

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
5 juillet 2007 (05.07.2007)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2007/074166 A1

(51) Classification internationale des brevets :
G01B 15/02 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2006/070248

(22) Date de dépôt international :
28 décembre 2006 (28.12.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0554131 29 décembre 2005 (29.12.2005) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **COM-
MISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** [FR/FR]; 25
Rue Leblanc, Immeuble "le Ponant D", F-75015 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **CHAM-
BELLAN, Dominique** [FR/FR]; 21, Rue Saint Sym-
phorien, F-78000 Versailles (FR). **BRISSET, Patrick**
[FR/FR]; 2, Résidence Le Grimpé, F-91140 Ville-
bon-sur-yvette (FR). **LEGOUPIL, Samuel** [FR/FR];
29, Rue Boussingault, F-75013 Paris (FR). **SANNIE,
Guillaume** [FR/FR]; 4, Rue D'alembert, F-92130 Issy
Les Moulineaux (FR). **SCHWENDENMANN, Grégory**
[FR/FR]; 14, Rue Du Calvaire, F-25270 Arc Sous Mon-
tenot (FR).

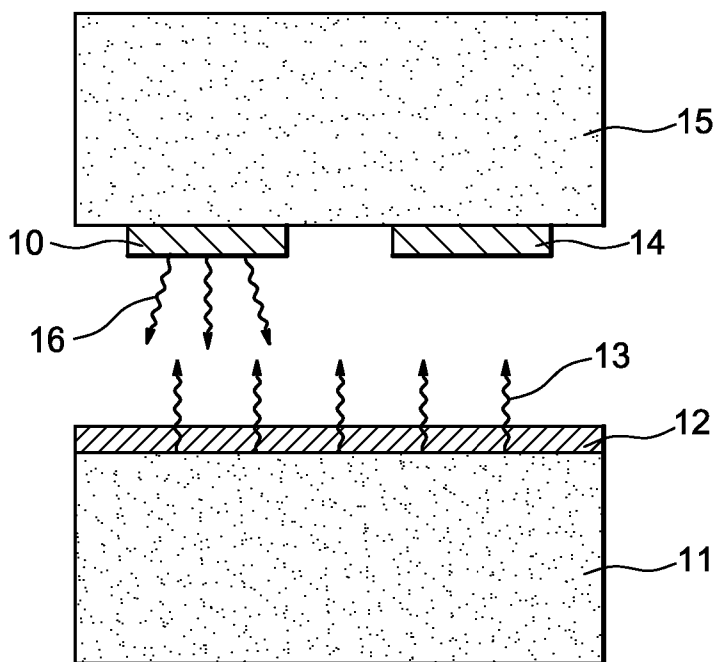
(74) Mandataire : **POULIN, Gérard**; BREVATOME, 3, Rue
Du Docteur Lancereaux, F-75008 Paris (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: MEASUREMENT OF THE THICKNESS OF (A) FILM(S) PRESENT AS A THIN LAYER ON A SAMPLE SUP-
PORT

(54) Titre : MESURE D'ÉPAISSEUR DE FILM(S) PRESENT(S) EN COUCHE MINCE SUR UN SUPPORT ÉCHANTILLON



(57) Abstract: The invention relates to a device for measuring the thickness of at least one thin layer (12) supported on a sample support (11) with an element composition different from that of the at least one thin layer. Said device comprises an ionising radiation source (10) causing the emission of photons by the X fluorescence of the sample support, an X photon detector (14), detecting the X fluorescence (13) emitted by the sample support, characterised in comprising comparison means for comparing the value of the X fluorescence signal detected by the detector (14) with standard values such as to be able to deduce the thickness of the at least one thin layer (12) from the number of X photons detected. The invention further relates to a method of measurement using said device.

(57) Abrégé : L'invention concerne un dispositif de mesure de l'épaisseur d'au moins une couche mince (12) supportée par un support échantillon (11) de composition élémentaire différente de celle

de la au moins une couche mince. Ce dispositif comprend une source (10) de rayonnements ionisants, qui provoque l'émission de photons par fluorescence X du support échantillon, et un détecteur (14) de photons X, qui détecte la fluorescence X (13) émise par le support échantillon, et est caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de comparaison pour comparer la valeur du signal de fluorescence X détecté par le détecteur (14) avec des valeurs étalons, de manière à déduire, à partir du nombre de photons X détectés, l'épaisseur de la au moins une couche

[Suite sur la page suivante]

WO 2007/074166 A1



AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

(84) **États désignés** (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

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

**MESURE D'ÉPAISSEUR DE FILM(S)
PRÉSENT(S) EN COUCHE MINCE SUR UN SUPPORT ÉCHANTILLON**

DESCRIPTION

5 DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne un dispositif de mesure de l'épaisseur d'au moins un film présent en couche mince sur un support échantillon, ainsi que le procédé de mesure utilisant ce dispositif.

