

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

⑪ N° de publication :

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

2 520 553

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑯

**N° 82 01010**

⑭

Appareil d'optique électronique comportant des éléments en graphite pyrolytique.

⑮

Classification internationale (Int. Cl. 3). H 01 J 37/26.

⑯

Date de dépôt ..... 22 janvier 1982.

⑯ ⑯ ⑯

Priorité revendiquée :

⑯

Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 30 du 29-7-1983.

⑯

Déposant : CAMECA. — FR.

⑯

Invention de : Pierre Boissel et Mathias Tong.

⑯

Titulaire : *Idem* ⑯

⑯

Mandataire : P. Guiguet, Thomson-CSF, SCPI,  
173, bd Haussmann, 75360 Paris Cedex 08.

## APPAREIL D'OPTIQUE ELECTRONIQUE COMPORTANT DES ELEMENTS EN GRAPHITE PYROLYTIQUE

L'invention se rapporte aux appareils d'optique électronique et plus particulièrement à un perfectionnement à ce type d'appareils.

Dans un microscope électronique à balayage, ou un microanalyseur par rayons X à sonde électronique, l'échantillon à observer ou à 5 analyser est soumis à un bombardement par les électrons d'un faisceau électronique, généré dans un canon à électrons, puis défléchi et focalisé pour balayer l'échantillon.

Tout au long du trajet du faisceau électronique, les pièces situées à proximité immédiate de celui-ci sont frappées par des électrons 10 primaires, et des électrons parasites rétrodiffusés viennent perturber le faisceau utile, entraînant une limitation de la résolution spatiale de l'appareil aussi bien en observation qu'en analyse X. Cette rétrodiffusion se produit notamment au niveau de l'anode du canon à électrons et du tube de protection traversant le bloc condenseur du faisceau, ainsi qu'au niveau 15 du bloc de déflection précédant la lentille de focalisation finale du faisceau.

Pour résoudre, partiellement, ce problème, il est prévu dans certains appareils de ce type de disposer, à des endroits choisis, des écrans pour éliminer ces électrons parasites afin de limiter la perturbation 20 du faisceau utile.

L'invention a pour objet un appareil d'optique électronique perfectionné en ce que le nombre d'électrons parasites venant perturber le faisceau est considérablement diminué par rapport à celui existant dans les appareils de ce type où habituellement les écrans de protection sont 25 réalisés en métal, par exemple acier inoxydable ou alliages cuivreux.

Suivant l'invention, un appareil d'optique électronique comportant un canon à électrons, un bloc condenseur du faisceau électronique issu du canon, un bloc de déflection et de focalisation du faisceau issu du bloc condenseur et un dispositif de détection de signal utile, est 30 caractérisé en ce que les écrans tubulaires entourant le faisceau à l'intérieur du bloc condenseur et du bloc de déflection sont formés d'une

partie extérieure étanche au vide et d'une partie intérieure constituée de graphite pyrolytique..

L'invention sera mieux comprise et d'autres caractéristiques apparaîtront à l'aide de la description qui suit en référence aux figures 5 annexées.

- La figure 1 est une courbe donnant, en première approximation, les valeurs des coefficients de rétrodiffusion électronique d'un certain nombre de matériaux en fonction de leur numéro atomique moyen.

10 - La figure 2 est un schéma général d'un exemple d'appareil électronique suivant l'invention.

- Les figures 3, 4 et 5 sont des schémas de détails de l'appareil représenté sur la figure 2.

15 Suivant l'invention, l'appareil d'optique électronique est tel que, tout au long du trajet du faisceau électronique, les écrans et tubes situés à proximité immédiate du faisceau sont réalisés, au moins partiellement, en graphite pyrolytique pour réduire la génération des électrons parasites.

Ce matériau a en effet des propriétés particulières qui, conjuguées, en font un matériau particulièrement adapté à cette application.

