

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 90103966.9

51 Int. Cl.⁵: **H01J 43/10, H01J 1/32,**
H01J 9/12

22 Date de dépôt: 01.03.90

30 Priorité: 13.03.89 FR 8903363

43 Date de publication de la demande:
19.09.90 Bulletin 90/38

84 Etats contractants désignés:
CH DE ES GB IT LI NL

71 Demandeur: **ASULAB S.A.**
Faubourg du Lac 6
CH-2501 Bienne(CH)

72 Inventeur: **Ruedin, Yves**
Chemin des Deleyes 23
CH-2072 Saint-Blaise(CH)
Inventeur: **Sallin, Michel**
Edmond-de-Reynier 10

CH-2000 Neuchâtel(CH)

Inventeur: **Saurer, Eric**

Chemin de Cuard 17

CH-2022 Bevaix(CH)

Inventeur: **Busca, Giovanni**

Chemin de l'Ecluse 11

CH-2022 Bevaix(CH)

Inventeur: **Schweda, Hartmut**

Rue du Lac 21

CH-2525 Le Landeron(CH)

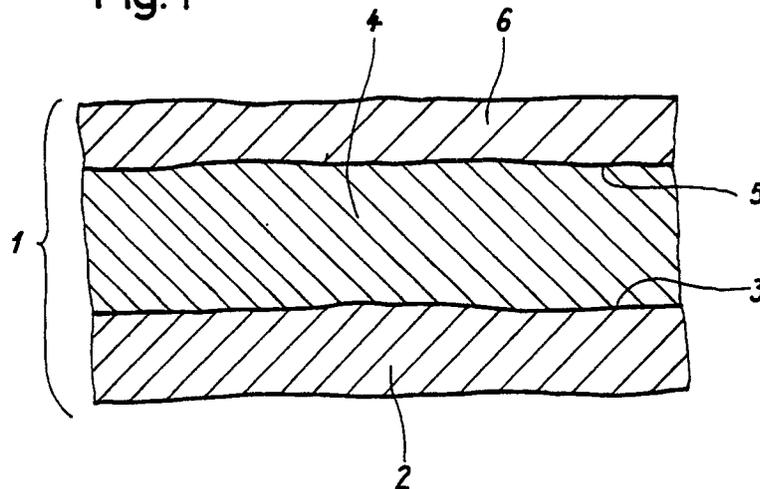
74 Mandataire: **Lamoureux, Bernard Jean et al**
ICB, Ingénieurs Conseils en Brevets S.A.,
Passage Max Meuron 6
CH-2001 Neuchâtel(CH)

54 Procédé de fabrication d'une dynode et dynode fabriquée selon ce procédé.

57 Le procédé consiste à déposer sur un substrat (2), éventuellement poli, une première couche (44) d'Al ou Pt sous une épaisseur d'environ 200 nm ou plus par pulvérisation cathodique, puis une seconde couche (16) de MgO sous une épaisseur de 2 à 10

nm également par pulvérisation cathodique, le substrat étant constamment maintenu sous atmosphère contrôlée pendant les deux dépôts, ainsi qu'entre ceux-ci.

Fig.1



EP 0 387 615 A1

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une dynode comportant un substrat conducteur sur lequel sont formées une première couche d'un matériau bon conducteur de l'électricité et, sur cette première couche, une seconde

couche d'un oxyde métallique émetteur d'électrons secondaires.

Des dynodes de ce genre sont connues notamment par le fascicule de brevet US-4,088,510. Selon ce brevet, on réalise sur un substrat conducteur un dépôt d'oxyde de magnésium (jusqu'à 100 nm d'épaisseur) jouant le rôle de seconde couche, celle-ci étant obtenue par oxydation de la couche conductrice sous-jacente ; ce dépôt est ensuite soumis à un traitement thermique en présence d'oxygène pour obtenir des proportions aussi proches que possible des proportions stoechiométriques. Avec cette méthode, on obtient une seconde couche dont le coefficient d'émission des électrons secondaires ou coefficient de gain est relativement stable. Mais le procédé de fabrication décrit dans ce brevet présente l'inconvénient d'être très compliqué et d'une mise en oeuvre difficile ce qui le rend peu intéressant industriellement. De plus, l'épaisseur des couches décrites dans ce brevet conduit à la formation de charges superficielles, ce qui limite considérablement l'application de ce procédé.

