

60 ans d'innovations SIMS à CAMECA

(26 novembre 2024, 10èmes Journées du Réseau SIMS Francophone)

Emmanuel de Chambost

emmanuel.dechambos@yahoo.fr

J'ai regroupé dans ce document à la fois le brouillon que j'avais écrit pour préparer ma présentation, et les diapos projetées au cours de ma présentation. J'ai rajouté, en italique quelques commentaires, notamment pour indiquer des références. Une large part de ce qui est présenté ici a été développé dans Emmanuel de Chambost, Histoire de Cameca, dont il me reste encore quelques exemplaires.

Prologue : Des archives de Cameca à l'histoire de Cameca.....	1
1942 Le microscope électronique de Pierre Grivet.....	3
Cameca en 1962.....	9
Le SMI-300 : un accouchement difficile.....	11
Le miracle de l'IMS3F.....	17
Mutations capitalistiques.....	22
La postérité de l'IMS3F.....	22
L'aventure de la mesure de la profondeur par interférométrie.....	32
La petite astuce de la multicollection de l'IMS1270.....	34
En guise de générique.....	36

Prologue : Des archives de Cameca à l'histoire de Cameca.

Je me présente, Emmanuel de Chambost, 20 ans seulement d'activités dans le SIMS, de 1989 à 2009 lorsque j'étais ingénieur à Cameca.

J'avais été recruté pour prendre en charge le projet IMS1270. Le premier appareil a été livré à la fin de 1992 à l'équipe de Mark Harrison à UCLA.



Cette photo a précisément été publiée récemment par Mark Harrison dans une autobiographie où il évoque notamment tous les petits soucis que nous avons eus. Finalement, l'appareil s'est avéré particulièrement fiable et durable, puisqu'il est encore en service, 30 ans après. Quant à moi, trente ans après, j'ai toujours le même pull. Ceci pour dire qu'à Cameca, l'innovation ne se conçoit que dans la durabilité.

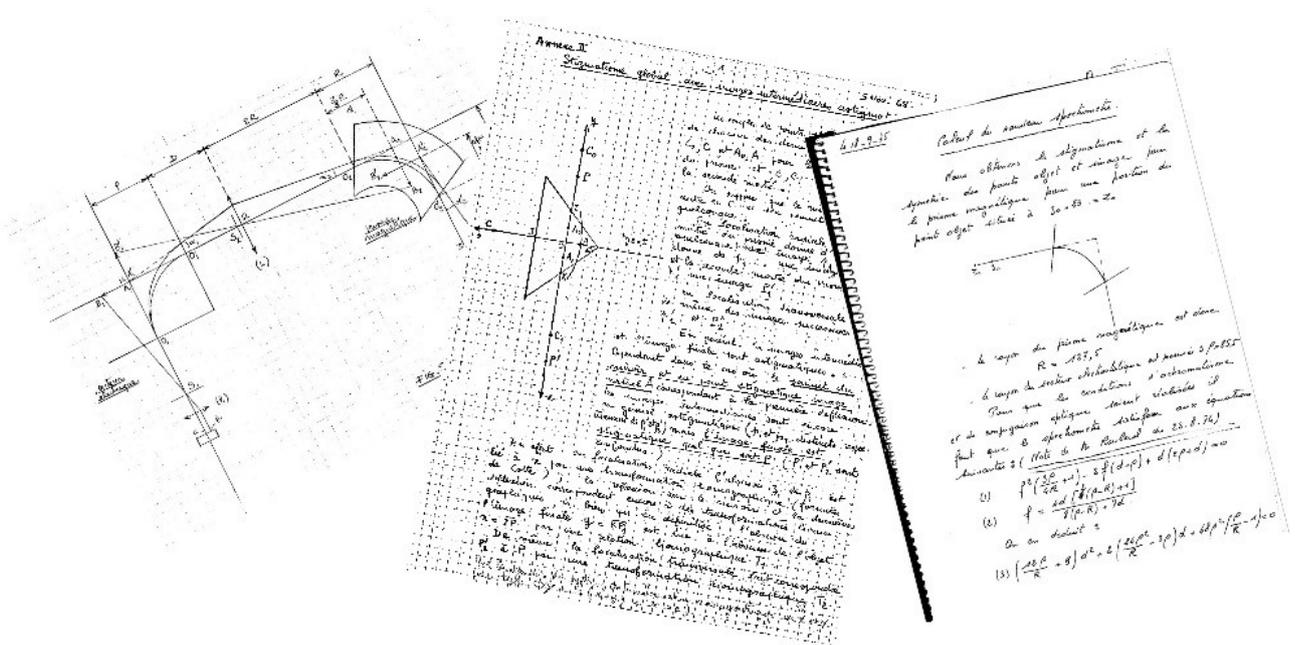
Voir T.Mark Harrison, From Hell to the Himalayas : Thermochronology across Deep Time, Geochemichemical Perspectives, 156 p, oct 2024. Il semble que l'argument du pul ait fait mouche auprès du Service client de Cameca qui va bientôt proposer à ses clients un contrat de durabilité de 30 ans .

2006

Grand moment pour Cameca qui quitte son usine historique de Courbevoie, celle qui a accueilli le SIMS dans les années 1960. Avant que ces archives ne soient balancées sauvagement, en vrac, dans la cour, j'y avais découvert des archives.



J'avais notamment extirpé des étagères des cahiers d'ingénieurs concernant la période pionnière du SIMS. C'est l'archive qui fait l'historien, je me suis fait historien de Cameca.

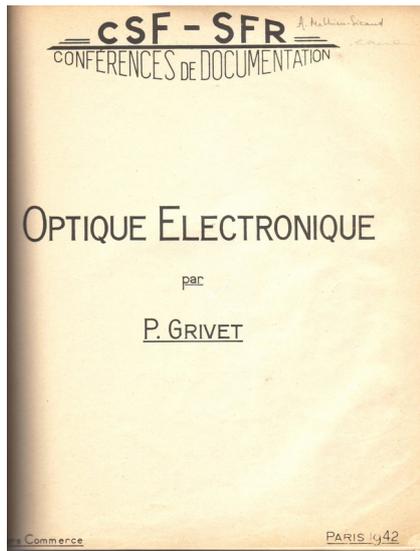


J'ai choisi pour cette présentation de faire démarrer le roman entrepreneurial en 1942, avec Pierre Grivet

1942 Le microscope électronique de Pierre Grivet

En 2011, j'ai quitté Cameca, et je travaille sur l'histoire de la CSF sous l'Occupation. Grand moment d'émotion pour moi lorsque je découvre dans les archives familiales de Jean-Philippe

Grivet ce manuel d'optique électronique écrit par son père Pierre Grivet en 1942. Il faut dire que j'ai fricoté moi-même avec l'optique électronique pendant 35 ans de ma carrière.



$$\Delta f = \frac{t_0^3 \alpha G}{F_0' \sqrt{\Phi_0}} \int_{\Phi_0}^{\Phi} \left\{ \frac{F^4}{3.2 \sqrt{\Phi}} \left(\frac{(\Phi'' + \frac{1}{2} \frac{e}{m} H^2)^2}{\Phi} - \Phi'' - \frac{2e}{m} H'H'' \right) + \frac{F^2 F'^2 (\Phi'' + \frac{1}{2} \frac{e}{m} H^2)}{4 \sqrt{\Phi}} + \frac{F'^4 \sqrt{\Phi}}{2} \right\} d\Phi \quad (66)$$

Ces formules sont directement utilisables lorsqu'on dispose d'une combinaison de fonctions élémentaires pour représenter Φ . Dans le cas contraire, il est avantageux de faire disparaître de la formule les dérivées d'ordre supérieur. C'est à quoi Scherzer est parvenu en utilisant les moyens qui nous ont réussi précédemment : intégration par parties et mise en oeuvre de l'équation dont f est une solution donnée. Il est ainsi parvenu à la forme :

$$\Delta f = \frac{9 t_0^3 \alpha_0}{16 F_0' \sqrt{\Phi_0}} \int_{\Phi_0}^{\Phi} \left\{ \frac{5}{4} \Phi''^2 + \frac{5 \Phi''^4}{24 \Phi^2} + \frac{14}{3} \frac{\Phi''^3}{\Phi} - \frac{F'}{F} \frac{\Phi''}{\Phi} - \frac{2}{2} \frac{\Phi' F'^2}{F^2} + \frac{e}{m} \Phi'' H^2 + \frac{3e}{8m^2} H^4 - \frac{e}{m} \Phi'' H^2 \frac{F'}{F^2} + \frac{35e}{16} \frac{\Phi''^2}{\Phi} H^2 - \frac{3e}{m} \Phi' H H'' - \frac{2e}{m} \Phi'' H^2 \frac{F'}{F} \right\} F^4 d\Phi \quad (67)$$

Tout le monde connaît la formule de Scherzer qui donne l'aberration sphérique des lentilles électrostatiques et magnétiques, mais je n'avais jamais vu ailleurs de si belles intégrales faites main.

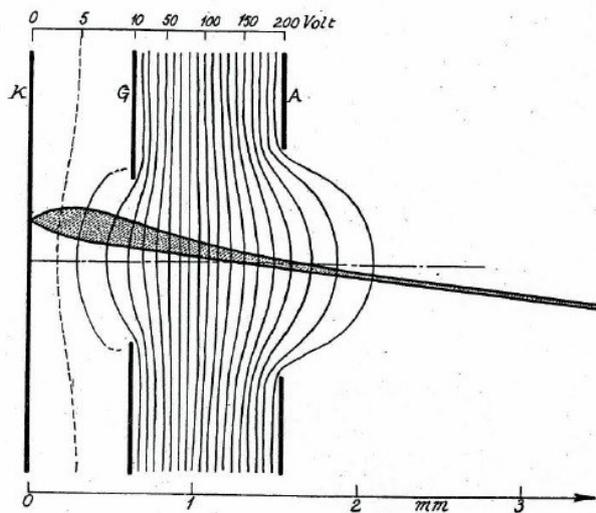
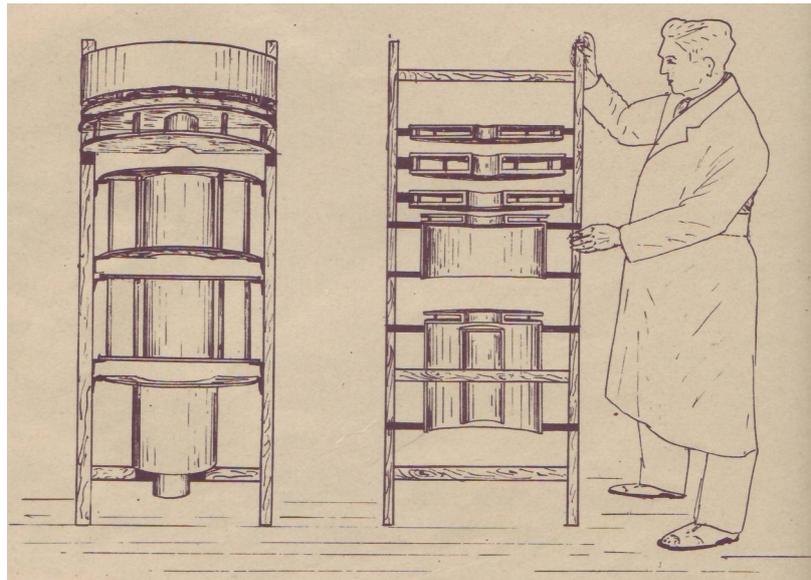


FIGURE 17
Lentille à immersion (13)

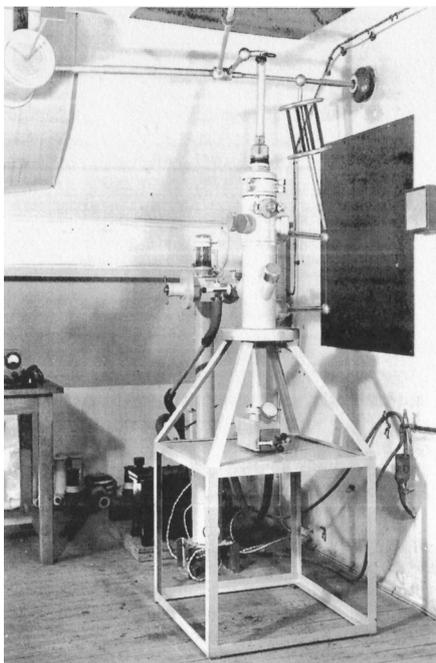
Et cette lentille à immersion, très chère aux gens qui font du SIMS, elle a fière allure dans sa version 1942. Et vous vous demandez comment à Levallois, au temps des rutabagas, sous occupation nazie, on calculait les équipotentiels ?

Eh bien, on allait à la Sorbonne avec des maquettes de la lentille à l'échelle 10 pour faire une simulation dans une cuve rhéographique.

