



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**22.05.2019 Bulletin 2019/21**

(51) Int Cl.:  
**G21K 1/02 (2006.01) G21K 1/06 (2006.01)**

(21) Numéro de dépôt: **18215683.6**

(22) Date de dépôt: **26.04.2011**

(84) Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **26.04.2010 FR 1001774**

(62) Numéro(s) de document de la (des) demande(s) initiale(s) en application de l'article 76 CBE:  
**11722906.2 / 2 564 398**

(71) Demandeur: **Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives**  
**75015 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **TACHE, Olivier**  
**91120 Palaiseau (FR)**  
• **SPALLA, Olivier**  
**75019 Paris (FR)**

(74) Mandataire: **Gevers & Orès**  
**41 avenue de Friedland**  
**75008 Paris (FR)**

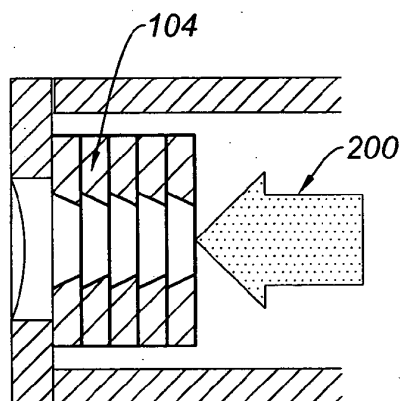
Remarques:

Cette demande a été déposée le 21-12-2018 comme demande divisionnaire de la demande mentionnée sous le code INID 62.

(54) **DISPOSITIF OPTIQUE POUR ANALYSER UN ECHANTILLON PAR DIFFUSION D'UN FAISCEAU DE RAYONS X, DISPOSITIF DE COLLIMATION ET COLLIMATEUR ASSOCIES**

(57) L'invention concerne un dispositif de collimation pour un faisceau de rayons X, un dispositif optique pour analyser un échantillon (105) par diffusion d'un faisceau de rayons X et un collimateur pour un faisceau de rayons X. Le dispositif de collimation comprend une enceinte (110) destinée à être mise sous vide ou sous atmosphère

contrôlée, l'enceinte (110) comportant une entrée (120) et une sortie (121) pour le faisceau ainsi qu'au moins une plaque (104) réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, ladite plaque (104) comprenant deux faces principales (104a, 104b) et au moins une ouverture (104c) s'évasant entre lesdites faces.



(a)

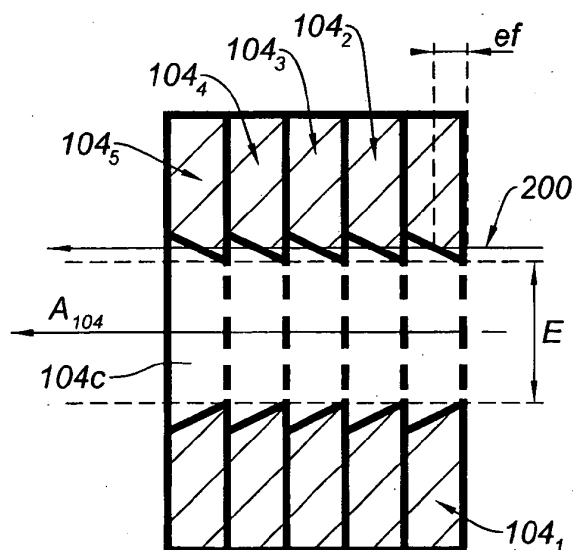


Fig. 8

(b)

## Description

**[0001]** La présente invention se rapporte au domaine de l'analyse d'un échantillon par diffusion de rayons X.

**[0002]** Elle concerne notamment un dispositif de collimation pour un faisceau de rayons X, un dispositif optique pour l'analyse d'un échantillon par diffusion de rayons X comportant ce dispositif de collimation et, un collimateur pour un tel faisceau.

**[0003]** Dans le cadre de l'invention, on entend par faisceau de rayons X, un faisceau de photons dont l'énergie est comprise entre 1keV et 30keV.

**[0004]** En particulier, l'invention se rapporte au domaine de l'analyse d'un échantillon par diffusion de rayons X aux petits angles. Par diffusion aux petits angles, il faut comprendre que les rayons diffusés par un échantillon traversé par le faisceau (incidence perpendiculaire) à analyser se situent à proximité du faisceau de rayons X par lequel l'échantillon est éclairé, dans un angle généralement compris entre 0,1° et 10° par rapport à l'axe optique du faisceau. On peut également considérer une orientation de l'échantillon positionné non pas perpendiculairement au faisceau mais en incidence rasante par rapport à celui-ci.

**[0005]** Les techniques basées sur la diffusion de rayons X aux petits angles sont également connues sous l'acronyme SAXS signifiant « *Small Angle X-Rays Scattering* » selon la terminologie anglo-saxonne ("Small-Angle Scattering of X-rays", André Guinier et Gérard Fournet, ed. John Wiley et Sons Inc., 1955).

**[0006]** Grâce à ces techniques, on peut notamment obtenir des informations sur l'organisation de systèmes moléculaires de l'échantillon.

**[0007]** Un dispositif optique connu pour mettre en oeuvre une technique SAXS est représenté sur la figure 1, selon une vue en perspective, éclatée.

**[0008]** Le dispositif comprend une source 10 de rayons X.

**[0009]** Le faisceau 1 généré par la source 10 est alors dirigé vers un miroir monochromateur 11, lequel permet de produire un faisceau monochromatique, c'est-à-dire ne contenant qu'une longueur d'onde de rayons X. Typiquement, on considère qu'un faisceau est monochromatique lorsque le rapport entre l'écart de longueur d'onde et la longueur d'onde souhaitée est inférieur à 1%.

