

Table des matières

Un peu d'histoire... Voyage aux origines de la microscopie électronique à balayage et de la microanalyse – J. RUSTE	1
1. Introduction	1
2. L'histoire commence en Allemagne	2
3. Mais elle se continue aux USA	4
4. Et se termine en Grande Bretagne	7
5. Et en France	11
6. En fait la France, c'est surtout la microanalyse X	12
7. Et quid du MEB en France	17
8. Et la suite...	19
9. Conclusion	21
Introduction – M. REPOUX, L. MANIGUET, F. ROUSSEL-DHERBEY, J. RUSTE	23
1. De la microscopie optique à la microscopie électronique	23
2. Principe de fonctionnement du MEB	25
3. Historique du MEB et de la microanalyse	28
4. Les images obtenues	31
5. Conclusion	32
Références	33
I - Les interactions électron-matière – F. CHARLOT, P. JONNARD	35
1. Introduction	35
2. Les interactions	35
2.1. La diffusion	35
2.2. La section efficace d'interaction	37
2.3. Les interactions élastiques	38
2.4. Les interactions inélastiques	50
2.5. Conclusion sur les interactions	57
3. Le volume d'interaction	57
3.1. Trajectoire des électrons	57
3.2. Caractéristique du volume d'interaction	61
4. L'émission électronique	64
4.1. L'émission des électrons rétrodiffusés	64
4.2. L'émission des électrons secondaires	72
4.3. Bilan de l'émission en électrons secondaires et rétrodiffusés	80
Références	82
II - Le rayonnement X caractéristique, le rayonnement de freinage – P. JONNARD	85
1. Introduction	85
2. L'émission X caractéristique	85
2.1. Introduction	85
2.2. Niveaux électroniques de l'atome et nomenclature	86
2.3. Mécanisme d'émission X caractéristique	88
2.4. Paramètres décrivant les émissions X	91
2.5. Les émissions satellites	97
3. Le rayonnement de freinage	98
4. Conclusion	100
Références	100
III - Les canons à électrons en MEB – F. ROUSSEL	101
1. Les canons conventionnels	101
1.1. Rappel sur l'émission thermoélectronique	101
1.2. Grandeurs caractéristiques de l'émission thermoélectronique	102
1.3. Les canons à émission thermoélectronique	105
2. Les canons à émission de champ à cathode chaude ou "Schottky"	114
2.1. Rappel sur l'émission électronique par effet Schottky	114

2.2.	Grandeurs caractéristiques de l'émission électronique par effet Schottky	115
2.3.	Les canons à cathodes chaudes ou Schottky	117
3.	Les canons à émission de champ par effet tunnel ou à cathode froide	119
3.1.	Rappel sur l'émission de champ par effet tunnel	119
3.2.	Grandeurs caractéristiques de l'émission de champ par effet tunnel	120
3.3.	Les canons à cathodes froides	122
4.	Comparaison des canons	124
4.1.	Mécanismes d'émission électronique	124
4.2.	Caractéristiques des canons	125
	Références	127
IV -	Les éléments de l'optique électronique – J. RUSTE	129
1.	Introduction	129
2.	Champ électrique et champ magnétique	130
2.1.	Le champ électrique	130
2.2.	Le champ magnétique	131
2.3.	Effets sur une particule chargée	132
2.4.	Champ magnétique dans un milieu quelconque	135
3.	La lentille électronique	137
3.1.	Rappels des lois de l'optique géométrique classique	137
3.2.	La lentille électrostatique	138
3.3.	La lentille électromagnétique	139
4.	Les aberrations des lentilles	142
4.1.	L'aberration sphérique (ou de sphéricité)	142
4.2.	L'aberration chromatique	143
4.3.	L'aberration de diffraction	144
4.4.	L'aberration d'astigmatisme	144
4.5.	Effet répulsif et aberration de charge d'espace	146
4.6.	Variation des « constantes » d'aberration avec l'excitation de la lentille	146
4.7.	Comparaison optique électronique – optique classique	147
5.	La colonne électronique conventionnelle	147
5.1.	Facteur de grandissement de la colonne	148
5.2.	Influence des aberrations du canon thermoélectronique	149
5.3.	Rôles des différents types de lentilles de la colonne électronique	150
5.4.	Détermination du diamètre réel de la sonde électronique	152
5.5.	Correction des aberrations sphérique et chromatique	154
6.	Les nouvelles colonnes de microscopes à haute résolution (SEM-FEG)	156
6.1.	La colonne électronique.	157
6.2.	La lentille à immersion et détection « in-lens »	159
6.3.	Adaptation aux basses tensions	166
7.	Conclusion	168
	Annexe	168
	Références	172
V -	Les techniques du vide – J. RUSTE	173
1.	Introduction	173
2.	Quelques rappels théoriques utiles	173
2.1.	Les unités utilisées	173
2.2.	Lois des gaz parfaits	174
2.3.	Libre parcours moyen	177
2.4.	Régimes d'écoulement	177
2.5.	Notions de conductance	178
3.	Les phénomènes de surface	180
3.1.	La pression de vapeur saturante	180
3.2.	Interactions avec la surface	181
3.3.	En résumé	183
4.	Les différents types de pompes	184
4.1.	Généralités	184
4.2.	Les pompes volumétriques	185
4.3.	Les pompes à entraînement	186

