

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

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

**2 490 832**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 81 16159**

(54) DéTECTEUR à éMISSION secondaire destiné à l'analyse d'échantillons irradiés pour microscopes électro-niques à balayage et microsondes.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). G 01 T 1/28; G 01 N 23/225; H 01 J 37/244, 37/28.

(22) Date de dépôt..... 24 août 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : RFA, 25 août 1980, n° P 30 32 013.9.

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 12 du 26-3-1982.

(71) Déposant : EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT (EURATOM), résidant dans le Grand-Duché  
de Luxembourg.

(72) Invention de : Giancarlo Giacchetti, Jürgen Ränsch et Clive Thomas Walker.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Beau de Loménie,  
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

La présente invention concerne un détecteur à émission secondaire, destiné à l'analyse d'échantillons irradiés pour microscopes électroniques à balayage et microsondes, et comprenant un collecteur d'électrons, un accélérateur d'électrons, un scintillateur, un guide de lumière et un photomultiplicateur disposés suivant un trajet courbe ou coudé.

5 Lorsqu'un détecteur à émission secondaire de type classique est utilisé pour l'observation d'un matériau de haute radioactivité, tel qu'un combustible nucléaire irradié, la surface du scintillateur est détruite en quelques jours. L'impact de rayons  $\gamma$  et de rayons  $\beta$  de haute énergie sur le scintillateur et les dynodes du photomultiplicateur produit en outre un niveau relativement élevé de bruit de fond, qui interdit évidemment l'obtention d'une image précise des électrons secondaires.

On connaît un détecteur à émission secondaire pour microscopes électroniques à balayages blindés et microsondes blindées, dans lequel le scintillateur, le guide de lumière et le photomultiplicateur sont disposés derrière un écran en métal lourd de grande épaisseur, afin de réduire les détériorations par rayonnement, et un tube de guidage d'électrons courbe ou coudé, constitué par des électrodes cylindriques, est utilisé pour diriger les électrons secondaires sur le scintillateur blindé par rapport à l'échantillon. La tension de l'ordre de 10 kV appliquée au scintillateur est utilisée pour séparer le signal des électrons secondaires du bruit de fond. Cette tension de polarisation dévie essentiellement les électrons secondaires de leur trajectoire linéaire et produit leur impact sur le scintillateur.

30 Ce dispositif connu présente trois défauts principaux. Une grande partie du tube de guidage des électrons est exposée aux rayons  $\gamma$  et aux rayons  $\beta$  de grande énergie, qui atteignent les électrodes et produisent des électrons de fluorescence, dont certains au moins amplifient le bruit de fond. En second lieu, le tube de guidage des électrons dirige sur le scintillateur non seulement des électrons secondaires, mais aussi des électrons de fluorescence, avec une énergie inférieure à la tension de polarisation de 10 kV. Le rapport signal/bruit n'est ainsi absolument pas égal à sa valeur optimale possible. Le détecteur risque en outre une forte contamination par des produits volatils de

fission des combustibles nucléaires irradiés, tels que le césium. De telles impuretés provoquent une amplification notable du bruit de fond après une durée de service relativement courte.

L'invention vise à améliorer le dispositif considéré de façon à permettre un emploi plus efficace de microscopes électroniques à balayage ou de microsondes pour l'étude de combustibles nucléaires irradiés, afin d'obtenir finalement un grossissement supérieur d'un ordre de grandeur à sa valeur actuelle. Il convient pour ce faire de trouver et d'utiliser des moyens efficaces pour distinguer le signal des électrons secondaires du bruit de fond. Le scintillateur doit en outre être protégé contre les détériorations par rayonnement, sans réduction de l'intensité du signal des électrons secondaires.

Selon une caractéristique essentielle de l'invention, un spectro-mètre à électrons et une électrode de modulation sont montés entre l'accélérateur d'électrons et le scintillateur, ce qui permet de séparer les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires des électrons de fluorescence.

Selon une autre caractéristique de l'invention, des grilles métalliques sont disposées à l'entrée du collecteur d'électrons et de l'accélérateur d'électrons, afin d'établir un champ électrique régulier qui accélère les électrons et réduit les pertes sur la paroi de l'accélérateur. Les tensions applicables aux électrodes du collecteur et de l'accélérateur d'électrons sont avantageusement ajustables indépendamment l'une de l'autre, afin de pouvoir toujours obtenir le signal d'électrons secondaires le plus intense possible.

Selon une autre caractéristique de l'invention, les parois intérieures du collecteur et de l'accélérateur d'électrons sont munies d'une couche de graphite ayant de préférence une épaisseur d'environ 2 mm.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à l'aide de la description détaillée ci-dessous d'un exemple de réalisation préférentielle, dont la figure unique annexée représente la coupe axiale.

