

Présentation d'activités dans le domaine scientifique des X et EUV de la société Inel

E. Berthier et S. Milsant

*Inel, ZA CD 405, 45410 Artenay, France**

Résumé. La société Inel conçoit, fabrique et commercialise des instruments de diffraction de rayons X destinés aux centres de recherche publics et privés. En parallèle à cette activité, d'autres compétences scientifiques se sont développées telles que les sources impulsionnelles de rayons X ou d'Extrême Ultra-Violet.

1. PRÉSENTATION DE LA SOCIÉTÉ INEL

Inel est une PME française avec plus de 35 années d'expérience dans l'instrumentation scientifique. Sa principale activité est la diffraction de rayons X mais, ces dernières années, d'autres compétences se sont développées axées sur les sources impulsionnelles de rayons X et d'Extrême Ultra-Violet.

Ses produits vont du système complet d'analyse au simple accessoire dédié à une mesure. Reconnue centre de recherche par les autorités nationales et internationales, elle est à même de vous proposer du service (analyse ponctuelle d'échantillons, ...), de répondre (engineering) à des problèmes très spécifiques ou d'être meneur de projet.

La société est structurée en trois départements pouvant se recouper selon la demande:

- 1 – Instrumentation où tous nos produits standards sont regroupés
- 2 – Ingénierie où tous les instruments dits à façon sont étudiés et conçus
- 3 – Etude où de nouveaux instruments ou thématiques sont développés (projets européens, nationaux, ... / thèses / ...)

Grâce à sa technologie et son savoir faire, la société Inel a su gagner la confiance des plus grands laboratoires scientifiques de la recherche publique ou privée et du milieu académique. Présente à travers le monde entier avec deux filiales et un réseau de distribution, elle est à votre écoute pour vous fournir l'instrument adapté à vos besoins et développer les instruments de demain.

Un bref aperçu des compétences de la société vous est proposé dans la suite de ce document, à savoir la diffraction des rayons X et ses applications, et l'industrialisation de deux sources, émettant dans le domaine de l'Extrême Ultra-Violet et des rayons X, développées par un laboratoire d'Orléans, le GREMI.

2. LA DIFFRACTION DES RAYONS X

La diffraction des rayons X est une technique majeure qui s'inscrit dans la liste des outils permettant de caractériser un échantillon (DSC, RMN, analyse élémentaire, rhéologie, spectroscopie, IR, UV, Raman, microscopie, etc.). Elle permet d'identifier, de quantifier et de caractériser les organisations structurales moyennes à l'échelle nanométrique (phases cristallines, taille des particules, orientation cristalline, déformation, ...). L'échantillon à analyser se présente sous forme de poudre, de massif ou de couche

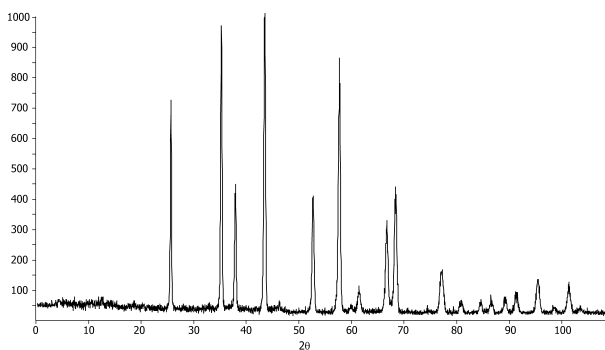
* e-mail : info@inel.fr

This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution-Noncommercial License 3.0, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any noncommercial medium, provided the original work is properly cited.

mince. La technique est connue depuis plusieurs décennies, et continue de progresser avec toute sa panoplie d'outils innovants. Les gros points forts de la méthode sont :

- L'interaction rayons X - matière est non-destructive
- Les quantités d'échantillon peuvent être très faibles (quelques milligrammes)

L'instrument de mesure s'appelle un diffractomètre de rayons X et les données collectées sont représentées sous forme d'un graphe appelé diffractogramme (a). Le choix de l'instrument se fait en fonction de l'application à réaliser.



a) Exemple de Diffractogramme Echantillon poudre de Al₂O₃ obtenu en 30 secondes.