10

ÉTAT DE LA TECHNIQUE ANTÉRIEURE

Les films déposés sous forme de couches minces, également dénommés couches minces, sont utilisés dans de nombreuses utilisations (par exemple pour la fonctionnalisation de surface afin de limiter le frottement ou protéger une surface, pour réaliser des films de démoulage sur des tôles en métallurgie ou sur des coffrages pour béton...), où il est important de connaître avec précision l'épaisseur du film déposé.

20 On entend par couche mince une couche dont l'épaisseur est inférieure à quelques centaines de micromètres.

De nombreuses méthodes permettent de mesurer l'épaisseur d'une couche mince. Par exemple, on peut utiliser la méthode de la pesée où l'on mesure la différence de masse entre le support nu et le support comportant la couche mince. Connaissant la surface et la masse du support utilisé, ainsi que la masse volumique de la couche mince, il est possible de connaître l'épaisseur de la couche mince appliquée sur

30

le support. Il suffit de diviser la différence entre la masse mesurée après application de la couche mince et celle du support nu par le produit de la surface du support et de la masse volumique de la couche mince.

5 Cependant, cette méthode présente de nombreux inconvénients.

Tout d'abord, cette méthode ne peut être réalisée qu'en laboratoire, car elle requiert des balances de haute précision. Une telle mesure en
10 laboratoire peut difficilement être utilisée pour effectuer des contrôles en ligne sur une chaîne de production.

Par ailleurs, la masse mesurée du support supportant la couche mince est sujette à des variations car la couche mince, théoriquement appliquée uniquement
15 sur la surface du support, peut se déposer ou couler sur les bords et au dessous du support, faussant ainsi la mesure et n'étant alors plus représentative de l'épaisseur de la couche mince sur la surface étudiée
20 du support.

Une deuxième technique consiste à utiliser un dispositif appelé « jauge de mesure d'épaisseur de film humide ». Il s'agit d'un peigne de mesure présentant, entre deux pieds d'embase, des dents de
25 différentes longueurs classées par ordre croissant. Pour mesurer l'épaisseur d'un film humide présent sur un support, on dispose la jauge perpendiculairement au support, les deux pieds d'embase étant en contact avec le support. La mesure de l'épaisseur du film humide se
30 fait en localisant la dent humide (c'est-à-dire la dent qui est juste en contact avec le film humide) et la

dent adjacente sèche. L'épaisseur du film humide se situe ainsi entre les valeurs de la dent humide et de la dent sèche adjacente. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle est assez imprécise ; en effet, elle permet d'évaluer une épaisseur en donnant son ordre de grandeur, mais pas de la quantifier avec précision. De plus, cette méthode ne peut s'appliquer que sur un film humide (type peinture, huile, etc...). De plus, elle peut permettre d'obtenir un ordre de grandeur de l'épaisseur d'un film sec qu'à condition de connaître la valeur de retrait du film lors du séchage.

Il existe des techniques permettant de mesurer l'épaisseur et/ou la composition d'une couche mince présente sur un substrat par mesure de la fluorescence X induite dans la couche mince que l'on cherche à mesurer. Ces méthodes se basent sur la mesure de pics de fluorescence correspondant à des éléments présents dans la couche, et permettent de déduire, à partir de l'intensité de ces pics, l'épaisseur et/ou la composition des couches. Afin de détecter un signal de la fluorescence induite dans la couche à l'aide de ces méthodes, il est nécessaire que le signal de fluorescence ait une intensité suffisante ; ces méthodes peuvent donc fonctionner pour des couches relativement épaisses (ayant une épaisseur supérieure à 5 à 100 micromètres) et/ou contenant des éléments générant des pics de fluorescence importants. Cependant, ces méthodes ne fonctionnent pas pour des couches ayant une épaisseur très fine et notamment pour des couches organiques.

EXPOSÉ DE L'INVENTION

Le but de l'invention est donc d'obtenir un procédé de mesure, ainsi qu'un dispositif de mesure permettant d'obtenir une mesure précise de l'épaisseur d'au moins une couche mince présente sur la surface d'un support, et de manière non intrusive pour le support.

Ce but est atteint par un dispositif de mesure de l'épaisseur d'au moins une couche mince supportée par un support échantillon, le support échantillon étant en un matériau de composition élémentaire différente de celle de la au moins une couche mince, ledit dispositif comprenant :

- une source de rayonnements ionisants, qui provoque l'émission de photons par fluorescence X du support échantillon, et

- un détecteur de photons X, qui détecte la fluorescence X émise par le support échantillon,

ledit dispositif étant caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de comparaison pour comparer la valeur du signal de fluorescence X détecté par le détecteur avec des valeurs étalons, de manière à déduire, à partir de la valeur de la fluorescence X détectée, l'épaisseur de la au moins une couche mince.