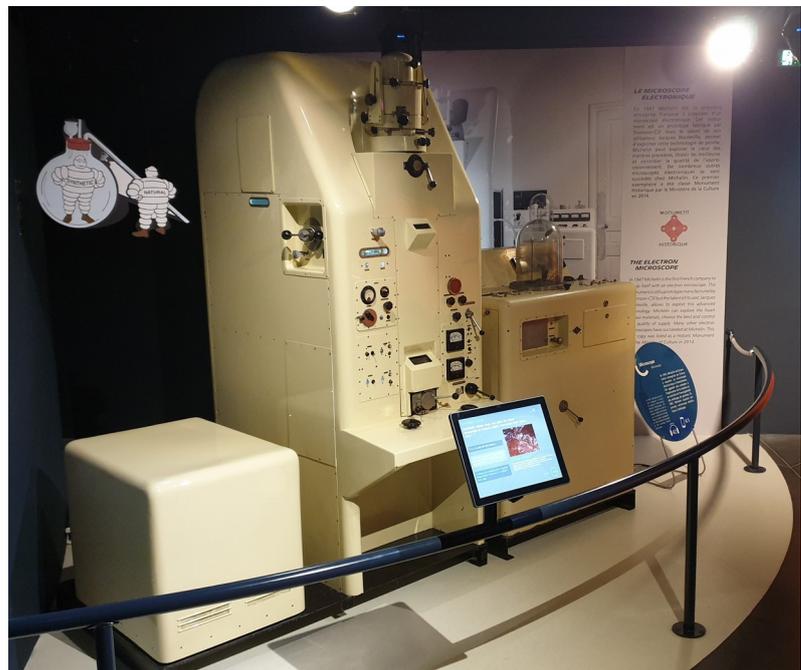


C'est donc armée d'un solide bagage théorique que l'équipe de Pierre Grivet qui a démarré dans l'usine historique de la CSF, rue Greffühle à Levallois ses travaux sur le microscope électronique CSF.

Pour celles et ceux qui n'ont pas connu les temps anciens, je précise que la CSF, créée en 1912 sous le nom de SFR a fusionné à la fin des années 1960 avec Thomson pour devenir Thomson-CSF, qui s'appelle Thales depuis l'an 2000. Cameca a été formée dans le giron de la CSF.



Prototypé de 1942



Appareil commercial qui fut livré en 1945 à Michelin. C'est le deuxième exemplaire qui sera vendu à Michelin, Clermont-Ferrand. En 2024, classé monument historique, il trône à l'entrée de l'Université fr Clermot -Ferrand

Sur le microscope électronique de la CSF, je conseille la lecture de l'article autobiographique de Grivet : *The French Electrostatic Electron Microscope (1941-1952)*, dans *Advances in Electronics and Electron Physics, Supplement 16, Academic Press, 1985 . pp.225-274* J'ai le pdf, je peux le passer. J'ai également la copie du manuel de 1942. Voir aussi, sur mon site internet <https://siteedc.edechambost.net/CSF/Grivet.html>

Quelques commentaires sur les personnages principaux qui assureront la continuité entre le microscope de Grivet et Cemea.

	<p>Pierre Grivet (1911, 1992), normalien de la rue d'Ulm, recruté par la CSF en 1941.</p>
	<p>Maurice Ponte (1902-1983), lui aussi normalien de la rue d'Ulm, patron de Grivet, directeur scientifique de la CSF dont il deviendra même PDG en 1960. C'est à Maurice Ponte en tout premier lieu que l'on doit d'avoir introduit à la CSF l'industrialisation d'instruments scientifiques mis au point à l'Université. Les méchantes langues diront que c'était le prix à payer pour être élu à l'académie des sciences en 1963..</p>
	<p>René Jacqmin, responsable commercial du microscope électronique et qui sera nommé directeur de Cemea. 9 exemplaires vendus entre 1945 et 1951 , surtout en France.</p>
	<p>Jean Vastel fut l'ingénieur qui joua un rôle décisif pour la fiabilité du microscope en introduisant une boucle de contre-réaction dans la haute tension qui constituait l'essentiel de l'électronique de ce microscope électrostatique qui deviendra responsable de la spectrométrie de masse à Saint-Egrève et reviendra à Cemea en 1970.</p>

Pour l'histoire de la CSF et son positionnement dans la science française, on lira Dominique Pestre, Physique et physiciens en France, 1918-1940, éditions des archives contemporaines, 1984 et Emmanuel de Chambost, La radioélectricité en France sous l'Occupation, L'Harmattan, 2012

Pour permettre l'accroissement de l'activité microscope électronique il fut décidé d'ériger une nouvelle usine. Dès 1952, un nouveau bâtiment est construit au 103 avenue Saint-Denis et on embauche également du personnel, notamment un technicien, Joseph Astruc, mais quand le bâtiment est terminé, le microscope électronique s'est évaporé.

Future usine (1956)

**Construction d'un immeuble pour
l'industrialisation
Des microscopes électroniques**



En fait, le choix de l'électrostatique était judicieux en temps de guerre, mais, Grivet était bien placé pour savoir que les lentilles électrostatiques sont handicapées par une aberration sphérique 7 fois plus importante que celle d'une lentille magnétique. Il aurait donc fallu repartir à zéro avec un modèle à lentilles magnétiques, mais tous les brillants scientifiques qui avaient conçu le microscope électrostatique avait quitté la CSF pour l'Université ou le CEA.

Quant à Joseph Astruc, il restera à Cameca et deviendra un commercial qui vendra beaucoup de microsondes électroniques et sera immortalisé par le « couscous Astruc » proposé par le restaurant Le Figuier, situé tout contre la nouvelle usine.



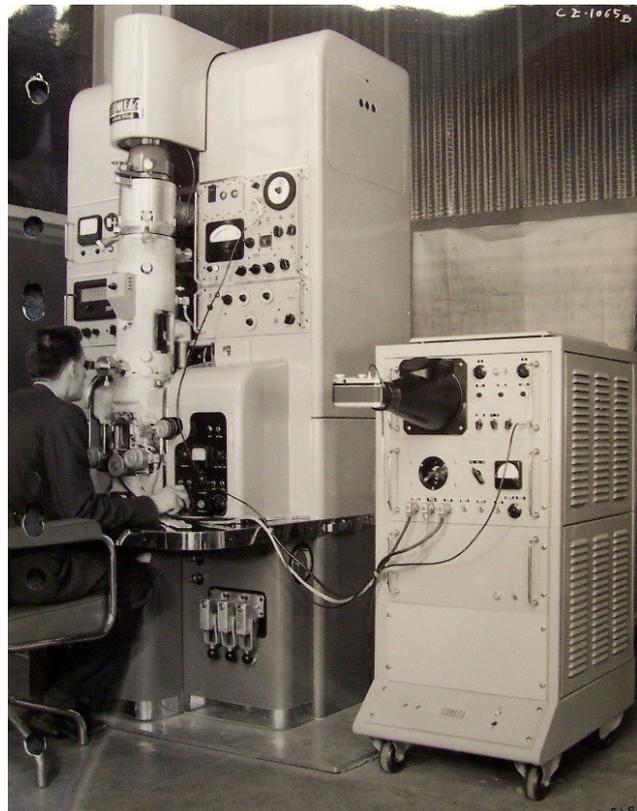
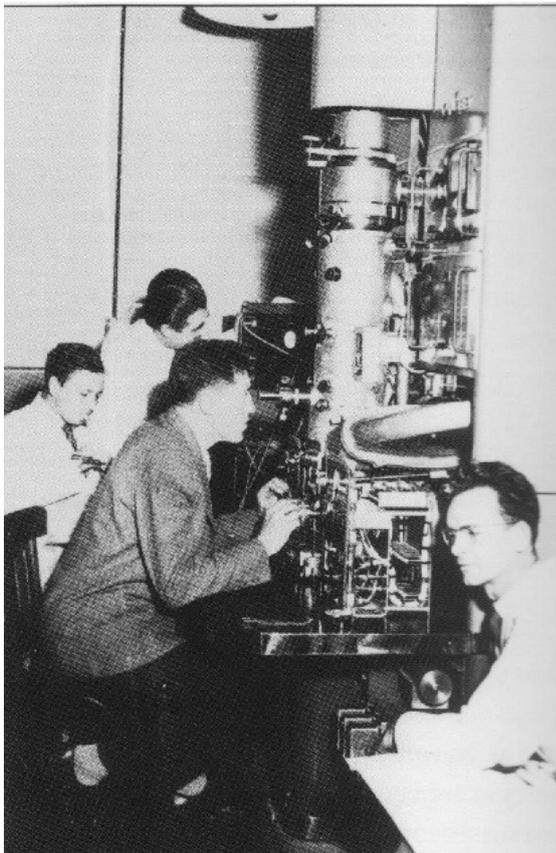
1954

Où l'on voit que l'on bâtit du neuf sur du vieux, de vieux bâtiments représentatifs du tissu industriel de la petite couronne de la première moitié du XXème siècle.



Ah qu'elle est belle, la nouvelle usine inaugurée en 1956, avec la 4cv de Frédéric Mathieu, directeur et ingénieur vedette du bureau d'études. Frédéric Mathieu qui va bientôt être remplacé par René Jacqmin, Dans cette usine, on construit toujours des projecteurs de cinéma, mais à partir de 1958, on produit également des sondes de Castaing

Petit retour en arrière. Un des neufs microscopes électronique de Grivet avait été vendu à l'ONERA, où un thésard, lui aussi issu de la rue d'Ulm, invente ce que l'on appellera la microanalyse, en bricolant le microscope de Grivet qu'il peut bricoler. De cette thèse résultera, comme on sait, un prototype d'une sonde électronique commercialisée par Cameca sous le nom de MS85.



Vers 1950, Raimond Castaing pendant sa thèse sur le microscope CSF de l'ONERA

1957 : Prototype de la première sonde de Castaing, à lentille magnétique qui sera dupliquée et commercialisée par Cameca.

En 1962, justement, les gens de Cameca qui collaborent avec Castaing depuis 1958, apprennent par hasard que Castaing et un certain Sodzian ont présenté à l'exposition de la Société française de Physique un « Microscope ionique ».

Cameca en 1962

Faisons le point sur ce qu'était Cameca en 1962

Depuis 1958 une trentaine de sondes de Castaing MS85 ont été vendues et installées dans le monde, et le bureau d'études est en train de pondre un nouveau modèle, la MS46. Mais ce n'est pas avec la MS85 que Cameca fait des bénéfices. Cameca a abandonné les projecteurs de cinéma avec

les quels elle ne faisait plus guère de profit non plus, mais un appareil se vend comme des petits pains, non pas dans les universités mais dans les cafés, le scopitone une sorte de juke-box qui passe ce que l'on appellera plus tard des clips.

Un ingénieur mécanicien d'une trentaine d'années a été recruté pour dessiner le scopitone : Jacques Guernet qui va bientôt remplacer Mathieu au bureau d'études.

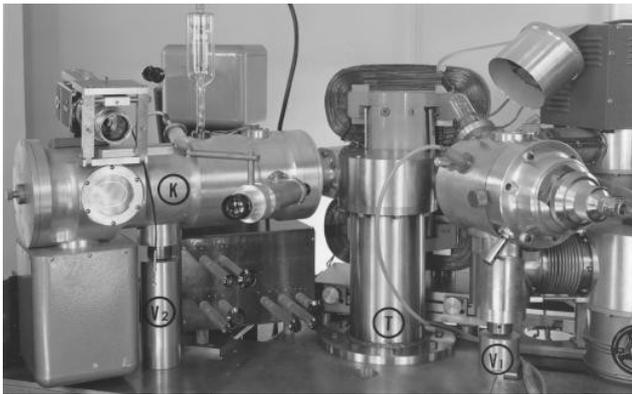


Sur cette photo prise en 1963, on voit le staff de Cameca venu aux Etats-unis pour négocier des partenariats pour la MS46 et le Scopitone. René Jacqmin, l'ancien commercial du microscope de Grivet est devenu directeur de Cameca, chapeautant Mathieu très proche de la retraite. Jean-Michel Rouberol est un centralien embauché en 1958 spécialement pour l'industrialisation de la MS85.

Le SMI-300 : un accouchement difficile

Il est temps de parler de SIMS

En automne 1962, Cameca apprend donc l'existence du « microscope ionique » développé par Slodizan, étudiant de Castaing au cours de sa thèse. Castaing n'avait pas encore jugé opportun de mettre Cameca dans la boucle, mais pour Cameca, c'était le bon moment d'investir les profits du Scopitone dans un nouvel instrument de physique.



