



(43) Date de la publication internationale
7 septembre 2012 (07.09.2012)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2012/117171 A1

(51) Classification internationale des brevets :
H01J 37/32 (2006.01) *C23C 14/34* (2006.01)
H01J 37/34 (2006.01) *C23C 14/35* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2012/000069

(22) Date de dépôt international :
27 février 2012 (27.02.2012)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1100614 1 mars 2011 (01.03.2011) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **COM-
MISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE ET AUX
ENERGIES ALTERNATIVES** [FR/FR]; 25 rue Leblanc,
Bâtiment "Le Ponant D", F-75015 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **QUESNEL,
Etienne** [FR/FR]; 17 allée du Bouilleur de Cru, F-38240
Meylan (FR). **MUFFATO, Viviane** [FR/FR]; Champrond,
F-38450 Le Gua (FR). **PAROLA, Stéphanie** [FR/FR]; 35
rue des Fossés, F-38350 La Mure (FR).

(74) Mandataire : **TALBOT, Alexandre**; Cabinet Hecke, 10,
rue d'Arménie - Europole, BP 1537, F-38025 Grenoble Ce-
dex 1 (FR).

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

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : DEVICE FOR PRODUCING NANOPARTICLES AT HIGH EFFICIENCY, USE OF SAID DEVICE AND METHOD OF DEPOSITING NANOPARTICLES

(54) Titre : DISPOSITIF DE PRODUCTION DE NANOPARTICULES À HAUT RENDEMENT, UTILISATION DUDIT DIS-
POSITIF ET PROCEDE DE DEPOT DE NANOPARTICULES

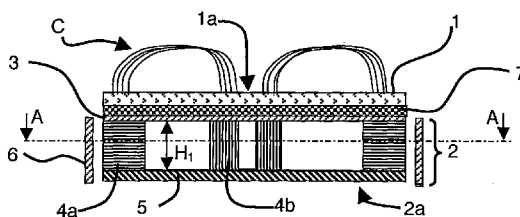


Figure 2

(57) Abstract : The device for producing nanoparticles (NP) comprises a target (1) furnished with a face (1a) which is a source of nanoparticles, and a magnetron (2) generating a first magnetic field, the target (1) being mounted on the magnetron (2) and the first magnetic field forming field lines at the level of the nanoparticle source face (1a). The device furthermore comprises means of equilibration (7, 8, 9), of the first magnetic field at the level of the target (1), which are arranged so as to close up fleeing field lines of the first magnetic field and to maintain said lines closed up at the level of said nanoparticle source face (1a), said means of equilibration (7, 8, 9) being distinct from the magnetron (2).

(57) Abrégé : Le dispositif de production de nanoparticules (NP) comprend une cible (1) munie d'une face (1a) source des nanoparticules, et un magnétron (2) générant un premier champ magnétique, la cible (1) étant montée sur le magnétron (2) et le premier champ magnétique formant des lignes de champ au niveau de la face (1a) source des nanoparticules. Le dispositif comporte en outre des moyens d'équilibration (7, 8, 9), du premier champ magnétique au niveau de la cible (1), agencés pour refermer des lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face (1a) source des nanoparticules, lesdits moyens d'équilibration (7, 8, 9) étant distincts du magnétron (2).



WO 2012/117171 A1

DISPOSITIF DE PRODUCTION DE NANOPARTICULES A HAUT RENDEMENT, UTILISATION DUDIT DISPOSITIF ET PROCEDE DE DEPOT DE NANOPARTICULES .

5

Domaine technique de l'invention

L'invention est relative à un dispositif de production de nanoparticules.

10 L'invention est également relative à un procédé de dépôt de nanoparticules.

État de la technique

15 La formation de matériaux sous forme de particules de taille nanométrique adresse de nombreuses applications telles que l'optique, l'optoélectronique, la thermoélectricité ou encore les biotechnologies, etc.

Dans ces applications, les particules synthétisées ont souvent des tailles
20 inférieures à 100nm et, de préférence, comprises entre 1 et 20nm.

Pour synthétiser ces nanoparticules, il est possible d'utiliser la synthèse par voie liquide par précipitation d'un précurseur liquide, la synthèse par électrodéposition à partir d'une solution, ou encore la synthèse sous vide par
25 technique CVD (dépôt chimique en phase vapeur) ou PVD (dépôt physique en phase vapeur). Les techniques sous vide sont intéressantes car elles utilisent des équipements très proches de ceux habituellement utilisés en optronique.

30 Cependant, les techniques CVD ou PVD pour la synthèse de nanoparticules ne proposent pas le même degré de contrôle. Dans la technique CVD la

nucléation-croissance des nanoparticules va se faire sur un substrat, ce qui rend difficile le contrôle indépendant de la taille et de la densité des particules. La technique PVD est donc privilégiée.

5 Comme illustré à la figure 1, un dispositif de production de nanoparticules classique comprend une cible 1. La cible 1 a, de préférence, une forme de plaque, et est réalisée dans un matériau à partir duquel des atomes seront arrachés de sorte à générer les nanoparticules. La face de la cible à partir de laquelle les atomes sont arrachés est appelée face source 1a des
10 nanoparticules. La cible 1 est montée sur un magnétron 2, et la face 1a source des nanoparticules est opposée au magnétron 2. De manière générale, un gaz de pulvérisation est utilisé lors de la génération des nanoparticules. Dès lors le dispositif de production peut aussi comporter une enceinte refroidie dans laquelle sont disposés la cible 1 et le magnétron 2. La
15 cible 1 et le magnétron 2 de la figure 1 forment alors un élément aussi appelé élément de pulvérisation cathodique.

Classiquement, un magnétron 2 comporte comme sur la figure 1 une cathode 3 à l'arrière de laquelle des aimants 4a, 4b sont disposés. Un
20 premier aimant 4a peut avoir la forme d'un cylindre creux et un second aimant 4b peut avoir la forme d'un cylindre lui aussi creux, ou plein, inséré dans le cylindre creux du premier aimant 4a. Les polarités des premier et second aimants 4a, 4b sont inversées. Un des pôles du premier aimant 4a est orienté vers la cathode 3, et un des pôles du second aimant 4b est
25 orienté vers la cathode 3, de préférence les deux pôles mentionnés sont en contact avec la cathode 3. La cible 1 est en contact direct avec la cathode 3 sur une face de la cathode 3 opposée à la face en contact avec les aimants 4a, 4b.

30 À l'opposé de la jonction entre la cathode 3 et les aimants 4a, 4b, le magnétron 2 comporte un élément 5 de contention en fer doux. Cet élément

5 de fer doux a pour but d'emprisonner les lignes de champ du champ magnétique générées par les aimants 4a, 4b du magnétron 2 sur sa face arrière 2a (la face avant étant définie par la face de la cathode 3 portant la cible 1), et dans le cas particulier de la figure 1 de les faire passer du premier
5 aimant 4a au second aimant 4b ou inversement. Pour générer les nanoparticules le champ magnétique comporte des lignes de champ C sortantes de la cible 1 avant d'y repénétrer.

10 Sur la figure 1, le magnétron 2 comporte en outre une anode 6 entourant radialement l'ensemble aimants/élément 5 de fer doux et cathode 3.

Le document « Modeling metallic nanoparticle synthesis in a magnetron-based nanocluster source by gas condensation of a sputtered vapor » de E Quesnel et al. publié le 04 mars 2010 en ligne par le « Journal of Applied
15 Physics 107, 054309 » décrit un dispositif complet de dépôt de nanoparticules sous vide dans lequel le dispositif de production de nanoparticules peut être utilisé.

20 Le document WO95/12003 décrit un dispositif de production de particules à partir d'une cible. Des aimants sont montés dans une cathode. Une cible en matériau ferromagnétique est montée sur la cathode. Un shunt magnétique est réalisé par des éléments en fer.

25 Le rendement d'un tel dispositif de dépôt de nanoparticules sous vide n'est pas optimum, et nécessite un système de refroidissement performant, donc coûteux et fastidieux à mettre en oeuvre.

Objet de l'invention

L'objet de l'invention vise à réaliser un dispositif de production de nanoparticules dont le rendement de nanoparticules pulvérisées est amélioré.

- 5 On tend vers cet objet au moyen d'un dispositif qui comporte
- une cible munie d'une face source des nanoparticules,
 - un magnétron générant un premier champ magnétique, la cible étant montée sur le magnétron et le premier champ magnétique formant des lignes de champ au niveau de la face source des nanoparticules,
 - 10 - des moyens d'équilibrage, du premier champ magnétique au niveau de la cible, agencés pour refermer des lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face source des nanoparticules, lesdits moyens d'équilibrage étant distincts du magnétron et agencés de sorte que le premier champ magnétique sur la
 - 15 face source comporte une valeur minimale $B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la dispersion du premier champ magnétique définie par la formule

$$\left[\frac{(|B_{\max}| - |B_{\min}|)}{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)} \right] \text{ étant inférieure à } 0,5.$$

- 20 Selon un premier mode de réalisation, les moyens d'équilibrage comportent une plaque munie d'un élément ferromagnétique, ladite plaque étant disposée entre la cible et le magnétron. La plaque peut comporter au moins un matériau choisi parmi Fe, Co, Ni, Mn.

