

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 143 753

②1 N° d'enregistrement national : 22 13972

⑤1 Int Cl⁸ : G 01 N 21/71 (2023.01)

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 20.12.22.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 21.06.24 Bulletin 24/25.

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 :

○ Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : FARIAUT INSTRUMENTS SASU —
FR.

⑦2 Inventeur(s) : Fariaut François.

⑦3 Titulaire(s) : FARIAUT INSTRUMENTS SASU.

⑦4 Mandataire(s) : Legi LC.

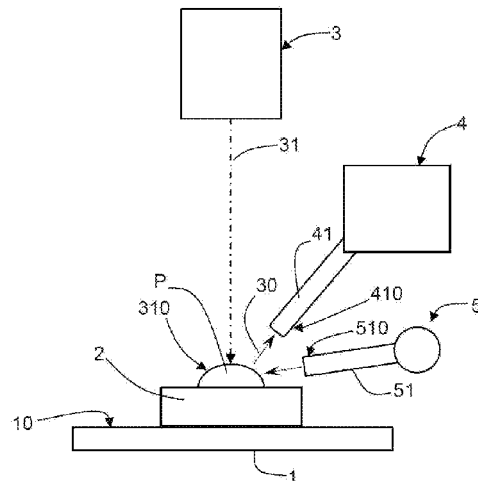
⑤4 Dispositif d'analyse par spectrométrie d'émission optique sur plasma produit par laser comprenant des
moyens de protection d'un jet de gaz.

⑤7 Titre : Dispositif d'analyse par spectrométrie d'émission
optique sur plasma produit par laser comprenant des
moyens de protection d'un jet de gaz

L'invention concerne un dispositif d'analyse élémentaire
d'un échantillon à étudier, le dispositif comprenant :

un socle (1) destiné à supporter un échantillon (2) à
étudier ; un système de génération (3) d'un faisceau laser
(31) destiné à impacter l'échantillon (2) pour générer un
plasma (P) engendrant une émission optique (30) ; des
moyens de collecte (4) de l'émission optique (30) ; des
moyens de projection (5) d'un jet de gaz sur l'échantillon (2)
à étudier.

Figure pour l'abrégé : Fig. 1



FR 3 143 753 - A1



Description

Titre de l'invention : Dispositif d'analyse par spectrométrie d'émission optique sur plasma produit par laser comprenant des moyens de protection d'un jet de gaz

- [0001] La présente invention concerne le domaine de la cartographie et de l'analyse à haute résolution d'éléments dans des solides.
- [0002] Plus particulièrement, l'invention concerne, en particulier mais non exclusivement, un dispositif d'analyse à haute résolution pour la cartographie d'éléments dans des solides métalliques.
- [0003] L'invention peut notamment s'appliquer à l'analyse élémentaire de l'hydrogène et de l'oxygène par spectrométrie d'émission optique sur plasma produit par laser, dans le domaine de l'industrie nucléaire, ou encore de l'industrie aéronautique ou spatiale.
- [0004] Dans des applications telles que la caractérisation de dispositifs soumis à des sources radioactives, ou encore la caractérisation de l'aptitude au vieillissement de dispositifs employés dans des environnements particulièrement sévères, par exemple dans des avions ou des engins spatiaux, il peut s'avérer indispensable de procéder à l'analyse élémentaire d'échantillons métalliques.
- [0005] Plus précisément, il peut s'avérer nécessaire de pouvoir dresser une cartographie de ces éléments au sein de l'échantillon analysé. Par cartographie, il est entendu une identification des éléments composant l'échantillon analysé et, éventuellement, la répartition et le lien entre les différents éléments.
- [0006] Une telle analyse peut s'avérer particulièrement utile dans des études de fragilisation de métaux par l'hydrogène, ou bien dans des études de vieillissement de gaines de combustibles en présence d'oxygène, ou encore dans des études de fragilisation de gaines de combustibles causée par la formation d'hydrures, ces derniers favorisant la propagation de fissures.
- [0007] Il existe diverses méthodes connues de cartographie d'éléments présents dans des échantillons.
- [0008] L'une de ces méthodes est l'analyse élémentaire par spectrométrie d'émission optique sur plasma produit par laser, désignée par l'acronyme « SEOPPL », technique qui se pratique en atmosphère naturelle, également désignée par l'acronyme anglais « LIBS » correspondant à l'expression anglaise « laser induced breakdown spectroscopy ».
- [0009] Cette méthode s'applique notamment au contrôle et à la caractérisation in situ d'échantillons de pièces à analyser.
- [0010] Un procédé et un dispositif d'analyse élémentaire par spectrométrie d'émission optique sur plasma produit par laser en présence d'argon est décrit par le document de

brevet publié sous le numéro EP 0 654 663.