Les valeurs étalons peuvent consister en une courbe d'étalonnage. Les moyens de comparaison peuvent par exemple être un appareil de traitement qui va comparer la quantité de photons émis par fluorescence X avec les valeurs étalons de fluorescence X enregistrées dans une base de données. On travaillera

alors avec une fonction d'étalonnage, puis par interpolation.

Il est essentiel que le support échantillon soit en un matériau de composition élémentaire (c'est-à-dire en éléments du tableau de Mendeleiev) différente de celle de la au moins une couche mince. Il est en effet nécessaire que la couche mince considérée ne soit pas de composition élémentaire similaire au support, de manière à ne pas être perturbé par la fluorescence X provenant de la couche mince.

La méthode selon l'invention repose sur l'utilisation des propriétés d'atténuation des rayonnements ionisants. Lorsqu'on bombarde un matériau métallique avec des rayonnements ionisants, le matériau réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X (photons X). Or, les rayonnements ionisants ne sont pas très pénétrants et sont donc freinés dès leur pénétration dans la matière. Selon la figure 1, si l'on place un film en couche mince 2 sur un support 1 métallique, les rayonnements ionisants vont donc être atténués par le film. Le film 2 est généralement constitué par des éléments légers non métalliques (plastiques, huile, peinture...) et n'émet donc pas de photons X dans la bande d'énergie du support. Du fait de la présence du film en couche mince, le nombre de particules ionisantes qui atteignent le substrat est plus faible et entraîne une émission 3 de photons X réduite dans la même proportion. Les photons X émis par le support 1 traversent le film 2 et sont détectés par le détecteur 4 situé au dessus du support 1. La mesure des photons X se fait donc en mesurant le flux de

photons X atteignant le détecteur, sachant que ce flux est directement dépendant de l'atténuation des particules ionisantes dans le film. Selon l'épaisseur du film, on obtiendra donc une mesure de photons X
5 différente.

On précise que dans le cas où on aurait plusieurs couches minces, le dispositif permet de mesurer l'épaisseur totale des couches minces présentes sur le support échantillon.

10 Avantageusement, le dispositif selon l'invention est caractérisé en ce que la source et le détecteur sont disposés sur un même support, distinct du support échantillon sur lequel est disposée ladite au moins une couche mince, ledit support étant placé en
15 vis-à-vis de ladite au moins une couche mince de manière à ce que les rayonnements ionisants émis par la source atteignent le support échantillon en traversant ladite au moins une couche mince.

Un des avantages du dispositif selon
20 l'invention est qu'il permet d'effectuer une mesure d'un film déjà présent sur un support, sans avoir à irradier le support et ensuite à déposer le film.

Avantageusement, le détecteur de photons émis par fluorescence X est disposé coaxialement à la
25 source de rayonnements ionisants. Cela permet de maximiser le signal de fluorescence X reçu par le détecteur.

En ce qui concerne le choix du détecteur, tout détecteur de photons X peut convenir.
30 Avantageusement, le détecteur est choisi parmi une diode silicium (« Silicon Drift Detector » en anglais

ou SDD), un scintillateur NaI avec fenêtre en Béryllium ou un détecteur en Tellure de Cadmium (CdTe). Il convient cependant de choisir le détecteur en fonction de la fluorescence X émise par le support échantillon.

5 En ce qui concerne le support échantillon, le matériau du support échantillon comprend avantageusement au moins un élément de numéro atomique supérieur ou égal à 11 (sodium), par exemple pour une utilisation dans l'air. Plus préférentiellement,
10 l'élément de numéro atomique supérieur ou égal à 11 est un constituant majoritaire du matériau du support échantillon.

 Avantageusement, le matériau du support échantillon est du béton.

15 Avantageusement, le matériau du support échantillon comporte un métal ou un alliage métallique.

 Avantageusement, ladite au moins une couche mince est un film métallique ou organique, par exemple du plastique, de l'huile, de la peinture ou du PTFE.

20 Avantageusement, ladite au moins une couche mince a une épaisseur comprise entre 1/100 de micromètre et 1 micromètre.

 Selon une première variante, les rayonnements ionisants sont des rayonnements alpha.

25 Avantageusement, la source de rayonnements alpha est du Polonium 210.

 Selon une deuxième variante, les rayonnements ionisants sont des rayonnements bêta, de photons X ou d'électrons.