Microscope ionique de la thèse de Slodzian

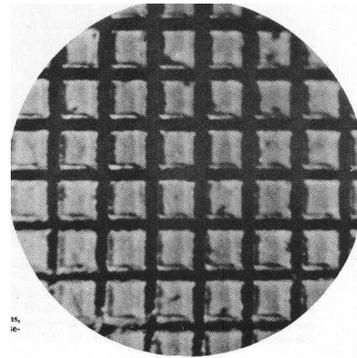


Image d'une grille au pas de 25 µm

Sur la diapo, on voit le fameux microscope ionique, objet de la thèse, une image ionique, pas spécialement intéressante d'un point de vue physique, mais qui montre l'échelle, la grille a un pas de 25 µm,

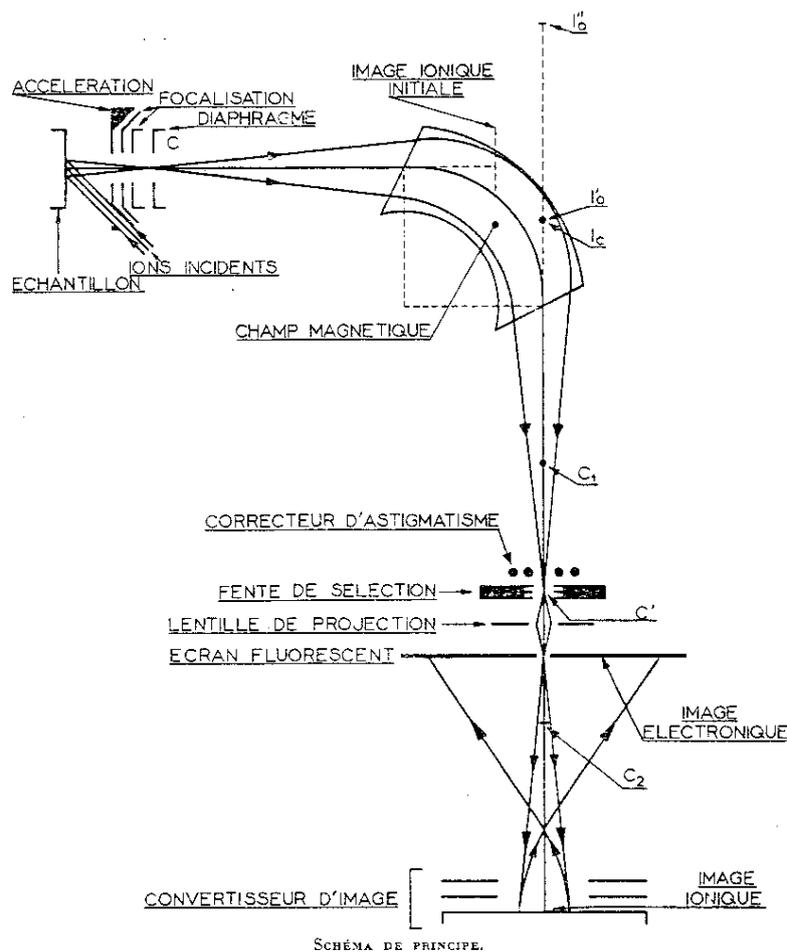


Raimond Castaing



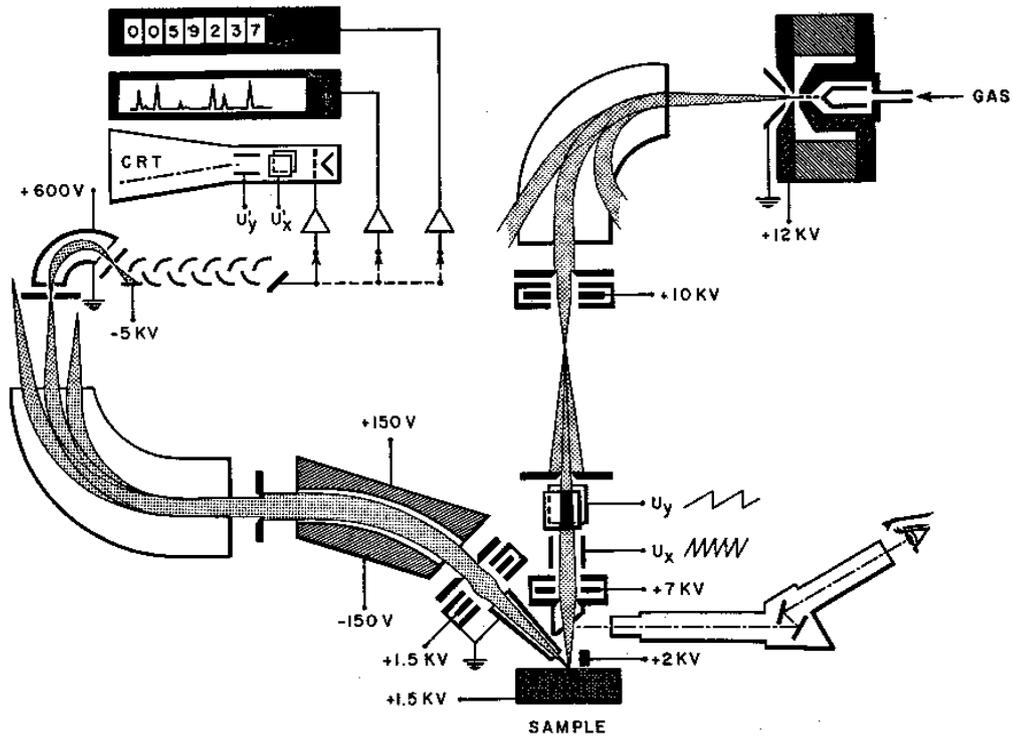
Georges Slodzian, vers 1988, plus de 25 ans après sa thèse.

Quand Castaing développait avec Slodzian son microscope ionique, il ignorait que la technique d'analyse basée sur l'émission d'ion secondaires de l'échantillon, provoquée par un bombardement d'ions primaires avait un nom, le SIMS, depuis 1949 à la suite d'une publication de Herzog.



La manip de la thèse consistait en une colonne primaire, un échantillon dont l'image ionique est réalisée grâce aux propriétés optiques de la lentille d'accélération et de l'aimant rendu stigmatique par l'inclinaison de ses faces à environ 27°. Le convertisseur d'image est issu de la thèse d'un autre étudiant de Castaing, Jouffrey, un peu plus compliqué que l'assemblage avec une galette multicanaux qui apparaîtra au cours des années 1970. Au niveau de la fente de sélection en masse, la résolution en masse est assez médiocre, car l'aimant, en même temps qu'il disperse en masse, disperse également en énergie et il s'est avéré que les ions secondaires présentaient une grande dispersion en énergie.. En fait, le problème est que lorsque l'aimant est réglé sur une masse donnée, la fente de sélection peut aussi laisser passer des ions d'une masse voisine, mais dotée d'une énergie différente. Ceci n'empêche pas une résolution spatiale très flatteuse, car l'image est récupérée dans le plan achromatique de l'aimant.

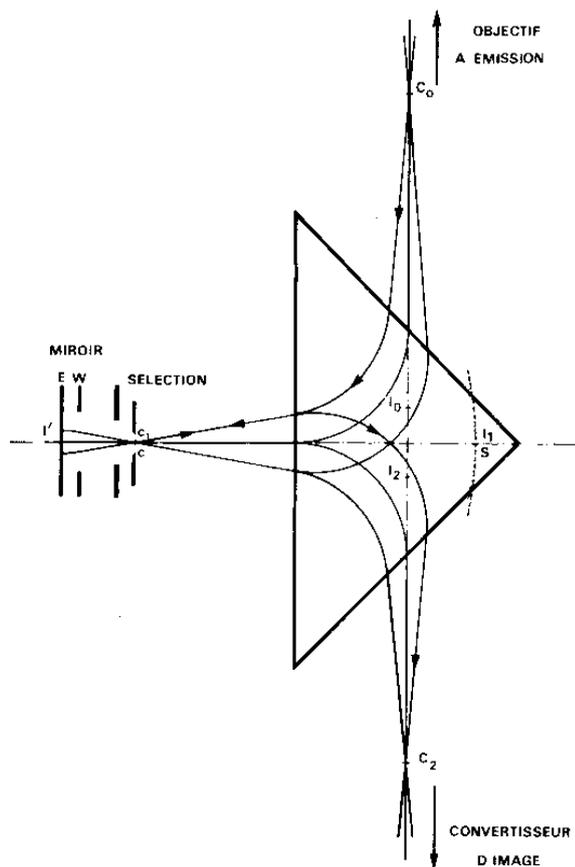
Pour Cameca, cette histoire de compensation en énergie n'est pas un détail, car en 1963, Herzog, celui qui avait inventé le mot SIMS en 1949, développe au sein de la société américaine GCA un instrument SIMS, l'IMS101, en coopération avec un autre Allemand Liebl.



L'IMMA d'ARL, présenté par Helmut Liebl en 1967

Ils obtiennent des images en balayant une sonde ionique. Ils sont en retard sur Castaing-Slodzian, mais avec un secteur électrostatique, ils réalisent la compensation en énergie et obtiennent une meilleure résolution en masse. Castaing et Slodzian sont bien conscients de ce problème, c'est pourquoi Castaing a déjà mis en route un nouveau prototype avec compensation d'énergie.

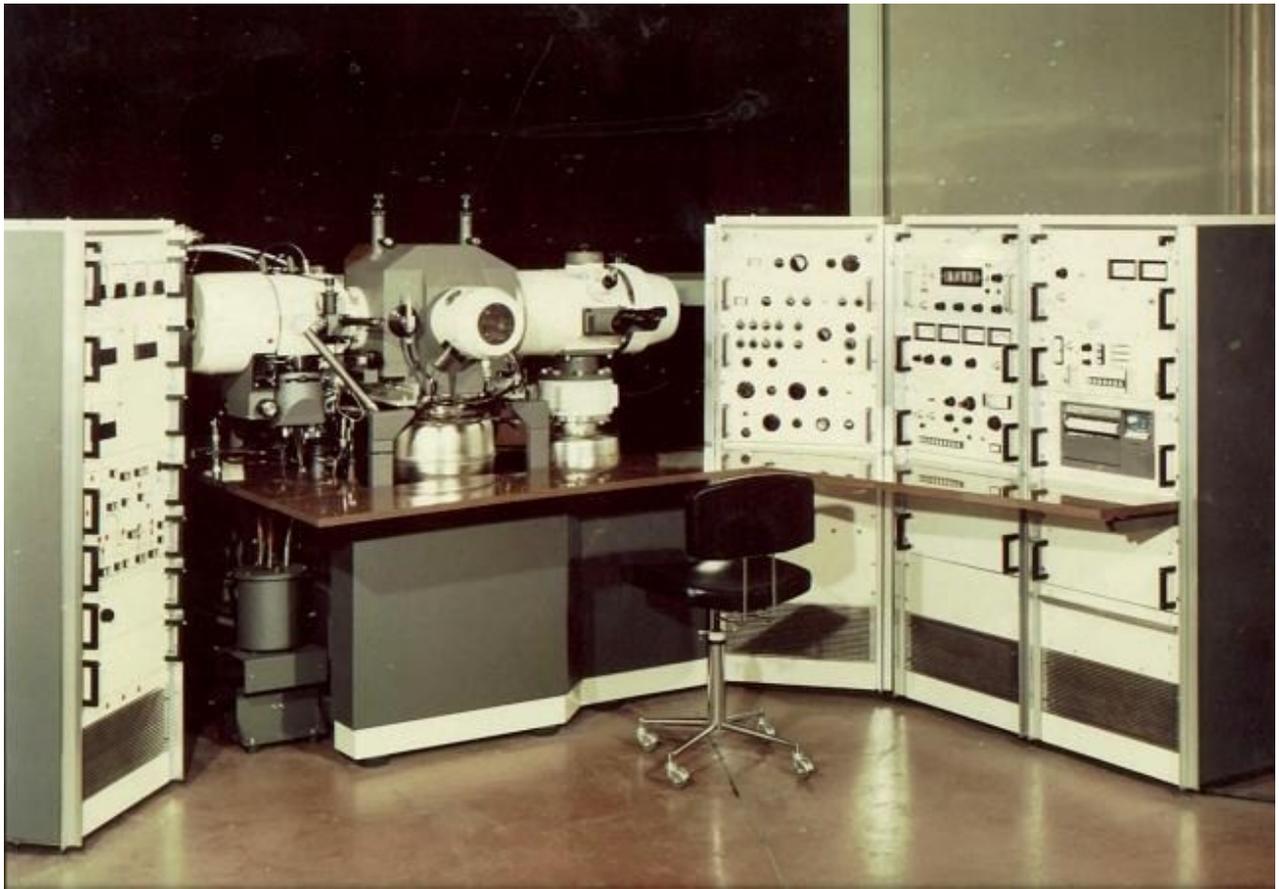
Après la thèse de Slodzian, Castaing réitéra ce qu'il avait fait après sa propre thèse : Il fit réaliser dans son labo le prototype d'un instrument plus élaboré.



La principale innovation de ce prototype par rapport à la manip présentée au salon de la société française de physique était l'adjonction d'un dispositif de compensation de la dispersion énergétique basé sur un dispositif à miroir initialement prévu pour les électrons, le « filtre de Henry », du nom d'un autre étudiant de Castaing.

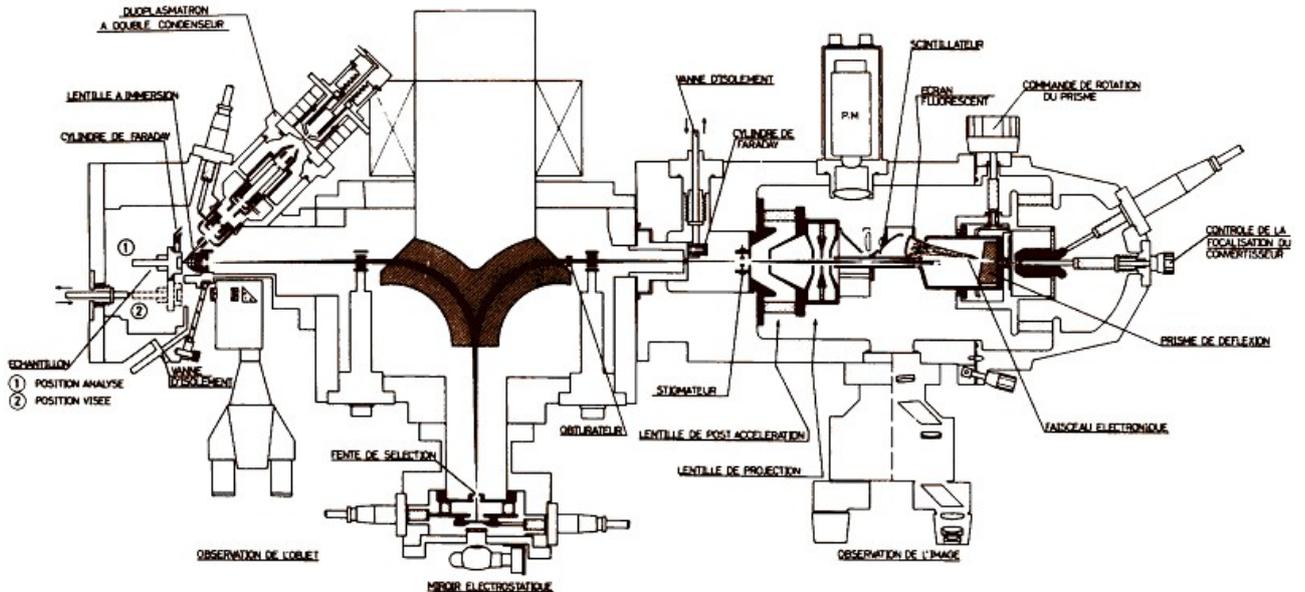
Pour se faire la main, le bureau d'études de Cameca dupliqua ce prototype, mais en mettant la source en bas au lieu de la mettre en haut, ce qui simplifiait l'ergonomie, mais en fait, ce deuxième analyseur vertical, installé à Orsay est aussi invendable que le premier. Cameca convainquit Castaing de passer à l'horizontal, ce qui donna le SMI300.