- [0011] Classiquement, un dispositif d'analyse comprend un bâti sur lequel sont montés :
- un socle destiné à supporter un échantillon à étudier ;
 - un module de génération d'un faisceau laser destiné à impacter l'échantillon à étudier selon une direction perpendiculaire au socle, pour générer un plasma engendrant une émission optique ;
 - des moyens de collecte de l'émission optique ;
 - des moyens de projection d'un jet de gaz sur l'échantillon à étudier, comprenant une aiguille de projection du jet de gaz.
- [0012] Le faisceau laser généré par le module de génération, après mise en forme par le module de mise en forme, est appliqué sur un échantillon à étudier via les moyens optiques de focalisation, comprenant un objectif de focalisation dont l'axe est perpendiculaire à la surface et situé en regard du plasma.
- [0013] Il se crée alors un plasma au niveau de l'impact du faisceau laser sur l'échantillon à étudier, le plasma engendrant une émission optique à analyser pour cartographier les éléments composant l'échantillon étudié.
- [0014] La collecte de l'émission optique du plasma est réalisée par les moyens de collecte.
- [0015] A cet effet, les moyens de collecte comprennent une fibre optique dont une extrémité libre est approchée au plus près du plasma..
- [0016] Une fois collectée, l'émission optique est analysée par des moyens de détermination auxquels la fibre optique est reliée.
- [0017] Les moyens de projection d'un gaz (Argon ou Hélium) permettent un gainage du plasma, c'est-à-dire qu'ils apportent les propriétés du gaz à l'interaction laser-plasma.
- [0018] Ils limitent aussi l'encrassement de l'objectif de focalisation des moyens optiques de focalisation du faisceau laser, par des poussières produites par le plasma.
- [0019] Toutefois, il a été constaté que le jet de gaz, bien que limitant l'encrassement sur l'objectif de focalisation, produit un encrassement de l'extrémité de la fibre optique destinée à capter l'émission optique du rayonnement lumineux du plasma.
- [0020] En conséquence, soit un nettoyage régulier de la fibre optique doit être réalisé, soit cette fibre optique doit être éloignée du plasma, et des poussières produits par le plasma, pour limiter son encrassement, cet éloignement impliquant néanmoins une dégradation de la qualité de la captation de l'émission optique.
- [0021] De plus, selon une mise en œuvre classique du dispositif décrit précédemment, les moyens de projection d'un gaz sont configurés pour projeter un jet de gaz avec un débit supérieur à 5 L.min⁻¹, et l'aiguille présente un diamètre interne de l'ordre de 2 mm.
- [0022] Cette configuration implique une consommation particulièrement dispendieuse en gaz.

- [0023] L'invention a notamment pour objectif de pallier à ces inconvénients de l'art antérieur.
- [0024] Plus précisément, l'invention a pour objectif de proposer un dispositif d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, du type précédemment décrit, qui limite, voire supprime, les inconvénients induits par la projection d'un jet de gaz sur le plasma.
- [0025] L'invention a encore pour objectif de limiter, voire supprimer, l'encrassement de la fibre optique par les poussières issues du plasma.
- [0026] L'invention a également pour objectif de proposer un tel dispositif d'analyse qui présente une consommation réduite en gaz.
- [0027] Cet objectif, ainsi que d'autres qui apparaîtront par la suite, est atteint grâce à l'invention qui a pour objet un dispositif d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, le dispositif comprenant :
- un socle destiné à supporter un échantillon à étudier ;
 - un système de génération d'un faisceau laser destiné à impacter l'échantillon pour générer un plasma engendrant une émission optique, le système de génération étant configuré pour focaliser le faisceau laser dans une zone de focalisation ;
 - des moyens de collecte de l'émission optique, comprenant une fibre optique avec une extrémité libre s'étendant selon un premier axe optique orienté vers la zone de focalisation ;
 - des moyens de projection d'un jet de gaz sur l'échantillon à étudier, comprenant une aiguille de projection du jet de gaz présentant une portion terminale s'étendant selon un axe de projection orienté vers la zone de focalisation ;
- caractérisé en ce que, selon une projection orthogonale sur un plan, dit plan de base, dans lequel s'inscrit le socle, la partie de l'axe de projection située du côté de l'aiguille de projection par rapport à la zone de focalisation forme un angle inférieur ou égal à 90° avec la partie du premier axe optique située du côté de la fibre optique par rapport à la zone de focalisation.
- [0028] Grâce à la conception du dispositif selon l'invention, les moyens de projection d'un jet de gaz permettent de limiter, voire supprimer, l'encrassement de la fibre optique en plus de limiter l'encrassement des moyens de focalisation.
- [0029] En effet, le positionnement relatif de l'aiguille de projection, par rapport à la fibre optique et à son extrémité libre, permet que le jet de gaz vienne chasser les poussières du plasma dans une direction opposée à celle de l'extrémité libre de la fibre optique par rapport au plasma.
- [0030] Cette configuration permet ainsi de bénéficier des avantages du jet de gaz, tel que le gainage du plasma, tout en limitant l'encrassement des moyens de focalisation et de l'extrémité libre de la fibre optique.
- [0031] Avantagusement, selon une projection orthogonale sur le plan de base dans lequel