**[0010]** Il faut toutefois noter qu'un faisceau de rayons X non monochromatique pourrait être utilisé.

**[0011]** Le faisceau présente un axe de propagation préférentiel appelé « axe optique ». Transversalement à l'axe optique, le faisceau présente une section quasi-uniforme lorsque des miroirs dit « collimatants » sont utilisés, soit convergente vers un point distant lorsque des miroirs dit « convergents » sont utilisés.

**[0012]** Dans les deux cas, la définition géométrique du faisceau en sortie du monochromateur n'est pas suffisante pour réaliser des expériences de diffusion aux petits angles. Par définition géométrique, on entend la différence réelle entre une géométrie du faisceau (parallèle

ou convergente) parfaite et celle qui est physiquement obtenue.

**[0013]** Une meilleure définition du faisceau est ainsi obtenue par une collimation avec une série d'obstacles placés le long de l'axe du faisceau après le monochromateur. Par « obstacle », on entend un dispositif opaque aux rayons X à la longueur d'onde employée.

**[0014]** Dans un montage classique représenté sur la figure 1, le premier « obstacle » correspond généralement à quatre lèvres opaques aux rayons X mobiles, référencées 12. Deux lèvres parallèles avec un espacement D dans le plan perpendiculaire à l'axe du faisceau définissent une « fente ». Deux paires de lèvres ainsi disposées, forment un trou. Un collimateur est de plus généralement formé de deux « trous » dont les centres doivent être alignés avec l'axe optique du faisceau sortant du monochromateur.

**[0015]** Le premier obstacle, se présentant sous la forme d'une plaque 12 munie de deux paires de lèvres formant ces deux fentes, forme ainsi un trou.

**[0016]** La plaque 12 munie des deux paires de « lèvres » peut être intégrée au miroir 11.

**[0017]** La plaque 12 est généralement suivie d'un atténuateur calibré (non référencé).

**[0018]** Le faisceau est ensuite dirigé vers un second obstacle pour la collimation, placé à distance du premier obstacle le long de l'axe optique du faisceau. Ce second obstacle se présente également sous la forme d'une plaque 13 comportant deux paires de lèvres parallèles, afin de former deux fentes dont les centres sont alignés avec l'axe optique du faisceau.

**[0019]** Le trajet optique entre les deux séries de « fentes » de collimation peut être mis sous vide. Parfois, il peut, en variante, être mis sous atmosphère d'hélium.

**[0020]** Le couplage des deux moyens de collimation 12 et 13 permet de délimiter la taille du faisceau que l'on souhaite obtenir au niveau de l'échantillon 16.

**[0021]** En sortie de la première enceinte 14 sous vide, le faisceau traverse une troisième paire de fentes 15, qui sont placées le long de l'axe optique juste avant l'échantillon 16 à analyser. Ces fentes dites « anti-diffusantes » ne font, proprement dit, pas parties du collimateur. En effet, les fentes anti-diffusantes 15 permettent d'éliminer les diffusions parasites produites par les fentes des moyens de collimation 12 et 13.

**[0022]** Le réglage des fentes anti-diffusantes 15 est particulièrement délicat, puisqu'il faut frôler le faisceau sans le toucher pour éliminer les diffusions parasites sans modifier la taille du faisceau.

**[0023]** L'interaction du faisceau 1 avec l'échantillon 16 provoque une diffusion des rayons X, le faisceau étant par ailleurs transmis au moins en partie à travers l'échantillon.

**[0024]** Le faisceau transmis et la partie diffusée sont alors accueillis dans une deuxième enceinte 18 sous vide à l'extrémité de laquelle se situe un moyen 19 pour stopper le faisceau. L'enceinte à vide permet de limiter à la fois l'absorption supplémentaire par l'air, des rayons dif-

fusés et la diffusion complémentaire du faisceau 1 toujours par l'air.

[0025] Un détecteur 20, situé en aval du moyen 19 pour stopper le faisceau 1, permet alors de détecter les rayons X diffusés par l'échantillon

[0026] Enfin, il faut noter l'importance de la plaque 12 munie de fentes de collimation (première obstacle), la plaque 13 également munie de fentes de collimation (deuxième obstacle) et des fentes anti-diffusantes 15, sans lesquelles il serait difficile de détecter les rayons X diffusés par l'échantillon, en particulier les rayons diffusés aux petits angles qui se situent à proximité de l'axe optique du faisceau.

[0027] La position relative des différents obstacles 12, 13 et 15 est également importante dans ce but.

[0028] Comme mentionné précédemment, ces obstacles 12, 13, 15 sont généralement quatre lèvres indépendantes formant des fentes rectangulaires ou carrées. Ces lèvres sont munies de lames qui peuvent être déplaçées pour régler les dimensions d'une fente. Ces lames sont métalliques et généralement réalisées en acier, en tantale ou faites de tiges de tungstène.

[0029] La disposition d'une lame 21 au niveau d'une fente est par exemple représentée sur la figure 2, selon une vue de coupe. Classiquement, une telle lame 21 présente une épaisseur de 1,5mm environ.

[0030] Récemment, il a été proposé de disposer des lames de structure monocristalline sur les lames métalliques. Par la suite, on qualifiera ces lames de lames hybrides.

[0031] Par lame de structure monocristalline, il faut comprendre que le matériau formant la lame est fait d'un seul matériau solide présentant une maille élémentaire se répétant de façon régulière, pour finalement former une structure ordonnée.

[0032] Une telle lame hybride, comportant une lame métallique 21 et une lame de structure monocristalline 22 est par exemple représentée sur la figure 3, selon la même vue de coupe que la figure 2.

[0033] On peut par exemple citer le document « Scatterless hybrid metal-single crystal slit for small-angle X-ray scattering and high-resolution X-ray diffraction », Youli & al., J. Appl. Crystallography (2008), vol. 41, pp. 1134-1139 (D1).