Le brevet US-4,038,216 propose la réalisation de dynodes en déposant simultanément par pulvérisation cathodique sur un substrat un métal conducteur, comme Au, Ag ou Pt, et une céramique comme MgO. La structure obtenue est celle d'une matrice de MgO et de grains de métal, dispersés dans celle-ci. Cette méthode permet d'éviter la formation de charges superficielles et permet d'amplifier des courants relativement élevés. Cependant, il s'agit d'une méthode de codéposition qui présente également l'inconvénient d'être complexe, donc difficilement utilisable industriellement.

Le but de la présente invention est de permettre la fabrication, dans des conditions plus simples et plus fiables que jusqu'à maintenant de dynodes ayant un gain élevé et constant au cours de la vie du dispositif sous l'impact d'un flux permanent d'électrons, ou d'ions par exemple dans le cas de la première dynode d'un multiplicateur d'électrons utilisés dans un résonateur à jet atomique.

Le procédé selon l'invention, du genre mentionné au début, est caractérisé en ce qu'on dépose successivement sur un substrat, éventuellement poli, par pulvérisation cathodique sous atmosphère non réactive, une première couche d'au ou de Pt, ce dépôt étant poursuivi jusqu'à ce que l'épaisseur de cette première couche, de préférence supérieure ou égale à 200 nm, soit suffisante pour que ladite couche constitue une barrière de diffusion,

pour des températures inférieures à 500 ° C, empêchant toute interaction entre le substrat et une seconde couche d'un matériau apte à émettre des électrons secondaires, déposée sur la première couche, cette seconde couche étant déposée également par pulvérisation cathodique sous atmosphère non réactive, sous une épaisseur apte à permettre le passage des électrons par effet tunnel, le substrat étant constamment maintenu sous atmosphère non réactive entre les deux dépôts de couches.

Le procédé selon l'invention a notamment pour avantage que le dépôt des deux couches peut facilement être réalisé dans une même enceinte sous la même atmosphère non réactive garantissant par sa simplicité les meilleures conditions de reproductibilité. Une autre propriété de la première couche est d'être chimiquement inerte vis-à-vis de l'oxygène présent dans le plasma lors du dépôt de l'oxyde constituant la deuxième couche.

L'invention a également pour objet une dynode constituée d'un substrat, dont la surface est éventuellement polie, d'une première couche adjacente à ladite surface et constituée d'au, ou de Pt, cette première couche ayant une épaisseur, de préférence supérieure ou égale à 200 nm, suffisante pour former une barrière de diffusion, pour des températures inférieures à 500 ° C, et d'une seconde couche superposée à la première, et constituée d'un oxyde métallique émetteur d'électrons secondaires et ayant une épaisseur apte à permettre le passage des électrons par effet tunnel.

On va décrire ci-après, à titre d'exemple, une forme de mise en oeuvre du procédé selon l'invention en se référant au dessin annexé dont :

- la figure 1 est en coupe schématique partielle d'un segment de dynode, vu à une échelle agrandie,

- la figure 2 est une vue schématique d'un appareil de pulvérisation cathodique illustrant la mise en oeuvre du procédé, et

- les figures 3 et 4 sont des graphes illustrant les caractéristiques de dynodes conformes à l'invention.

Selon la figure 1, une dynode 1 conforme à l'invention comporte un substrat 2, par exemple en acier inoxydable, qui peut prendre la forme d'un segment de tôle mince, plat ou incurvé. La face 3 du substrat, destinée à recevoir les deux couches à déposer est de préférence polie, par exemple électrochimiquement ou à la pâte de diamant.

Sur la surface 3 on forme ensuite, par une opération de pulvérisation cathodique, une première couche 4 d'une épaisseur de l'ordre de 200 nm. Cette couche est constituée d'au ou de Pt. Sa fonction est double : d'une part elle isole chimiquement la zone où se produit la multiplication des électrons par rapport au substrat 2, qui contient

souvent des impuretés dommageables pour la multiplication d'électrons et, d'autre part, elle permet d'éviter le phénomène de charge superficielle dans la couche émettrice d'électrons secondaires, grâce à la conduction électronique par effet tunnel dans la couche d'oxyde.