s'inscrit le socle, la partie de l'axe de projection située du côté de l'aiguille de projection par rapport à la zone de focalisation forme un angle compris entre 30° et 90° avec la partie du premier axe optique située du côté de la fibre optique par rapport à la zone de focalisation..

- [0032] Les avantages procurés par l'invention sont alors mieux marqués.
- [0033] Selon une conception préférée, selon une projection orthogonale sur le plan de base dans lequel s'inscrit le socle, la partie de l'axe de projection située du côté de l'aiguille de projection par rapport à la zone de focalisation forme un angle de 45° avec la partie du premier axe optique située du côté de la fibre optique par rapport à la zone de focalisation.
- [0034] Grâce à ce mode de réalisation préférée, les avantages relatifs à l'angle formé par l'axe de projection avec le premier axe optique sont optimisés, et les inconvénients minimisés.
- [0035] Selon une caractéristique préférée, sur un plan, dit plan d'inclinaison, dans lequel s'inscrit l'axe de projection, et où le plan d'inclinaison est orthogonal au plan de base, l'axe de projection forme un angle aigu inférieur ou égal à 30° par rapport au plan de base.
- [0036] De cette manière, l'inclinaison de l'aiguille de projection participe à améliorer les avantages de l'invention.
- [0037] Selon une solution préférée, selon une projection orthogonale sur le plan de base, une extrémité débouchante de l'aiguille de projection est positionnée à une distance de la zone de focalisation qui est supérieure à celle de l'extrémité libre de la fibre optique par rapport à la zone de focalisation.
- [0038] Le jet de gaz permet ainsi d'englober le plasma pour améliorer le gainage et mieux chasser les poussières qui pourraient se diriger vers l'extrémité de la fibre optique.
- [0039] Selon un mode de réalisation avantageux, les moyens de projection d'un jet de gaz sont configurés pour projeter le jet de gaz à un débit inférieur à 1 L.min^{-1} , préférentiellement avec un débit de $0,5 \text{ L.min}^{-1}$, et en ce que l'aiguille de projection présente à sa portion terminale un diamètre interne inférieur à 1 mm , préférentiellement égal à $0,5 \text{ mm}$.
- [0040] De cette manière, il est réalisé une économie de gaz par rapport aux techniques selon l'art antérieur.
- [0041] De plus, il a été constaté que cette configuration permet un meilleur ciblage de la projection de gaz sur le plasma grâce à la vitesse plus élevée du jet de gaz. Il s'en suit une meilleure éjection des poussières issues du plasma, et une diminution de l'encrassement de la fibre optique et des moyens de focalisation.
- [0042] Cela permet aussi de rapprocher l'extrémité de la fibre optique du plasma, ce qui améliore la qualité de l'analyse.