[0034] Les auteurs de ce document ont montré que disposer des lames de structures monocristallines formées à partir d'un wafer de silicium soigneusement découpé et collé sur les lames métalliques permettait de réduire la diffusion des rayons X générée par les fentes.

[0035] Appliqué au dispositif optique décrit ci-dessus, les fentes munies de ces lames permettent donc d'améliorer la qualité du dispositif.

[0036] En effet, la structure monocristalline qui est placée en bord de lame renvoie les rayons X à des angles bien définis qui dépendent du plan cristallin de cette structure. Ces angles sont suffisamment grands pour ne pas se confondre avec le faisceau.

[0037] Lorsqu'on installe des fentes hybrides dans le

dispositif optique représenté sur la figure 1, celles-ci permettent de collimater le faisceau sans produire de diffusion parasite.

[0038] La fente proposée par Youli & al. permet donc de simplifier le dispositif optique et par suite, son réglage.

[0039] La fente hybride présente cependant une structure plus compliquée que les fentes à lames métalliques.

[0040] Par suite, le déplacement des lames est également plus complexe, en particulier si les fentes sont amenées à être installées sous vide ou dans une atmosphère contrôlée, telle que l'hélium (He).

[0041] De plus, le procédé de fabrication employé par Youli & al., à savoir la découpe d'une lame dans un wafer de silicium, génère un état de surface de la lame de structure monocristalline qui pourrait conduire à des diffusions parasites : on perdrait ainsi l'intérêt de la fente hybride.

[0042] Un objectif de l'invention est de proposer un dispositif optique simplifié et comprenant au moins un dispositif de collimation d'un faisceau de rayons X présentant les avantages d'une fente hybride sans en présenter l'un au moins des inconvénients.

[0043] Un autre objectif de l'invention est de proposer un dispositif de collimation pour un faisceau de rayons X, en particulier adapté pour être implémenté dans ce dispositif optique.

[0044] Un objectif est encore de proposer un collimateur d'un faisceau de rayons X, en particulier destiné à être utilisé dans ce dispositif de collimation.

[0045] Pour atteindre l'un au moins de ces objectifs, l'invention propose un dispositif de collimation pour un faisceau de rayons X, caractérisé en ce qu'il comprend une enceinte destinée à être mise sous vide ou sous atmosphère contrôlée, l'enceinte comportant une entrée et une sortie pour le faisceau ainsi qu'au moins une plaque réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, ladite plaque comprenant deux faces principales et au moins une ouverture s'évasant entre lesdites faces.

[0046] Le dispositif de collimation pourra prévoir d'autres caractéristiques techniques, prises seules ou en combinaison :

- l'une des faces principales de ladite au moins une plaque étant une face amont, en référence au sens de propagation du faisceau, et l'autre étant une face aval, l'ouverture s'élargit depuis la face amont vers la face aval de la plaque ;
- ladite au moins une plaque en matériau à structure périodique diffractante est disposée au niveau de la sortie de l'enceinte ;
- il est prévu, au niveau de l'entrée de l'enceinte, au moins une autre plaque réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, cette autre plaque comprenant deux faces principales et au moins une ouverture s'évasant entre lesdites faces ;
- l'une des faces principales de ladite au moins une autre plaque étant une face amont, en référence au sens de propagation du faisceau, et l'autre étant une

face aval, l'ouverture s'élargit depuis la face amont vers la face aval de la plaque ;

- les deux plaques sont identiques ;
- les deux plaques présentent des ouvertures différentes ;
- l'angle  $\theta$  aigu formé entre une direction D d'évasement de l'ouverture et l'une desdites faces principales est compris entre  $10^\circ$  et  $80^\circ$  ;
- l'angle  $\theta$  est égal à l'angle entre deux plans cristallins du matériau de structure périodique diffractante formant la plaque ;
- les faces principales de la plaque correspondent au plan  $\{100\}$  du matériau monocristallin et les faces de l'ouverture reliant lesdites faces principales de cette plaque correspondent au plan  $\{111\}$  ;
- la ou chaque plaque est réalisée en un matériau monocristallin ;
- la ou chaque plaque est réalisée en un matériau choisi parmi le silicium ou le germanium.

**[0047]** L'invention propose également un dispositif optique pour analyser un échantillon par diffusion d'un faisceau de rayons X, caractérisé en ce qu'il comprend un dispositif de collimation du faisceau selon l'invention.

**[0048]** Le dispositif optique pourra prévoir d'autres caractéristiques techniques, prises seules ou en combinaison :

- une source de rayons X ;
- la source de rayons X produit un faisceau monochromatique ;
- une autre enceinte destinée à être mise sous vide ou sous atmosphère contrôlée, cette autre enceinte, disposée en aval de l'échantillon, comportant un moyen d'arrêt du faisceau de rayons X ;
- un détecteur, disposée en aval de l'autre enceinte.

**[0049]** L'invention propose encore un collimateur pour un faisceau de rayons X, caractérisé en ce qu'il comprend plusieurs parties, chaque partie, réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, comprenant au moins une ouverture s'évasant dans l'épaisseur de cette partie, les faces de l'ouverture formée par l'ensemble des ouvertures de chaque partie du collimateur formant une structure en dents de scie le long de l'axe longitudinal de cette ouverture.

**[0050]** Le collimateur pourra prévoir d'autres caractéristiques techniques, prises seules ou en combinaison :

- chacune de ses parties est formée d'une plaque, les plaques étant accolées entre elles ;
- les plaques sont identiques.

**[0051]** Enfin, l'invention propose une utilisation, en tant que collimateur pour un faisceau de rayons X, d'au moins une plaque réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, ladite plaque comprenant deux faces principales et au moins une ouverture s'évasant entre

lesdites faces. Cette utilisation pourra également prévoir :

- une utilisation dans laquelle l'angle  $\theta$  aigu formé entre une direction D d'évasement de l'ouverture et l'une desdites faces principales est compris entre  $10^\circ$  et  $80^\circ$  ;
- une utilisation de plusieurs plaques identiques accolées les unes aux autres.