- 25 Selon un second mode de réalisation, les moyens d'équilibrage comportent une bobine magnétique générant un second champ magnétique, ladite bobine magnétique étant asservie par des moyens de contrôle comprenant un état dans lequel les lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique sont refermées, lesdites lignes étant maintenues au niveau de ladite face source.

Selon une variante, la valeur absolue de l'écart entre $B_{\min}$ et $B_{\max}$ est inférieure à $5 \cdot 10^{-2}$ Tesla.

- 5 Selon une mise en œuvre, le dispositif comporte un capteur de mesure de température disposé en regard de la face source.

10 L'invention est aussi relative à une utilisation d'un dispositif de production de nanoparticules dans un dispositif de dépôt de nanoparticules. Le dispositif de production de nanoparticules peut comporter une enceinte dans laquelle le magnétron, la cible et les moyens d'équilibrage sont disposés, ladite enceinte comprenant une arrivée d'un gaz de pulvérisation et un orifice de sortie des nanoparticules. Le dispositif de dépôt comporte une première chambre dans laquelle l'orifice de sortie de l'enceinte débouche, et une seconde chambre
15 munie d'un substrat de dépôt des nanoparticules, la première chambre communiquant avec la seconde chambre par un trou, et ladite seconde chambre étant en dépression par rapport à la première chambre.

20 L'invention est aussi relative à un procédé de dépôt de nanoparticules utilisant un magnétron sur lequel est montée une cible munie d'une face source de nanoparticules, le magnétron générant un champ magnétique formant des lignes de champ au niveau de la face source des nanoparticules, le procédé comporte une étape d'ajustement du champ magnétique consistant à refermer des lignes de champ fuyantes du champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face
25 source de nanoparticules, l'ajustement étant réalisé par des moyens d'équilibrage distincts du magnétron de sorte qu'après ajustement le champ magnétique sur la face source (1a) de la cible comporte une valeur minimale

$B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la dispersion du champ magnétique définie

par la formule $\frac{|(|B_{\max}| - |B_{\min}|)|}{\left[\frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2} \right]}$ étant inférieure à 0,5.

5 Description sommaire des dessins

D'autres avantages et caractéristiques ressortiront plus clairement de la description qui va suivre de modes particuliers de réalisation de l'invention donnés à titre d'exemples non limitatifs et représentés aux dessins annexés, dans lesquels :

La figure 1 illustre un dispositif de production de nanoparticules vu en coupe selon l'art antérieur.

La figure 2 illustre un dispositif de production de nanoparticules vu en coupe selon un premier mode de réalisation.

La figure 3 illustre une vue en coupe selon A-A de la figure 2.

La figure 4 illustre un dispositif de production de nanoparticules vu en coupe selon un second mode de réalisation.

La figure 5 illustre une combinaison des premier et second modes de réalisation.

La figure 6 illustre une mise en œuvre particulière du dispositif de production de nanoparticules.

La figure 7 illustre une courbe de la probabilité de nucléation de germes de nanoparticules en fonction de la température.

La figure 8 illustre une courbe représentative de la température fonction de la distance d'éloignement de la cible.

La figure 9 illustre un dispositif de dépôt de nanoparticules.

La figure 10 illustre l'évolution de la température en fonction de la distance de la cible pour un dispositif de modifié et un dispositif standard.

Description de modes préférentiels de réalisation

5 Le dispositif décrit ci-après diffère de ceux de l'art antérieur en ce qu'il comporte des moyens d'équilibrage du champ magnétique au niveau de la cible.

10 En effet, un magnétron selon l'art antérieur n'est pas intrinsèquement équilibré, et est plutôt déséquilibré. Par déséquilibré, on entend que le champ magnétique au niveau de la cible comporte des lignes de champ fuyantes C_f (voir figure 1). Ces lignes de champ fuyantes C_f sont en fait des lignes qui sortent de la cible 1, s'éloignent de la cible 1 sans y retourner.

15 Lors d'essais dans le cadre de la présente invention, il a été remarqué que plus le magnétron était déséquilibré (c'est-à-dire que plus les lignes de champ fuyaient) plus le rendement du dépôt de nanoparticules était faible.

20 Il est bien connu que, par construction, un magnétron n'est jamais équilibré, bien qu'en positionnant convenablement des aimants 4a, 4b du magnétron 2 il soit possible de modifier l'équilibre. Cependant, par modification des aimants 4a, 4b, on obtiendrait un magnétron figé utilisable avec un seul type/épaisseur de cible.

25 Par définition, le déséquilibre d'un magnétron à base de cathode circulaire est d'autant plus fort que la valeur absolue du champ magnétique au centre de la cathode est différente de celle du champ magnétique à la périphérie de la cathode.

30 Sur les figures 2 à 5, le dispositif de production de nanoparticules comporte une cible 1 munie d'une face source 1a des nanoparticules, et un magnétron

2 générant un premier champ magnétique. La cible est montée sur le magnétron 2. Bien entendu, de manière classique, la face source 1a des nanoparticules est opposée à une face de montage de la cible 1, la face de montage étant orientée vers le magnétron 2. Le premier champ magnétique
5 forme des lignes de champ C au niveau de la face source 1a des nanoparticules.

Des moyens d'équilibrage, du premier champ magnétique au niveau de la cible 1, sont agencés pour refermer des lignes de champ fuyantes du
10 premier champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face source 1a des nanoparticules. Ces moyens d'équilibrage sont distincts du magnétron 2. Par distinct du magnétron, on entend notamment distinct des aimants générant le premier champ magnétique.

15 Par au niveau de la face source de la cible, on entend comme illustré à la figure 2 que les lignes de champ sortent et re-pénètrent, par la face source 1a des nanoparticules, dans la cible 1 tout en restant à proximité de ladite face source 1a de la cible 1. Autrement dit, des lignes C de champ sont en saillie de la cible 1, et restent à proximité de sa surface, alors que sans les
20 moyens d'équilibrage, certaines de ces lignes de champ deviendraient fuyantes.

Comme évoqué dans l'art antérieur, le magnétron 2 peut comporter une cathode 3 et un élément 5 de contention des lignes de champs, par exemple
25 de fer doux, prenant en sandwich des aimants 4a, 4b. Un premier aimant 4a peut avoir la forme d'un cylindre creux, et un second aimant 4b peut avoir la forme d'un cylindre lui aussi creux, ou plein selon une variante, inséré dans le cylindre creux du premier aimant 4a, comme illustré notamment à la figure 3 représentant une coupe selon A-A de la figure 2. Les polarités des premier
30 et second aimants 4a, 4b sont inversées. Un des pôles du premier aimant 4a, par exemple le pôle sud, est orienté vers la cathode 3, et un des pôles du

second aimant 4b, par exemple le pôle nord, est orienté vers la cathode 3. De préférence, les deux pôles mentionnés sont en contact avec la cathode 3. Sur la figure 2, les pôles opposés à ceux en contact avec la cathode 3 sont, de préférence, en contact avec l'élément 5 de contention. Cet élément de
5 contention 5 a pour but d'emprisonner les lignes de champ du premier champ magnétique générées par les aimants 4a, 4b du magnétron 2 sur la face arrière 2a du magnétron 2 opposée à la cible 1, et de les faire passer du premier aimant 4a au second aimant 4b ou inversement.

10 Autrement dit, le magnétron 2 peut comporter une cathode 3 munie d'une première face, et d'une seconde face opposée à ladite première face. Sur la première face sont montés des aimants 4a, 4b, permanents ou non, et la cible 1 est montée sur la seconde face formant face avant du magnétron 2.

15 À la figure 2, le magnétron 2 comporte en outre une anode 6. Cette anode 6 peut, par exemple, former une garde entourant les bords de l'ensemble cathode 3/aimants 4a, 4b/élément de contention 5.

20 L'exemple de la figure 2 est relatif à un magnétron 2 muni d'une cathode 3 plane circulaire de diamètre 50mm.

Comme illustré à la figure 3, le premier aimant 4a est, de préférence de forme toroïdale de hauteur 1cm, de diamètre extérieur d_1 de 50mm et de diamètre intérieur d_2 de 40mm (cylindre creux). Le second aimant 4b peut
25 être un cylindre creux, ou plein, de diamètre extérieur d_3 2cm, de diamètre intérieur d_4 1cm (si creux), et de hauteur 1cm. Par hauteur on entend la dimension H_1 de la figure 2, et une dimension non visible à la figure 3 mais orientée perpendiculairement au plan de la figure 3.