- [0043] L'invention a également pour objet un procédé d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, comprenant :
- simultanément une étape projection d'un jet de gaz sur l'échantillon à étudier, et une étape de focalisation d'un faisceau laser, dans une zone de focalisation, sur ledit échantillon à étudier de façon à produire un plasma sur la surface de cet échantillon, le jet de gaz étant projeté selon un axe de projection orienté vers la zone de focalisation ;
 - une étape d'analyse d'un spectre de l'émission optique émis par le plasma à l'aide d'une fibre optique avec une extrémité libre s'étendant selon un premier axe optique orienté vers la zone de focalisation ;
 - une étape de détermination à partir de cette analyse du spectre, de la composition élémentaire de l'échantillon ;
- caractérisé en ce que lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, et selon une projection orthogonale sur un plan dans lequel s'inscrit la surface de l'échantillon, la partie de l'axe de projection située du côté de l'aiguille de projection par rapport à la zone de focalisation forme un angle inférieur ou égal à 90° avec la partie du premier axe optique située du côté de la fibre optique par rapport à la zone de focalisation.
- [0044] Ce procédé permet de produire les mêmes effets avantageux que le dispositif précité.
- [0045] Avantageusement, lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, le jet de gaz est projeté à un débit inférieur à 1 L.min^{-1} , préférentiellement avec un débit de $0,5 \text{ L.min}^{-1}$, et à une vitesse supérieure à 21 m.s^{-1} , préférentiellement égale à 42 m.s^{-1} .
- [0046] Une économie de gaz est alors réalisée tout en améliorant la protection conférée à la fibre optique et aux moyens de focalisation contre un risque d'encrassement, tout en permettant de rapprocher la fibre optique du plasma généré pour améliorer la qualité de l'analyse réalisée.
- [0047] Préférentiellement, le procédé comprend une étape de modification de la position de l'échantillon à étudier selon un vecteur de déplacement formant un angle inférieur ou égal à 90° , préférentiellement de 0° , par rapport à un vecteur de projection du jet de gaz le long de l'axe de projection, selon une projection orthogonale sur un plan dans lequel s'inscrit la surface de l'échantillon.
- [0048] Cette étape de modification de la position de l'échantillon est réalisée après une première focalisation du faisceau laser et une première projection d'un jet de gaz, ou au fur et à mesure de la focalisation du faisceau laser et de la projection du jet de gaz.
- [0049] Cette étape permet que l'analyse de la surface de l'échantillon se produise sur une partie de cette surface qui ne fait pas l'objet d'une accumulation de poussières suite à la projection de poussières par le jet de gaz.
- [0050] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description suivante de différents modes de réalisation préférentiels de l'invention, donnés à titre d'exemples illustratifs et non limitatifs, et des dessins

annexés parmi lesquels :

- [Fig.1] la [Fig.1] est une représentation schématique d'un dispositif d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, par spectrométrie d'émission optique sur plasma produite par laser, selon l'invention ;
- [Fig.2] la [Fig.2] est une représentation schématique, d'une projection orthogonale sur un plan de base, du positionnement relatif d'une aiguille de projection d'un jet de gaz, et d'une fibre optique du dispositif, par rapport au plasma destiné à être généré par le dispositif ;
- [Fig.3] la [Fig.3] est une représentation schématique d'un plan d'inclinaison illustrant l'inclinaison de l'aiguille par rapport au plan de base ;
- [Fig.4] la [Fig.4] est une représentation schématique illustrant une modification de la position de l'échantillon lors d'une analyse, pour déplacer une zone de focalisation.

[0051] En référence à la [Fig.1], un dispositif d'analyse élémentaire d'un échantillon 2 à étudier, selon l'invention, est représenté.

[0052] Ce dispositif comprend un socle 1 qui est destiné à supporter un échantillon 2 à étudier.

[0053] Ce socle 1 présente notamment une surface supérieure 10 sur laquelle l'échantillon 2 repose.

[0054] L'échantillon 2 est plus spécifiquement intégré dans un porte-échantillon permettant à l'échantillon 2 à étudier de présenter une face plane à étudier s'étendant parallèlement à la surface supérieure 10 du socle 1.

[0055] De manière préliminaire, la [Fig.2] schématise une projection orthogonale de composants du dispositif décrits plus en détails par la suite, et plus spécifiquement de l'orientation de ces composants, sur un plan, dit plan de base B, dans lequel s'inscrit le socle 1. Plus précisément et en référence à la [Fig.3], la surface supérieure 10 du socle 1 s'inscrit dans le plan de base B.

[0056] Le dispositif comprend également un système de génération 3 d'un faisceau laser 31 qui est destiné à impacter l'échantillon 2 pour générer un plasma P engendrant une émission optique 30.

[0057] Ce système de génération 3 comprend un module de génération du faisceau laser 31, ainsi que, entre autres, un module de focalisation du faisceau laser 31.

[0058] Le système de génération 3 est configuré pour focaliser le faisceau laser 31 dans une zone de focalisation 310.

[0059] Plus spécifiquement, le système de génération 3 est configuré pour émettre le faisceau laser orthogonalement à la surface supérieure 10 du socle 1. Ainsi, le faisceau laser 31 est émis orthogonalement à la face plane à étudier de l'échantillon 2.

[0060] La zone de focalisation 310 correspond essentiellement au point d'origine de gé-

nération du plasma P.