20 La première de ces propriétés est que le graphite a un coefficient de rétrodiffusion électronique notamment plus faible que les matériaux habituellement utilisés pour réaliser les écrans et les tubes situés au voisinage du faisceau, acier inoxydable ou alliages cuivreux par exemple. Le coefficient de rétrodiffusion électronique, R (en pourcentage), diminue en effet avec le numéro atomique des matériaux. La figure 1 représente 25 cette variation de R en fonction de Z, les points relatifs à l'acier inoxydable (matériau généralement utilisé pour constituer l'anode du canon à électrons, les tubes et les écrans), à l'or (Au), au tungstène (W), au molybdène (Mo) au cuivre (Cu) et au nickel (Ni) ayant été repérés sur cette courbe.

30 Cependant, pour réaliser ces pièces dans un appareil d'optique électronique, il est également indispensable que les propriétés thermiques et mécaniques du matériau choisi soient convenables. En effet, dans ce type d'appareils les contraintes thermiques peuvent être importantes et un simple dépôt de graphite industriel ne présenterait pas les qualités 35 suffisantes de stabilité thermique et mécanique.

Le graphite pyrolytique présente des avantages déterminants. Ce graphite, aussi appelé graphite "orienté", est essentiellement un graphite cristallisé obtenu par décomposition thermique d'un hydrocarbure gazeux sur la surface d'un matériau porté à une très haute température sous 5 atmosphère contrôlée. L'épaisseur de la couche obtenue dépend de la durée du procédé de décomposition. Les conditions dans lesquelles s'effectue le dépôt influent sur la structure et les propriétés mécaniques de la couche obtenue.

Du point de vue thermique, ce matériau présente une grande 10 résistance aux chocs thermiques et une grande stabilité. De plus le graphite pyrolytique a une grande capacité de rayonnement thermique.

Par ailleurs, sa résistance mécanique est très grande et contrairement à ce qui se produit pour d'autres matériaux, elle augmente avec la température.

15 L'introduction de pièces constituées ou recouvertes de ce matériau dans un appareil d'optique électronique du type microscope électronique à balayage ou microsonde, tout au long du trajet du faisceau électronique, permet d'améliorer le pouvoir de résolution de ces appareils.

La figure 2 représente schématiquement un microscope électronique dans lequel ce perfectionnement est mis en oeuvre.

Ce type d'appareil comporte principalement quatre zones : le canon électronique 10 dans lequel est généré un faisceau d'électrons, un bloc condenseur 20, dans lequel le faisceau initial subit normalement une réduction importante d'intensité pour fournir à sa sortie le faisceau utile, 25 un bloc de déflexion 30, dans lequel ce faisceau est dévié pour le balayage de l'échantillon à analyser puis focalisé sur cet échantillon, et enfin la chambre 40 dans laquelle est placé l'échantillon à analyser ainsi que le dispositif de détection des électrons secondaires.

Le canon à électrons comporte principalement le filament 11, le 30 Wehnelt 12 et l'anode 1 dans une enceinte à vide et leurs moyens d'alimentation non décrits en détail ici. La figure 3 représente les éléments essentiels 11, 12, 1 de ce canon. L'anode est un disque percé en son centre pour le passage du faisceau. Une partie du faisceau d'électrons d'intensité  $I_C$  émis par le filament est transmise au bloc 35 condenseur (soit  $I_F$  l'intensité électronique du faisceau à l'entrée de ce

bloc). Une autre partie frappe l'anode 1 et est elle-même en partie rétrodiffusée. Dans la version la plus perfectionnée de l'appareil suivant l'invention, cette anode 1 est réalisée en graphite pyrolytique, ce qui permet de réduire considérablement l'intensité du faisceau d'électrons 5 réémis,  $I_R$ , typiquement d'un facteur 5 par rapport à l'intensité rétrodiffusé par une anode en acier inoxydable par exemple. Comme le courant électronique reçu par l'anode est élevé, une ou plusieurs centaines de micro-ampères pour un courant d'émission électronique secondaire détecté, après analyse de l'échantillon, de l'ordre du pico-ampère, l'anode 10 produit habituellement jusqu'à quelques dizaines de micro-ampères d'électrons parasites difficiles à éliminer par des pièges. Une anode constituée de graphite pyrolytique conduit à un faisceau initial plus "propre" et à une charge d'espace plus faible, ce qui améliore les qualités du canon.