30 Avantageusement, la source de rayonnements bêta est du Krypton 85.

L'invention concerne également un procédé de mesure de l'épaisseur d'au moins une couche mince supportée par un support échantillon, en détectant la fluorescence X émise par le support échantillon, caractérisé en ce que le procédé comprend les étapes suivantes :

- approcher, à une distance déterminée de la face du support échantillon comportant la au moins une couche mince, la face d'un support comportant :

10 - une source de rayonnements ionisants destinée à exciter le support échantillon de sorte qu'il émette des photons par fluorescence X, et

 - un détecteur pour détecter les photons X émis par le support échantillon,

15 la face dudit support comportant la source et le détecteur étant placée en vis-à-vis de la au moins une couche mince de manière à ce que les rayonnements ionisants produits par la source atteignent le support échantillon en traversant la au moins une couche mince,

20 - quantifier la quantité de photons X émis par le support échantillon pendant une durée déterminée,

 - comparer cette quantité de photons X avec des valeurs étalons présentant la valeur de fluorescence X d'un support échantillon de référence supportant une épaisseur donnée d'une couche mince de référence.

25 L'étape de comparaison peut se faire par exemple à l'aide d'une courbe d'étalonnage fonction des mesures de photons X émis par un support échantillon de référence supportant une épaisseur donnée d'une couche mince de référence, le support échantillon de référence et la couche mince de référence ayant la même

composition élémentaire que le support échantillon et la au moins une couche mince utilisés, respectivement.

Avantageusement, l'étape d'approche à une distance déterminée se fait pour une distance constante et identique à la distance utilisée pour l'étalonnage, c'est-à-dire sans contact entre la face du support comportant la source et le détecteur, et la face du support échantillon comportant la au moins une couche mince. Des variations de distances de travail peuvent introduire des erreurs de mesures importantes du fait de l'absorption des rayonnements ionisants dans l'air. Par ailleurs, l'absence de contact évite un nettoyage de la source.

De préférence, la source et le détecteur sont placés sous incidence quasi normale par rapport à la surface de l'échantillon.

Avantageusement, les valeurs étalons sont obtenues à partir de feuilles de Mylar d'épaisseurs connues.

20 BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

L'invention sera mieux comprise et d'autres avantages et particularités apparaîtront à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple non limitatif, accompagnée des dessins annexés parmi lesquels :

- la figure 1, déjà décrite précédemment, représente un dispositif de mesure selon un mode de réalisation de l'invention, selon une vue en coupe latérale,

- la figure 2 représente un dispositif de mesure selon un autre mode de réalisation de l'invention, selon une vue en coupe latérale.

Notons que les dessins ne sont pas à l'échelle. En particulier, la couche mince présente à la surface du support d'échantillon est dans la réalité extrêmement fine par rapport à l'épaisseur du support échantillon.

EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS

Nous allons décrire en particulier le mode de réalisation dans laquelle la source et le détecteur utilisés sont placés dans un même support distinct du support comportant le film à mesurer. La source émet des rayonnements alpha ou bêta, de photons X ou d'électrons. Elle est par exemple fixée sur le support, tout autour du détecteur afin de maximiser le signal de fluorescence X reçu par le détecteur. Lorsque l'on bombarde de la matière (ici le support échantillon) avec des rayonnements ionisants, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X. La présence d'un film sur le support échantillon a pour effet d'atténuer l'intensité du faisceau de particules ou rayonnements ionisants. Le nombre de particules atteignant le support échantillon est par conséquent diminué d'autant, tout comme le nombre de photons X ($N_{(X)}$) comptabilisés par le détecteur. De manière plus détaillée, le faisceau de particules alpha ou bêta, de photons X ou d'électrons émis en direction du support échantillon comportant le film à mesurer va être atténué par le film avant de

pénétrer dans le support échantillon. Puis les particules alpha (ou bêta ou X) vont ioniser les atomes du support échantillon avant d'être arrêtées. Les atomes ionisés vont chercher à revenir à l'état d'équilibre en récupérant des électrons dans le milieu environnant. Cette opération s'accompagne d'une émission de photons (rayonnements X) que l'on mesure avec le détecteur. Le détecteur utilisé doit permettre de mesurer les photons dans une gamme d'énergie comprenant l'énergie de fluorescence du support échantillon. La mesure de la quantité de photons émis par fluorescence X peut être spectroscopique, c'est-à-dire qu'on mesure toutes les longueurs d'onde de fluorescence X émise par le support échantillon, ou intégrée sur une fenêtre de largeur spectrale prédéfinie, lorsqu'on mesure la fluorescence d'un élément chimique particulier qui émet à une longueur d'onde déterminée. Pour avoir une source de rayonnements alpha, on peut utiliser du Polonium 210 par exemple ; pour une source de rayonnements bêta, on utilisera par exemple du Krypton 85. Comme détecteur, on peut utiliser une diode Silicium. Pour le film, on peut utiliser du PTFE (téflon) ou de l'huile, et pour le support, de l'acier. De préférence, on prend comme support échantillon un substrat dont la surface plane va pouvoir recevoir le film dont on veut mesurer l'épaisseur. On a représenté sur la figure 2 le dispositif de mesure selon l'invention. On approche la face d'un support 15, comprenant une source 10 de rayonnements ionisants 16 et un détecteur 14 de fluorescence X, de la face d'un support échantillon 11

comprenant une couche mince 12. Les rayonnements ionisants 16 émis par la source 10 atteignent le support échantillon 11 et le support échantillon 11 réémet de la fluorescence X 13, qui traverse la couche mince 12, et est détectée par le détecteur 14.