- [0061] Tel qu'évoqué précédemment, le faisceau laser 31 génère un plasma P qui engendre une émission optique 30. Cette émission optique 30 correspond à un rayonnement lumineux.
- [0062] Le dispositif comprend également, tel que cela est illustré sur la [Fig.1], des moyens de collecte 4 de l'émission optique 30.
- [0063] En référence aux figures 1 à 3, les moyens de collecte 4 comprennent une fibre optique 41, avec une extrémité libre 410 qui s'étend selon un premier axe optique 411 orienté vers la zone de focalisation 310.
- [0064] L'émission optique 30 est ainsi collectée par l'intermédiaire de l'extrémité libre 410 qui est approchée le plus possible du plasma P.
- [0065] Plus on approche l'extrémité libre 410 de la fibre optique 41 du plasma P, et meilleure est la collecte de l'émission optique 30, au bénéfice de la qualité de l'analyse.
- [0066] Toutefois, plus l'extrémité libre 410 de la fibre optique 41 est approchée du plasma P, et plus important est le risque d'encrassement de cette extrémité libre 410 du fait des poussières générées par le plasma P.
- [0067] En référence aux figures 1 à 3, le dispositif comprend des moyens de projection 5 d'un jet de gaz sur l'échantillon 2 à étudier.
- [0068] Ces moyens de projection 5 comprennent une aiguille de projection 51 du jet de gaz.
- [0069] Cette aiguille de projection 51 présente une portion terminale 510 qui s'étend selon un axe de projection 511 qui est orienté vers la zone de focalisation 310.
- [0070] Cette aiguille de projection 51 permet de projeter le jet de gaz sur le plasma P, pour améliorer la qualité de l'analyse tel que cela a été évoqué précédemment.
- [0071] Ce jet de gaz produit ainsi un gainage du plasma P.
- [0072] Le jet de gaz a aussi pour particularité de limiter l'encrassement d'une lentille de focalisation du système de génération 3, mais également de limiter l'encrassement de l'extrémité libre 410 de la fibre optique 41.
- [0073] En effet, et tel que cela est représenté sur la [Fig.2], selon la projection orthogonale sur le plan de base B, la partie de l'axe de projection 511 située du côté de l'aiguille de projection 51 par rapport à la zone de focalisation 310 forme un angle A1 inférieur ou égal à 90° avec la partie du premier axe optique 411 située du côté de la fibre optique 41 par rapport à la zone de focalisation 310.
- [0074] Plus précisément, l'angle A1 est compris entre 30° et 90°.
- [0075] Plus exactement, l'angle A1 est de 45°.
- [0076] En référence à présent avec la [Fig.3], un plan, dit plan d'inclinaison, est représenté. Ce plan d'inclinaison illustre l'inclinaison de l'aiguille de projection 51 par rapport au plan de base B. Ce plan d'inclinaison est également représenté sur la [Fig.2] par les

traits de coupe III-III se confondant sur l'axe de projection 511.

- [0077] Aussi, l'axe de projection 511 s'inscrit dans ce plan d'inclinaison, et ce plan d'inclinaison s'étend orthogonalement au plan de base B.
- [0078] Selon ce plan d'inclinaison, l'axe de projection 511 forme un angle aigu A3 inférieur ou égal à 30° par rapport au plan de base B.
- [0079] En référence à la [Fig.2], l'aiguille de projection 51 est sensiblement reculée par rapport à l'extrémité libre 410 de la fibre optique 41.
- [0080] En effet, selon la projection orthogonale sur le plan de base B, une extrémité débouchante 512 de l'aiguille de projection 51 est positionnée à une distance de la zone de focalisation 310 qui est supérieure à celle de l'extrémité 410 de la fibre optique 41 par rapport à la zone de focalisation 310.
- [0081] Ces distances sont représentées sur la [Fig.2] par le biais des cercles R1 et R2 centrés sur la zone de focalisation 310. L'extrémité libre 410 de la fibre optique 41 est positionnée sur le cercle R1 qui présente un diamètre d1, et une extrémité débouchante 512 de l'aiguille de projection 51 est positionnée sur le cercle R2 qui présente un diamètre d2.
- [0082] Selon ce principe, le diamètre d2 du cercle R2 est strictement supérieur au diamètre d1 du cercle R1.
- [0083] Pour améliorer la qualité de la projection du jet de gaz tout en minimisant la consommation en gaz, alors les moyens de projection 5 d'un jet de gaz sont configurés pour projeter le jet de gaz à un débit inférieur à 1 L.min⁻¹, et l'aiguille de projection 51 présente à sa portion terminale 510 un diamètre interne inférieur à 1 mm.
- [0084] Plus précisément, les moyens de projection 5 sont configurés pour projeter le jet de gaz à un débit de 0,5 L.min⁻¹, et l'aiguille de projection 51 présente à sa portion terminale 510 un diamètre interne égal à 0,5 mm.
- [0085] De cette manière, le jet de gaz est projeté à une vitesse particulièrement importante et à un débit faible, ce qui minimise la consommation de gaz tout en optimisant les effets produits par le gaz sur le plasma P par rapport à ce que l'art antérieur propose.
- [0086] En effet, il se produit un meilleur gainage et une protection de la fibre optique contre un encrassement.
- [0087] De cette manière, il est également possible d'améliorer la résolution et la qualité de l'analyse du fait que la fibre optique peut être approchée encore plus près du plasma P.
- [0088] Le dispositif précédemment décrit permet la réalisation d'un procédé d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier qui comprend simultanément une étape de projection d'un jet de gaz d'échantillon à étudier et une étape de focalisation d'un faisceau laser 30 dans une zone de focalisation 310 sur ledit échantillon 2 à étudier.
- [0089] L'étape de focalisation permet de produire un plasma P sur la surface de cet échantillon 2, et le jet de gaz est projeté selon l'axe de projection 511 orienté vers la