Cameca a donc englouti son trésor de guerre en produisant successivement deux prototypes. Mais Cameca ne limitait pas sa contribution à des milliers d'heures de bureau d'études, elle menait aussi une guerre des brevets, qui se termina par une victoire, ce qui donnait à Cameca la possibilité pour Cameca de mettre sur le marché américain un appareil SIMS compensé en énergie.



SMI300, premier modèle SIMS au catalogue de Cameca, en 1968

La mise à l'horizontale de l'appareil présente un grand avantage pour le pompage.



Sur la figure ci-dessus, on ne voit pas très bien ce qui se passe au bout de l'appareil. Le convertisseur d'images n'est plus exactement celui de Jouffrey, mais c'est le même principe : accélération des électrons secondaires. Il n'y a pas encore de compteur d'ions, multiplicateurs d'électrons à électrodes discrètes. Pour faire une analyse quantitative, on passe par les électrons secondaires. Un trou percé dans l'écran fluorescent fait office de diaphragme de champ et met à profit le mode microscopie ionique pour faire des profils en profondeur.

312 J.-M. BOUBEROL, J. GUERNET, P. DESCHAMPS, J.-P. DAGNOT et J.-M. GUYON DE LA BERGE:

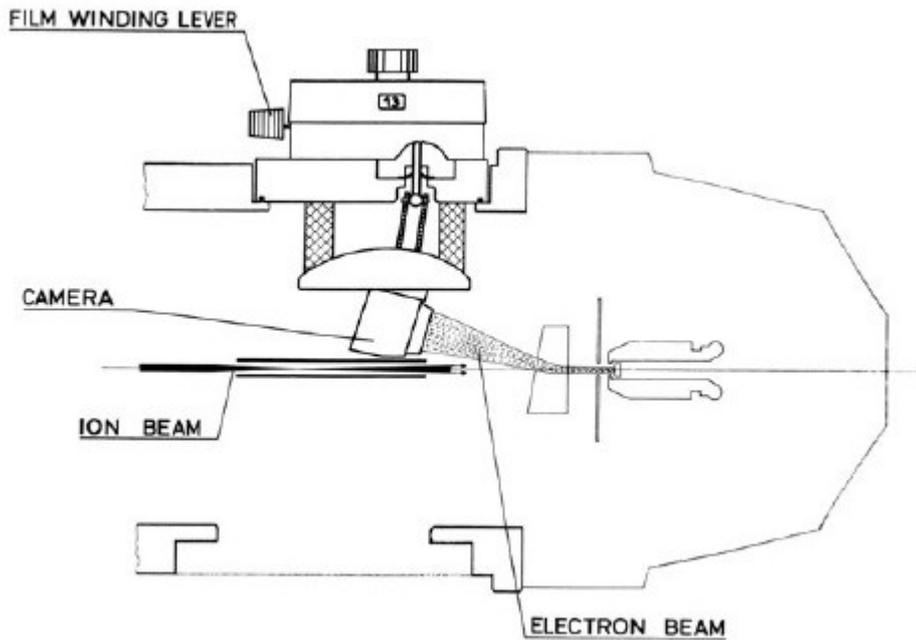


Fig. 2

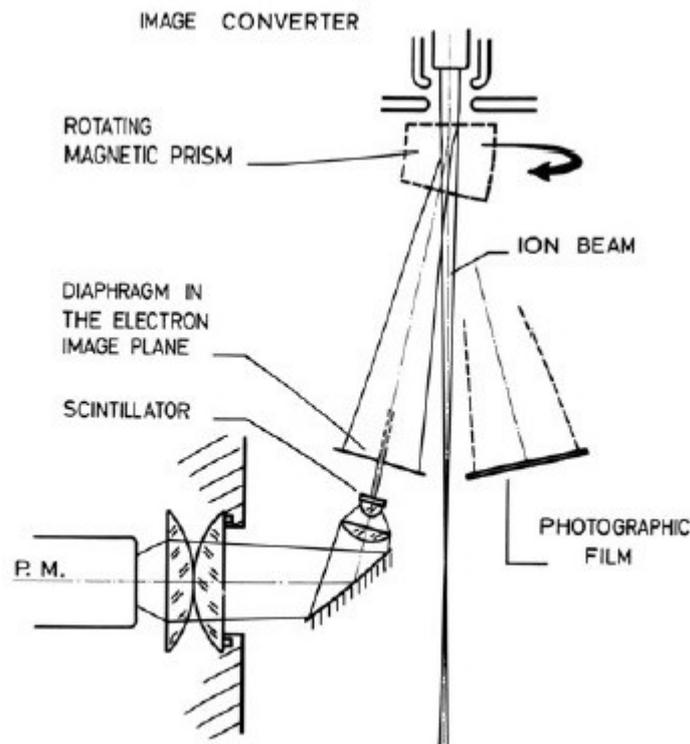


Fig. 3. Principle of the image recording and local analysis

Le miracle de l'IMS3F

D'un point de vue juridique, rien ne s'oppose à ce que Cameca produise un instrument SIMS avec un spectromètre de Nier-Johnson reconnu comme la bonne solution depuis 1967 et peut-être même 1962. En effet, le SMI 300 souffre d'un handicap par rapport à son concurrent : on ne peut pas filtrer en énergie de façon simple.

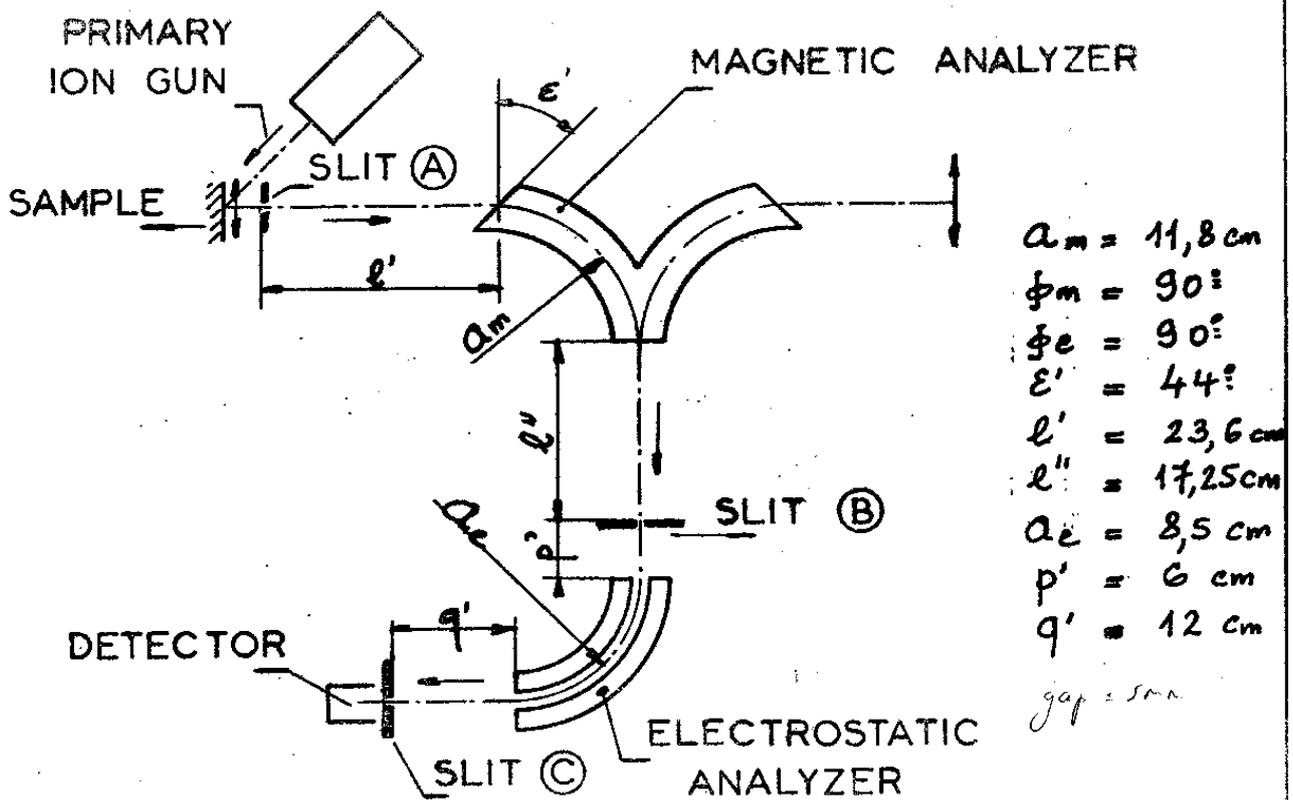
Mais pour Cameca, la période de l'argent facile avec les profits engrangés par le Scopitone est terminée. Développer un instrument radicalement nouveau est coûteux en termes de ressources internes ou externes. Après l'effort considérable concédé au SMI 300, la priorité est redonnée aux appareils à faisceau d'électrons qui représentent un chiffre d'affaires beaucoup plus copieux.

Il faut donc faire vivre le SMI-300 comme il est. C'est à ce moment-là que Cameca récupère Jean Vastel, un ancien de l'équipe du microscope de Grivet, qui avait été responsable du développement des accélérateurs de particules à base de klystrons depuis 1947) (*Leboutet, histoire accélérateurs*), et finalement de l'activité spectrométrie de masse, initiée elle aussi par Grivet, et regroupée à Saint-Egrève, près de Grenoble.

A la fin des années 1960, les deux poids lourds de l'électronique française, CSF et Thomson fusionnèrent, à l'avantage de cette dernière. Inévitablement la fusion fut suivie d'un certain nombre de regroupements plus ou moins harmonieux pour cause de doublonnage. Ainsi le département spectrométrie de masse de Saint-Egrève fut-il dissous, Vastel se retrouva à Chatou, en territoire ennemi et échoua finalement à Cameca.

Il était évidemment le scientifique de plus haut niveau à Cameca, mais Rouberol resta directeur technique alors que Vastel devint responsable de l'analyseur ionique à la fin de 1971.

C'est à lui que l'on doit l'évolution du SMI-300 qui permit à Cameca de tenir le front du SIMS jusqu'à l'arrivée de l'IMS3F en 1978



En plus d'être compliqué, un handicap du prisme de Henry monté sur le SMI-300 était qu'il ne se prêtait pas au filtrage en énergie. Ce problème fut traité en perçant un trou dans le miroir et en reconstituant un spectromètre de nier-Johnson inversé pour travailler en mode sonde électronique, mais tel qu'il était monté, mais bien sûr, le dispositif de conversion de l'image ionique ne fut pas incorporé à cet accessoire de l'autre côté du miroir. On avait donc d'un côté le comptage pour concurrencer ARL et de l'autre côté le microscope ionique pour être fidèle aux valeurs de Cameca..

On avait gagné en performance, mais gagné aussi en complexité.

La bonne nouvelle était que le transfert d'image inhérent au microscope ionique se prêtait à merveille au filtrage spatial, et par conséquent traitait avec élégance une application émergente, le profil en profondeur pour le contrôle d'implantation dans le process des semiconducteurs.

Il était d'autant plus urgent de disposer d'un appareil plus simple que l'on voyait apparaître les premiers Sims quadrupolaires, beaucoup plus simples, mais heureusement limités en résolution en masse.