30 Bien entendu, l'invention n'est pas limitée à l'exemple particulier de magnétron décrit ci-dessus. L'homme du métier pourra utiliser différents

magnétrons de sa connaissance communément utilisés dans les dépôts physiques en phase vapeur. Par exemple, la cathode 3 peut avoir une forme de plaque rectangulaire et les aimants 4a, 4b une forme de fer à cheval.

- 5 Dans un premier mode de réalisation particulier visible à la figure 2, les moyens d'équilibrage comportent une plaque 7 comprenant un élément ferromagnétique. Cette plaque 7 peut aussi être qualifiée de plaque à aimantation. La plaque 7 est disposée entre la cible 1 et le magnétron 2, plus particulièrement entre la cible 1 et la cathode 3. La plaque 7 peut
- 10 comprendre uniquement cet élément ferromagnétique ou un alliage de plusieurs éléments ferromagnétiques. À titre d'exemple, le ou les éléments ferromagnétiques sont choisis parmi Fe, Co, Ni, Mn.

- La cible 1 peut être montée sur la cathode 3 du magnétron 2 par interposition
- 15 de la plaque 7. Autrement dit, la plaque 7 peut être disposée en contact direct avec la cathode 3, puis la plaque 7 reçoit en contact direct la cible 1. Selon une variante, il est possible d'empiler deux cibles, ou encore deux plaques 7 en matériau ferromagnétique.

- 20 Dans le cas de la présence de deux cibles, il est possible d'avoir une première cible en contact, par exemple, avec la cathode 3 et recouverte en partie par la seconde cible de sorte à produire un mélange de nanoparticules. Autrement dit, la face source comporte des portions de la première cible et des portions de la seconde cible. Le mélange de
- 25 nanoparticules peut aussi être obtenu grâce à une cible dont la face source est sensiblement plane, et se présente sous la forme d'une mosaïque à base d'au moins deux matériaux. Des supports de fixations (non représentés) ne modifiant pas le premier champ magnétique induit par le magnétron 2 peuvent aussi être utilisés pour maintenir la cible 1 contre la cathode 3. Sur
- 30 la figure 2, la plaque 7 est en contact avec une face de la cathode 3 opposée aux aimants du magnétron 2.

L'épaisseur de la plaque 7 est calculée en fonction de la puissance des aimants 4a, 4b de la cathode 3, et de l'épaisseur de la cible 1 de sorte que les lignes de champ du premier champ magnétique soient conservées à proximité de la face source 1a des nanoparticules. Autrement dit, la permittivité magnétique de la plaque 7 doit être suffisante pour guider le champ magnétique émanant de la cathode 3, mais aussi permettre aux lignes de champ du premier champ magnétique de sortir de la cible par la face source 1a des nanoparticules avant d'y repénétrer.

10

L'utilisation d'une telle plaque permet de modifier facilement et à moindre coûts un magnétron du commerce pour optimiser son rendement dans le cadre d'une utilisation comme dispositif de production de nanoparticules. De plus avec un jeu de plaques 7 différentes, il est possible d'adapter aisément le magnétron 2 avec tout type de cible 1.

15

À titre d'exemple, la plaque 7 aura une épaisseur comprise entre 0,05mm et 10mm. Bien entendu cette épaisseur sera fonction des caractéristiques du premier champ magnétique et des caractéristiques ferromagnétiques de la plaque 7.

20

Dans un deuxième mode de réalisation particulier illustré à la figure 4, le magnétron 2 (identique à celui du premier mode de réalisation) est soumis à un élément magnétique générant un second champ magnétique, extérieur au magnétron 2, favorisant la fermeture des lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique. Ce second champ magnétique peut par exemple être mis en œuvre par une bobine magnétique 8 des moyens d'équilibrage. Cette bobine 8 peut être un électroaimant de type solénoïde. Les moyens d'équilibrages comportent, en plus de la bobine 8, des moyens de contrôle 9 asservissant la bobine 8 et comprenant un état dans lequel les lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique sont refermées, et

25

30

où lesdites lignes refermées sont maintenues au niveau de la face source 1a de nanoparticules. Cet état peut correspondre à une modulation du second champ magnétique pour ajuster le premier champ magnétique.

- 5 Une telle bobine 8 peut par exemple être disposée autour du magnétron 2 dans le même plan que ce dernier. Autrement dit, le magnétron 2 est disposé au centre de la bobine 8, qui entoure alors ses bords, les bords du magnétron correspondant à des faces rejoignant sa face avant à sa face arrière. Par exemple dans le cas d'un magnétron 2 de section circulaire, la
- 10 bobine 8 peut être coaxiale au magnétron 2. Sur la figure 4, la bobine 8 entoure l'anode 6.

- L'utilisation de la bobine 8 est plus malléable que l'utilisation de la plaque ayant des propriétés ferromagnétiques, bien que la plaque donne de
- 15 meilleurs résultats pour une configuration figée et connue. En effet, la bobine 8 permet d'une part d'ajuster le second champ magnétique via le sens et l'intensité du courant de la bobine 8 quel que soit le premier champ magnétique, mais laisse d'autre part échapper dans une partie supérieure de la cible 1 certaines lignes de champ magnétique parallèles à l'axe du
- 20 magnétron, participant donc à un déséquilibre minime du magnétron 2. Par partie supérieure, on entend une distance d'environ 3cm de la cible 1 dans une direction opposée au magnétron 2 en partant de la face source 1a. Par déséquilibre minime, on entend que le magnétron 2 est mieux équilibré avec la bobine 8 que sans.

25

Dans les deux modes de réalisation, il est possible que certaines lignes de champ fuyantes puissent subsister, elles restent néanmoins beaucoup moins nombreuses.

- 30 Les deux modes de réalisation peuvent aussi être combinés comme illustré à la figure 5, reprenant les références des figures 2 et 4, afin que leurs

avantages agissent en synergie pour augmenter le rendement de production des nanoparticules. En effet, l'avantage d'utiliser la bobine 8 en association avec la plaque 7 est d'empêcher les effets néfastes mentionnés dans le second mode de réalisation tout en gardant une souplesse de réglage pour
 5 augmenter le rendement de production des nanoparticules. Ainsi, à la figure 5, les moyens d'équilibrage comportent à la fois la plaque 7, et la bobine 8 associée à ses moyens de contrôle 9.

De préférence, et ce de manière valable pour les deux modes de réalisation
 10 et leur combinaison, les moyens d'équilibrage sont agencés de sorte que le premier champ magnétique sur la face source 1a de la cible 1 comporte une valeur minimale $B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la dispersion du premier

champ magnétique définie par la formule $\frac{(|B_{\max}| - |B_{\min}|)}{\left[\frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2} \right]}$ étant inférieure à

0,5 et, de préférence, la valeur absolue de l'écart entre $B_{\min}$ et $B_{\max}$ est
 15 inférieure à $5 \cdot 10^{-2}$ Tesla. La formule est représentative du rapport entre

$$(|B_{\max}| - |B_{\min}|) \text{ et } \frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2}.$$

Ainsi, dans le premier mode de réalisation pour un magnétron 2 donné, il est possible de choisir la bonne plaque 7 par essais successifs et mesures, avec
 20 différentes plaques 7, du premier champ magnétique induit au niveau de la face source 1a par un gaussmètre de sorte à atteindre les conditions visées ci-dessus.

Dans le second mode de réalisation, pour un magnétron 2 donné, il sera
 25 possible d'adapter le fonctionnement de la bobine 8 en fonction de mesures du champ magnétique induit au niveau de la face source 1a par un gaussmètre de sorte à atteindre les conditions visées ci-dessus.

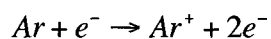
Dans les deux cas, pour une cathode en forme de plaque circulaire, $B_{\min}$ est mesuré au centre et $B_{\max}$ le long du périmètre intérieur de la cathode ou inversement. Bien entendu, cela peut aussi dépendre du positionnement des aimants 4a, 4b du magnétron 2.

5

Comme illustré à la figure 6, le dispositif de production de nanoparticules peut en outre comporter une enceinte 10 dans laquelle la cible 1, le magnétron 2 et les moyens d'équilibrage 7, 8, 9 sont disposés (que cela soit dans le premier mode de réalisation, dans le second mode de réalisation ou dans la combinaison des deux modes). Les moyens d'équilibrage, le magnétron 2, et la cible 1 peuvent former un ensemble appelé élément de pulvérisation cathodique. L'enceinte 10 peut comporter une arrivée 11 de gaz et un orifice 12 de sortie des nanoparticules. De préférence, l'arrivée 11 de gaz, l'orifice 12 de sortie sont placés le long d'un même axe A1. Le magnétron 2 et sa cible 1 sont, de préférence, situés entre l'arrivée 11 de gaz et l'orifice 12 de sortie. La face source 1a des nanoparticules est orientée vers l'orifice 12 de sortie. Cette enceinte 10 peut être refroidie par un élément de refroidissement non représenté.