Un perfectionnement, représenté sur les figures 2 et 3, consiste à 15 réaliser un blindage, 6, également constitué d'une couche de graphite pyrolytique sur la face latérale interne du canon électronique.

Dans le bloc condenseur 20, représenté plus en détails sur la figure 4, le faisceau initial issu du canon, d'intensité  $I_F$ , est concentré par des lentilles électro-magnétiques 23, 24 et traverse un ou plusieurs 20 diaphragmes limiteurs 21, 25, 26 pour fournir un faisceau utile d'intensité  $I_S$  comprise entre le pico-ampère et quelques centaines de nano-ampères et des électrons parasites provenant des rétrodiffusions d'électrons sur les diaphragmes sur les tubes de protection. Selon une caractéristique essentielle de l'invention, le tube de protection 2 est constitué de graphite 25 pyrolytique ce qui diminue notablement, à ce niveau de l'appareil, le taux d'électrons parasites. En pratique, compte-tenu du fait que le tube doit également assurer l'étanchéité au vide, celui-ci comporte une partie extérieure en métal 22 et une partie intérieure, 2, en graphite pyrolytique. Les diaphragmes limiteurs peuvent également être avantageusement constitués de graphite pyrolytique. Sur la figure 4, les diaphragmes 20 et 26 ont été représentés comme constitués de ce matériau.

Dans le bloc de défexion 5, représenté plus en détails sur la figure 5, le faisceau ne subit plus d'atténuation, mais seulement une succession de défexions par des bobines de déplacement 32 et 33. Le 35 faisceau a été représenté sans défexion et avec défexion (faisceau

hachuré). L'appareil comporte à ce niveau un écran tubulaire qui piège les électrons parasites résiduels sortant du bloc condenseur. Selon une seconde caractéristique essentielle de l'invention, cet écran tubulaire est formé, comme le tube de protection du bloc condenseur, d'une partie 5 extérieure en métal 31 et d'une partie intérieure, 3, en graphite pyrolytique.

Dans un mode de réalisation, ce type d'instrument comporte également des moyens d'observation en lumière visible représentés (partiellement) sur la figure 5. Pour que l'observation soit faite dans de bonnes 10 conditions, il est souhaitable que l'écran tubulaire du bloc de déflexion à l'intérieur duquel passe le faisceau de lumière visible,  $F_V$ , focalisé par l'objectif photonique 37, 38, ait un faible pouvoir réflecteur. Le graphite pyrolytique, se rapprochant d'un corps noir, remplace avantageusement un quelconque revêtement anti-reflet qui pourrait dégazer et détériorer les 15 conditions de vide dans l'appareil.

Le faisceau électronique défléchi est ensuite focalisé par une lentille de focalisation 35 sur l'échantillon 42 porté par un porte objet 43.

Dans la dernière zone de l'appareil, le faisceau électronique frappant l'échantillon, d'intensité utile  $I_u$ , donne lieu à l'émission d'électrons secondaires d'intensité  $I_{sec}$  caractéristique de l'échantillon et signal utile à détecter par le dispositif de détection 41. Mais du fait de la rétrodiffusion d'électrons primaires rétrodiffusés par l'échantillon 42 puis par la surface de la dernière pièce sur l'axe du faisceau, des électrons parasites d'intensité  $I_R$  sont également reçus par le détecteur et viennent 20 perturber le signal utile. En outre dans certains modes de réalisation un écran 4 refroidi à la température de l'azote liquide est placé entre la lentille de focalisation 35, et l'objet de façon à améliorer les conditions de vide dans l'appareil et ainsi à diminuer la contamination de l'objet par les dépôts d'hydrocarbure qui se produisent sous l'effet de l'impact du 25 faisceau. Les réémissions électroniques multiples entre l'échantillon et cet écran donnent lieu sur le détecteur à un signal parasite.