**[0052]** D'autres caractéristiques, buts et avantages de l'invention seront énoncés dans la description détaillée ci-après faite en référence aux figures suivantes :

- la figure 4 représente une vue en perspective éclatée d'un dispositif optique selon l'invention ;
- la figure 5 représente une vue de coupe d'une enceinte représentée sur la figure 4, cette enceinte comprenant, à chacune de ses extrémités, une plaque réalisée en un matériau de structure monocristalline conforme à l'invention munie d'une ouverture ;
- la figure 6 représente une vue de coupe agrandie de l'enceinte représentée sur la figure 5, au niveau de l'extrémité aval de cette enceinte ;
- la figure 7 comprend les figures 7(a) et 7(b), lesquelles représentent, conformément à l'invention, une plaque réalisée en un matériau de structure monocristalline munie d'une ouverture, selon une vue de perspective et une vue de coupe respectivement ;
- la figure 8 comprend les figures 8(a) et 8(b), la figure 8(a) représente une vue de coupe partielle d'une enceinte destinée à être installée dans le dispositif de la figure 4, cette enceinte comprenant, au niveau de son extrémité, un collimateur selon l'invention et, la figure 8(b) représentant une vue agrandie de ce collimateur.

**[0053]** Un dispositif optique 100 pour analyser un échantillon 105 par diffusion de rayons X selon l'invention est représenté sur la figure 4.

**[0054]** Ce dispositif optique 100 comprend une source 101, 102 de rayons X, produisant un faisceau monochromatique. Cette source 101, 102 comprend, de manière connue, la source 101 de rayons X proprement dite et un miroir monochromateur 102.

**[0055]** Dans le cas d'espèce, la source 101 de rayons X proprement dite est ponctuelle, mais elle pourrait être autrement, par exemple sous forme d'une ligne. Par ailleurs, la source 101, 102 pourrait ne pas être monochromatique, conformément à la définition fournie précédemment.

**[0056]** Dans toute la description qui suit, on utilisera les termes « amont » et « aval » en référence au sens de propagation du faisceau de rayons X.

**[0057]** En aval de la source 101, 102 de rayons X, le dispositif comporte une première enceinte 110 destinée à être sous vide ou sous une atmosphère contrôlée, telle que ou l'hélium (He).

**[0058]** Cette première enceinte 110 comporte une entrée et une sortie pour le faisceau, au niveau de chacune desquelles est disposée au moins une plaque 104, 104' réalisée en un matériau présentant une structure périodique diffractante selon l'invention.

**[0059]** Généralement, cette structure périodique diffractante sera une structure monocristalline.

**[0060]** Ces plaques 104, 104' sont de préférence montées contre les parois 120, 121 d'extrémité de l'enceinte 110, à l'intérieur de l'enceinte 110. Le positionnement de ces plaques 104, 104' est donc aisé. Ces parois 120, 121 forment par ailleurs, respectivement, l'entrée au faisceau de rayons X et la sortie audit faisceau.

**[0061]** Cette enceinte 110 est représentée en vue de coupe sur la figure 5. Par ailleurs, une plaque 104 réalisée en un matériau de structure périodique diffractante selon l'invention est représentée sur la figure 7.

**[0062]** Chaque plaque 104, 104' comprend deux faces principales, et plus précisément une face amont 104a, 104'a et une face aval 104b, 104'b ainsi qu'une ouverture 104c, 104'c s'élargissant entre la face amont et la face aval de la plaque considérée.

**[0063]** Comme cela est représenté sur les figures annexées, la plaque 104, 104' est disposée de façon à ce que l'ouverture 104c, 104'c s'évase d'amont en aval, en référence au sens de propagation du faisceau.

**[0064]** Toutefois, la même plaque 104, 104' pourrait être disposée dans l'autre sens, c'est-à-dire de sorte que l'ouverture 104c, 104'c se rétrécisse d'amont en aval, en référence au sens de propagation du faisceau.

**[0065]** L'amincissement de la plaque évite la réflexion des rayons X du faisceau qui se propagent aux petits angles, i.e. en incidence rasante.

**[0066]** Par ailleurs, l'angle  $\theta$ , aigu, formé entre une direction D d'élargissement de l'ouverture et l'une quelconque des faces amont ou aval de la plaque peut être compris entre  $10^\circ$  et  $80^\circ$ . L'angle  $\theta$  est par exemple représenté sur la figure 6.

**[0067]** En particulier, l'angle  $\theta$  peut être égal à l'angle entre les plans cristallins  $\{100\}$  et  $\{111\}$  du matériau formant la plaque 104. Cette caractéristique peut être obtenue lorsque le procédé de fabrication de la plaque, de nature chimique, est une gravure anisotrope par voie humide. En effet, avec ce procédé, l'attaque chimique du matériau s'effectue entre les plans cristallins  $\{100\}$  et  $\{111\}$ . L'état de surface obtenu est ainsi de très bonne qualité.

**[0068]** Les notations  $\{100\}$  et  $\{111\}$  correspondent aux indices de Miller. Ils permettent de désigner les plans dans un matériau cristallin. Ces indices sont bien connus pour une personne exerçant dans le domaine de la cristallographie et communément admis.

**[0069]** Dans le cas du silicium, on peut utiliser une solution d'hydroxyde de potassium (KOH). En variante, on peut également utiliser une méthode moins sélective par rapport à la gravure entre les plans cristallins  $\{100\}$  et  $\{111\}$ , en utilisant une solution d'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH).