zone de focalisation 310, cet axe de projection 511 correspondant à l'orientation de l'aiguille de projection 51.

- [0090] Le procédé comprend également une étape d'analyse du spectre de l'émission optique, correspondant à un rayonnement lumineux, émis par le plasma P. Cette étape d'analyse est réalisée par l'intermédiaire de la captation de cet émission optique par la fibre optique 411 avec l'extrémité libre 410 s'étendant selon le premier axe optique 411 orienté vers la zone de focalisation 310.
- [0091] Enfin, le procédé d'analyse comprend une étape de détermination à partir de cette analyse du spectre de la composition élémentaire de l'échantillon.
- [0092] Le procédé, lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, présente les paramètres du dispositif précité, notamment vis-à-vis des angles adoptés par l'axe de projection 511 par rapport au premier axe optique 411 et au plan de base B.
- [0093] De plus, lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, le jet de gaz est projeté à un débit inférieur à $1 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, préférentiellement avec un débit de $0,5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, et à une vitesse supérieure à 21 mètres par seconde, préférentiellement égale à 42 mètres par seconde.
- [0094] Tel que cela est illustré par la [Fig.4], le procédé comprend également une étape de modification de la position de l'échantillon 2 à étudier.
- [0095] Cette étape de modification est conduite de manière à déplacer la zone de focalisation 310 sur la surface de l'échantillon 2.
- [0096] La modification de la position de l'échantillon 2 à étudier est réalisée selon un vecteur de déplacement S_d formant un angle inférieur ou égal à 90° par rapport à un vecteur de projection S_p du jet de gaz le long de l'axe de projection 511, selon une projection orthogonale sur un plan dans lequel s'inscrit la surface de l'échantillon.
- [0097] Tel que cela est représenté, un mouvement de l'échantillon 2 selon le vecteur de déplacement S_d permet de modifier l'emplacement de la zone de focalisation 310 pour l'amener à une nouvelle position 310', selon le déplacement D.
- [0098] En d'autres termes, l'échantillon 2 est déplacé latéralement ou en avant selon le vecteur de projection S_p du jet de gaz lors de l'analyse, de manière à reculer la zone de focalisation 310 sur une portion de l'échantillon qui n'est pas recouverte de poussières de plasma éjectées par le jet de gaz.
- [0099] Cette étape est également mise en œuvre par le dispositif décrit précédemment qui comprend des moyens de déplacement de l'échantillon configurés pour mettre en œuvre cette étape de modification.

Revendications

[Revendication 1] Dispositif d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, le dispositif comprenant :

- un socle (1) destiné à supporter un échantillon (2) à étudier ;
- un système de génération (3) d'un faisceau laser (31) destiné à impacter l'échantillon (2) pour générer un plasma (P) engendrant une émission optique (30), le système de génération (3) étant configuré pour focaliser le faisceau laser (31) dans une zone de focalisation (310) ;
- des moyens de collecte (4) de l'émission optique (30), comprenant une fibre optique (41) avec une extrémité libre (410) s'étendant selon un premier axe optique (411) orienté vers la zone de focalisation (310) ;
- des moyens de projection (5) d'un jet de gaz sur l'échantillon (2) à étudier, comprenant une aiguille de projection (51) du jet de gaz présentant une portion terminale (510) s'étendant selon un axe de projection (511) orienté vers la zone de focalisation (310) ;

caractérisé en ce que, selon une projection orthogonale sur un plan, dit plan de base (B), dans lequel s'inscrit le socle (1), la partie de l'axe de projection (511) située du côté de l'aiguille de projection (51) par rapport à la zone de focalisation (310) forme un angle (A1) inférieur ou égal à 90° avec la partie du premier axe optique (411) située du côté de la fibre optique (41) par rapport à la zone de focalisation (310).