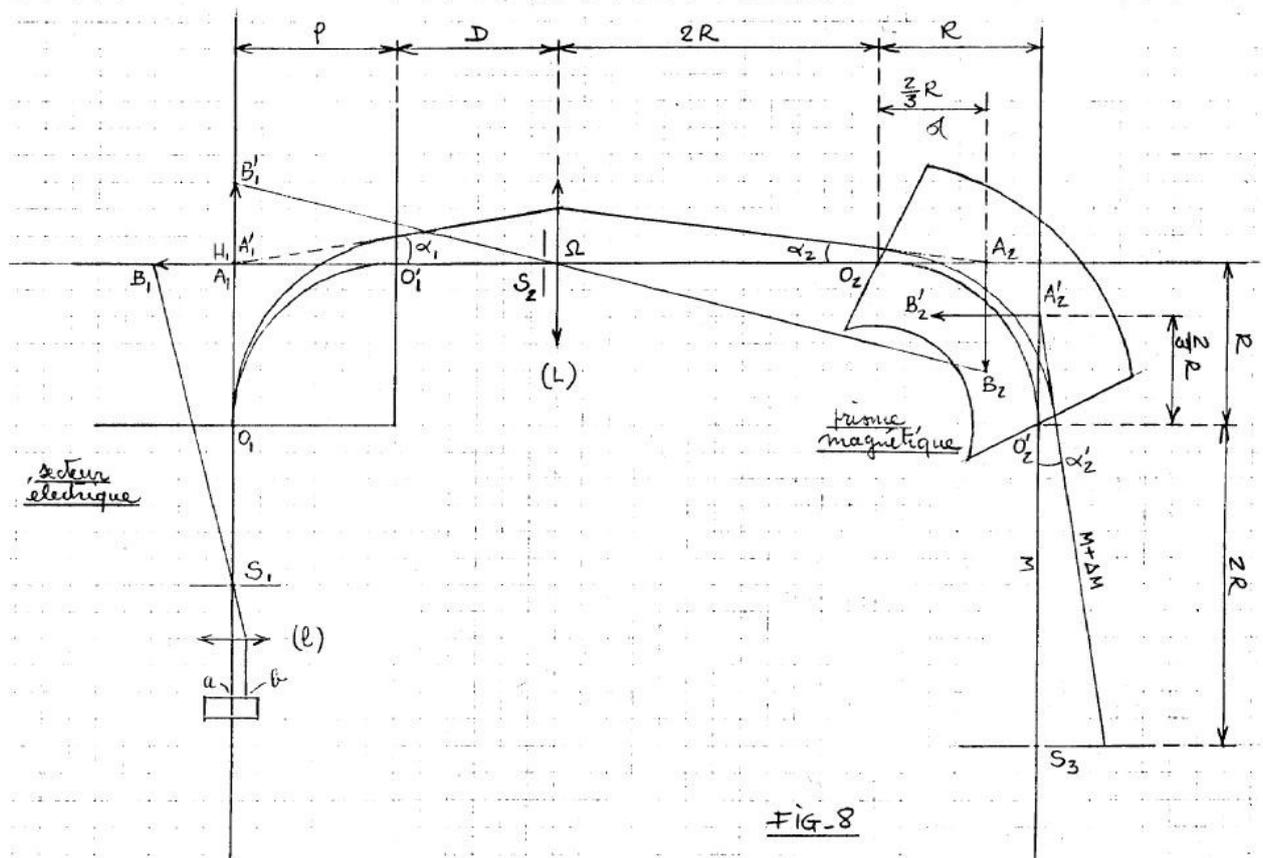
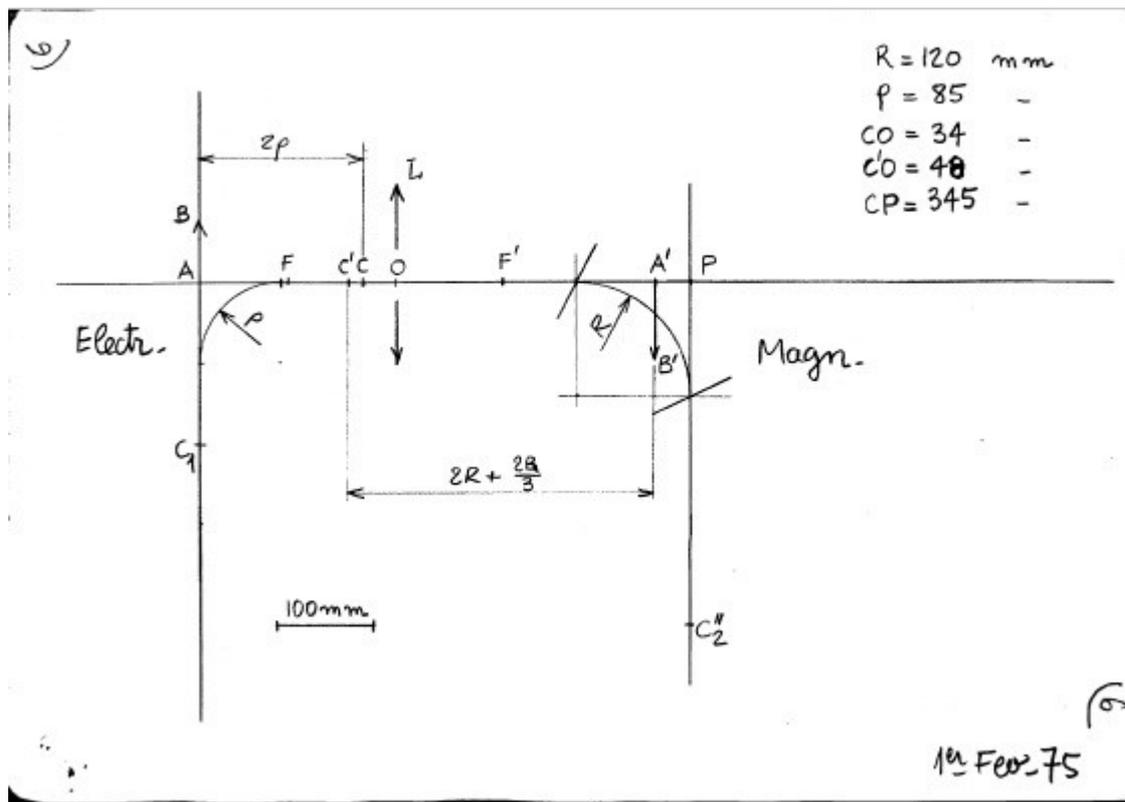


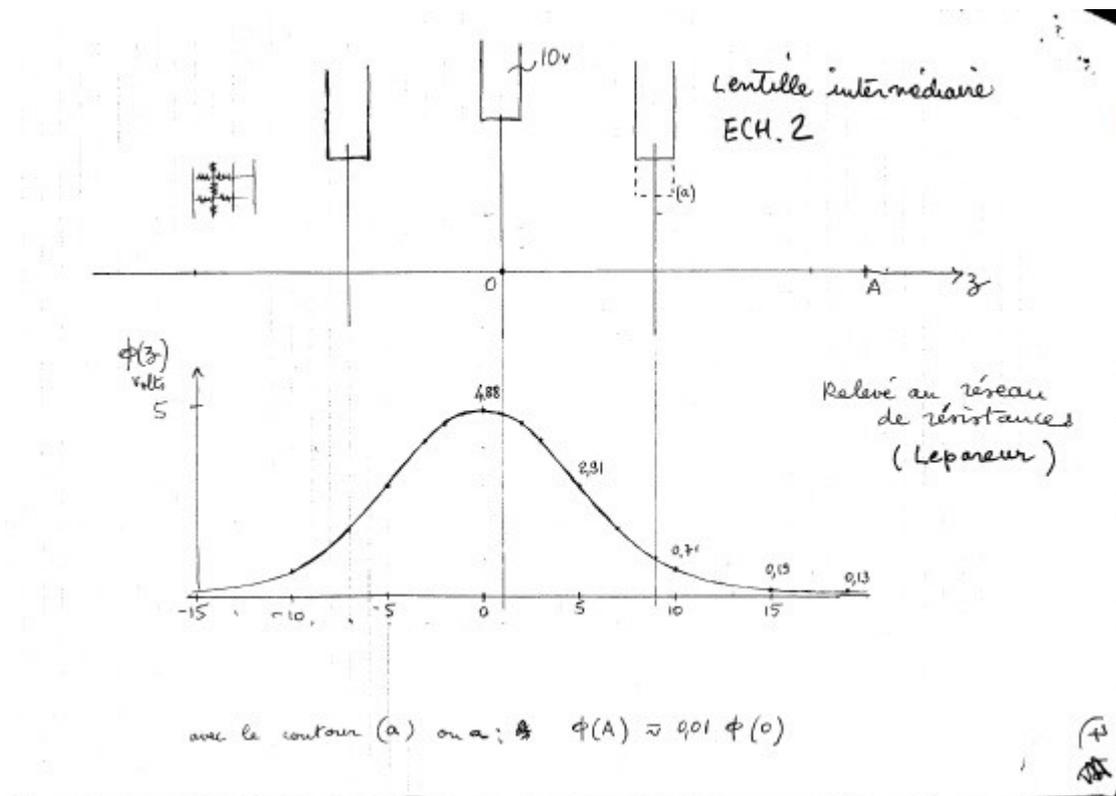
Schéma d'un spectromètre en C de type Nier-Johnson (Rouberol, 1967)

A l'automne 1974 se tint une réunion pour choisir entre une configuration du spectromètre en S ou une configuration en C. Guernet plaide pour la structure en C, plus ergonomique, où l'opérateur peut avoir accès à tous les réglages de la machine et que l'on peut faire reposer sur trois pieds comme un marbre d'optique.

La structure en C avait été parfaitement balisée par Rouberol dès 1967 lorsqu'il était engagé dans la guerre des brevets contre ARL. Il reprendra le même schéma en 1974 pour faire l'avant-projet de l'IMS3F.



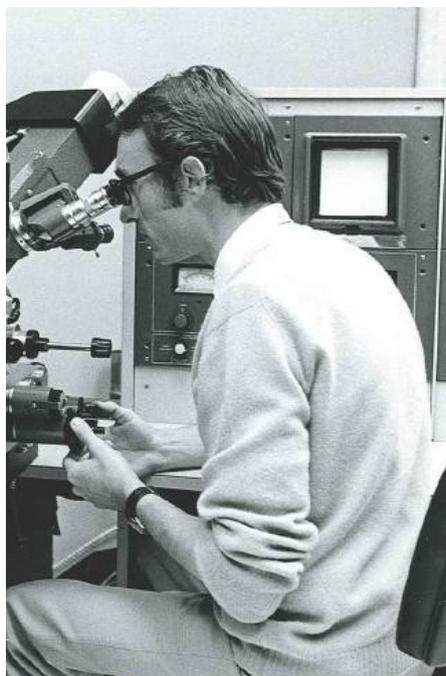
Le schéma de 1967 est donc repris, il ne s'agit plus d'un schéma de principe, mais d'un schéma côté, avec un rayon de 120 mm qui restera inchangé pendant au moins 50 ans



Sur la figure ci-dessus, on voit que Rouberol calcule la lentille de couplage en utilisant un profil de potentiel sur l'axe produite par une simulation analogique « avec un réseau de résistance ». Guère

de progrès depuis la cuve rhéographique de Grivet, mais l'essentiel réside dans la volonté de maîtriser tous les composants de l'instrumentation.

Le chef de projet affecté au projet fut Michel Lepareur, doté d'une expérience de terrain sur la sonde électronique.



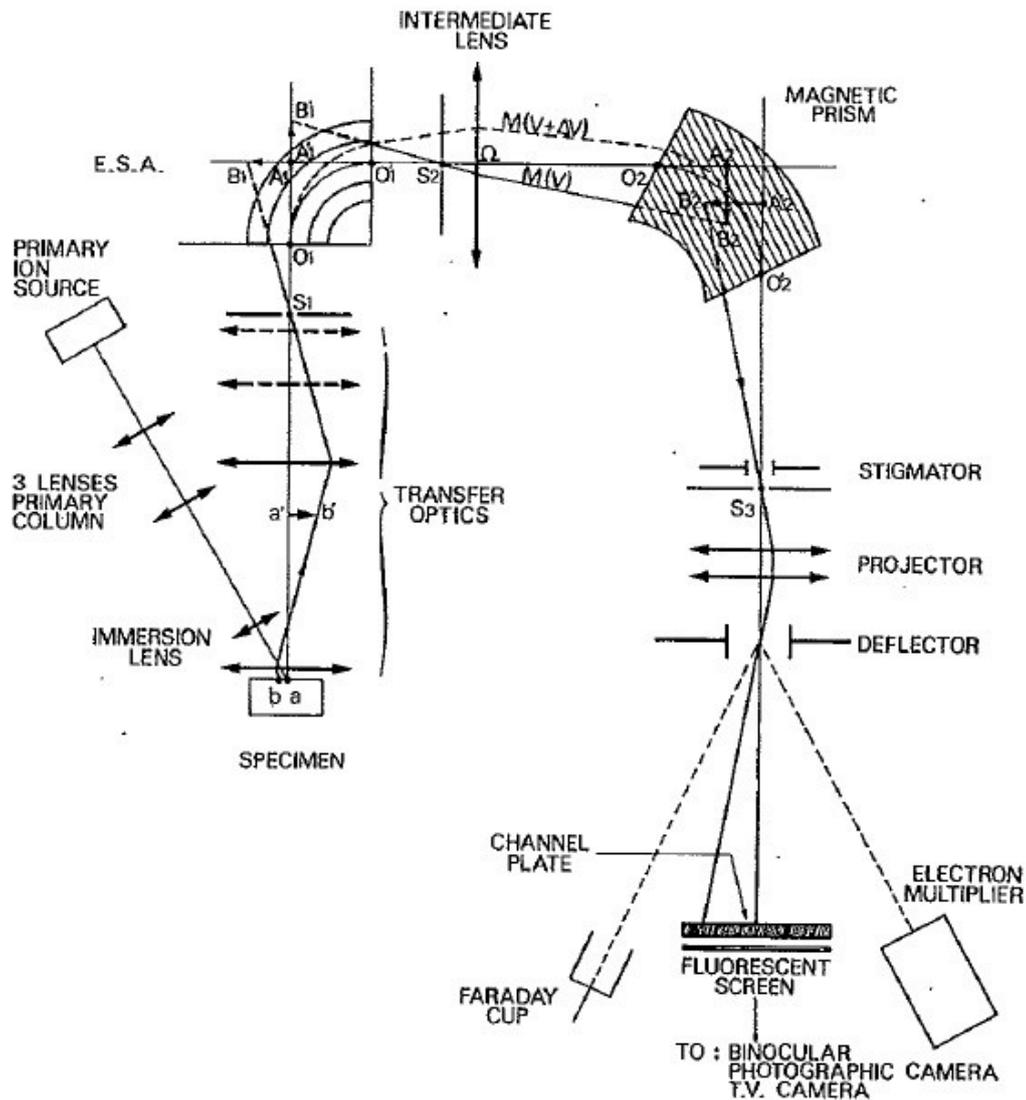
Le but final était de disposer d'un appareil plus simple, mais la refonte complète de l'appareil nécessitait des ressources considérables, l'argent facile du scopitone n'était plus qu'un lointain souvenir. Jacqmin fut contraint d'aller demander des subsides à la maison mère. Il obtint les crédits, mais en attirant l'attention sur la mauvaise santé de l'entreprise, il perdit sa place Il fut remplacé par un certain Max Sarfati qui avait carte blanche pour liquider Cameca si nécessaire.