Pour déduire la valeur de l'épaisseur de la couche mince 12 ou du film, on utilise la relation existant entre l'épaisseur de film (d) présente sur le support échantillon et traversée par les rayonnements ionisants (rayonnements alpha ou bêta), et la quantité $N_{(x)}$ de photons de fluorescence X détectée.

$$N_{(x)} = N_0 \cdot \exp(-\mu d)$$

avec N_0 : support échantillon sans film,
et μ : coefficient d'absorption du film.

Cette quantité $N_{(x)}$ est une exponentielle du premier ordre décroissante en fonction de d. Selon cette relation, plus l'épaisseur de la couche mince est grande, plus la quantité de fluorescence X détectée est faible. La courbe obtenue peut dépendre également de la composition élémentaire du support échantillon utilisé, ainsi que de la composition élémentaire de la couche mince. On a donc généralement une courbe spécifique à chaque couple « film sur support échantillon » utilisé (si les rayonnements ionisants sont des rayonnements alpha, la courbe ne dépendra que de la composition du support échantillon).

Un étalonnage préalable par une autre méthode précise de mesure d'un même couple « film sur support échantillon » (par exemple des mesures par pesée) permet d'établir la loi de comportement reliant

l'épaisseur du film à la quantité de photons de fluorescence détectés.

La méthode selon l'invention est une méthode non destructrice et non intrusive ; elle permet
5 de réaliser des mesures in situ de manière très précise (c'est-à-dire à mieux que 1%) de couches très minces, c'est-à-dire dont l'épaisseur est comprise typiquement entre 1/100 micromètre et 1 micromètre.

Pour illustrer l'utilisation du dispositif
10 et du procédé de mesure selon l'invention, nous avons effectué la mesure de l'épaisseur d'un film d'huile de décoffrage apposé sur un coffrage (paroi métallique destinée à servir de moule lors du coulage de béton). Cette huile a pour premier rôle de limiter l'adhérence
15 entre la paroi et le béton une fois durci. Elle facilite également le décoffrage (retrait du moule). Il est également connu que la nature et la composition des huiles utilisées sur les chantiers de génie civil ont d'autres effets sur le béton et notamment une forte
20 influence sur l'aspect du béton. Pour déterminer l'influence des huiles sur le béton, il est donc nécessaire de caractériser ces huiles, et notamment de déterminer quelles caractéristiques du béton sont obtenues pour une épaisseur donnée d'huile présente sur
25 le support échantillon (le moule). La précision obtenue pour les mesures permet d'établir des corrélations réalistes entre l'huile, les paramètres physico-chimiques de l'huile et les réactions physico-chimiques entre l'huile et le béton frais.

On a donc mesuré l'épaisseur d'un film de plusieurs huiles différentes déposées sur une plaque en acier.

Pour cela, on a suivi le mode opératoire
5 suivant. Tout d'abord, on vérifie la calibration du détecteur en énergie. Comme nous l'avons vu précédemment, le détecteur doit pouvoir détecter la fluorescence X provenant du support échantillon. Le choix du détecteur se fait donc en fonction de la
10 composition du support échantillon utilisé. Pour l'étalonnage du dispositif, on utilise une propriété des rayonnements alpha. En effet, comme l'atténuation des rayonnements alpha est peut sensible au numéro atomique de l'absorbant, seule la masse surfacique est
15 importante. Ceci permet de réaliser l'étalonnage de la jauge (terme technique désignant un ensemble de mesures permettant de mesurer un paramètre physique) en utilisant du mylar, qui existe en feuilles minces (de l'ordre du micromètre) et qui est un excellent
20 équivalent à l'huile. Puis on place le support échantillon comportant la couche mince à mesurer à une distance d'environ 5 mm du dispositif de mesure. On enregistre le signal de fluorescence X (quantité de photons de fluorescence X) émis par le support
25 échantillon pendant une durée suffisante (quelques secondes, par exemple 10 secondes) et on intègre le signal sur une bande d'énergie (c'est l'énergie de fluorescence qui permet de différencier la fluorescence provenant de la couche mince de celle provenant du
30 support échantillon). Enfin, on ramène cette mesure de photons X émis à une épaisseur : à partir de la

quantité de photons de fluorescence X émis par le support échantillon, on est capable de connaître la valeur de l'épaisseur du film d'huile présent sur la plaque d'acier.

5 Les résultats montrent que le dispositif et le procédé selon l'invention permettent d'obtenir des valeurs très précises, de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, de l'épaisseur du film d'huile présent sur le support échantillon en acier, quelque soit le
10 type d'huile utilisé.