2.1. Les applications dites de poudre

Ci joint une liste non exhaustive d'applications réalisables avec un diffractomètre de poudre :

- Identification de phases : police (stupéfiants, explosifs, pigments ...), musée (composants de base d'œuvre d'art...), pharmacie, cosmétique, mines, géologie, ...
- Quantification : environnement (dosage du quartz ou amiante), industrie minière (détermination du seuil de rentabilité),
- Cristallographie : analyse des nouvelles phases (pharmacie, électronique...)
- Microstructure, informations sur les défauts de cristallinité liés aux propriétés : physico chimiques (réactivité (catalyse), oxydation), mécaniques (joints de grain, zones de fragilité), conductrices (substitution atomique, dopage).

2.2. Les applications dites in-situ

Ci joint une liste non exhaustive d'applications de diffractions de rayons X in-situ. La mesure se réalise directement sur site ou au cours d'un traitement subi par l'échantillon.

- Température/pression : étude des transitions de phases selon la température, la pression appliquée,
- Electrochimie (suivi des changements de phases) : charge, décharge d'une batterie (étude de vieillissement, réversibilité, fonctionnement),
- Réactivité : identification de phases métastables lors d'un processus chimique, solidification d'un ciment, absorption de gaz dans les zéolites,
- Contrôle industriel en ligne : cas des cimenteries,
- Suivi du vieillissement d'un produit : comportement d'un produit (médicament) suivant la température et l'humidité.

2.3. Les applications dites goniométriques

Ci joint une liste non exhaustive d'applications nécessitant un goniomètre de rayons X. L'instrument de mesure a au moins un mouvement motorisé.

- Texture, orientation cristalline : phase dans une roche (mémoire de la tectonique du milieu), dépôt sur un substrat (conséquence sur les propriétés électroniques), métaux (détermination de la résistance à l'oxydation, acceptation d'un revêtement), matériaux fibreux (C,PET),
- Contrainte résiduelle, pour les métallurgistes : mesure de l'état de contrainte d'une pièce mécanique (module d'Young et vecteur de contrainte),
- Microdiffraction : analyse d'homogénéité,
- Diffraction rasante : mesure d'épaisseur de couches minces (électronique), identification de dépôts (cas des zircons irradiés).

2.4. Les diffractomètres de rayons X Inel

Pour répondre à l'ensemble des applications énumérées ci-dessus, la société Inel a développé une famille d'instruments appelée EQUINOX (b) conçue pour exécuter toutes les mesures conventionnelles de diffraction de rayons X en combinant vitesse, résolution et sûreté. Ces diffractomètres sont basés sur un mode de détection unique dit temps réel et se déclinent en plusieurs modèles, du diffractomètre de table au diffractomètre 4 cercles.



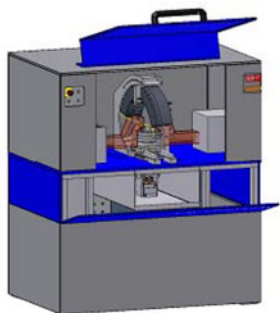
b) EQUINOX, Diffractomètres temps réel : détection temps réel par détecteur type PSD sur un large domaine angulaire haute résolution (jusqu'à $0.05^\circ/2\theta$), 1 seconde de temps d'acquisition minimum, goniomètre multi axes, optique monochromatique, mesures en réflexion ou transmission, cellules de mesure in-situ, logiciels de traitement.

EQUINOX 100 et 1000 : modèles de paillasse / EQUINOX 2000 et 3000 : modèles de poudre / EQUINOX 4000 : modèle pour applications de microdiffraction, cartographie / EQUINOX 5000 : modèle haute résolution / EQUINOX 6000 : modèle 4 cercles pour mesure de texture/contrainte.

