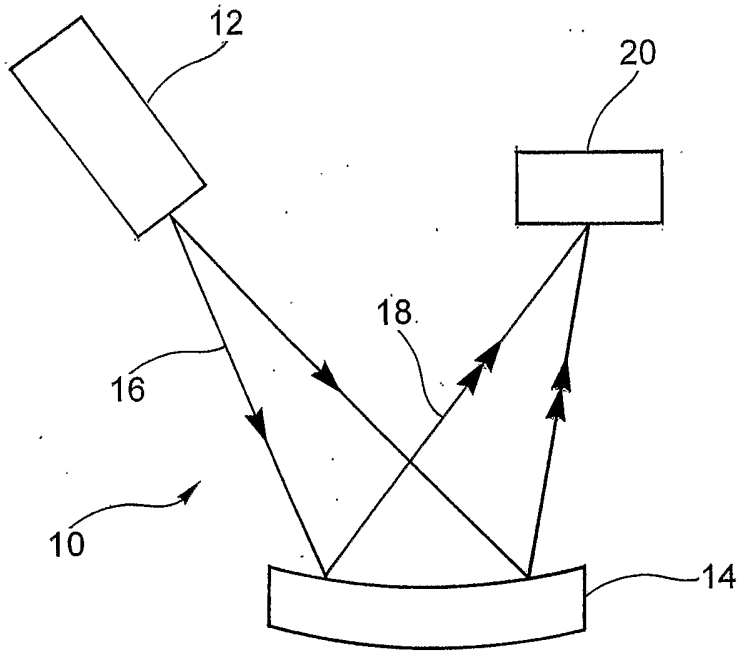


Fig.1

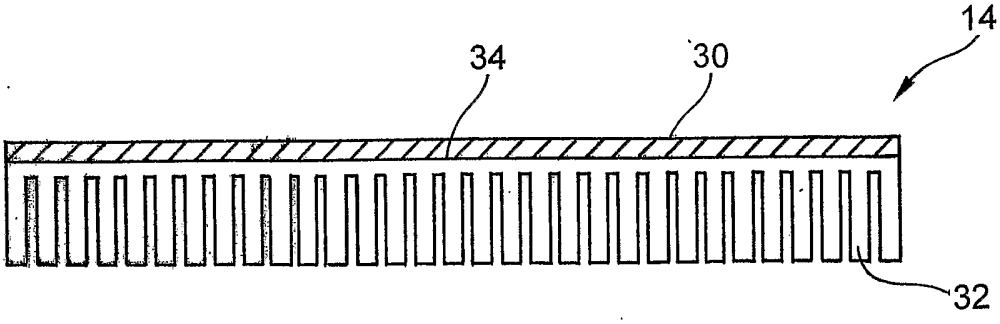


Fig.2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2006/000133

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G21K1/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
G21K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, INSPEC, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KOPPERSCHMIDT P ET AL: "Materials integration of gallium arsenide and silicon by wafer bonding" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 72, no. 24, 15 June 1998 (1998-06-15), pages 3181-3183, XP012020440 ISSN: 0003-6951 page 3181, column 1 -----	1,2,4-6, 8,9,11, 13
X	WO 03/005443 A (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE; FOURNEL, FRANCK; ASPAR, BERNARD; MO) 16 January 2003 (2003-01-16) page 11, lines 25,26 page 14, line 28 - line 30 ----- -/--	1-3,5,7, 9,11-13

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
5 May 2006	22/05/2006

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Oestreich, S

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 397 312 A (OKANO HIROSHI) 13 August 1968 (1968-08-13) column 1, lines 16,17	
A	GB 1 289 399 A (HEWLETT PACKARD) 20 September 1972 (1972-09-20) figure 7	
A	US 2 853 617 A (BERREMAN DWIGHT W) 23 September 1958 (1958-09-23) figure 7	
A	US 6 829 327 B1 (CHEN ZEWU) 7 December 2004 (2004-12-07)	
A	CHANDRASEKARAN N ET AL: "GaAs film on Si substrate transplanted from GaAs/Ge structure by direct bonding" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 82, no. 22, 2 June 2003 (2003-06-02), pages 3892-3894, XP012034260 ISSN: 0003-6951	
A	FREUND A K ET AL: "Performances of various types of benders for sagittally focusing crystals on ESRF synchrotron beamlines" PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING SPIE-INT. SOC. OPT. ENG USA, vol. 3448, 1998, pages 144-155, XP002346529 ISSN: 0277-786X	10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR2006/000133

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 03005443 A	16-01-2003	AT 322742 T	15-04-2006
		EP 1397835 A2	17-03-2004
		FR 2826378 A1	27-12-2002
		JP 2004521518 T	15-07-2004
		US 2003175531 A1	18-09-2003
US 3397312 A	13-08-1968	NONE	
GB 1289399 A	20-09-1972	DE 2051017 A1	29-07-1971
		FR 2080908 A1	26-11-1971
		JP 50023994 B	12-08-1975
US 2853617 A	23-09-1958	NONE	
US 6829327 B1	07-12-2004	AU 7686101 A	02-04-2002
		WO 0225258 A1	28-03-2002

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2006/000133

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. G21K1/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
G21K

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela estréalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, INSPEC, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	KOPPERSCHMIDT P ET AL: "Materials integration of gallium arsenide and silicon by wafer bonding" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 72, no. 24, 15 juin 1998 (1998-06-15), pages 3181-3183, XP012020440 ISSN: 0003-6951 page 3181, colonne 1 -----	1,2,4-6, 8,9,11, 13
X	WO 03/005443 A (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE; FOURNEL, FRANCK; ASPAR, BERNARD; MO) 16 janvier 2003 (2003-01-16) page 11, ligne 25,26 page 14, ligne 28 - ligne 30 ----- -/--	1-3,5,7, 9,11-13

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
5 mai 2006	22/05/2006

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Oestreich, S

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 3 397 312 A (OKANO HIROSHI) 13 août 1968 (1968-08-13) colonne 1, ligne 16,17	
A	GB 1 289 399 A (HEWLETT PACKARD) 20 septembre 1972 (1972-09-20) figure 7	
A	US 2 853 617 A (BERREMAN DWIGHT W) 23 septembre 1958 (1958-09-23) figure 7	
A	US 6 829 327 B1 (CHEN ZEWU) 7 décembre 2004 (2004-12-07)	
A	CHANDRASEKARAN N ET AL: "GaAs film on Si substrate transplanted from GaAs/Ge structure by direct bonding" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 82, no. 22, 2 juin 2003 (2003-06-02), pages 3892-3894, XP012034260 ISSN: 0003-6951	
A	FREUND A K ET AL: "Performances of various types of benders for sagittally focusing crystals on ESRF synchrotron beamlines" PROCEEDINGS OF THE SPIE - THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING SPIE-INT. SOC. OPT. ENG USA, vol. 3448, 1998, pages 144-155, XP002346529 ISSN: 0277-786X	10

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2006/000133

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
WO 03005443	A	16-01-2003	AT	322742 T	15-04-2006
			EP	1397835 A2	17-03-2004
			FR	2826378 A1	27-12-2002
			JP	2004521518 T	15-07-2004
			US	2003175531 A1	18-09-2003
US 3397312	A	13-08-1968	AUCUN		
GB 1289399	A	20-09-1972	DE	2051017 A1	29-07-1971
			FR	2080908 A1	26-11-1971
			JP	50023994 B	12-08-1975
US 2853617	A	23-09-1958	AUCUN		
US 6829327	B1	07-12-2004	AU	7686101 A	02-04-2002
			WO	0225258 A1	28-03-2002