Le dispositif et le procédé selon l'invention permettent de mesurer avec précision les épaisseurs de films très minces constitués par exemple d'éléments légers tels que des plastiques, des
15 hydrocarbures, des films organiques à base de carbone et/ou d'hydrogène. Les valeurs des épaisseurs sont obtenues de manière non intrusive, non destructrice et rapidement. De plus, les mesures sont réalisées in situ.

20 Le dispositif et le procédé de mesure selon l'invention permettent de mesurer de nombreux films sur une grande variété de supports. On peut ainsi effectuer par exemple la mesure d'épaisseur de peinture sur les carrosseries automobiles, des épaisseurs de graisse sur
25 les éléments métalliques sortant des chaînes de laminage dans les industries métallurgiques... Le dispositif et le procédé de mesure peuvent également s'appliquer à la mesure d'épaisseur de films d'Or (inférieure à 1 micromètre) présents sur un support.

30 De manière générale, le dispositif et le procédé selon l'invention permettent de mesurer

l'épaisseur de films minces organiques, métalliques ou autres présents sur un support échantillon de composition élémentaire différente de celui du film.

On peut utiliser des rayonnements alpha
5 comme on l'a vu ci-dessus, mais on peut également utiliser des rayonnements bêta, gamma, X ou d'électrons. En utilisant des rayonnements bêta, gamma ou X, on n'est pas limité par le numéro atomique du constituant majoritaire du support échantillon
10 comportant le film. En effet, du point de vue du rendement de fluorescence, les rayons alpha excitent bien les éléments de faible numéro atomique, tandis que les rayons X excitent plutôt les éléments de numéro atomique élevé, les rayons bêta ayant un rendement se
15 situant entre les rayons alpha et X. Par conséquent, ce qui est important, c'est la masse surfacique de la couche mince, c'est-à-dire le produit de l'épaisseur par la densité de la couche. Ainsi, pour les couches ayant une masse surfacique inférieure à 20 g/m^2 , on
20 utilisera de préférence des rayons alpha, tandis que pour une masse surfacique inférieure à 2000 g/m^2 , on pourra utiliser des rayons bêta. C'est ainsi que pour mesurer des films d'épaisseurs inférieures ou égales à 20 micromètres, on utilise de préférence des
25 rayonnements alpha, qui permettent d'obtenir une très bonne sensibilité lors de mesures d'épaisseurs inférieures à 1 micromètre.

REVENDICATIONS

1. Dispositif de mesure de l'épaisseur d'au moins une couche mince (2, 12) supportée par un support échantillon (1, 11), le support échantillon (1, 11) étant en un matériau de composition élémentaire différente de celle de la au moins une couche mince (2, 12), ledit dispositif comprenant :

- une source (10) de rayonnements ionisants (16), qui provoque l'émission de photons par fluorescence X (3, 13) du support échantillon (1, 11), et
- un détecteur (4, 14) de photons X, qui détecte la fluorescence X (3, 13) émise par le support échantillon (1, 11),

ledit dispositif étant caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de comparaison pour comparer la valeur du signal de fluorescence X détecté par le détecteur (4, 14) avec des valeurs étalons, de manière à déduire, à partir du nombre de photons X détectés, l'épaisseur de la au moins une couche mince (2, 12).

2. Dispositif de mesure selon la revendication 1, caractérisé en ce que la source (10) et le détecteur (14) sont disposés sur un même support (15), distinct du support échantillon (11) sur lequel est disposée ladite au moins une couche mince (12), ledit support (15) étant placé en vis-à-vis de ladite au moins une couche mince (12) de manière à ce que les rayonnements ionisants (16) émis par la source (10) atteignent le support échantillon (11) en traversant ladite au moins une couche mince (12).

3. Dispositif de mesure selon la revendication 2, caractérisé en ce que le détecteur (14) de photons émis par fluorescence X est disposé coaxialement à la source (10) de rayonnements ionisants.

4. Dispositif de mesure selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le détecteur (4, 14) est choisi parmi une diode silicium (Silicon Drift Detector), un scintillateur NaI ou un détecteur CdTe.

5. Dispositif de mesure selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau du support échantillon (1, 11) comprend au moins un élément de numéro atomique supérieur ou égal à 11 (sodium).

6. Dispositif de mesure selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le matériau du support échantillon (1, 11) est du béton.

7. Dispositif de mesure selon la revendication 5, caractérisé en ce que le matériau du support échantillon (1, 11) comporte un métal ou un alliage métallique.

8. Dispositif de mesure selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite au moins une couche mince (2, 12) est un film métallique ou organique.

9. Dispositif de mesure selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite au moins une couche mince (2, 12) a
5 une épaisseur comprise entre 1/100 de micromètre et 1 micromètre.