Selon une caractéristique complémentaire de l'appareil suivant l'invention, l'écran 4 dit écran "anticontamination" est également constitué de graphite pyrolytique, ce qui réduit considérablement le signal 30 parasite. Cet écran peut être un disque, percé en son centre ou une

calotte de révolution autour de l'axe du faisceau, épousant la forme de la dernière pièce de l'appareil à proximité du faisceau.

Le dispositif de détection 41 est constitué dans le mode de réalisation représenté d'une électrode collectrice 44, d'un scintillateur 45 5 et d'un guide de lumière 46 couplé à un photomultiplicateur non représenté. L'électrode collectrice 44 a pour rôle de créer un champ électrique permettant de capter les électrons secondaires constituant le signal utile ; ceux-ci sont ensuite attirés par le scintillateur, lui-même polarisé très positivement. D'autre part, les électrons rétrodiffusés par l'objet et son 10 environnement atteignent cette électrode, qui les rétrodiffuse en partie de telle sorte que certains atteignent le scintillateur et constituent un signal parasite.

Pour réduire l'intensité de ce signal, cette électrode collectrice 44 est également réalisée en graphite pyrolytique.

15 L'invention n'est pas limitée à l'appareil précisément décrit en référence aux figures et il est du domaine de l'invention d'ajouter aux éléments précisément décrits ci-dessus d'autres écrans ou diaphragmes limiteurs constitués de graphite pyrolytique le long du trajet du faisceau électronique là où des phénomènes de rétrodiffusion notables intervien- 20 draient et perturberaient le bon fonctionnement de l'appareil.

REVENDICATIONS

1. Appareil d'optique électronique comportant un canon à électrons (10), un bloc condenseur (20) du faisceau électronique issu du canon, un bloc de déflection et de focalisation du faisceau issu du bloc condenseur et un dispositif de détection de signal utile, caractérisé en ce que les 5 écrans tubulaires entourant le faisceau à l'intérieur du bloc condenseur et du bloc de déflection sont formés d'une partie extérieure étanche au vide (22, 31) et d'une partie intérieure constituée de graphite pyrolytique (2, 3).
2. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'anode 10 (1) du canon à électrons (10) est une pièce de révolution constituée de graphite pyrolytique percée d'un trou pour le passage du faisceau.
3. Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la face interne de la paroi latérale du canon à électrons est recouverte, au moins partiellement, d'une couche de graphite pyrolytique.
- 15 4. Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la lentille de focalisation (35) du faisceau électronique est séparée du porte objet (43) par un écran anticontamination (4) constitué de graphite pyrolytique.
5. Appareil selon l'une quelconque des revendications précédentes, 20 caractérisé en ce que le tube condenseur comporte au moins un diaphragme limiteur (25, 26), en forme de disque percé d'un trou de dimension choisie, constitué de graphite pyrolytique.
6. Appareil selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le dispositif de détection de signal utile comporte 25 une électrode collectrice d'électrons secondaires (44) constituée de graphite pyrolytique.