Après la première opération mentionnée ci-dessus on dépose la seconde couche par une seconde opération de pulvérisation cathodique, conduite de manière à régler l'épaisseur de la seconde couche avec une grande précision et une composition bien reproductible.

Cette épaisseur peut facilement être ajustée à une valeur compatible avec l'effet tunnel grâce auquel le phénomène de charge superficielle de la céramique ("overcharging") est évité.

Les essais ont montré que l'épaisseur de la seconde couche 6 doit être avantageusement inférieure à 10 nm afin d'obtenir un gain suffisant. Cependant pour que la régularité du fonctionnement de la dynode soit assurée il est préférable que l'épaisseur de la couche 6 soit supérieure à 2 nm.

La seconde couche 6 est celle dont sont issus les électrons secondaires. Elle sera donc formée de l'une des céramiques connues pour avoir le meilleur rendement sous l'impact d'électrons primaires d'énergie entre 100 et 500 eV comme les oxydes métalliques MgO, BeO ou Al₂O₃. Ces oxydes peuvent également être exposés à l'air, contrairement aux composés alcalins d'un gain comparable, qui sont détruits au contact de l'oxygène. Il importe que la composition de la seconde couche corresponde aux proportions stoechiométriques des éléments constitutifs.

Les deux opérations de pulvérisation cathodique (Sputtering RF) peuvent être exécutées dans une enceinte classique 10 telle que celle représentée schématiquement à la figure 2. Une cible 7 du métal ou de l'oxyde à déposer, ayant la forme d'un disque compact, est montée sur un support isolé et constitue la cathode 8 tandis que la dynode 1 est connectée au même potentiel électrique que l'enceinte et constitue l'anode 9. Pour former la couche 6 on utilise une cible 7 de préférence de poudre fine de MgO en proportion stoechiométrique, agglomérée par compression.

Bien que l'on ait représenté une cible 7 unique sur la figure 2, il faut comprendre que la cible en métal et la cible en oxyde sont présentes simultanément dans l'enceinte 10, ceci pour permettre de passer d'une cible à l'autre en maintenant la dynode 1 sous atmosphère non réactive entre les deux étapes de dépôt. De très nombreux dispositifs de pulvérisation cathodique existent sur le marché. Dans l'exemple ci-après, on a utilisé l'appareil RANDEX "Sputtering system model 2400" de la Société Perkin-Elmer.

Les conditions de fonctionnement de l'enceinte 10 sont les suivantes. L'atmosphère dans laquelle sont situés les cibles et le support portant la dynode peut être une atmosphère d'un gaz non réactif comme l'Argon. La pression était, dans les essais qui ont été effectués, de 5. 10⁻³ Torr pour le dépôt de la première couche et de 10⁻² Torr pour le dépôt de la seconde couche, alors que la tension de polarisation était de - 1300 V et la fréquence d'excitation de la cathode de l'ordre de 13,56 MHz. Avant le dépôt de la première couche, on procède à un décapage ionique ("ionic etching") pendant 3 mn avec une puissance RF de 500 W pour nettoyer le substrat et faciliter l'adhésion de la première couche. Pour le dépôt de la première couche on a utilisé une cible en Au de type magnétron en mode RF, alors que pour le dépôt de la seconde couche on a choisi un mode de fonctionnement du type diode standard RF. La distance entre les cibles et les dynodes est de 50 mm et les vitesses de croissance des couches sont respectivement de 150 nm/mn pour Au et 2,2 nm/mn pour MgO.

Après exposition de la dynode à l'atmosphère, il est avantageux d'effectuer un traitement final au plasma d'O₂ pour éliminer toute impureté organique ayant pu se déposer sur la surface libre des dynodes, avant la mise en place définitive du multiplicateur d'électrons.