20 Ainsi, en fonctionnement, le gaz est injecté dans l'enceinte 10 par l'arrivée 11 de gaz. L'anode 6 et la cathode 3 du magnétron 2 sont polarisées de sorte que la cible soit polarisée négativement, et que le gaz à proximité de la cible devienne ionisé positivement.

25 Par exemple, on utilisera un gaz comme l'Argon qui en arrivant à proximité de la cible réagira de la manière suivante :



30 Les électrons générés par cette réaction se déplacent selon les lignes de champ C du premier champ magnétique (figure 2) et s'enroulent autour de

ces lignes. Cet enroulement permet de rallonger leur parcours, et cela augmente leur probabilité de collision avec le gaz Ar et donc la production d'ions Ar^+ . De leur côté, les ions générés sont accélérés par le potentiel négatif de la cible 1 de sorte à bombarder la face source 1a orientée vers l'orifice 12 de sortie. Ce bombardement arrache des atomes de la cible 1 qui sont ensuite envoyés en direction de l'orifice de sortie 12 puis expulsés sous forme de nanoparticules par l'orifice de sortie 12. Plus on s'éloigne de la cible 1 dans l'enceinte 10, plus les atomes arrachés s'agglomèrent sous forme de nanoparticules de taille plus ou moins importante, de préférence de 1nm à 10nm voire 20nm, et pouvant aller jusqu'à 100nm. Ce phénomène d'agglomération résulte de la formation de germes constitués de quelques atomes arrachés à la cible (nucléation) suivi de leur croissance par accumulation sur le germe d'autres atomes de la cible.

Le magnétron 2 associé aux moyens d'équilibrage 7, 8, 9 permet d'améliorer le rendement des nanoparticules en favorisant la nucléation. En fait, la qualité de nucléation, et donc du rendement, dépend du profil de refroidissement lorsque les atomes s'éloignent de la cible 1. Dans le cas particulier de la cible 1 placée dans une enceinte 10, le profil de refroidissement correspond à l'évolution de la température entre la cible 1 et l'orifice 12 de sortie.

La théorie de la nucléation montre que la nucléation est maximale pour une température donnée T_{opt} et ne peut se produire que si en un point, le cas échéant de l'enceinte, le profil de température approche cette valeur. Le refroidissement optimal entre la cible 1 et l'orifice 12 de sortie induit une nucléation de germes suivis de leur croissance, c'est pour cela que dans l'art antérieur, des systèmes de refroidissement coûteux et complexes sont utilisés. Comme énoncé dans le document « Modeling metallic nanoparticle synthesis in a magnetron-based nanocluster source by gas condensation of a sputtered vapor » publié dans « Journal of applied Physics 107, 054309

(2010) » de E. Quesnel et al., il y a une forte influence entre le profil de température dans l'enceinte 10 et le rendement des nanoparticules.

La figure 7 illustre le nombre de nucléation possibles en fonction de la température pour un matériau de cible en cuivre. La courbe a une forme de gaussienne, et permet de déterminer très clairement que si la température est trop chaude ou trop froide il n'y a pas de nucléation. Sur la figure 7 en dessous de -173°C ($T_{\min}$) il n'y a pas de nucléation et au-dessus de 326°C ($T_{\max}$) il n'y a pas de nucléation. La température optimale T_{opt} représente le sommet de la gaussienne, à cette température, la nucléation est optimale. Bien entendu, la valeur T_{opt} dépend du matériau de la cible.

La figure 8 illustre l'évolution de la température en fonction de la distance où l'on se trouve, à partir de la cible 1, entre la cible 1 et, le cas échéant, l'orifice 12 de sortie. Au niveau de la cible 1, la température est d'environ 580°C , et au niveau de l'orifice 12, la température est d'environ 76°C . Cette courbe permet de démontrer l'importance du contrôle du profil thermique. En effet, en mettant en relation la courbe de la figure 7 avec celle de la figure 8, il est possible de déterminer une première zone où toute nucléation est impossible et une seconde zone où la nucléation est possible. À la figure 8, la zone de nucléation s'étend de 25mm à l'orifice de sortie 12. Ainsi, plus la pente de la courbe associée à la chute de température en s'éloignant de la cible sera forte, plus la zone de nucléation au sein de l'enceinte 10 sera grande, et plus le rendement sera important.

25

Le dispositif de production de nanoparticules décrit ci-dessus muni d'au moins un magnétron 2 et des moyens d'équilibrage du premier champ magnétique permet d'agir sur le profil thermique. En effet, les lignes de champ fuyantes participent au réchauffement de zones éloignées du magnétron 2. Dans l'art antérieur, l'enceinte est refroidie à très basse température en utilisant par exemple un fluide caloporteur comme de l'azote

30

liquide à -196°C . Les moyens d'équilibrage permettent d'atteindre de hauts rendements de synthèse de nanoparticules tout en s'affranchissant, le cas échéant, d'un refroidissement utilisant des fluides caloporteurs à températures négatives, comme l'azote par exemple.

5

Grâce aux moyens d'équilibrage, les lignes de champ fuyantes sont beaucoup moins nombreuses, le profil thermique est donc mieux maîtrisé et les coûteux systèmes de refroidissement peuvent être évités, un simple système de refroidissement à eau pouvant suffire.

10

De plus, le contrôle des lignes de champ C du premier champ magnétique permet aussi une homogénéisation de l'usure de la cible avec une zone d'impact des ions de pulvérisation élargie, évitant ainsi un remplacement prématuré de la cible.

15

Dans le second mode de réalisation, et la variante combinant le premier et le second mode, il est alors aussi possible d'étalonner de manière précise le dispositif sans requérir à des mesures du premier champ magnétique au niveau de la cible. Dès lors, le dispositif de production de nanoparticules peut

20

comporter comme illustré aux figures 4 à 6 un premier capteur 13 de mesure de température disposé en regard de la face source 1a, et agencé pour donner une température représentative de la température, de préférence, au niveau de la face source 1a des nanoparticules. Le cas échéant, le premier

capteur 13 est disposé dans l'enceinte 10 entre la face 1a et l'orifice 12. Ce

25

premier capteur 13 peut être disposé à quelques centimètres de la face source 1a, par exemple entre 1cm et 5cm. Dans une phase d'étalonnage, le magnétron 2 peut être polarisé, et la température mesurée par le premier capteur 13, une fois celle-ci stabilisée. Cette valeur mesurée peut ensuite

30

être transmise aux moyens de contrôle 9 de la bobine 8 apte à faire varier le second champ magnétique de la bobine 8 de sorte à obtenir la plus petite valeur possible de température mesurée par le premier capteur 13. En

considérant que le profil thermique est dégressif plus on s'éloigne de la cible 1, la température en un point donné est minimale quand le magnétron 2 est le plus équilibré. Dans cette configuration on augmente les probabilités d'atteindre ou de se rapprocher de T_{opt} .

5

Une réalisation particulière de la phase d'étalonnage peut être mise en œuvre par une boucle d'étapes. Tout d'abord le courant de la bobine 8 est nul, puis une première mesure de température T_0 est réalisée. Ensuite, la valeur du courant dans la bobine 8 est incrémentée, une seconde mesure de

10 température T_1 est réalisée, et si $T_1 - T_0 < 0$ on continue d'incrémenter le courant de la bobine jusqu'à ce que $T_{n+1} - T_n$ soit positif. Si $T_{n+1} - T_n$ est positif alors le magnétron est considéré comme équilibré.

15

Selon une variante, le dispositif peut comporter en outre un second capteur 14 de mesure de température, de préférence, disposé près de l'orifice 12 de sortie (voir figure 6) et par exemple relié à l'élément de contrôle 9. L'élément de contrôle 9 peut alors moduler le second champ magnétique de la bobine 8 en fonction de l'écart de température entre le premier capteur 13 et le second capteur 14. L'utilisation de deux capteurs permet de déterminer une pente

20 moyenne de la chute de température, plus la pente est inclinée en direction de la verticale plus le rendement sera meilleur.

25

Les mesures utilisant un ou deux capteurs de température peuvent aussi être utilisées dans le premier mode de réalisation afin de choisir la bonne plaque en fonction d'un ensemble de plaques ferromagnétique. Ainsi, pour chaque plaque des mesures de température sont réalisées, puis on choisit la plaque associée à la plus petite mesure, ou à la chute de pente la plus rapide.