4.4. Les pompes à fixation	188
5. Mesure du vide	190
5.1. Les manomètres mécaniques	190
5.2. Les jauges électriques	191
6. Conclusion	192
Références	192
VI - Les détecteurs utilisés dans le MEB – F. GRILLON, F. GASLAIN	193
1. Introduction	193
2. Les détecteurs d'électrons secondaires	193
2.1. Le détecteur d'Everhart et Thornley	193
2.2. Les détecteurs genre Everhart et Thornley situés au travers ou au-dessus de la lentille objectif	199
2.3. Le détecteur à microcanaux	201
2.4. Les détecteurs pour microscopes à pression contrôlée	202
3. Les détecteurs d'électrons rétrodiffusés	204
3.1. Les détecteurs mixtes	205
3.2. Les détecteurs Atrata, Centaurus, Robinson et dérivés	206
3.3. Les détecteurs à semi-conducteur	207
3.4. Détecteurs permettant l'exploitation des diagrammes de Kikuchi	210
4. Les détecteurs de courant d'échantillon	211
5. Les détecteurs d'électrons transmis	211
6. Les détecteurs de cathodoluminescence	212
7. Les détecteurs pour microscopes à faisceaux d'ions focalisés ou à double faisceau ionique et électronique	213
8. Conclusion	213
Références	214
VII - La formation et l'optimisation de l'image en MEB – A. JADIN	215
1. Introduction	217
2. La formation de l'image	217
2.1. Principe de l'imagerie électronique	217
2.2. Paramètres de l'image	219
2.3. Perturbations de l'image	221
2.4. Collecte du signal et enregistrement de l'image	221
3. L'optimisation de l'image	227
3.1. Choix des principaux paramètres	227
3.2. Amélioration du rapport signal/bruit	232
3.3. Amélioration de la résolution	233
3.4. Profondeur de champ	235
3.5. Distorsions de l'image	237
4. Conclusion	238
Références	238
VIII - Guide d'utilisation pratique du MEB – F. ROUSSEL, F. CHARLOT, F. GRILLON	239
1. Introduction	239
2. Le microscope électronique à balayage – découverte de l'instrument	239
2.1. Présentation générale de l'appareil	239
2.2. Préparation à l'observation	239
2.3. Mise en place de l'échantillon	239
2.4. Paramètres à définir pour optimiser les observations	241
2.5. Obtention des images X	246
3. Conclusion	247
Références	247
IX - La microscopie électronique à balayage à pression contrôlée – C. MATHIEU, M. REPOUX	249
1. Introduction	249
2. Aspects fondamentaux	249
2.1. Diffusion élastique	250
2.2. Processus d'ionisation	251
3. Aspects techniques	252
3.1. Pompage différentiel	252

3.2. Détection	254
4. Imagerie en pression contrôlée	260
4.1. Conséquence de la pression sur la résolution obtenue	261
4.2. Cas des détecteurs d'électrons rétrodiffusés	261
4.3. Cas des détecteurs à amplification gazeuse	262
4.4. Application aux échantillons hydratés	264
5. Microanalyse	265
5.1. Contribution du gaz résiduel	266
5.2. Atténuation des photons X	266
5.3. Génération de rayons X dans la zone périphérique du faisceau	267
5.4. Angle solide du détecteur	267
5.5. Précautions - Méthodes de correction	267
6. Conclusion	270
Annexes : unités de pression	271
Références	271

VIIIa – La microscopie à pression contrôlée - applications – M. REPOUX, C. MATHIEU, R. PASSAS, G. THOLLET

	275
1. Introduction	275
2. Le rôle du gaz en imagerie	275
2.1. Réglage de la pression pour l'élimination des phénomènes de charges	275
2.2. Pression et rapport signal sur bruit	276
2.3. Influence de la nature du gaz	278
2.4. Influence de l'énergie du faisceau incident	278
2.5. Conclusion	279
3. Micro-injection	280
3.1. Appareillage	280
3.2. Conditions opératoires	281
3.3. Application : ajout d'acide sur une feuille de papier	282
4. Hydratation et déshydratation	283
5. Autres exemples d'application in situ	284
5.1. Expérience à haute température	284
5.2. Traction sur un objet non conducteur	285
6. La microanalyse sous pression contrôlée	286
6.1. Ligne de profil	287
6.2. Cartographies X	287
7. Conclusion	289
Références	289
Annexes	290