L'avantage principal du procédé décrit est qu'il permet d'obtenir de manière simple mais parfaitement reproductible une couche de matériau émetteur d'électrons secondaires dont l'épaisseur est régulière sur toute la surface active de la dynode. De plus l'épaisseur de la couche peut être ajustée avec précision en réglant la durée de l'opération. Les valeurs indiquées plus haut permettent le passage des électrons par effet tunnel ce qui assure en permanence la neutralisation de l'émetteur et évite par conséquent le phénomène de charge superficielle qui est souvent la cause d'une baisse de rendement au cours du fonctionnement de la dynode dans un multiplicateur d'électrons.

De plus, un étuvage ultime du multiplicateur d'électrons in situ avant sa mise en service n'entraînera aucun effet secondaire tel que pollution de la couche multiplicatrice d'électron ou oxydation de la couche conductrice sous-jacente.

Les multiplicateurs d'électrons construits au moyen de dynodes selon l'invention ont ainsi une longue durée de vie et fonctionnent avec un gain constant.

Le graphe de la figure 3 illustre le gain en fonction de l'énergie des électrons, pour deux dynodes conformes à l'invention. Ce gain est d'environ 4,5 pour une énergie de 275 eV ; il atteint 9 pour une énergie de 800 eV. Sur la figure 4, on a représenté l'évolution du gain à long terme; on constate que ce gain reste remarquablement

constant.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'une dynode, caractérisé en ce qu'il consiste à déposer successivement sur un substrat : 5
- une première couche d'Au ou Pt, par pulvérisation cathodique sous une atmosphère non réactive, avec une épaisseur suffisante pour former une barrière de diffusion, pour des températures inférieures à 500 ° C, et 10
 - une seconde couche d'un oxyde métallique émetteur d'électrons secondaires, par pulvérisation cathodique sous une atmosphère non réactive, avec une épaisseur permettant le passage d'électrons par effet tunnel, la dynode étant maintenue constamment sous atmosphère non réactive entre le dépôt de la première couche et le dépôt de la seconde couche. 20
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première couche a une épaisseur supérieure ou égale à 200 nm.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la seconde couche a une épaisseur inférieure à 10 nm. 25
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la seconde couche a une épaisseur supérieure à 2 nm. 30
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on conduit le second dépôt pour que la composition de la seconde couche ait des proportions approximativement stoechiométriques. 35
6. Dynode caractérisée en ce qu'elle comprend sur un substrat, une première couche d'Au ou Pt ayant une épaisseur suffisante pour former une barrière de diffusion, pour des températures inférieures à 500 ° C, et une seconde couche d'un oxyde métallique émetteur d'électrons secondaires ayant une épaisseur permettant le passage des électrons par effet tunnel. 40
7. Dynode selon la revendication 6, caractérisée en ce que la première couche a une épaisseur supérieure ou égale à 200 nm. 45
8. Dynode selon l'une quelconque des revendications 6 et 7, caractérisée en ce que la seconde couche a une épaisseur inférieure à 10 nm.
9. Dynode selon l'une quelconque des revendications 6 à 8, caractérisée en ce que la seconde couche a une épaisseur supérieure à 2 nm. 50
10. Dynode selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, caractérisée en ce que le métal et l'oxygène de la seconde couche sont dans des proportions approximativement stoechiométriques. 55