30

Le dispositif de production de nanoparticules tel que décrit ci-dessus peut être utilisé dans un dispositif de dépôt de nanoparticules, de préférence sous vide.

La figure 9 illustre une mise en œuvre particulière d'un dispositif de dépôt de nanoparticules NP. Un tel dispositif de dépôt comporte une première chambre 15 et une enceinte 10 dans laquelle sont disposés le magnétron 2, la cible 1 et les moyens d'équilibrage (non visibles à la figure 9). L'enceinte 10 comprend une arrivée 11 d'un gaz de pulvérisation et un orifice 12 de sortie des nanoparticules. L'orifice de sortie 12 des nanoparticules NP débouche dans la première chambre 15. Le dispositif comporte en outre une seconde chambre 16 munie d'un substrat 18 de dépôt des nanoparticules, dite chambre de dépôt, la première chambre 15 communiquant avec la seconde chambre 16 par un trou 17. La seconde chambre 16 est en dépression par rapport à la première chambre 15. C'est cette différence de pression qui permet aux nanoparticules NP d'être projetées de l'enceinte 10 dans la première chambre 15, puis dans la seconde chambre 16 pour être déposées sur le substrat 18. Par réaction avec le gaz, le magnétron 2 et la cible 1 associée permettent de générer une vapeur du ou des matériaux de la cible. Ainsi, les nanoparticules sont générées à partir de la face source 1a de la cible le long de l'axe A1 jusqu'à atteindre l'orifice 12 de sortie puis à être propulsées dans la chambre de dépôt par le trou 17 en direction du substrat 18 de dépôt associé.

Afin de réaliser la surpression, le dispositif de dépôt peut comporter un premier élément de pompage (pompage 1) destiné à faire le vide dans la première chambre 15, et un second élément de pompage (pompage 2) destiné à faire le vide dans la seconde chambre 16.

De préférence, l'intérieur de l'enceinte 10 est refroidi par un élément de refroidissement 19, par exemple à l'eau (typiquement comprise entre 10°C et 25 °C) permettant de réguler en partie le profil thermique du gaz dans l'enceinte 10 en combinaison avec les effets des moyens d'équilibrage. Ceci peut par exemple être mis en œuvre en faisant circuler autour de l'enceinte

10 le fluide caloporteur. Autrement dit, ajuster l'équilibre d'un magnétron permet d'augmenter le rendement de dépôt de nanoparticules en contrôlant le profil spatial de la vapeur qu'il émet, tout en diminuant les ressources nécessaires au refroidissement de l'enceinte 10.

5

De préférence, l'arrivée 11 du gaz, l'orifice 12 de sortie de l'enceinte 10, et le trou 17 permettant la communication entre la première chambre 15 et la seconde chambre 16 sont situés le long d'un même axe A1. Ceci favorise le déplacement des nanoparticules NP selon le sens de diffusion du gaz de pulvérisation. Le magnétron 2 peut être disposé le long de cet axe A1, la face source 1a étant alors orientée vers l'orifice 12.

10

Bien entendu, cet exemple particulier de réalisation du dispositif de dépôt de nanoparticules n'est pas limitatif, et l'homme du métier pourra adapter d'autres structures de dispositifs de dépôt à base du dispositif de production de nanoparticules tel que décrit ci-dessus.

15

Dans des tests de fonctionnement, il a été utilisé deux dispositifs de dépôts identiques utilisant une cible en argent à la différence près que l'un a été modifié pour comporter les moyens d'équilibrage du premier champ magnétique tels que décrit ci-avant. Le dispositif standard selon l'art antérieur a été polarisé de sorte à produire un courant de pulvérisation de 200mA, la taille moyenne des particules d'argent a été mesurée à 5nm, la masse déposée par heure a été de 100 à 150ng/cm². Le courant de pulvérisation permet de générer un flux d'ions qui bombarde la cible, plus il est élevé plus la vapeur d'atomes de la cible est dense, et plus on forme de nanoparticules. Le dispositif modifié a été polarisé avec un courant de pulvérisation de 150mA, la taille moyenne des particules d'argent a été mesurée à 5nm, et la masse déposée par heure a été de 200 à 250ng/cm². Ainsi, même avec un courant de pulvérisation inférieur, la masse déposée a été supérieure grâce aux moyens d'équilibrage utilisés pour améliorer le

20

25

30

rendement. Le gain sur le nombre de particules déposées est d'un facteur deux, alors que le courant de pulvérisation est inférieur de 25%. La baisse de courant de pulvérisation est directement reliée à une chute de 25% de la matière de la cible consommée pour obtenir ce résultat.

5

Dans un autre exemple particulier de mise en œuvre, la cible utilisée est une cible en germanium. Des expériences de dépôt ont été réalisées avec un dispositif de production de nanoparticules standard choisi de sorte que la dispersion de son champ magnétique était supérieure à 0,5 et que la valeur absolue de l'écart entre $B_{\min}$ et $B_{\max}$ était d'environ 90mT soit $9 \cdot 10^{-2}$ Tesla. Un dispositif de caractéristiques identiques a été modifié avec des moyens d'équilibrage de sorte que la dispersion a été réglée à 0,35 et la valeur absolue de l'écart entre $B_{\min}$ et $B_{\max}$ à environ 30mT soit $3 \cdot 10^{-2}$ Tesla.

10

15

Ces deux dispositifs ont permis d'obtenir les profils thermiques de la figure 10 dans des conditions opératoires similaires (débit de gaz et gaz identique, même débit de liquide de refroidissement pour refroidir l'enceinte). La seule différence réside dans l'utilisation d'un courant de pulvérisation plus faible 200mA pour le dispositif sans les moyens d'équilibrage et 300mA pour le dispositif modifié. On constate sur la figure 10 que le dispositif modifié (équipé des moyens d'équilibrage) génère une vapeur bien mieux refroidie malgré une vapeur plus intense due à un courant de pulvérisation 30% supérieur.

20

25

Cette amélioration du profil thermique pour la synthèse de nanoparticules de germanium permet un fort gain, ce qui est l'objectif recherché. De plus, dans ce test le flux massique de particules du dispositif standard a été mesuré comme inférieur à 1 ng/cm^2 par minute, alors qu'avec le dispositif modifié il excède largement 100 ng/cm^2 par minute.

30

Les applications industrielles du présent dispositif de dépôt sont relatives à tout produit utilisant des nanoparticules pour des dispositifs essentiellement de surface dont la taille va de quelques millimètres carrés à quelques centimètres carrés. À titre d'exemple, il est possible de citer les détecteurs

5 optoélectroniques, les simples capteurs, les imageurs, les cellules solaires, le stockage de données basé sur l'optique et/ou le magnétisme, les piles à combustibles, les micro batteries, tout dispositif électrochimique utilisant des nanoparticules de catalyseurs, ou encore les dispositifs thermoélectriques, etc.

10

Le dispositif de production de nanoparticules présente l'avantage d'être proche des structures magnétrons utilisées couramment dans les dépôts PVD.

15

L'invention est aussi relative à un procédé de dépôt de nanoparticules utilisant un magnétron 2 sur lequel est montée une cible munie d'une face source 1a de nanoparticules. Le magnétron 2 génère un champ magnétique formant des lignes de champ au niveau de la face source 1a des nanoparticules. Le procédé comporte une étape d'ajustement du champ

20 magnétique consistant à refermer des lignes de champ fuyantes du champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face source 1a de nanoparticules. L'ajustement est réalisé par des moyens d'équilibrage distincts du magnétron. Dans le procédé est décrit ci-dessus, toutes les caractéristiques applicables au magnétron (et au dispositif de

25 production de nanoparticules) décrit sont applicables, notamment après ajustement le champ magnétique sur la face source 1a de la cible peut comporter une valeur minimale $B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la

dispersion du champ magnétique définie par la formule
$$\frac{(|B_{\max}| - |B_{\min}|)}{\left[\frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2} \right]}$$
 étant

inférieure à 0,5.

Typiquement, l'étape d'ajustement est réalisée avant de procéder au dépôt de nanoparticules sur un substrat de support, c'est-à-dire de préférence avant pulvérisation du gaz destiné à réagir avec la cible. Des exemples
5 d'ajustement à partir d'un gaussmètre ou d'un capteur de température sont décrits ci-avant. Après ajustement, il est possible de polariser le magnétron puis de vaporiser le gaz de pulvérisation de sorte à ce que ce dernier réagisse avec la cible pour générer des nanoparticules qui seront déposées sur un substrat.

10

L'alimentation électrique du magnétron peut être continue, pulsée, en mode sinusoïdale, basse fréquence ou radiofréquence.

Les aimants du magnétron peuvent être permanents ou non.