[Revendication 2] Dispositif selon la revendication précédente, caractérisé en ce que, selon une projection orthogonale sur le plan de base (B) dans lequel s'inscrit le socle (1), la partie de l'axe de projection (511) située du côté de l'aiguille de projection (51) par rapport à la zone de focalisation (310) forme un angle (A1) compris entre 30° et 90° avec la partie du premier axe optique (411) située du côté de la fibre optique (41) par rapport à la zone de focalisation (310).

[Revendication 3] Dispositif selon la revendications précédente, caractérisé en ce que, selon une projection orthogonale sur le plan de base (B) dans lequel s'inscrit le socle (1), la partie de l'axe de projection (511) située du côté de l'aiguille de projection (51) par rapport à la zone de focalisation

(310) forme un angle (A1) de 45° avec la partie du premier axe optique (411) située du côté de la fibre optique (41) par rapport à la zone de focalisation (310).

[Revendication 4]

Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, sur un plan, dit plan d'inclinaison, dans lequel s'inscrit l'axe de projection (511), et où le plan d'inclinaison est orthogonal au plan de base (B), l'axe de projection (511) forme un angle aigu (A3) inférieur ou égal à 30° par rapport au plan de base (B).

[Revendication 5]

Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, selon une projection orthogonale sur le plan de base (B), une extrémité débouchante (512) de l'aiguille de projection (51) est positionnée à une distance de la zone de focalisation (310) qui est supérieure à celle de l'extrémité libre (410) de la fibre optique (41) par rapport à la zone de focalisation (310).

[Revendication 6]

Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les moyens de projection (5) d'un jet de gaz sont configurés pour projeter le jet de gaz à un débit inférieur à $1 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, préférentiellement avec un débit de $0,5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, et en ce que l'aiguille de projection (51) présente à sa portion terminale (510) un diamètre interne inférieur à 1 mm, préférentiellement égal à 0,5 mm.

[Revendication 7]

Procédé d'analyse élémentaire d'un échantillon à étudier, comprenant :

- simultanément une étape projection d'un jet de gaz sur l'échantillon (2) à étudier, et une étape de focalisation d'un faisceau laser (31), dans une zone de focalisation (310), sur ledit échantillon (2) à étudier de façon à produire un plasma (P) sur la surface de cet échantillon, le jet de gaz étant projeté selon un axe de projection (511) orienté vers la zone de focalisation (310) ;
- une étape d'analyse d'un spectre de l'émission optique émis par le plasma à l'aide d'une fibre optique (41) avec une extrémité libre (410) s'étendant selon un premier axe optique (411) orienté vers la zone de focalisation (310);
- une étape de détermination à partir de cette analyse du spectre, de la composition élémentaire de l'échantillon ;

caractérisé en ce que lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, et selon une projection orthogonale sur un plan dans lequel s'inscrit la surface de l'échantillon, la partie de l'axe de projection (511) située du côté de l'aiguille de projection (51) par rapport à la zone de focalisation (310) forme un angle (A1) inférieur ou égal à 90° avec la partie du

premier axe optique (411) située du côté de la fibre optique (41) par rapport à la zone de focalisation (310).

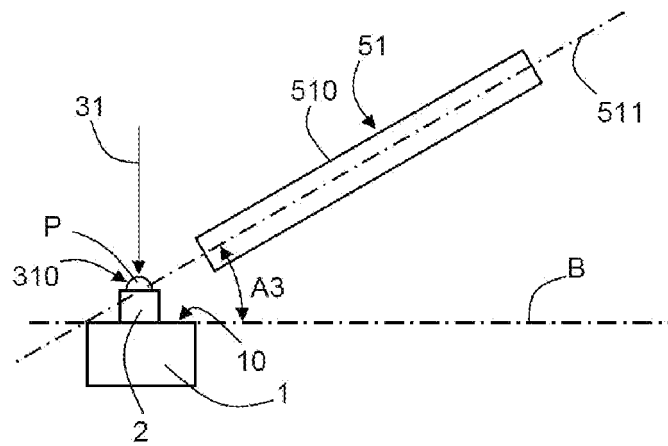
[Revendication 8]

Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que lors de l'étape de projection d'un jet de gaz, le jet de gaz est projeté à un débit inférieur à 1 L.min^{-1} , préférentiellement avec un débit de $0,5 \text{ L.min}^{-1}$, et à une vitesse supérieure à 21 m.s^{-1} , préférentiellement égale à 42 m.s^{-1} .