A l'extrémité du détecteur 11 située en regard de l'échantillon se trouvent le collecteur d'électrons 12, puis l'accélérateur d'électrons 13, constitué par un étage antérieur 14 et un étage postérieur 15. Une

grille métallique 16 est disposée à l'extrémité d'entrée du collecteur d'électrons 12. D'autres grilles métalliques 17 et 18 se trouvent à l'entrée du premier étage 14 et du second étage 15 de l'accélérateur. Le boîtier 21 du spectromètre 20 est fixé par bride sur l'extrémité postérieure du boîtier 19 de l'accélérateur d'électrons 13. Le boîtier 21 est de préférence réalisé en alliage léger et protégé contre le rayonnement par un écran 22, disposé suivant la direction axiale du collecteur 12 et de l'accélérateur 13 d'électrons. Le boîtier 21 du spectromètre 20 contient deux groupes successifs de quatre plaques de déviation 23 chacun, qui ne sont pas connectés et auxquels une tension déterminée ajustable peut être appliquée. En aval du spectromètre 20, et entre ce dernier et le scintillateur 24, est disposée une électrode de modulation 25, à laquelle est appliquée une tension d'environ 1,8 kV, de sorte qu'une différence de tension d'environ 10 kV règne entre ladite électrode et le scintillateur 24. Afin de pouvoir atteindre le vide d'environ  $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  torr requis dans le détecteur, une tubulure 26 est prévue au voisinage du spectromètre ou du scintillateur et peut être reliée à une source de vide. Le guide de lumière 27 et le photomultiplicateur 28 se trouvent en aval du scintillateur 24.

Comme le montre la figure unique, l'accélérateur d'électrons 13 se trouve encore dans la paroi du blindage 29 de l'appareillage, tandis que le spectromètre électronique 20, le scintillateur 24, le guide de lumière 27 et le photomultiplicateur 28 sont montés à l'extérieur de ce blindage, où l'intensité du rayonnement est très faible.

Le détecteur à émission secondaire selon l'invention présente les principaux avantages suivants.

1. Il permet une résolution extrêmement élevée, supérieure à 200 Å, de l'image des électrons secondaires d'un matériau de haute radioactivité, ayant par exemple une activité  $\gamma$  d'environ 0,5 Ci et une activité  $\beta$  d'environ 1,0 Ci; une telle résolution représente une amélioration notable de la qualité de telles images. Ce résultat est dû à l'emploi d'un courant de faisceau relativement faible, d'environ 50-100 pA, obtenu grâce au rapport du signal électronique intense aux faibles niveaux de bruit optimisé par le spectromètre électronique prévu.

2. La possibilité de réglage de la tension appliquée aux plaques de déviation du spectromètre permet de produire des images d'un matériau inactif ou radioactif, y compris à l'aide d'électrons réfléchis.
- 5 3. Une vitesse élevée des électrons est réalisable, car le vide dans le spectromètre peut être maintenu au-dessous de  $10^{-5}$  torr.
4. Les principaux composants du détecteur étant montés à l'extérieur du blindage de l'appareil et à une distance suffisante de l'échantillon, le scintillateur et le photomultiplicateur sont protégés non seulement du rayonnement, mais aussi de la contamination par des particules volatiles, libérées par le combustible nucléaire irradié.

10 Bien entendu, diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art au principe et aux dispositifs qui viennent d'être 15 décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs, sans sortir du cadre de l'invention.

## Revendications

1. Détecteur à émission secondaire, destiné à l'analyse d'échantillons irradiés pour microscopes électroniques à balayage et microsondes, et comprenant un collecteur d'électrons, un accélérateur d'électrons, 5 un scintillateur, un guide de lumière et un photomultiplicateur disposés suivant un trajet courbe ou coudé, ledit détecteur étant caractérisé par le montage d'un spectromètre (20) et d'une électrode de modulation (25) entre l'accélérateur d'électrons (13) et le scintillateur (24).
- 10 2. Détecteur à émission secondaire selon revendication 1, caractérisé en ce que le spectromètre électronique (20) comporte au moins quatre, et de préférence huit plaques de déviation (23), disposées en deux groupes successifs de quatre, et auxquelles sont appliquées des tensions ajustables indépendamment les unes des autres.
- 15 3. Détecteur à émission secondaire selon revendication 2, caractérisé en ce que les plaques de déviation (23) du spectromètre (20) sont réalisées dans un matériau réduisant la production d'électrons de fluorescence, et en particulier en graphite.
- 20 4. Détecteur à émission secondaire selon une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'une grille métallique (16, 17, 18) est disposée à l'entrée du collecteur d'électrons (12) et des divers étages (14, 15) de l'accélérateur d'électrons (13); et la tension d'accélération appliquée au collecteur d'électrons ainsi que les tensions appliquées aux électrodes de l'accélérateur (13) sont ajustables 25 indépendamment les unes des autres.
- 25 5. Détecteur à émission secondaire selon une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisé en ce que les parois intérieures du collecteur (12) et accélérateur (13) d'électrons sont munies d'une couche de graphite ayant de préférence une épaisseur d'environ 2 mm.
- 30 6. Détecteur à émission secondaire selon une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le montage du spectromètre électronique (20), du scintillateur (24), du guide de lumière (27) et du photomultiplicateur (28) à l'extérieur du blindage (29) de l'appareil.