15

La cible peut comporter des matériaux métalliques, semi-conducteurs ou diélectriques. De préférence, la cible ne comporte pas de matériaux ferromagnétiques. Dans le cas où la cible comporterait des éléments ferromagnétiques, les moyens d'équilibrage sont, bien entendu, distincts de
20 la cible et permettront avantageusement d'équilibrer le premier champ magnétique. De préférence, si la cible comporte des éléments ferromagnétiques, on utilisera le mode de réalisation ou la variante avec la bobine qui pourra au fur et à mesure que le matériau de la cible est consommé, adapter le premier champ magnétique.

25

Préférentiellement, la cible sera à base d'au moins un matériau choisi parmi Si, Ge, Co, Ni, Ag, Cu, Pt, etc.

Revendications

- 5 1. Dispositif de production de nanoparticules comprenant :
- une cible (1) munie d'une face source (1a) des nanoparticules,
 - un magnétron (2) générant un premier champ magnétique, la cible (1) étant montée sur le magnétron (2) et le premier champ magnétique formant des lignes de champ (C) au niveau de la face source (1a) des
- 10 nanoparticules,
- des moyens d'équilibrage (7, 8, 9), du premier champ magnétique au niveau de la cible (1), agencés pour refermer des lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face source (1a) des nanoparticules, lesdits moyens
- 15 d'équilibrage (7, 8, 9) étant distincts du magnétron (2),
- caractérisé en ce que les moyens d'équilibrage (7, 8, 9) sont agencés de sorte que le premier champ magnétique sur la face source (1a) comporte une valeur minimale $B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la dispersion du premier champ magnétique définie par la formule
- $$\frac{|(|B_{\max}| - |B_{\min}|)|}{\left[\frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2} \right]}$$
- 20 étant inférieure à 0,5.
2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que les moyens d'équilibrage comportent une plaque (7) munie d'un élément ferromagnétique, ladite plaque (7) étant disposée entre la cible (1) et le
- 25 magnétron (2).
3. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que la plaque (7) comporte au moins un matériau choisi parmi Fe, Co, Ni, Mn.

4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les moyens d'équilibrage comportent une bobine (8) magnétique générant un second champ magnétique, ladite bobine (8) magnétique étant asservie par des moyens de contrôle (9) comprenant un état dans lequel des lignes de champ fuyantes du premier champ magnétique sont refermées, lesdites lignes refermées étant maintenues au niveau de ladite face source (1a).

5. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la valeur absolue de l'écart entre $B_{\min}$ et $B_{\max}$ est inférieure à $5 \cdot 10^{-2}$ Tesla.

6. Dispositif selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'il comporte un capteur (13) de mesure de température disposé en regard de la face source (1a).

7. Utilisation d'un dispositif de production de nanoparticules selon la revendication 1 dans un dispositif de dépôt de nanoparticules.

8. Utilisation selon la revendication 7, caractérisée en ce que le dispositif de production de nanoparticules comporte une enceinte (10) dans laquelle le magnétron (2), la cible (1) et les moyens d'équilibrage (7, 8, 9) sont disposés, ladite enceinte (10) comprenant une arrivée (11) d'un gaz de pulvérisation et un orifice de sortie (12) des nanoparticules, et en ce que le dispositif de dépôt comporte :

- une première chambre (15) dans laquelle l'orifice de sortie (12) de l'enceinte (10) débouche,
- une seconde chambre (16) munie d'un substrat (18) de dépôt des nanoparticules, la première chambre (15) communiquant avec la seconde chambre (16) par un trou (17), et ladite seconde chambre (16) étant en dépression par rapport à la première chambre (15).

9. Utilisation selon la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle comporte un élément de refroidissement (19) de l'intérieur de l'enceinte (10).

10. Procédé de dépôt de nanoparticules utilisant un magnétron (2) sur lequel
 5 est montée une cible munie d'une face source (1a) de nanoparticules, le magnétron (2) générant un champ magnétique formant des lignes de champ au niveau de la face source (1a) des nanoparticules, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'ajustement du champ magnétique consistant à refermer des lignes de champ fuyantes du champ
 10 magnétique et maintenir lesdites lignes refermées au niveau de ladite face source (1a) de nanoparticules, l'ajustement étant réalisé par des moyens d'équilibrage distincts du magnétron de sorte qu'après ajustement le champ magnétique sur la face source (1a) de la cible comporte une valeur minimale $B_{\min}$ et une valeur maximale $B_{\max}$, la dispersion du champ magnétique définie
 15 par la formule $\frac{(|B_{\max}| - |B_{\min}|)}{\frac{(|B_{\max}| + |B_{\min}|)}{2}}$ étant inférieure à 0,5.

1/4

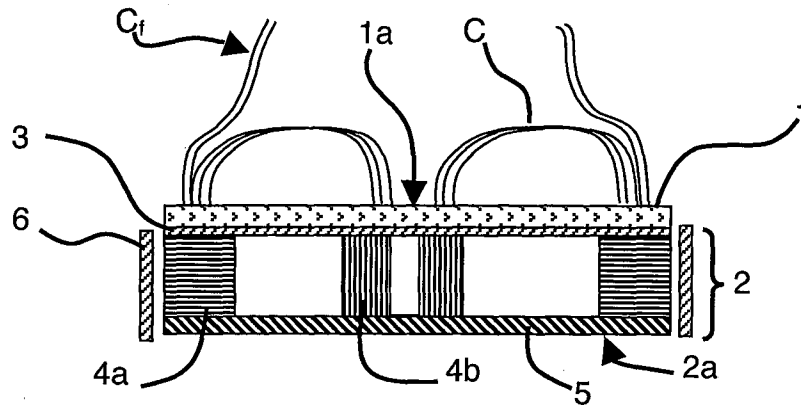


Figure 1 (art antérieur)