Le succès de l'IMS3F était une question de vie ou de mort pour Cameca ou tout au moins pour l'activité SIMS au sein de Cameca.

Une autre façon de simplifier l'instrument fut de remplacer le dispositif de visualisation de Jouffrey par une simple galette de microcanaux qui était à l'époque quelque chose de nouveau. Slodzian à qui Castaing avait passé la main pour conseiller Cameca en matière de SIMS insista pour introduire également une optique d'adaptation (appelée alors optique de transfert) entre l'émission secondaire et le spectromètre pour faire varier le champ imagé pour une résolution en masse donnée. L'IMS3F est également doté d'un multiplicateur d'électrons.



Tous les problèmes de mise au point furent réglés par Lepareur dont le plus gros souci fut la vulnérabilité de l'électronique basée sur la nouvelle technologie CMOS. Chaque flash produisait son hécatombe de circuits CMOS. L'instrument fut prêt au bon moment, la résolution en masse meilleure que 5000, et la concurrence d'ARL définitivement coulée.



1977 Schéma optique de l'IMS3F

J.M. Rouberol, M. Lepareur, B. Autier, J.M. Gourgout, *A new secondary ion emission analyser*, 8th International Congress on X-Rays and Microanalysis.

Mutations capitalistiques

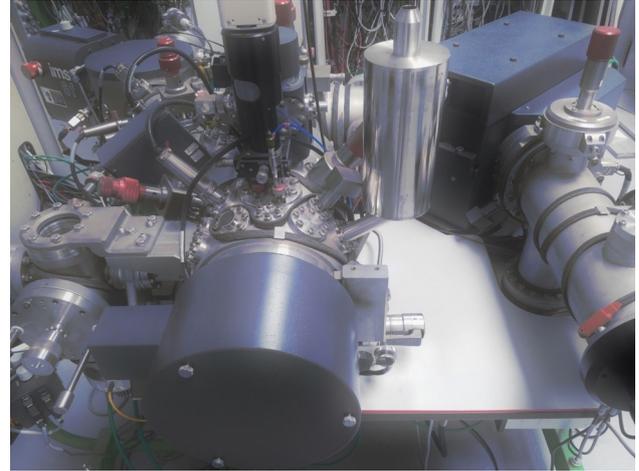
La mise en place de Sarfati à la tête de Cameca acte la fin de l'ère de Maurice Ponte. La maison mère Thomson-CSF demande plus ou moins explicitement à Cameca d'être indépendante financièrement, ce qui sera pleinement réalisé avec l'essai de 1987 sous le contrôle de Sarfati. L'innovation doit être financée avec les marges réalisées sur les ventes.

La postérité de l'IMS3F

Michel Lepareur quitta Cameca en 1985 et fut remplacé par Bernard Rasser. L' 'un puis l'autre ne cessèrent d'enrichir l'IMS3F devenu IMS4F de toutes sortes d'accessoires jusqu'à la fin du XXe siècle.



IMS3F, 1982



IMS6f, 1994

Sur la diapo, on voit à gauche, l'aimant primaire qui permet de commuter entre deux sources, et à droite, sur l'IMS6F de 1994, le foisonnement d'accessoires implantés sur la chambre d'analyse, et notamment le canon à électrons à incidence normale qui a été développé par Slodzian sur le SMI300 du laboratoire de Physique des solides à Orsay.

Entre 1978 et 1991, l'IMS3F et son successeur l'IMS4F, constamment en évolution se vendirent au rythme d'une vingtaine d'instruments par an, avec une marge confortable, ce qui permit à Cameca de financer ses propres recherches, en essayant à la fois d'élargir le champ des applications possibles avec les nouveaux accessoires et de rejeter à la mer toute tentative de débarquement d'un nouveau concurrent.

Le quartier général de ces améliorations étaient dans ce bureau dans lequel je me suis installé fin 1989, en face de Bernard Rasser. La photo date du début du XXe siècle, mais quand je suis arrivé le plan était déjà au mur, déjà déchiré en bas et à gauche.

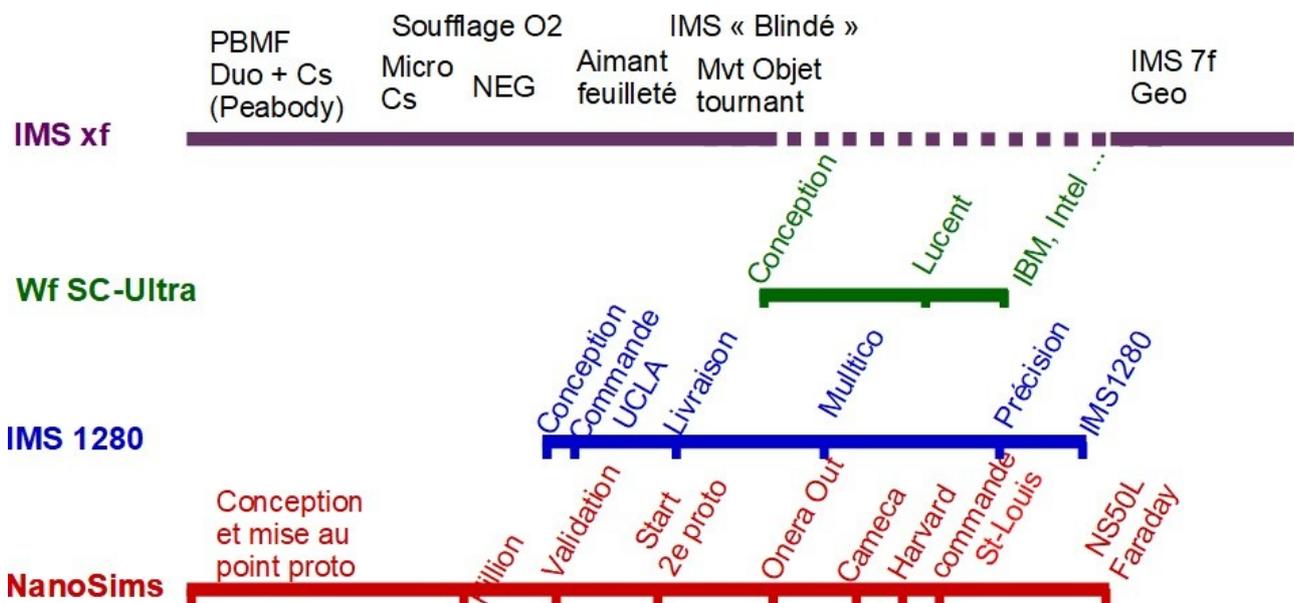


Au début, on se partageait un PC, sur la table de droite, et au bout d'un moment, on a eu chacun notre PC et on travaillait cote à cote le dos à la porte.

La stratégie de Cameca s'exprima par la mise au catalogue d'une gamme de 4 instruments :

- L'IMS XF, généraliste, directement dérivé de l'IMS 3F
- L'IMS haute transmission orienté rapports isotopiques, caractérisé par un grand rayon et une multicollection restreinte
- L'IMS Wf SC-Ultra, résolution en profondeur nanométrique, orienté applications semicon, caractérisé par une colonne flottante et un mouvement objet compatible wafer 300 mm.
- Le NanoSims, sonde électronique ultrafine orientée biologie caractérisée par une lentille coaxiale et une multicollection large spectre.

Exception à la règle, le NanoSims a été développé en dehors de Cameca, à l'ONERA, avec une participation de Cameca à partir de 1987 sous la forme d'un ingénieur plein temps.



J'ai pris le risque de dresser cette fresque chronologique des développements des différents instruments SIMS magnétique entre 1980 et 2010. Après 2010, il s'est encore passé plein de choses certainement très intéressantes, mais comme je les connaît mal, j'ai choisi de ne pas en parler.

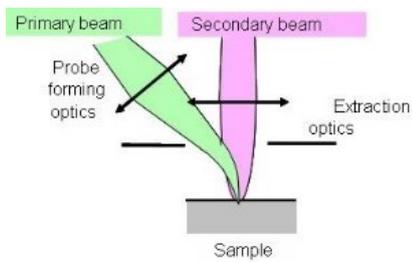
Les différentes lignes commencent au moment où un chef de projet commence à faire des calculs et esquisse la conception et s'arrête lorsqu'un appareil a été livré sous une configuration à peu près pérenne.

En haut, on voit l'amélioration et l'enrichissement de l'appareil de base IMS3F devenu IMS4F, 5F, 6F, 7F qui représente un effort pratiquement ininterrompu sauf au moment du développement du projet Wf. J'ai fait figurer sur cette ligne les principaux accessoires, mais il y en a d'autres : Aimant primaire qui permet d'adjoindre au Duoplasmatron une source Cs dite Peabody, qui sera remplacée par la microsource Cs développée à l'ONERA, le soufflage à Oxygène, le canon à électron à incidence normale, l'aimant feuilleté, le mouvement objet tournant, l'IMS Blindé, et plus tard, le 7fGeo.

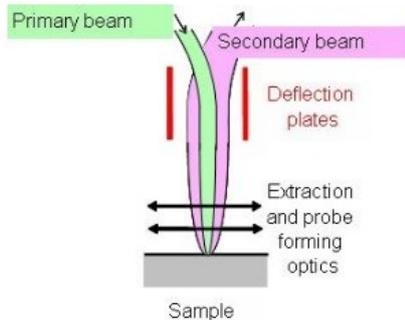
Le projet Wf a été un projet très ramassé dans le temps qui a mobilisé toutes les ressources de Cameca. En fait, il avait été envisagé de retirer l'IMSxF du catalogue, mais il aurait fallu faire encore des études sur le Wf uniquement pour le simplifier, mais finalement, on a préféré faire évoluer ce qui est devenu l'IMS7f.

A l'opposé du Wf, on voit le Nanosims, qui ne s'appelait d'ailleurs pas Nanosims à ses débuts qui s'étale sur 25 ans. Pourquoi s'étale-t-il ? Parce qu'il se développe hors d'un contexte de concurrence. Pendant les sept premières années, le projet est interne à l'ONERA, sous la direction scientifique de Slodzian, sans aucune participation de Cameca. L'investissement se fait à hauteur d'un ingénieur pendant les dix prochaines années et devient un projet Cameca, en gros en 1996, après que l'équipe ONERA a été dissoute. Entre temps, il y a eu la validation d'un premier prototype, le lancement quelques années plus tard d'un deuxième prototype ultérieurement baptisé Nanosims, le rapatriement à Cameca du prototype avant son envoi en beta-test à Harvard dans l'espoir de rencontrer enfin le marché de la biologie qui finira par se trouver, mais c'est la première commande viendra des cosmochimistes de l'Université Washington. En 2005, l'appareil prend sa forme à peu près définitive.

Allons voir de plus près le NanoSims

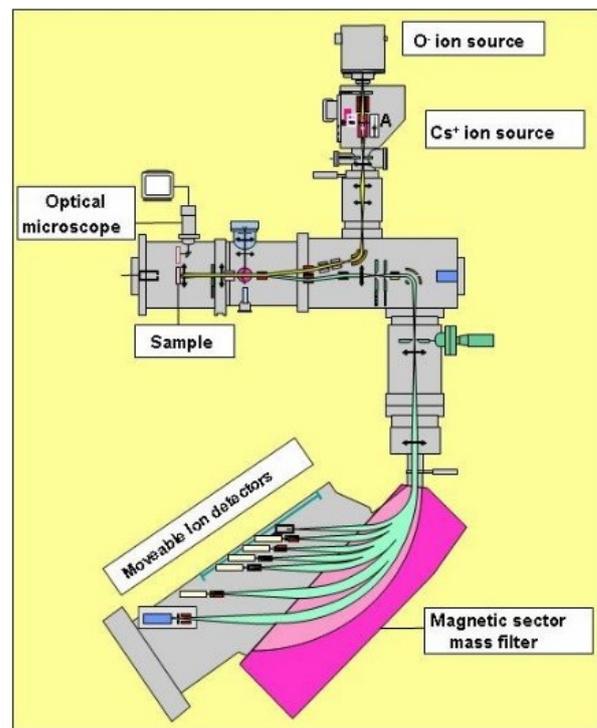


Conventional



Co-axial

1999 NanoSims



L'idée force du Nanosims est de rompre avec la culture du microscope ionique, mais de faire une image en balayant une sonde ionique ultra-fine. Pour ce faire, il faut réduire l'aberration sphérique de la dernière lentille primaire, et pour cela réduire autant que possible la distance de travail. Une seule solution la lentille coaxiale, ce qui implique de résoudre le problème de l'aiguillage des faisceaux, mais qui, en tout état de cause implique des polarités opposés pour les ions primaires et les ions secondaires.