1/5

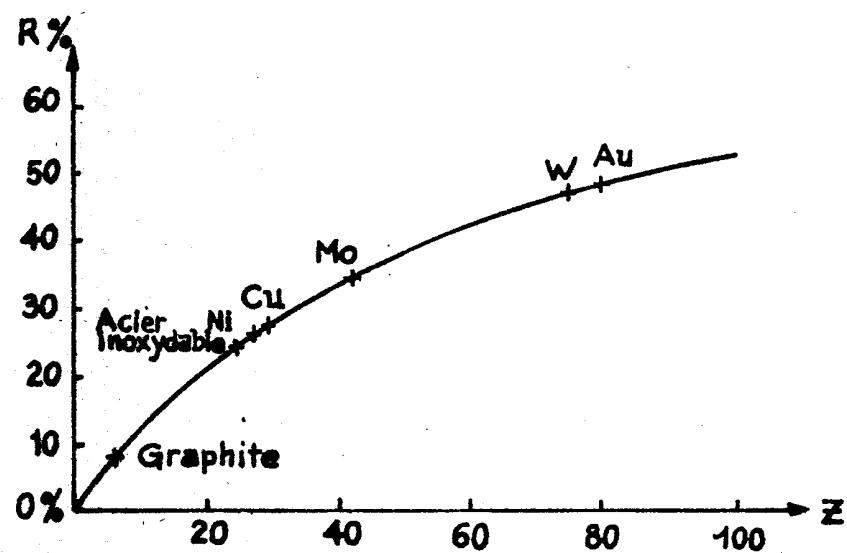
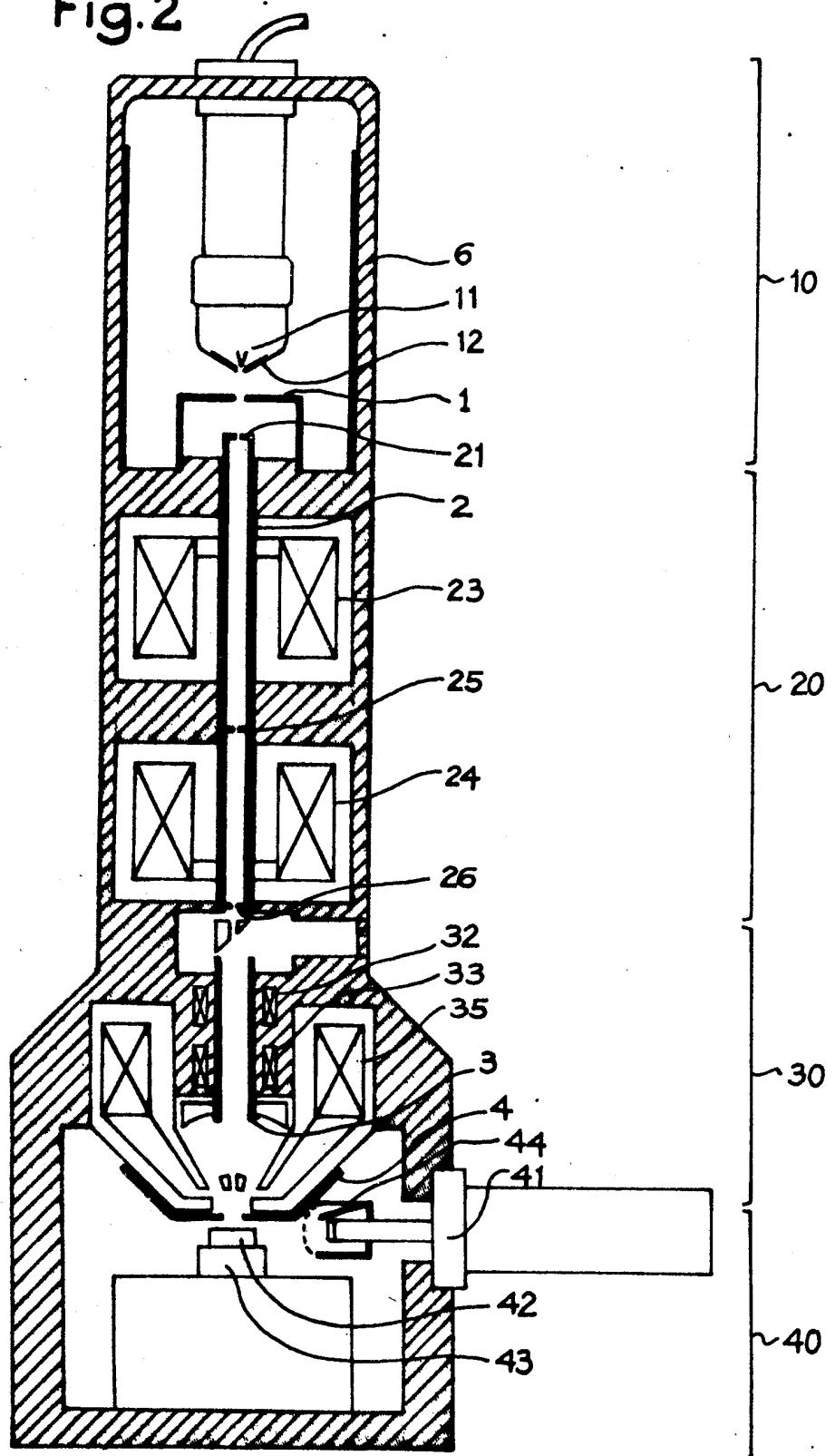