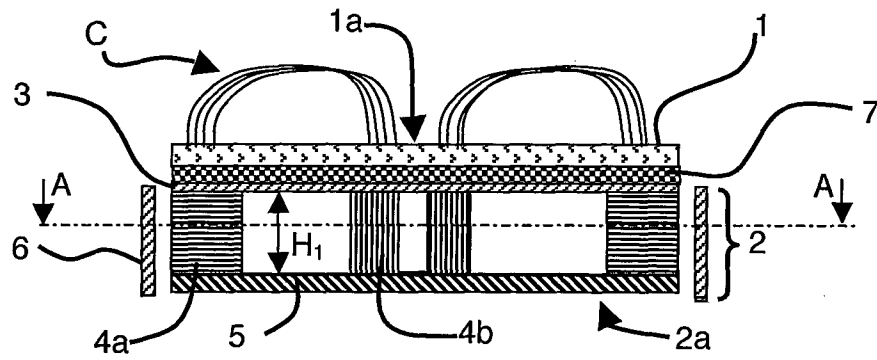


Figure 2

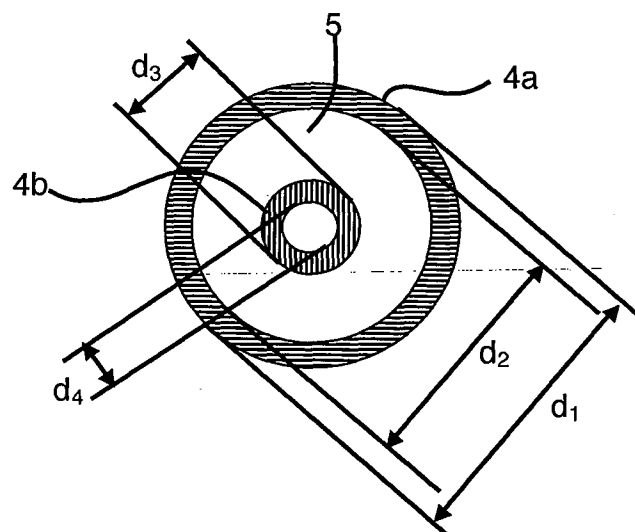


Figure 3

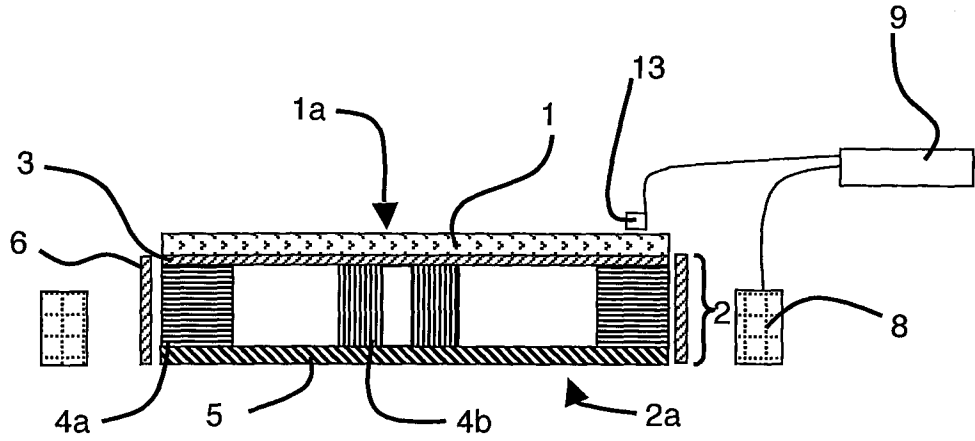


Figure 4

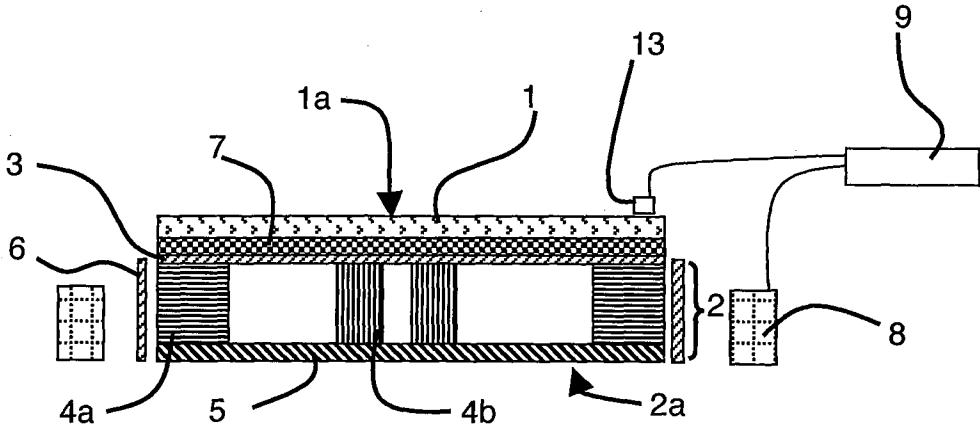


Figure 5

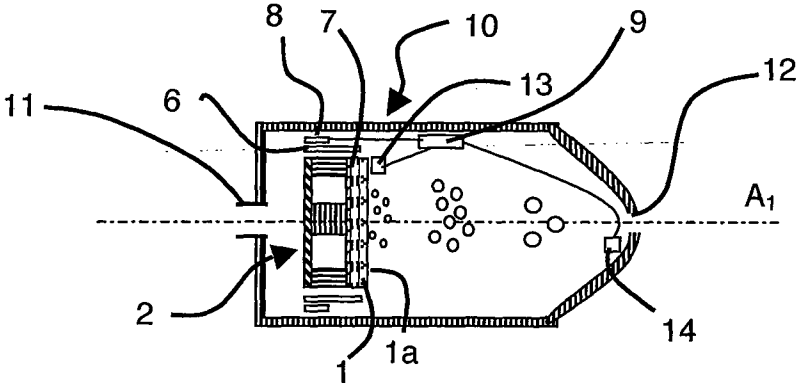


Figure 6

3/4

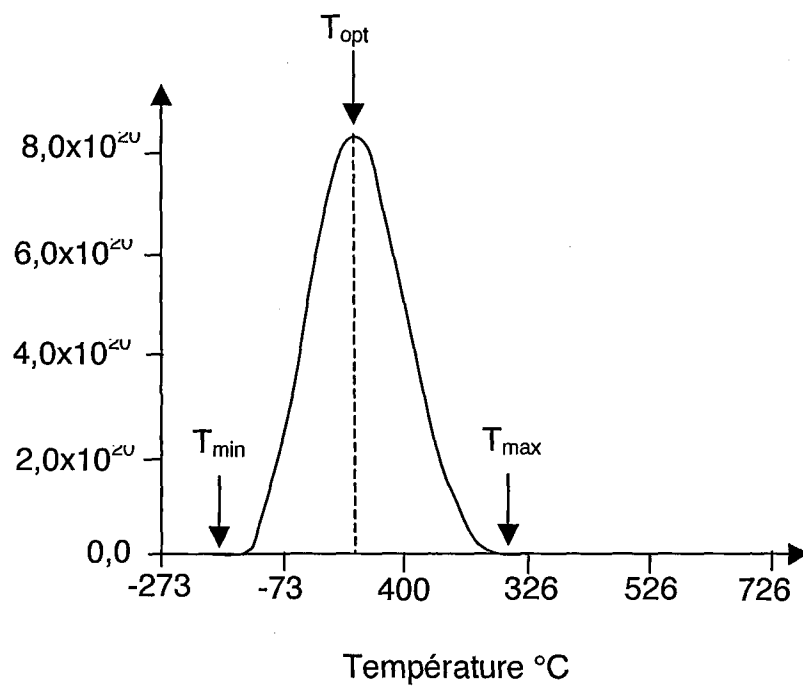


Figure 7

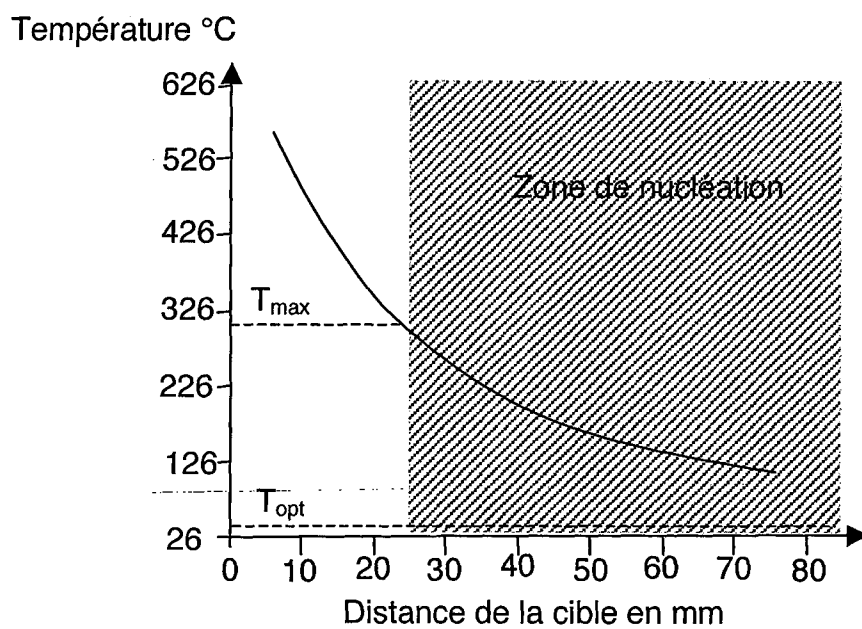


Figure 8

4/4

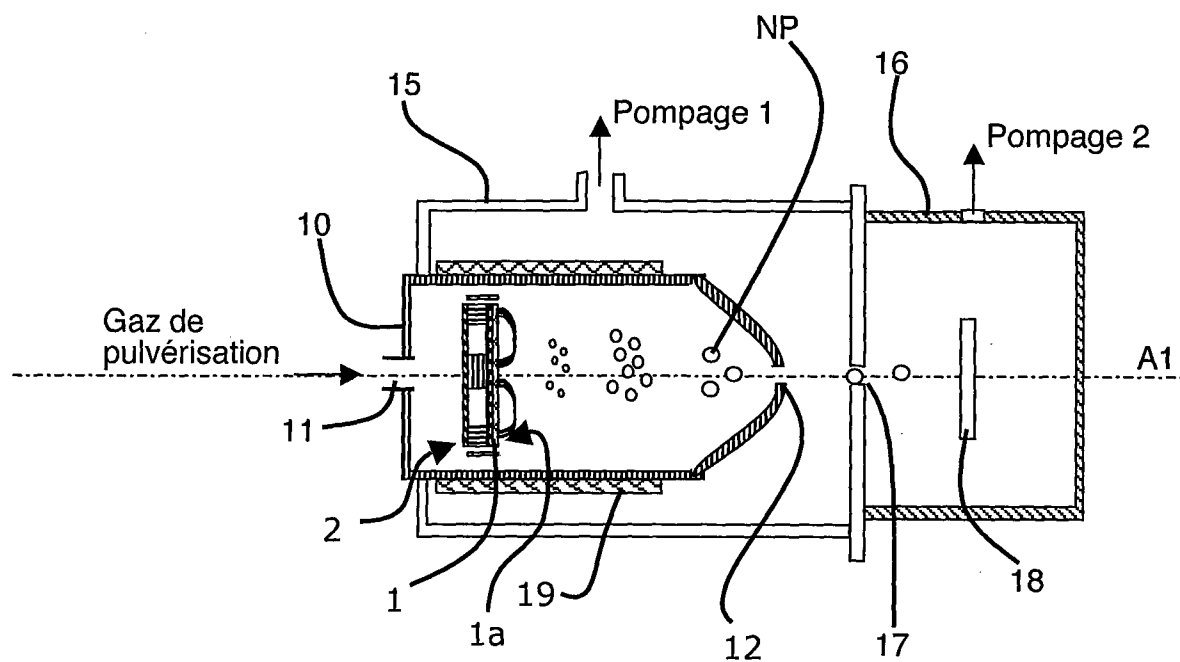


Figure 9

Température mesurée en °C

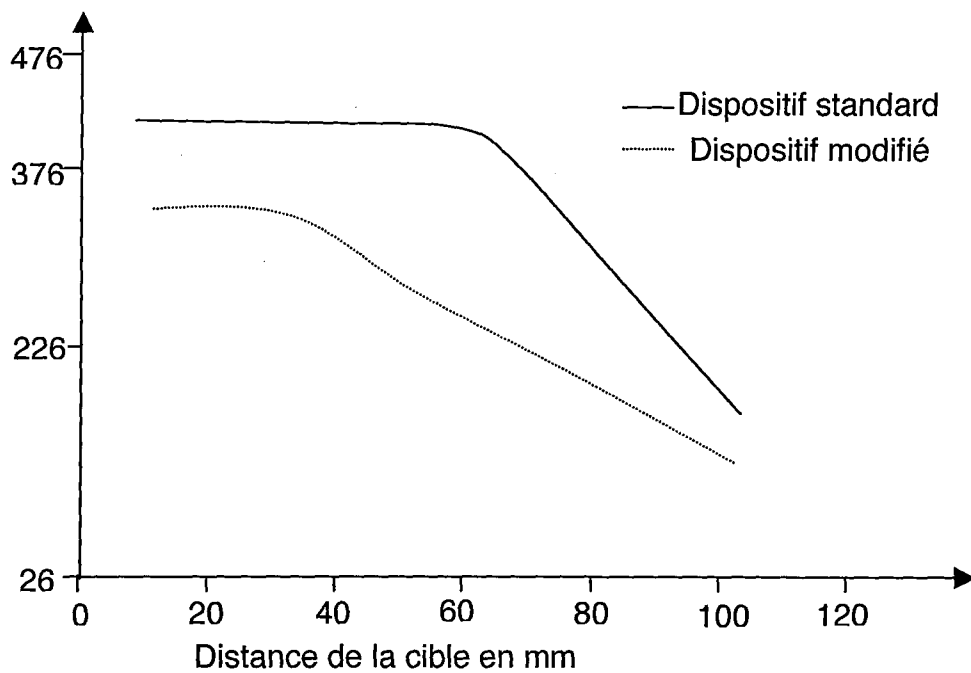


Figure 10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2012/000069

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. H01J37/32 H01J37/34 C23C14/34 C23C14/35 ADD.		
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) H01J C23C		
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 practicable, search terms used) EPO-Internal, INSPEC, 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	US 2007/209927 A1 (KAMEI MASAYUKI [JP] ET AL) 13 September 2007 (2007-09-13)	1-3,5
Y	abstract; figure 5 paragraphs [0001], [0002], [0005], [0006], [0035], [0067] paragraphs [0135] - [0149] ----- -/-	4,6-10
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ 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 application or patent 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 27 April 2012		Date of mailing of the international search report 09/05/2012
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Remy, Jérôme

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2012/000069

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	QUESNEL E ET AL: "Modeling metallic nanoparticle synthesis in a magnetron-based nanocluster source by gas condensation of a sputtered vapor", JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 107, no. 5, 4 March 2010 (2010-03-04), pages 54309-54309, XP012133617, ISSN: 0021-8979, DOI: 10.1063/1.3310420 cited in the application	7-10
A	abstract; figures 1,6 the whole document	1,6
Y	----- JP 62 167877 A (FUJITSU LTD) 24 July 1987 (1987-07-24)	4,6
A	abstract; figure 1 the whole document	1,7-10
A	----- JP 60 013069 A (SANYO ELECTRIC CO) 23 January 1985 (1985-01-23)	1-3,5,7, 8,10
A	abstract; figure 5 the whole document	
A	----- WO 95/12003 A2 (MANLEY BARRY W [US]) 4 May 1995 (1995-05-04) page 11, line 2 - page 12, line 28 page 15, line 11 - page 18, line 18 figures 4-6	1-3,7,8, 10
A	----- US 5 736 019 A (BERNICK MARK A [US]) 7 April 1998 (1998-04-07) abstract; figures 4,6A,6B column 1, lines 4-40 column 9, line 51 - column 11, line 21 column 12, lines 33-61	1,7,8,10
A	----- JP 1 104771 A (ANELVA CORP) 21 April 1989 (1989-04-21) abstract; figures 1,2,5 the whole document	1-3,7,10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2012/000069

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2007209927 A1	13-09-2007	DE 112005001599 T5	31-05-2007
		US 2007209927 A1	13-09-2007
		WO 2006006637 A1	19-01-2006

JP 62167877 A	24-07-1987	NONE	

JP 60013069 A	23-01-1985	NONE	

WO 9512003 A2	04-05-1995	AT 251233 T	15-10-2003
		AU 1829795 A	22-05-1995
		DE 69433208 D1	06-11-2003
		DE 69433208 T2	05-08-2004
		EP 0724652 A1	07-08-1996