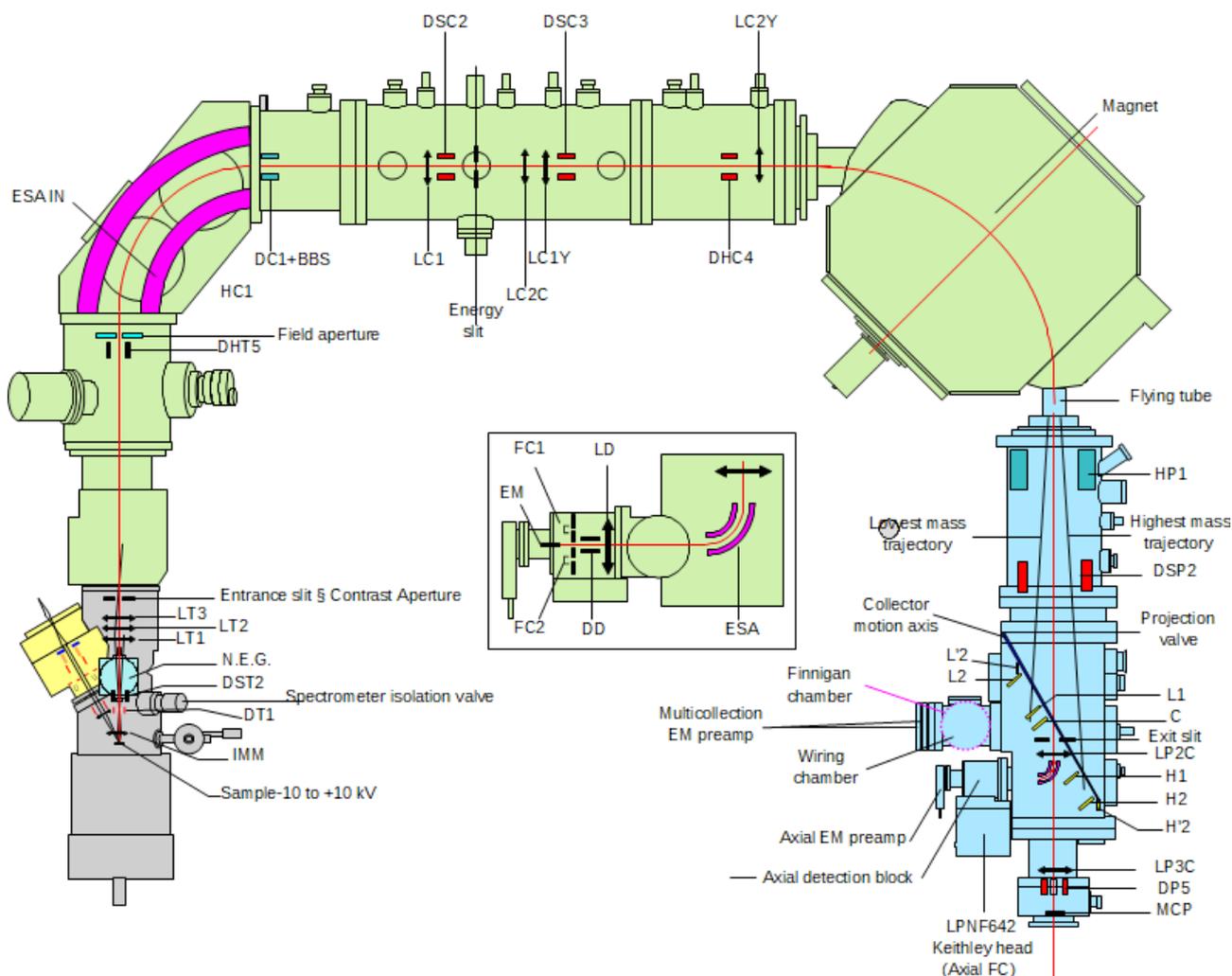
Sonde fine, donc peu de signal, d'où l'intérêt d'une multicollecion et l'aimant de Mattauch-Herzog qui va avec.

Comme sur les autres IMS, on a un secteur électrostatique pour la compensation de la dispersion énergétique



Premier prototype sur lequel de belles images furent obtenues vers 1989.

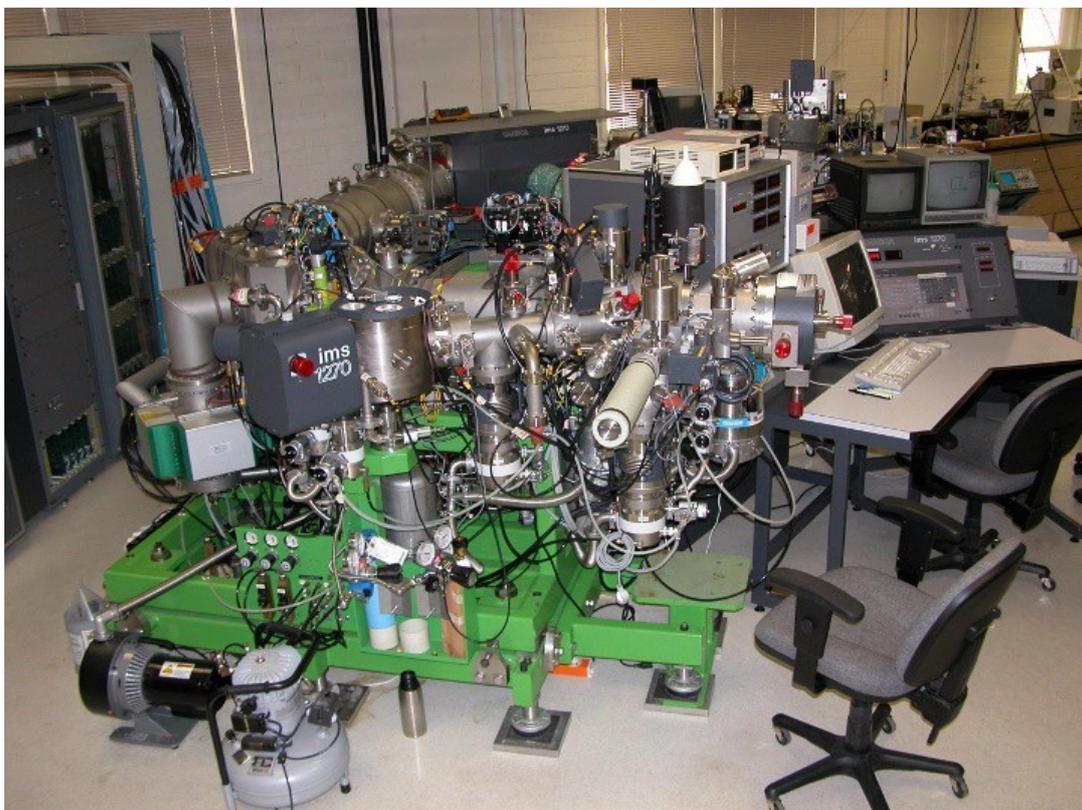
Les deux autres projets, IMS1270 et IMSWf furent menés entièrement par Cameca. Contrairement au Nanosims qui se déroule dans un contexte hors-concurrence, Cameca se lance dans le projet IMS1270 pour que d'autres ne prennent pas le marché.



Les Australiens de l'université de Canberra avaient montré qu'un instrument SIMS doté d'une haute transmission ouvrait le champ à une série d'applications géologiques, et en particulier l'analyse du Plomb dans les zircons. La transmission requise était environ 10 à 15 fois celle de l'IMS4f.

En prenant un facteur 5 sur le rayon de l'aimant, on gagne un facteur 5 sur la transmission. Pour maximiser encore la transmission, il faut minimiser les aberrations du 2^e ordre du spectro. Je n'entrerai pas dans les détails, mais en disposant judicieusement des lentilles circulaires ou planaires, avec des hexapoles, on y arrive. La première machine a été livrée fin 1992 à UCLA, il restait quelques problèmes vicieux pour atteindre la transmission requise de façon routinière. Fin 1995, tout été réglé pour le fonctionnement en multicollecion.

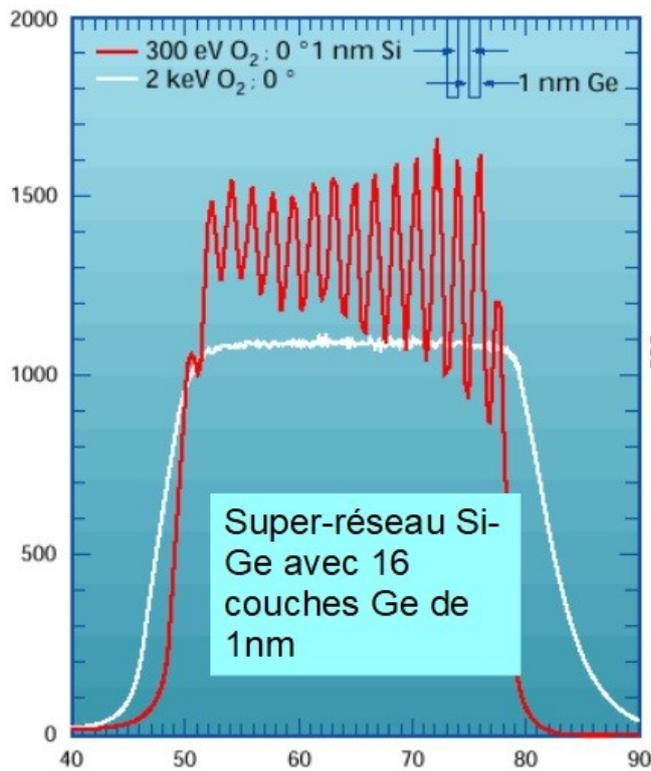
Pour la multicollecion, l'objectif visé était de mesurer en parallèle les isotopes du plomb avec des multiplicateurs d'électrons, ce qui ne laissait que 5,1 mm entre deux EM dans un plan normal à l'axe. Le problème de la miniaturisation des EM avait été résolue à l'ONERA, mais ne suffisait pas. Il a fallu ajouter ces petits secteurs électrostatiques pour pouvoir caser les EM et leur blindage.



IMS1270 sur le site internet de UCLA en 2024

Ils ont attendu 7 ans pour avoir un instrument complet, mais ils en ont été suffisamment satisfait pour en commander un autre dans les années 2010 et pour conserver le premier jusqu'à maintenant.

Venons-en à l'IMS-Wf dont le projet a été lancé dans un contexte de très fortes concurrence puisqu'il s'agissait pour Cameca de défendre ce qui était considéré comme le cœur du marché SIMS, les applications semiconducteurs qui requéraient des résolutions en profondeur de plus en plus draconiennes de l'ordre du nanomètre. Pour obtenir cette résolution en profondeur, il fallait réduire l'énergie d'impact des ions primaires comme on peut voir sur la diapo sur des hétérostructures au pas de 1 nm qui sont résolues à 300 eV mais ne le sont pas à 2keV.



IMSWf, 2001

De toutes façons une colonne primaire flottante était nécessaire lorsque les polarités des ions primaires et secondaires étaient opposées.



En plus de la faible énergie d'impact, il y avait des angles d'impact optimum différents pour le Cs (60°) et l'O₂ ($<45^\circ$). Cela conduisit à implanter 2 colonnes primaires. En plus des deux colonnes primaires, une interférométrie laser était censée mesurer la profondeur en temps réel.

J'aurais aimé avoir plus de temps pour parler de cette colonne primaire flottante, mais je voudrais juste dire que la mise en place de ces deux colonnes primaires à faible énergie d'impact ont fait peser sur la lentille à immersion des contraintes assez sévères qui nous ont conduit à la modéliser soigneusement.

Sur la diapo, la modélisation de la lentille à immersion avec une seule colonne primaire.

Le rêve de Grivet est réalisé. L'informatique permet de coder l'équation de Laplace, d'extraire un profil du potentiel sur l'axe et de calculer toutes les propriétés du premier ordre et du troisième ordre de cette lentille.

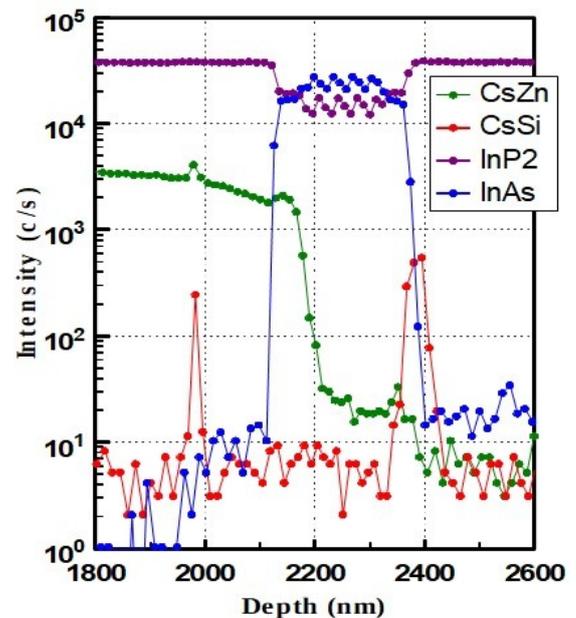
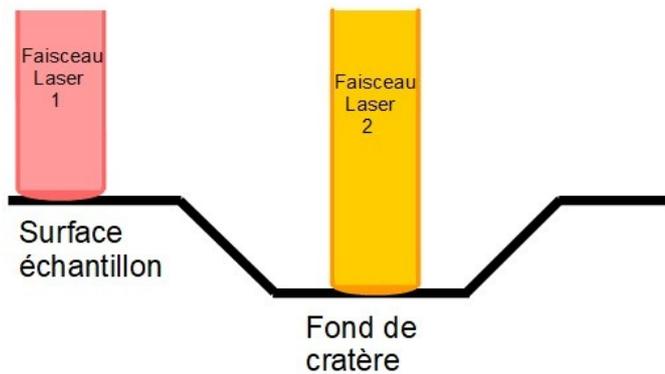
Parmi toutes les petites aventures qui jalonnèrent la vie de l'innovation à Cameca je vais en raconter deux dont je fus le témoin direct.