Fig. 1

2/5

Fig.2



3/5

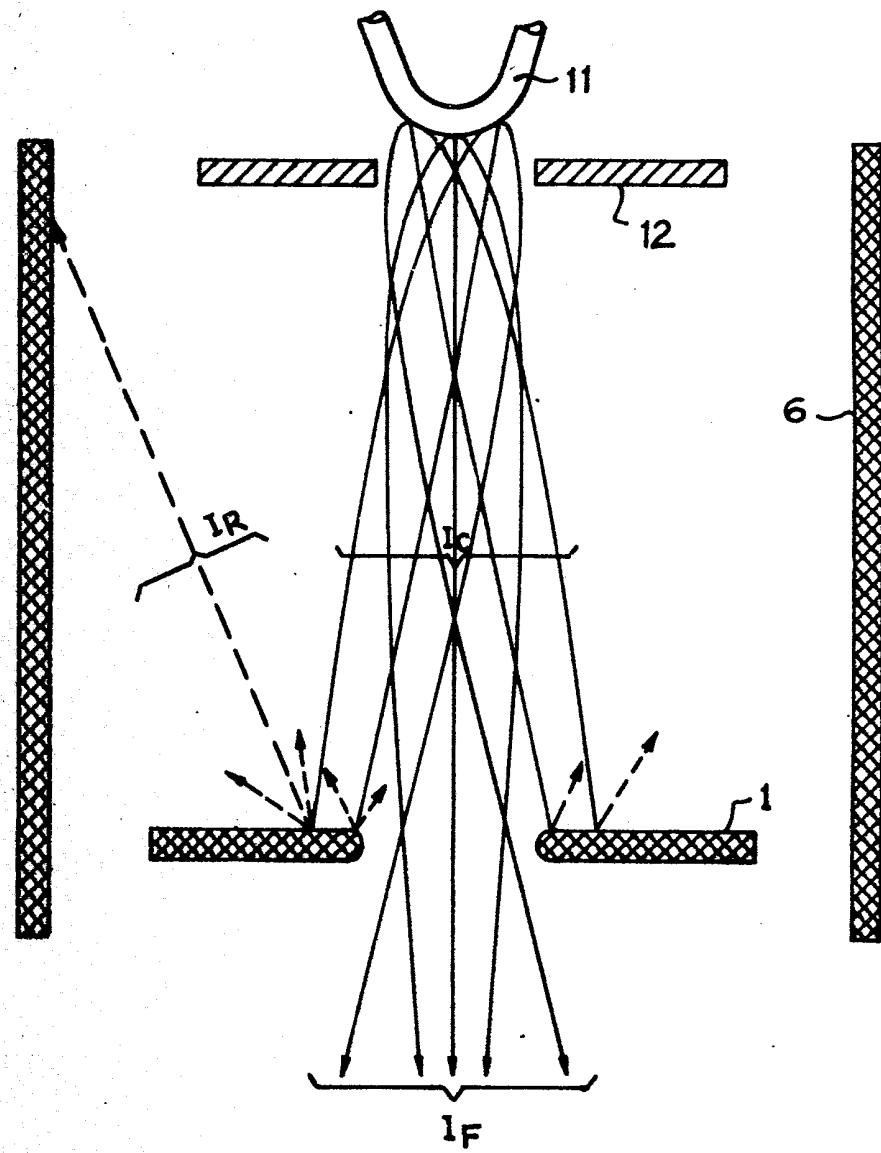