**[0070]** De plus, l'élargissement de l'ouverture 104c, 104'c peut être qualifié d'uniforme. Par élargissement uniforme, il faut comprendre que le changement de dimension que l'ouverture subit entre la face amont et la face aval de la plaque s'effectue selon une homothétie. Le centre O correspond à l'intersection entre l'axe A passant par les centres  $C_1$ ,  $C_2$  de l'ouverture au niveau, respectivement, des faces amont et aval de la plaque avec l'axe de direction D mentionné ci-dessus. On pourra se référer à la figure 7(a).

**[0071]** De préférence, les faces amont 104a, 104'a ou aval 104b, 104'b de la plaque 104 réalisée en un matériau de structure périodique diffractante correspondent au plan  $\{100\}$  de cette structure. Les faces de la plaque inclinées par rapport aux faces amont et aval correspondent alors au plan  $\{111\}$  de la structure.

**[0072]** En variante, un procédé mécanique pourrait être employé pour définir un angle dans la gamme mentionnée ci-dessus.

**[0073]** En disposant ainsi deux plaques, une 104' à l'entrée de l'enceinte 110, l'autre 104 à la sortie de l'enceinte 110, on dispose alors d'un collimateur de rayons X.

**[0074]** La plaque 104' peut quant à elle s'insérer à la place de la plaque à fentes 12 du dispositif selon l'art antérieur représenté sur la figure 1, afin de collimater le faisceau sans générer de diffusion parasite. La plaque 104 évite alors toute diffusion parasite sur le faisceau collimaté et peut également améliorer la collimation, avant que le faisceau ne frappe l'échantillon 105.

**[0075]** Les plaques 104, 104' présentent ainsi les mêmes fonctions qu'une fente hybride proposée dans le document D1.

**[0076]** En aval de l'échantillon 105, le dispositif optique 100 comprend des moyens déjà connus du dispositif optique représenté sur la figure 1. Il s'agit d'une deuxième enceinte 106 également destinée à être sous vide (ou sous atmosphère contrôlée) comportant, à son extrémité opposée à l'entrée du faisceau dans l'enceinte 106, un moyen 107 d'arrêt du faisceau.

**[0077]** Enfin, le dispositif optique 100 comprend un détecteur 108, disposé en aval de la deuxième enceinte 106.

**[0078]** Les plaques 104', 104 disposées respectivement à l'entrée et la sortie de la première enceinte 110 peuvent être identiques.

**[0079]** Les plaques 104, 104' peuvent par ailleurs être réalisées en silicium, l'angle  $\theta$  entre les plans cristallins  $\{100\}$  et  $\{111\}$  étant alors d'environ  $54,7^\circ$  si une solution de KOH par exemple a été utilisée. La forme de l'ouverture est alors définie par les plans cristallins.

**[0080]** Ici, l'ouverture d'une plaque 104, 104' peut être carrée ou rectangulaire et l'évasement entre la face amont et la face aval est donné par l'angle  $\theta$ . Par exemple, lorsque cette ouverture est carrée, son côté, au niveau de la face amont 104a, 104'a de la plaque 104, 104' peut être de 1 mm.

**[0081]** D'autres formes d'ouvertures sont envisageables. On peut par exemple se reporter à l'article "A flux

and Background-optimized version of the NanoSTAR small-angle X-ray scattering camera for solution scattering », Jan Skov Pedersen, J. of Applied Crystallography (2004), 37, pp. 369-380.

**[0082]** Une plaque 104, 104' peut présenter une dimension d'environ 10mm\*10mm, et une épaisseur d'environ 1-2 mm.

**[0083]** En variante, elles peuvent être différentes, notamment du fait que leurs ouvertures 104c, 104c' sont différentes. En effet, les ouvertures 104c, 104c' de ces plaques peuvent différer par leurs dimensions et/ou par la valeur de l'angle  $\theta$ .

**[0084]** En variante également, chaque plaque 104, 104' peut être réalisée dans un autre matériau de structure périodique diffractante, que le silicium, en l'occurrence monocristallin. Par exemple, il peut s'agir d'une structure monocristalline comme le germanium.

**[0085]** Le dispositif optique représenté sur la figure 4 peut faire l'objet de variantes de réalisation.

**[0086]** Une variante de réalisation peut consister à remplacer l'ensemble formé par le moyen de collimation 13 et les fentes anti-diffusion 15 du dispositif optique selon l'art antérieur représenté sur la figure 1 par une plaque 104 selon l'invention.

**[0087]** Cette plaque 104 est alors disposée en sortie d'une enceinte destinée à être sous vide (ou sous atmosphère contrôlée), comme représenté sur la figure 6, afin de former un dispositif de collimation de rayons X. En revanche, cette enceinte ne comporte pas une plaque selon l'invention au niveau de son entrée, mais cette entrée est précédée par les fentes 12 et, le cas échéant, l'atténuateur calibré (non référencé) comme illustré sur la figure 1.

**[0088]** Une autre variante de réalisation de l'invention est représentée sur les figures 7 ou 8.

**[0089]** Selon cette variante, il est prévu un collimateur du faisceau de rayons X comportant plusieurs plaques réalisées en un matériau monocristallin, accolées les unes aux autres de sorte que ladite au moins une ouverture de chaque plaque s'élargisse entre la face amont et la face aval de la plaque ou l'inverse.

**[0090]** Ces plaques accolées seront généralement identiques.

**[0091]** L'intérêt de cette disposition est de limiter, voire de supprimer, la transmission du faisceau 200 à travers le matériau monocristallin, au niveau du contour de l'ouverture.

**[0092]** En effet, lorsqu'une seule plaque est prévue, on comprend que l'épaisseur  $e_f$  de plaque rencontrée par le faisceau 200 est faible au niveau du contour de cette ouverture. En accolant plusieurs plaques, on augmente ainsi l'épaisseur de plaque finalement rencontrée par le faisceau 200 au niveau de ce contour de l'ouverture, lequel présente une forme en dents de scie le long de l'axe longitudinal de l'ouverture.