2.5. Exemple de réalisation sur mesure

Suite à une consultation publique, la société Inel a été choisie pour l'étude et la réalisation d'un système combiné DRIFT-DRX (c) pour permettre l'analyse in-situ du comportement de catalyseur sous effets de la pression et de la température. Cette étude devait faire appel à de multiples compétences (scientifique, mécanique, électronique et instrumentale) et s'est déroulée selon un planning pré-établi avec validation à chaque étape du projet : étude de la faisabilité, écriture du cahier des charges, étude et réalisation du diffractomètre rayons X, étude et réalisation du spectromètre DRIFT, étude et réalisation de la cellule environnementale, étude et réalisation de la logique du système.

Ce mode de fonctionnement est applicable à tous les projets de réalisation proposés à la société Inel (d), la durée de réalisation variant en fonction des difficultés techniques rencontrées.



c) Vue schématique de l'instrument DRX DRIFT.



d) Système robotique PRECIX pour la mesure de contraintes résiduelles par DRX.

3. PRÉSENTATION DE LA SOURCE EUV, PROXIMA 135

Le laboratoire GREMI (Université d'Orléans, France) a étudié une nouvelle source impulsionnelle d'Extrême Ultra Violet qui a fait l'objet d'un brevet et d'une licence exclusive exploitée par la société Inel. Dénommée PROXIMA 135 (e), elle se singularise notamment par son fort flux de photons, sa compacité et sa simplicité d'utilisation.



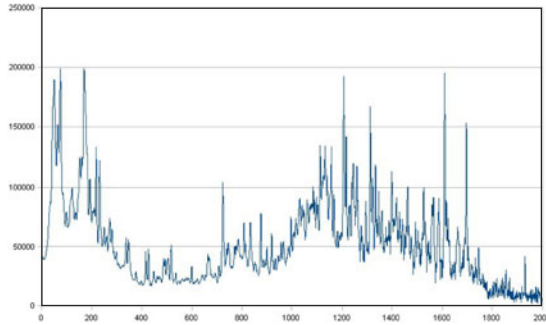
e) PROXIMA 135, la source est composée d'une tête émettrice, d'une armoire d'alimentation électrique et de commande et d'une ligne de gaz intégrée au système.

Elle fonctionne sur le principe des décharges capillaires dans lequel un plasma très chaud est créé par un transfert d'énergie électrique vers un gaz s'écoulant dans un capillaire (tube de quelques mm de diamètre). Les paramètres de fonctionnement de la source, comme par exemple la nature du gaz et l'énergie électrique, sont ici ajustés pour que le plasma formé puisse rayonner préférentiellement dans la bande passante des miroirs MoSi à 13,5 nm.

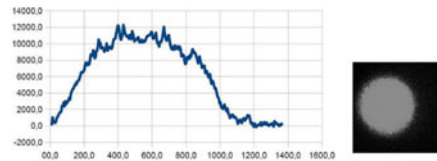
3.1. PROXIMA 135, fiche technique

- Principe de fonctionnement : émission de l'EUV par décharge capillaire
- Fréquence de fonctionnement : 200Hz max avec refroidissement par air
- Intensité (f) : 50mW/sr bande passante +/-1% autour de 13,5nm (gaz Xe à 200Hz)
- Taille du foyer environ 1mm (g)
- Angle de sortie 50°
- Répétabilité : 4% (fluctuation entre chaque tir)

- Stabilité spatiale du foyer
- Consommation en gaz : 2ml/mn / Consommation électrique : 200W
- Dimensions : Rack : 680 × 500 × 440 mm, Tête : 450 × 164 × 190 mm
- Poids : Rack : 60 kg (sur roulettes), Tête : 10 kg



f) Spectre obtenu avec le Xénon - $I = f(\text{longueur d'onde})$ en unité arbitraire.