Fig. 1

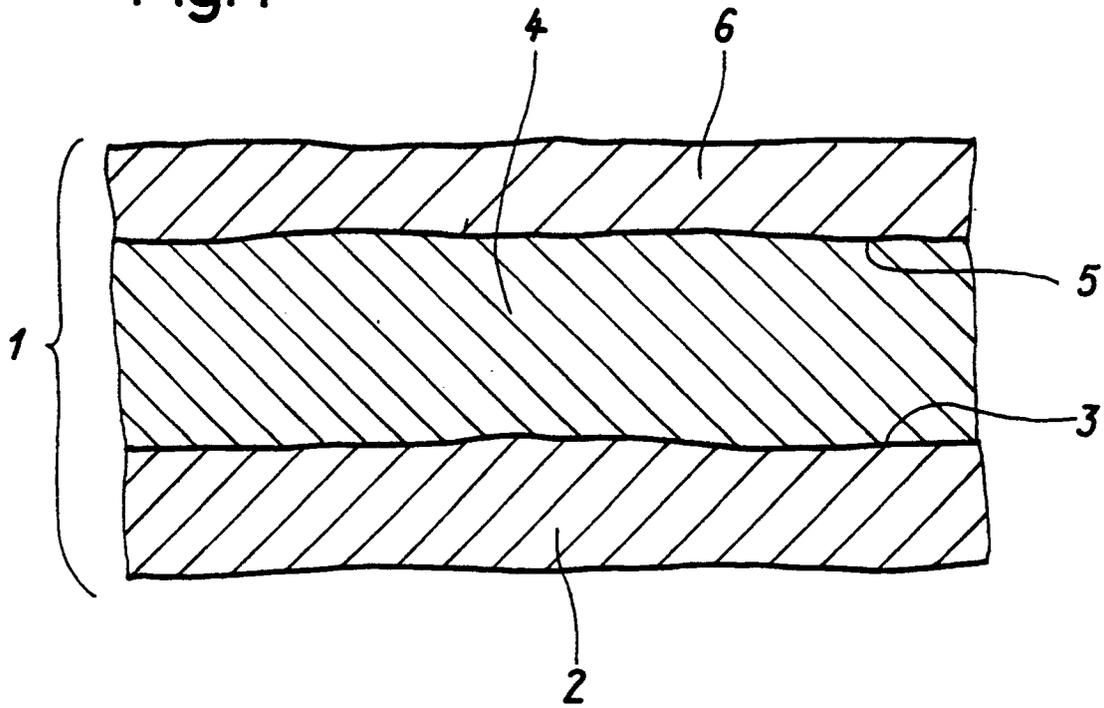
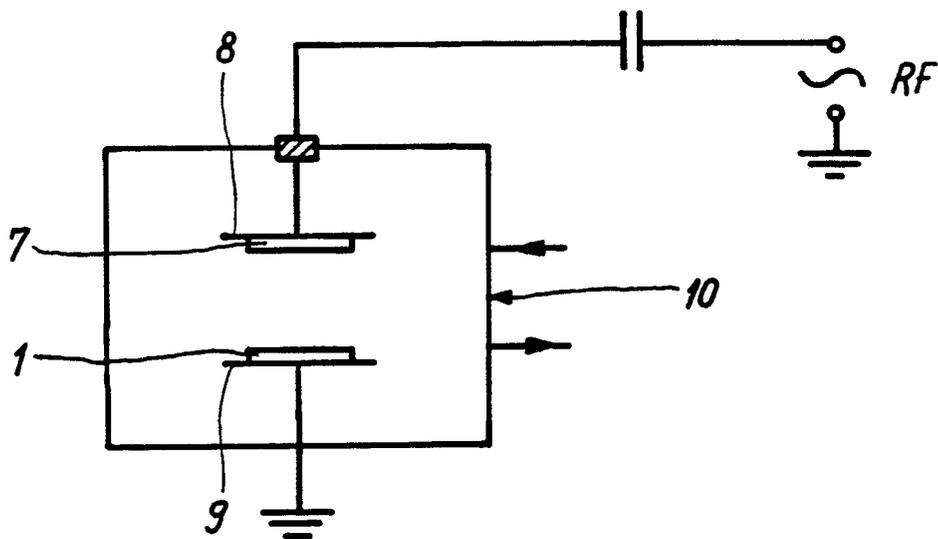