**[0093]** La collimation du faisceau 200 s'en trouve améliorée, en ne transmettant que le faisceau passant à travers l'espace E laissé par l'ouverture, du côté amont de

la plaque.

**[0094]** Ceci est particulièrement intéressant si la plaque est réalisée en silicium. Lorsque la plaque est réalisée en germanium, lequel est un matériau plus dense que le silicium, cette disposition présentera un intérêt particulier pour la gamme d'énergie des rayons X allant de 15keV à 30keV.

**[0095]** Il faut noter que, sur la figure 7, on a représenté cinq plaques identiques accolées les unes aux autres. L'homme du métier comprendra que ceci n'est qu'une illustration et que le nombre de plaques à considérer dépendra notamment de l'énergie du faisceau, de l'épaisseur d'une plaque et de la nature du matériau monocristallin formant cette plaque.

**[0096]** Le demandeur a réalisé des mesures et effectué quelques calculs.

**[0097]** Il s'est aperçu que pour un faisceau de rayons X de 8keV, la superposition de trois plaques en silicium identiques de 1-2 mm d'épaisseur environ chacune équivalait à utiliser une plaque en germanium, de même épaisseur. Pour un faisceau de rayons X de 17keV, il faut alors accoler quinze de ces mêmes plaques en silicium pour obtenir un comportement équivalent à une plaque en germanium de même épaisseur.

**[0098]** Le fait d'accoler des plaques peut être envisagé à chaque extrémité de l'enceinte 110 représentée sur la figure 5. Ceci peut également être envisagé uniquement à l'entrée ou uniquement à la sortie de cette enceinte 110, en particulier si seule cette sortie comporte une plaque 104 conforme à l'invention.

**[0099]** Alternativement, on peut prévoir un collimateur ne comportant pas des plaques accolées, mais fait d'une seule pièce dont les différentes parties 104<sub>1</sub>, 104<sub>2</sub>, 104<sub>3</sub>, 104<sub>4</sub>, 104<sub>5</sub> dont chacune est assimilable à une plaque 104 tel qu décrite précédemment. Ainsi, les faces de l'ouverture 10C formée par l'ensemble des ouvertures de chaque partie du collimateur forme une structure en dents de scie le long de l'axe longitudinal A<sub>104</sub> de cette ouverture 104C. La forme de cette ouverture 104C, par exemple représentée sur la figure 8, est ainsi similaire à celle obtenue en accolant plusieurs plaques 104, comme représenté sur la figure 7.

**[0100]** La plaque 104, 104' utilisée dans le cadre de l'invention présente finalement plusieurs avantages par rapport à une fente hybride telle que présentée dans le document D1. En effet, la structure est simple, faite d'un seul cristal. De plus, cette plaque sera le plus souvent fixée aux extrémités d'une enceinte sous vide ou sous atmosphère contrôlée, si bien que le manipulateur ne sera pas amené à effectuer des réglages : le seul réglage étant le positionnement initial de la plaque. En outre, le procédé de fabrication généralement employé, chimique, génère un état de surface excellent, qui limite les risques de diffusions parasites.

## Revendications

1. Dispositif optique (100) pour analyser un échantillon (105) par diffusion d'un faisceau de rayons X comprenant:
  - une source de rayons X (101; 101', 102) adaptée à émettre un faisceau de rayons X (200) et
  - un dispositif de collimation pour collimater ledit faisceau de rayons X, comprenant :
    - une enceinte (110) destinée à être mise sous vide ou sous atmosphère d'Hélium, l'enceinte (110) comportant une entrée (120) et une sortie (121) pour ledit faisceau (200) et
    - au moins une plaque (104; 104') réalisée en un matériau monocristallin à structure périodique diffractante et disposée au niveau de la sortie (121) de l'enceinte (110), ladite au moins une plaque (104; 104') comprenant deux faces principales (104a, 104b) et au moins une ouverture (104c; 104c') s'évasant entre lesdites faces, l'une (104a) des faces principales (104a, 104b) de ladite au moins une plaque (104) étant une face amont, en référence au sens de propagation dudit faisceau, et l'autre (104b) étant une face aval en référence au sens de propagation dudit faisceau, l'ouverture (104c) s'élargissant depuis la face amont (104a) vers la face aval (104b) de la plaque.
2. Dispositif selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre, au niveau de l'entrée de l'enceinte (110), au moins une autre plaque (104') réalisée en un matériau à structure périodique diffractante, cette autre plaque (104') comprenant deux faces principales (104'a, 104'b) et au moins une ouverture (104'c) s'évasant entre lesdites faces.
3. Dispositif selon la revendication précédente, dans lequel l'une (104'a) des faces principales (104'a, 104'b) de ladite au moins une autre plaque (104') étant une face amont, en référence au sens de propagation dudit faisceau, et l'autre (104'b) étant une face aval, en référence au sens de propagation dudit faisceau, l'ouverture (104'c) s'élargit depuis la face amont (104'a) vers la face aval (104'b) de la plaque.
4. Dispositif selon l'une des revendications 2 ou 3, **caractérisé en ce que** ladite au moins une plaque (104) en sortie de l'enceinte et ladite au moins une plaque (104') en entrée de l'enceinte sont identiques.
5. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'angle  $\theta$  aigu formé entre une direction (D) d'évasement de l'ouverture (104c,
- 104'c) et l'une desdites faces principales (104a, 104'a, 104b, 104'b) est compris entre  $10^\circ$  et  $80^\circ$ .
6. Dispositif selon la revendication précédente, **caractérisé en ce que** l'angle  $\theta$  est égal à l'angle entre deux plans cristallins {100} et {111} du matériau de structure périodique diffractante formant la ou chaque plaque (104, 104').
7. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la ou chaque plaque (104, 104') est réalisée en un matériau choisi parmi le silicium ou le germanium.
8. Dispositif selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il** comprend, en sortie de l'enceinte (110), plusieurs plaques identiques, accolées les unes aux autres de sorte que l'ouverture de chaque plaque s'élargisse entre la face amont et la face aval de la plaque.
9. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comprend, en entrée de l'enceinte (110), plusieurs plaques identiques, accolées les unes aux autres de sorte que l'ouverture de chaque plaque s'élargisse entre la face amont et la face aval de la plaque.