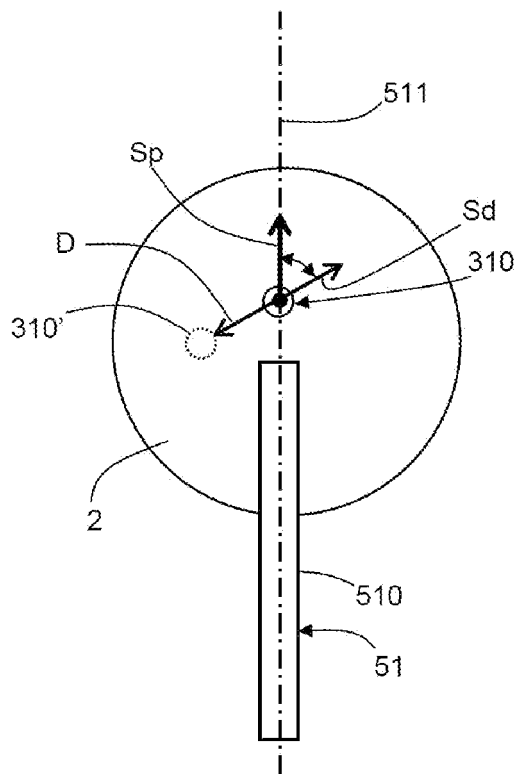
[Revendication 9]

Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de modification de la position de l'échantillon (2) à étudier selon un vecteur de déplacement (Sd) formant un angle inférieur ou égal à 90° , préférentiellement de 0° , par rapport à un vecteur de projection (Sp) du jet de gaz le long de l'axe de projection (511), selon une projection orthogonale sur un plan dans lequel s'inscrit la surface de l'échantillon (2).

[Fig. 3]



[Fig. 4]



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

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

FA 914996
FR 2213972

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		
X	CN 114 062 348 A (UNIV TSINGHUA) 18 février 2022 (2022-02-18) * abrégé; figures 1-2 * * alinéas [0039] - [0042], [0047] * -----	1-4, 6-9	G01N21/71
X	CN 103 900 998 A (INST MODERN PHYSICS CAS) 2 juillet 2014 (2014-07-02) * alinéas [0031] - [0035]; figures 1-4 * -----	1, 2, 7, 9	
X	US 6 259 757 B1 (NIEMAX KAY [DE] ET AL) 10 juillet 2001 (2001-07-10) * colonne 3, lignes 10-65; figures 1-2 * -----	1-4, 7, 9	
X	ARAGON C ET AL: "DETERMINATION OF CARBON CONTENT IN MOLTEN STEEL USING LASER-INDUCED BREAKDOWN SPECTROSCOPY", APPLIED SPECTROSCOPY, THE SOCIETY FOR APPLIED SPECTROSCOPY. BALTIMORE, US, vol. 47, no. 5, mai 1993 (1993-05), pages 606-608, XP000363249, ISSN: 0003-7028, DOI: 10.1366/0003702934067324 * le document en entier * -----	1-3, 7, 9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) G01N G01J
X	US 2021/396679 A1 (STURM VOLKER [DE]) 23 décembre 2021 (2021-12-23) * alinéas [0034], [0041], [0058], [0062]; figures 3, 6 * -----	1-4, 6-9	
X	FR 2 964 458 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 9 mars 2012 (2012-03-09) * page 8 - page 11; figures 1, 7 * * page 21, ligne 14 - page 22, ligne 9 * -----	1-5, 7, 9	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
23 juin 2023		Riblet, Philippe	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention 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. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2213972 FA 914996**

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 **23-06-2023**
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
CN 114062348	A	18-02-2022	AUCUN	

CN 103900998	A	02-07-2014	AUCUN	

US 6259757	B1	10-07-2001	DE 19531988 A1	06-03-1997
			EP 0847525 A1	17-06-1998
			JP 3081648 B2	28-08-2000
			JP H11502934 A	09-03-1999
			US 6259757 B1	10-07-2001
			WO 9708539 A1	06-03-1997

US 2021396679	A1	23-12-2021	DE 102018128754 A1	20-05-2020
			US 2021396679 A1	23-12-2021
			WO 2020099569 A1	22-05-2020

FR 2964458	A1	09-03-2012	EP 2614363 A1	17-07-2013
			ES 2518143 T3	04-11-2014
			FR 2964458 A1	09-03-2012
			JP 6044045 B2	14-12-2016
			JP 2013541702 A	14-11-2013
			RU 2013115461 A	20-10-2014
			US 2014085631 A1	27-03-2014
			WO 2012032024 A1	15-03-2012