10. Dispositif de mesure selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé
10 en ce que les rayonnements ionisants (16) sont des rayonnements alpha.

11. Dispositif de mesure selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la
15 source de rayonnements alpha est du Polonium 210.

12. Dispositif de mesure selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que les rayonnements ionisants (16) sont des
20 rayonnements bêta, de photons X ou d'électrons.

13. Dispositif de mesure selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la source de rayonnements bêta est du Krypton 85.

25

14. Procédé de mesure de l'épaisseur d'au moins une couche mince (12) supportée par un support échantillon (11), en détectant la fluorescence X (13) émise par le support échantillon, caractérisé en ce que
30 le procédé comprend les étapes suivantes :

- approcher, à une distance déterminée de la face du support échantillon (11) comportant la au moins une couche mince, la face d'un support (15) comportant :
 - une source (10) de rayonnements ionisants
- 5 (16) destinée à exciter le support échantillon de sorte qu'il émette des photons par fluorescence X (13), et
 - un détecteur (14) pour détecter les photons X émis par le support échantillon,
- la face dudit support (15) comportant la source (10) et
- 10 le détecteur (14) étant placée en vis-à-vis de la au moins une couche mince (12) de manière à ce que les rayonnements ionisants (16) produits par la source (10) atteignent le support échantillon (11) en traversant la au moins une couche mince (12),
- 15 - quantifier la quantité de photons X émis par le support échantillon (11) pendant une durée déterminée,
- comparer cette quantité de photons X avec des valeurs étalons présentant la valeur de fluorescence X d'un support échantillon de référence supportant une
- 20 épaisseur donnée d'une couche mince de référence.

15. Procédé de mesure selon la revendication précédente, dans lequel l'étape d'approche à une distance déterminée se fait pour une

25 distance constante, c'est-à-dire sans mise en contact entre la face du support (15) comportant la source (10) et le détecteur (14), et la face du support échantillon (11) comportant la au moins une couche mince (12).

30 **16.** Procédé de mesure selon la revendication 14, dans lequel les valeurs étalons sont

obtenues à partir de feuilles de Mylar d'épaisseurs connues.

1 / 1

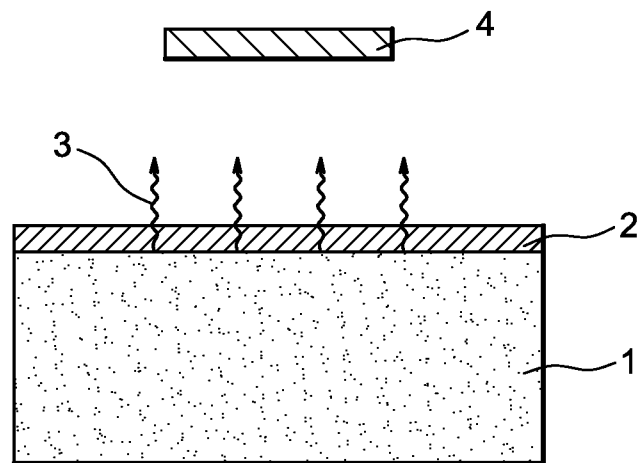


FIG. 1

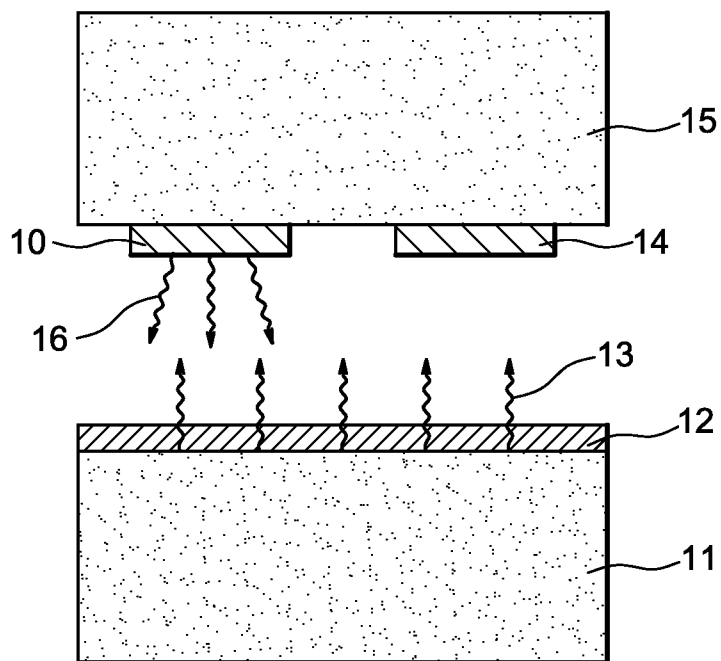


FIG. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2006/070248

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G01B15/02

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)
G01B G01N

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

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, 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 Y	GB 1 331 160 A (LANDIS GYR AG) 26 September 1973 (1973-09-26) the whole document	1-5,7,8, 10,14,15 6,9, 11-13,16
X A	DE 39 37 715 A1 (SEIKO INSTRUMENTS INC., TOKIO/TOKYO, JP) 23 May 1990 (1990-05-23) claim 1; figures 1,2A,2B	1,2,14 3-13,15, 16
X Y A	DE 101 59 828 A1 (RIGAKU INDUSTRIAL CORPORATION, TAKATSUKI) 26 June 2003 (2003-06-26) paragraph [0034]; claim 1	1 9,12 2-8,10, 11,13-16
	----- -/--	