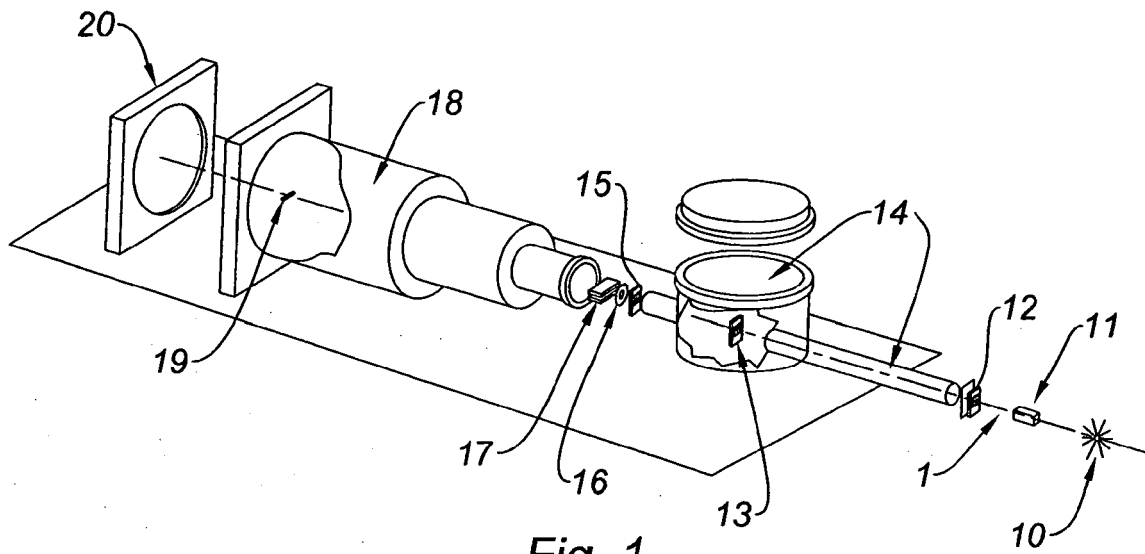


Fig. 1  
(Art Antérieur)

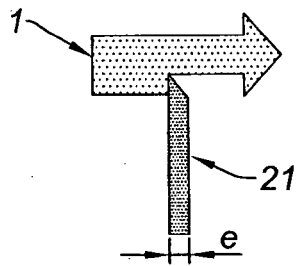


Fig. 2  
(Art Antérieur)

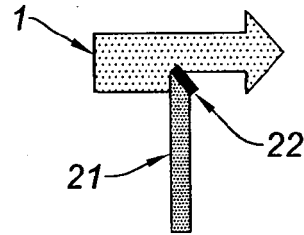


Fig. 3  
(Art Antérieur)