Fig. 2



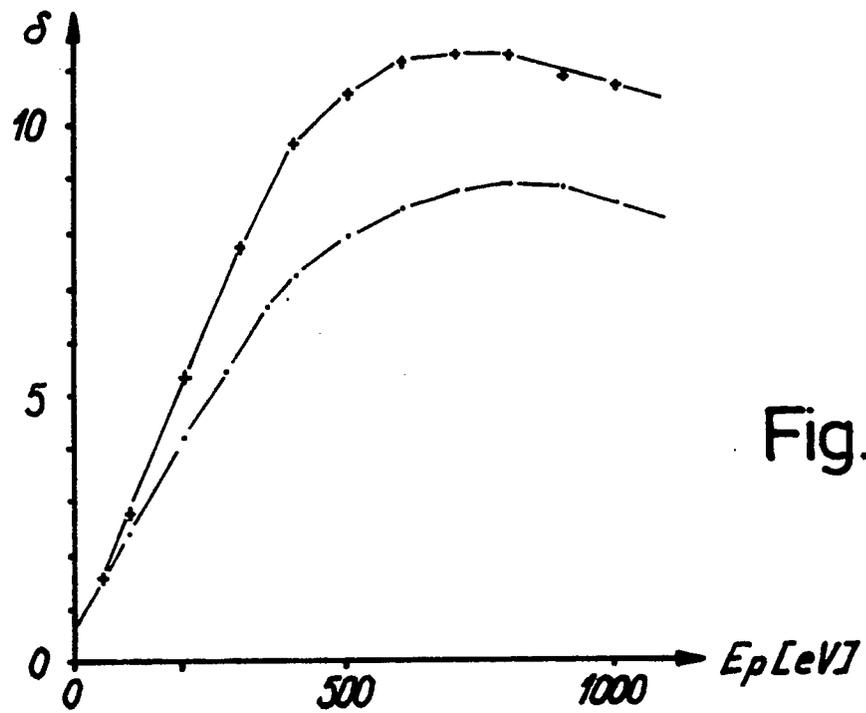


Fig.3

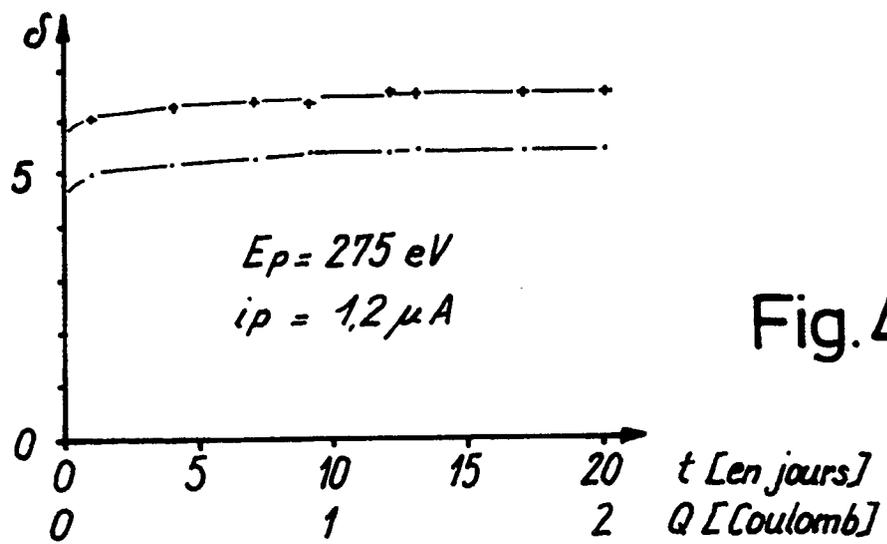


Fig.4



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
Y,D	US-A-4 038 216 (HENRICH et al.) * Résumé; colonne 1, lignes 26-31,60-62; colonne 5, lignes 41-52; colonne 6, lignes 14-19; revendication 1 *	1,3,6,8	H 01 J 43/10 H 01 J 1/32 H 01 J 9/12
Y	EP-A-0 026 949 (LABORATOIRES D'ELECTRONIQUE ET DE PHYSIQUE APPLIQUEE L.E.P. and PHILIPS) * Résumé; page 3, lignes 8-11,26-31; page 4, lignes 1-3; figure 1 *	1,3,6,8	
A	---	2	
Y	US-A-2 639 963 (JACOBS et al.) * Colonne 3, lignes 44-49; revendication 1; figure 2 *	1,3,6,8	
A	US-A-2 585 534 (BULL et al.) * Colonne 2, lignes 20-26; colonne 3, lignes 63-65; revendications 4,5; fig. *	1,6	
A	J. TECH. PHYS. (U.S.S.R.), vol. 15, 1945, pages 447-464; D.V. ZERNOV: "Influence of strong electric fields on the secondary electron emission of thin dielectric films and the prospects of a practical application of this effect"	1,6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) H 01 J
A,D	US-A-4 088 510 (DRESNER et al.) * Résumé *	1,5,6,10	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 18-05-1990	Examineur MARTIN Y VICENTE M.A.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			