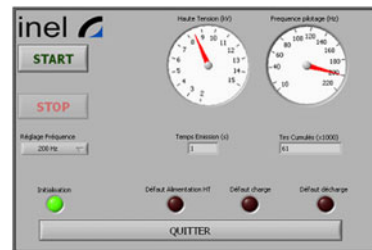
g) Profil radial EUV.

3.2. PROXIMA 135, facilité d'utilisation (h)

- Branchement sur prise secteur 230V 16A classique
- Pas de branchement à un circuit d'eau
- Bride ISO63 pour le raccordement de la tête à l'enceinte sous vide
- Fonctionnement sous 10^{-3} à 10^{-4} mbar
- Mise en route très simple : un interrupteur marche/arrêt (h)
- Séquence de démarrage automatique par logiciel (initialisation, chauffe...) (i)
- Pas d'optique à régler



h) Face avant de la source.



i) Interface par PC : logiciel de pilotage.

3.3. PROXIMA 135, débris

De par son mode de fonctionnement la source génère des débris : les ions peuvent être déviés car ils sont chargés, le Xénon du gaz ou le tungstène des électrodes polluent avec le temps les optiques. La solution pour limiter cette pollution serait de fonctionner à une énergie plus basse mais une fréquence plus élevée.

3.4. PROXIMA 135, maintenance

Une maintenance, réalisée par la société Inel ou par un technicien formé et possédant les habilitations requises (haute tension...), est nécessaire au fonctionnement de cette source :

- Changement des 2 électrodes et du capillaire tous les 10 millions de tirs
- Changement du thyatron tous les 100 millions de tirs

3.5. PROXIMA 135, applications

Au vu de sa large bande spectrale (f), cette source peut s'utiliser pour de nombreuses applications en EUV. A ce jour, elle a été utilisée pour des mesures de lithographie sur la résine, de métrologie d'optiques et de détecteurs.

Elle peut être fournie en tant que source seule à un laboratoire qui l'intégrera dans sa chaîne de mesure ou à un industriel (EOM) pour le développement d'un nouvel instrument.

4. PRÉSENTATION DE LA SOURCE IMPULSIONNELLE DE RAYONS X, PHENIX

Comme pour la précédente source, la société Inel exploite à nouveau la licence d'une source développée par le laboratoire GREMI (Université d'Orléans, France). Cette source (j) est unique en son genre par :

- son fonctionnement impulsionnel qui permet l'acquisition d'image en instantané ou encore de l'utilisation de temps de pose plus élevés semblables à ceux employés en "radiographie traditionnelle" (systèmes continus),
- sa compacité, sa légèreté qui en font un générateur d'impulsion haute tension unique,
- sa durée de vie sans égale comparée aux autres types de sources X impulsionnelles.



j) Système haute énergie transportable composé d'un générateur haute tension associé à un tube de rayons X spécifique.

Ainsi déclinée en une gamme d'appareils dédiés au CND, la source PHENIX permet de réaliser :

- De la radiographie dynamique d'objets en mouvement (balistique...) ou de phénomènes ultra rapides (jets de gaz...) grâce à sa durée d'émission de 50 ns,
- de la détection de niveau de poudre dans un filtre (fap : filtre à particule pour les moteurs diesel dans l'automobile)
- de la radiographie in-situ (préservation du patrimoine, chantiers, trains...) grâce à sa compacité et sa légèreté qui facilitent son transport sur les lieux du contrôle,
- de la radiographie basse énergie (fine matière plastique, bois, biologie végétale, ...)
- de combiner traitement d'images et radiographies numériques pour des contrôles d'objets (domaines agro-alimentaires, pharmaceutiques, cosmétiques, ...)

Elle peut être fournie, comme la précédente, en tant que source seule à un laboratoire qui l'intégrera dans sa chaîne de mesure ou à un industriel (EOM) pour le développement d'un nouvel instrument.

Remerciements

Nous remercions Jean Michel POUVESLE, Christophe CACHONCILLE et leurs collègues - laboratoire GREMI, Orléans - pour leur aide à la réalisation des données liées aux sources PROXIMA 135 et PHENIX.