		JP H11500490 A	12-01-1999
		WO 9512003 A2	04-05-1995

US 5736019 A	07-04-1998	US 5736019 A	07-04-1998
		US 6171461 B1	09-01-2001

JP 1104771 A	21-04-1989	JP 1104771 A	21-04-1989
		JP 2040942 C	09-04-1996
		JP 7065168 B	12-07-1995

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2012/000069

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. H01J37/32 H01J37/34 C23C14/34 C23C14/35 ADD.		
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) H01J C23C		
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 est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, INSPEC, 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	US 2007/209927 A1 (KAMEI MASAYUKI [JP] ET AL) 13 septembre 2007 (2007-09-13)	1-3,5
Y	abrégé; figure 5 alinéas [0001], [0002], [0005], [0006], [0035], [0067] alinéas [0135] - [0149] ----- -/-	4,6-10
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ 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'appartenant 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'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention 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 27 avril 2012		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 09/05/2012
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Remy, Jérôme

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	QUESNEL E ET AL: "Modeling metallic nanoparticle synthesis in a magnetron-based nanocluster source by gas condensation of a sputtered vapor", JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 107, no. 5, 4 mars 2010 (2010-03-04), pages 54309-54309, XP012133617, ISSN: 0021-8979, DOI: 10.1063/1.3310420 cité dans la demande	7-10
A	abrégé; figures 1,6 le document en entier	1,6
Y	----- JP 62 167877 A (FUJITSU LTD) 24 juillet 1987 (1987-07-24)	4,6
A	abrégé; figure 1 le document en entier	1,7-10
A	----- JP 60 013069 A (SANYO ELECTRIC CO) 23 janvier 1985 (1985-01-23) abrégé; figure 5 le document en entier	1-3,5,7, 8,10
A	----- WO 95/12003 A2 (MANLEY BARRY W [US]) 4 mai 1995 (1995-05-04) page 11, ligne 2 - page 12, ligne 28 page 15, ligne 11 - page 18, ligne 18 figures 4-6	1-3,7,8, 10
A	----- US 5 736 019 A (BERNICK MARK A [US]) 7 avril 1998 (1998-04-07) abrégé; figures 4,6A,6B colonne 1, ligne 4-40 colonne 9, ligne 51 - colonne 11, ligne 21 colonne 12, ligne 33-61	1,7,8,10
A	----- JP 1 104771 A (ANELVA CORP) 21 avril 1989 (1989-04-21) abrégé; figures 1,2,5 le document en entier	1-3,7,10

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2012/000069

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2007209927 A1	13-09-2007	DE 112005001599 T5	31-05-2007
		US 2007209927 A1	13-09-2007
		WO 2006006637 A1	19-01-2006
JP 62167877 A	24-07-1987	AUCUN	
JP 60013069 A	23-01-1985	AUCUN	
WO 9512003 A2	04-05-1995	AT 251233 T	15-10-2003
		AU 1829795 A	22-05-1995
		DE 69433208 D1	06-11-2003
		DE 69433208 T2	05-08-2004
		EP 0724652 A1	07-08-1996
		JP H11500490 A	12-01-1999
		WO 9512003 A2	04-05-1995
US 5736019 A	07-04-1998	US 5736019 A	07-04-1998
		US 6171461 B1	09-01-2001
JP 1104771 A	21-04-1989	JP 1104771 A	21-04-1989
		JP 2040942 C	09-04-1996
		JP 7065168 B	12-07-1995