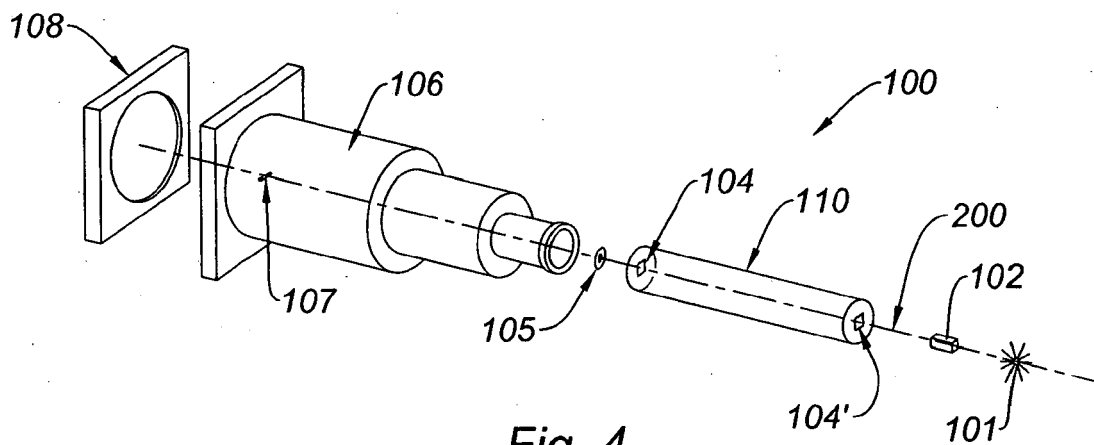


Fig. 4



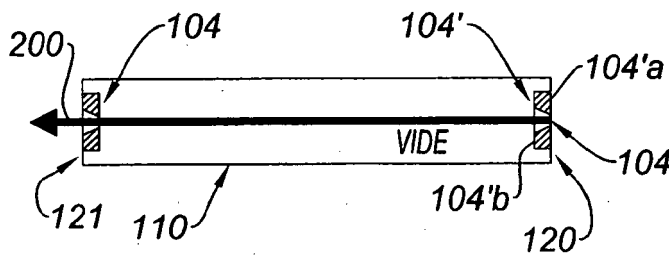


Fig. 5

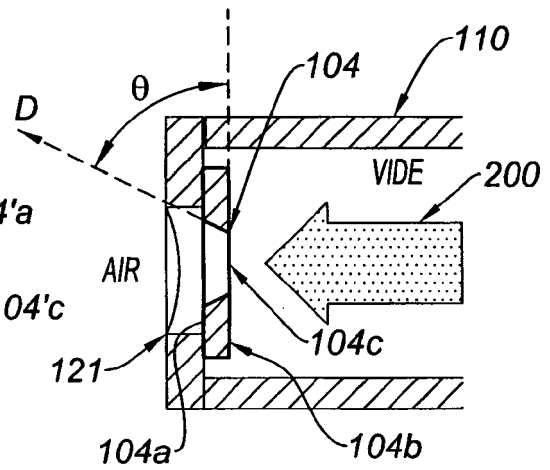


Fig. 6

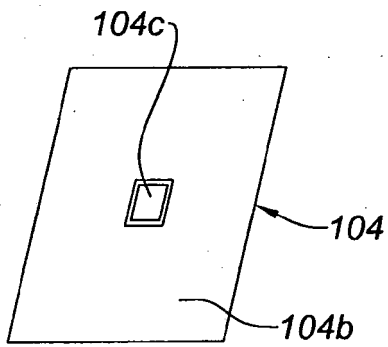


Fig. 7 (a)

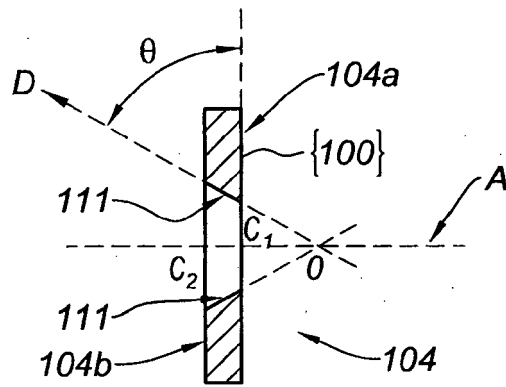


Fig. 7 (b)

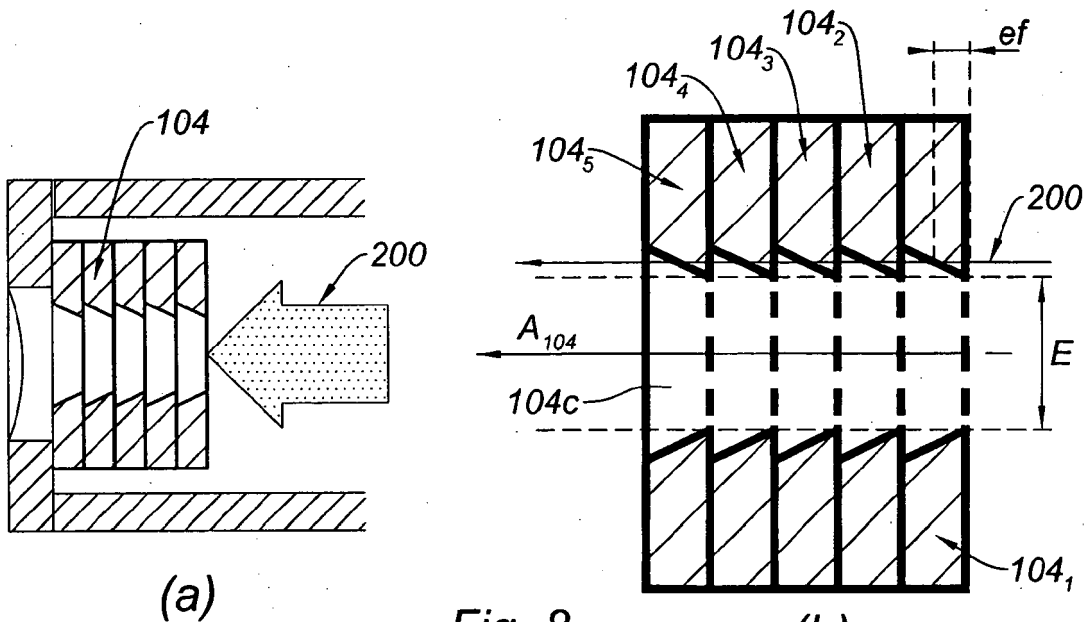


Fig. 8

(b)



## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 18 21 5683

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	JP H06 43300 A (AGENCY IND SCIENCE TECHN; NIKON CORP) 18 février 1994 (1994-02-18) * figures 2, 3 * * alinéas [0002], [0015], [0018], [0019] *	1-7	INV. G21K1/02 G21K1/06
A	JP 5 107400 A (NIPPON KOGAKU KK) 27 avril 1993 (1993-04-27) * figure 7 * * alinéas [0012], [0015]; figures 3,7 *	3	
A	SU 1 744 610 A1 (MO GEOLOGORAZVEDOCH INST [SU]) 30 juin 1992 (1992-06-30) * figure 1 *	8,9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			G21K G01N
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche <b>Munich</b>		Date d'achèvement de la recherche <b>1 avril 2019</b>	Examineur <b>Angloher, Godehard</b>
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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		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	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 18 21 5683

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

01-04-2019

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP H0643300 A	18-02-1994	AUCUN	
JP 5107400 A	27-04-1993	-----	
SU 1744610 A1	30-06-1992	AUCUN	
		-----	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

## RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

### Littérature non-brevet citée dans la description

- Small-Angle Scattering of X-rays. John Wiley et Sons Inc, 1955 [0005]
- **YOU LI**. Scatterless hybrid metal-single crystal slit for small-angle X-ray scattering and high-resolution X-ray diffraction. *J. Appl. Crystallography*, 2008, vol. 41, 1134-1139 [0033]
- **JAN SKOV PEDERSEN**. A flux and Background-optimized version of the NanoSTAR small-angle X-ray scattering camera for solution scattering. *J. of Applied Crystallography*, 2004, vol. 37, 369-380 [0081]