☒ 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 document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 May 2007

Date of mailing of the international search report

23/05/2007

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

Authorized officer

Dighaye, Jean-Luc

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2006/070248

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5 204 889 A (KRAYBILL ET AL) 20 April 1993 (1993-04-20)	6
A	column 3, lines 43-45 -----	1-5, 7-16
Y	FR 1 530 448 A (UBE INDUSTRIES, LTD) 28 June 1968 (1968-06-28)	11
A	page 7, column 1, paragraph 3 -----	1-10, 12-16
Y	US 2 964 631 A (FOSTER GEORGE B) 13 December 1960 (1960-12-13)	13
A	column 2, lines 4-8 -----	1-12, 14-16
Y	US 5 118 940 A (DAVIS ET AL) 2 June 1992 (1992-06-02)	16
A	column 5, lines 24-32 -----	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2006/070248

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1331160	A	26-09-1973	CH 522877 A FR 2113310 A5	15-05-1972 23-06-1972
DE 3937715	A1	23-05-1990	JP 2071207 U JP 7044967 Y2 US 5060247 A	30-05-1990 11-10-1995 22-10-1991
DE 10159828	A1	26-06-2003	US 2003118148 A1	26-06-2003
US 5204889	A	20-04-1993	CA 2100147 A1 DE 4323561 A1 FR 2693793 A1 GB 2269666 A JP 6201361 A	15-01-1994 03-02-1994 21-01-1994 16-02-1994 19-07-1994
FR 1530448	A	28-06-1968	NONE	
US 2964631	A	13-12-1960	NONE	
US 5118940	A	02-06-1992	US 5331163 A	19-07-1994

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2006/070248

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. G01B15/02

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)
G01B G01N

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, 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 Y	GB 1 331 160 A (LANDIS GYR AG) 26 septembre 1973 (1973-09-26) le document en entier	1-5, 7, 8, 10, 14, 15 6, 9, 11-13, 16
X A	DE 39 37 715 A1 (SEIKO INSTRUMENTS INC., TOKIO/TOKYO, JP) 23 mai 1990 (1990-05-23) revendication 1; figures 1, 2A, 2B	1, 2, 14 3-13, 15, 16
X Y A	DE 101 59 828 A1 (RIGAKU INDUSTRIAL CORPORATION, TAKATSUKI) 26 juin 2003 (2003-06-26) alinéa [0034]; revendication 1	1 9, 12 2-8, 10, 11, 13-16
	----- -/--	

☒ 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

14 mai 2007

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

23/05/2007

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, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Dighaye, Jean-Luc

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2006/070248

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	US 5 204 889 A (KRAYBILL ET AL) 20 avril 1993 (1993-04-20)	6
A	colonne 3, ligne 43-45 -----	1-5, 7-16
Y	FR 1 530 448 A (UBE INDUSTRIES, LTD) 28 juin 1968 (1968-06-28)	11
A	page 7, colonne 1, alinéa 3 -----	1-10, 12-16
Y	US 2 964 631 A (FOSTER GEORGE B) 13 décembre 1960 (1960-12-13)	13
A	colonne 2, ligne 4-8 -----	1-12, 14-16
Y	US 5 118 940 A (DAVIS ET AL) 2 juin 1992 (1992-06-02)	16
A	colonne 5, ligne 24-32 -----	1-15

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2006/070248

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 1331160	A	26-09-1973	CH 522877 A	15-05-1972
			FR 2113310 A5	23-06-1972
DE 3937715	A1	23-05-1990	JP 2071207 U	30-05-1990
			JP 7044967 Y2	11-10-1995
			US 5060247 A	22-10-1991
DE 10159828	A1	26-06-2003	US 2003118148 A1	26-06-2003
US 5204889	A	20-04-1993	CA 2100147 A1	15-01-1994
			DE 4323561 A1	03-02-1994
			FR 2693793 A1	21-01-1994
			GB 2269666 A	16-02-1994
			JP 6201361 A	19-07-1994
FR 1530448	A	28-06-1968	AUCUN	
US 2964631	A	13-12-1960	AUCUN	
US 5118940	A	02-06-1992	US 5331163 A	19-07-1994