Fig.3

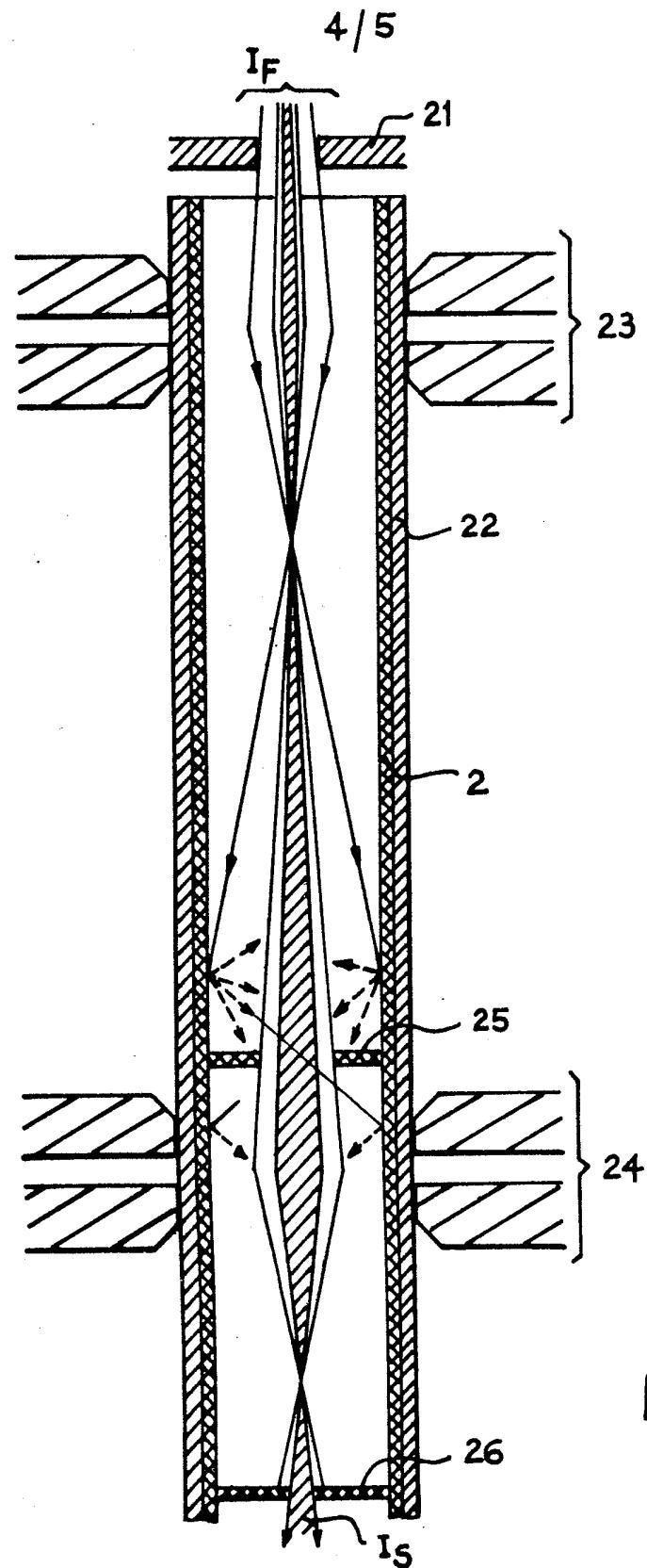


Fig. 4

5/5

Fig.5