L'aventure de la mesure de la profondeur par interférométrie

Chacun des instruments SIMS du catalogue de Cameca est caractérisé par un arrangement spécifique d'optique ionique mais certains sous-ensembles ont autant de valeur stratégique dans le patrimoine de savoir-faire de Cameca et sont l'aboutissement d'années de développement, mise au point et améliorations. Je pense bien entendu aux sources d'ions, sujet inépuisable, mais aussi à l'alimentation de l'aimant et à l'électrométrie de la mesure dite « Faraday ».

Je vais évoquer ici, l'un de ces développements qui fut d'abord une histoire à succès avant de s'avérer une impasse : La mesure de profondeur de cratère par interférométrie mise en œuvre sur l'IMS Wf. En fait, la mesure directe de la profondeur de cratère était une réponse élégante au problème du calibrage en profondeur qui se posait pour l'application des profils en profondeur, mais elle répondait beaucoup plus au cas des hétérostructures, typiquement les lasers pour télécommunication en technologie III-V avec des ordres de grandeur de plusieurs microns de profondeur que pour ce que l'on appelait les « Shallow implants », implantations de Bore ou d'Arsenic dans le silicium avec des ordres de grandeur de 20 nm, mais l'idée était à l'époque que le Wf-SC-Ultra allait remplacer l'IMS6f comme appareil SIMS généraliste de la gamme Cameca. En fait, ce qui déclencha le développement de cet accessoire fut un bruit qui parvenait de la Californie, selon lequel Drew Evans, le meilleur client de Cameca et donc ami fidèle, mais qui rêvait en permanence de détourner vers la société qu'il avait créée les profits de Cameca, Drew Evans, disais-je, était sur le point de mettre sur le marché un SIMS magnétique concurrent de Cameca et équipé d'une interférométrie laser. Sarfati confia à Pierre Monsallut le soin d'adapter au Wf alors en projet un interféromètre au catalogue de HP. Cet interféromètre était basé sur un laser Helium-Néon émettant donc dans le rouge. Pas exactement un interféromètre de Michelson, mais presque. Peu importe. Nous étions donc à l'époque 3 ingénieurs chefs de projets affectés au Wf. Sarfati avait donc engagé sur le projet toutes ses forces.

2000, IMS Wf : Profils en profondeur Avec mesure de la profondeur In Situ par interférométrie laser



Sans entrer dans le détail de l'interféromètre, un faisceau de référence au bord du cratère, un faisceau de mesure au fond du cratère. C'était une époque où l'énorme masse des capitaux issus de l'épargne des baby-boomers s'engouffrait dans les valeurs technologiques marquées par les télécommunications. C'est ce que l'on a appelé ultérieurement la bulle internet. Toujours est-il que les entreprises de télécommunications drainaient des capitaux dont elles ne savaient pas que faire. C'est ainsi que les premières commandes du WF furent passées non pas par les géants des semiconducteurs traditionnels comme Intel ou Samsung, mais par Lucent, héritière de la dissoute ATT et par son concurrent canadien Nortel.

Lorsque le premier IMS Wf fut livré à Lucent, à Reading, Pennsylvannie, la mesure en profondeur donnait de très bons résultats, et Cameca communiqua largement sur ce point. L'appareil sortait directement le profil en profondeur épargnant ainsi le calibrage en profondeur a posteriori avec un profilomètre et de hasardeuses hypothèses sur les vitesses de pulvérisations..

Il nous fallu réfréner notre enthousiasme avec les premiers résultats sur shallow implants silicium ou structures SiGe. En gros, pour toutes les mesures où la profondeur ne dépassait pas 100 nm, on mettait en évidence des écarts de 5 à 15 nm entre notre mesure in situ et le calibrage par profilomètre.

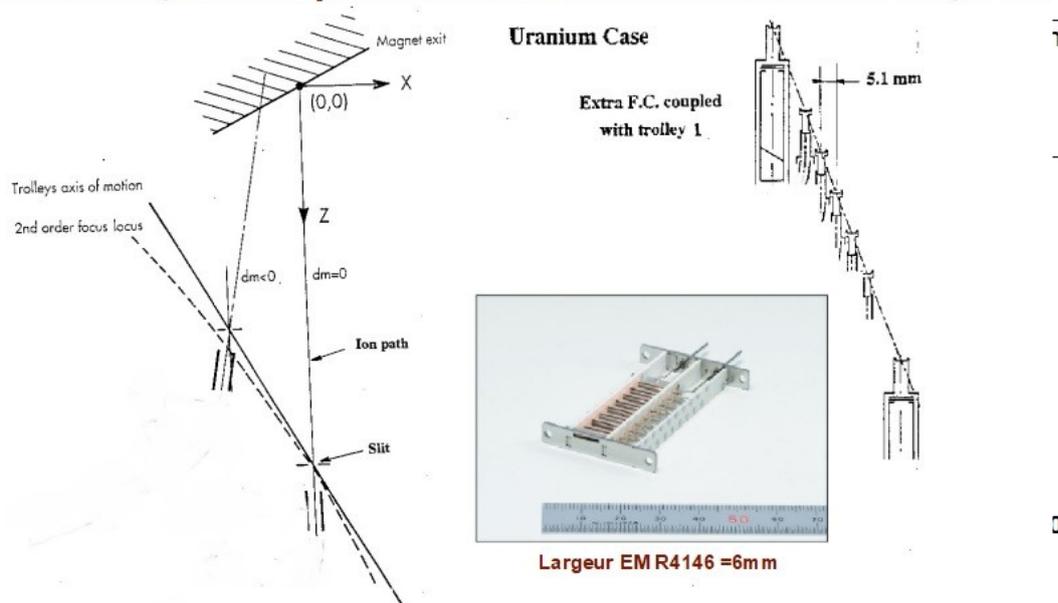
Il nous a fallu plusieurs mois pour comprendre le fond du problème, des visites chez d'anciens collègues opticiens distingués, contrat avec l'institut d'optique. Il était prévu que la mesure en profondeur serait inopérante dans un matériau transparent comme la silice, mais nous étions passés à coté du fait que les matériaux sont en général semi-transparents, caractérisés par un indice de réfraction complexe dont la partie imaginaire rend compte de l'atténuation de l'onde transmise. On trouve la théorie générale cela dans un livre d'optique généraliste comme le Hecht que j'avais dans mon armoire. On trouve les valeurs de tous les indices des matériaux utilisés dans l'industrie des semiconducteurs car le phénomène est à base de l'ellipsométrie, technique de caractérisation non destructive très utilisée dans les Fab. Après coup, cela semble évident. Mais même pour les spécialistes de l'Institut d'Optique qui nous ont finalement mis sur la voie, il a fallu plusieurs mois pour mettre le doigt sur le problème. Nous avons ébauché un modèle prenant en compte le phénomène afin de le corriger, mais il aurait fallu, bien sûr que les utilisateurs renseignent

l'application avec les indices complexes des matériaux composant leurs échantillons. En pratique, nous avons discrètement cessé de proposer l'accessoire.

La petite astuce de la multicollecion de l'IMS1270

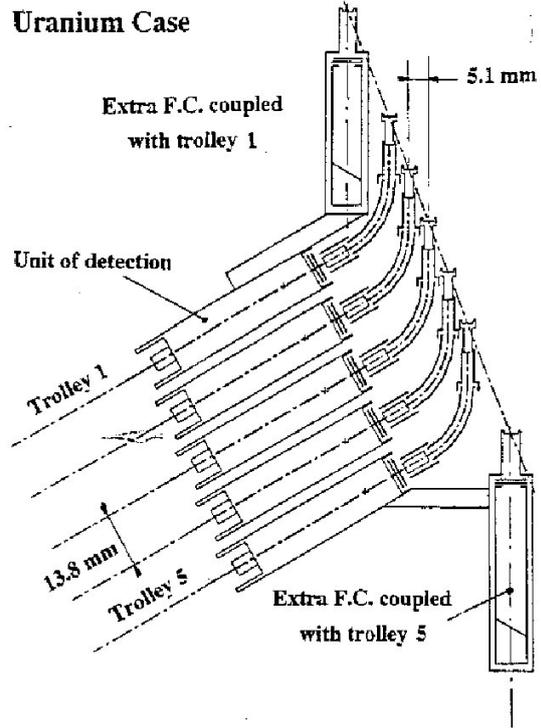
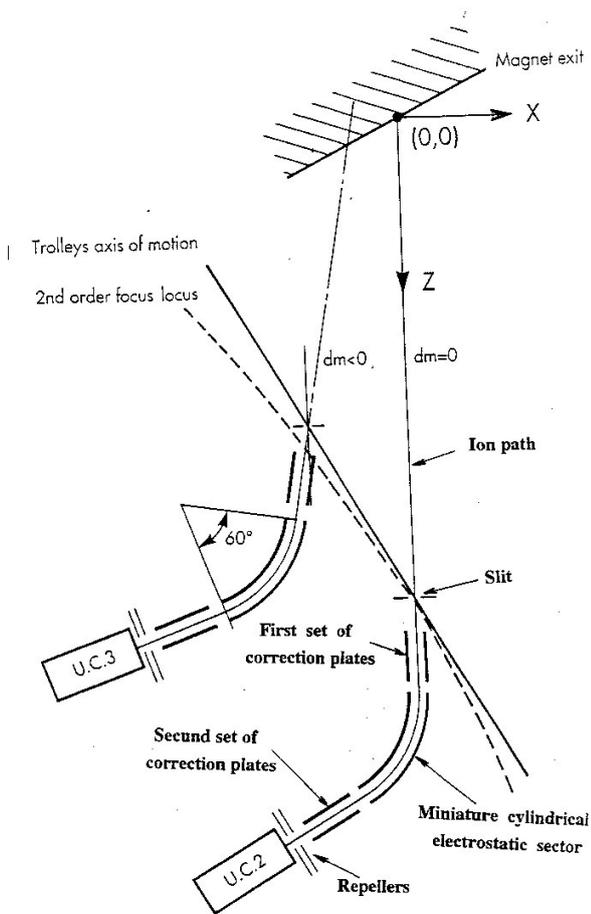
En juillet 1990, lorsque UCLA passa commande d'un IMS-1270 dont la conception n'était pas terminée et qui en était à ses tout premiers pas au bureau de dessin, il était prévu dans le contrat une livraison à la fin de 1991 d'une configuration monocollection et la livraison un an plus tard d'une multicollecion. Sarfati qui ne supportait plus d'entretenir François Hillion à l'ONERA et de l'imaginer se la couler douce dans la nonchalance universitaire l'affecta autoritairement à la multicollecion de l'IMS1270, ce qui était en fait une bonne idée, car l'équipe de l'ONERA qui travaillait depuis plus de 10 ans sur le premier prototype du futur Nanosims avait acquis une précieuse expérience sur la multicollecion et notamment sur les multiplicateurs d'électrons miniaturisés. Des pourparlers avec la société japonaise Hammamatsu avait débouché sur la commercialisation d'un multiplicateur d'électrons qui figure encore 35 ans plus tard au catalogue Hammamatsu sous le nom de de R4146. Le R4146 avait une largeur de 6 mm.

IMS 1270 : La dispersion en masse étant de 1215 mm, dans la gamme de l'uranium, 2 isotopes sont distants de $1215/238 = 5,1\text{mm}$



Sur l'IMS1270, nous voulions pouvoir mesurer en multicollecion les isotopes du plomb ou de l'uranium, et compte tenu d'une dispersion en masse de 1215 mm, cela faisait 5,1 mm de largeur totale pour un détecteur. Aux 6 mm du multiplicateur d'électrons Hammamatsu, il fallait ajouter un blindage car il n'était pas question de laisser l'alimentation haute tension du multi exercer une influence électrostatique sur le détecteur voisin ou sur les trajectoires des ions.

Fallait-il négocier avec Hammamatsu un détecteur encore plus petit ? François Hillion évoqua le problème avec Bernard Daigne qui chapeautait le labo de l'ONERA, qui lui proposa l'arrangement que l'on voit sur la diapo : un mini secteur électrostatique permettant de disposer les détecteurs perpendiculairement à l'axe de déplacement des chariots.



Une fois que l'on a la solution, elle paraît évidente, mais avant que Daigne n'ait eu l'idée, ce n'avait été évident pour personne. Je demandais à Daigne s'il voulait prendre un brevet. Il m'a répondu, « Si Cameca veut prendre un brevet, je n'y vois pas d'inconvénient, mais si l'ONERA prend un brevet, ce sera l'enfer bureaucratique pour tous, l'obligation d'un accord de licence entre l'ONERA et Cameca.

En guise de générique