IX - Le spectromètre de rayons X à sélection d'énergie (EDS) – J. RUSTE, F. BRISSET, A. MALCHERE, L. MANIGUET

	291
1. Introduction	291
2. Le spectromètre à sélection d'énergie (EDS)	292
2.1. Le détecteur solide	293
2.2. Les détecteurs en germanium	307
2.3. Positionnement géométrique d'un spectromètre EDS	309
2.4. L'électronique associée : la chaîne de traitement analogique	311
2.5. La chaîne de traitement numérique	322
2.6. Performances comparées des chaînes numériques et analogiques	333
3. Les détecteurs SDD	333
3.1. Le détecteur de type SDD (silicon drift detector)	334
3.2. Le microcalorimètre (ou bolomètre)	342
4. Conclusion	346
Références	347

IXa - L'analyse EDS – F. BRISSET, D. BOIVIN

	349
1. Introduction	349
2. Choix des paramètres	349
2.1. Paramètres du spectromètre	350

2.2. Paramètres du MEB	351
3. Acquisition du spectre	351
3.1. Préparation de l'échantillon et mise en place	351
3.2. Rappels sur le spectre	352
3.3. Acquisitions – Identification	353
4. Quantification	356
5. Conclusion	358
IXb - Les cartographies X EDS – A. MALCHERE, C. GENDARME, D. BOIVIN	359
1. Introduction	359
1.1. Caractéristiques des cartographies X	359
1.2. Point important	359
1.3. Les échantillons	359
2. Principe général d'acquisition d'une cartographie classique d'intensités X, aussi appelée cartographie en régions d'intérêts	360
2.1. Description des étapes de l'acquisition d'une cartographie X en ROI	360
3. Choix des paramètres d'acquisition	361
3.1. Géométrie de détection	361
3.2. Cas de cartographies X faites sur un champ large (de l'ordre du millimètre)	362
3.3. Tension d'accélération	362
3.4. Constante de mise en forme (ou constante de temps)	363
3.5. Temps mort (DT%)	363
3.6. Résolution des cartographies X (choix du nombre de pixels)	364
4. Cartographies classiques en régions d'intérêts (ROI)	366
4.1. Avantages et inconvénients des cartographies ROI	366
4.2. Mise en évidence des limites des cartographies ROI	366
5. Cartographies X semi-quantitatives	367
5.1. Principe	367
5.2. Avantages	367
5.3. Illustration	368
5.4. Limitations	368
6. Imagerie spectrale	369
6.1. Principe	369
6.2. Avantages	369
6.3. Illustration	369
Références	371
X - Les aspects technologiques de la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (WDS) _	373
A. CRISCI, J. RUSTE	373
1. Introduction	373
2. Le spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS)	373
2.1. Le spectromètre à dispersion de longueur d'onde	374
2.2. Géométrie des spectromètres dispersifs	374
2.3. Le cristal monochromateur	377
2.4. Le compteur proportionnel à flux gazeux	385
2.5. Dispositions des spectromètres	394
2.6. Dispositifs particuliers liés aux WDS	399
3. L'électronique associée	400
3.1. Le préamplificateur	400
3.2. L'amplificateur de mise en forme	401
3.3. L'analyseur monocanal	402
3.4. Le générateur de temps mort	406
4. Evolutions	407
4.1. Cristal de grande dimension	407
4.2. Spectromètre à cercle de Rowland de faible dimension	408
4.3. Analyseurs multicouches gravés	409
4.4. Spectromètre dédiés aux rayonnements de faibles énergies	410
5. Spectromètre à optique de collimation ou à faisceau parallèle	412
6. Spectromètre WDS sur MEB	415
7. Conclusion	419

Références	419
XI - Les spectrométries EDS et WDS : traitement des spectres – J. RUSTE	421
1. Introduction	421
2. Choix des conditions opératoires	421
2.1. En spectrométrie EDS	421
2.2. En spectrométrie WDS	425
3. Traitement des spectres	429
3.1. En spectrométrie EDS	429
3.2. En spectrométrie WDS	441
4. Détermination des "k-ratios"	447
4.1. En spectrométrie EDS	448
4.2. En spectrométrie WDS	449
5. Conclusion	450
Annexe	450
Références	452
XII - Les méthodes de quantification en microanalyse X – J.-L. POUCHOU	453
1. Introduction	453
2. Principes de la microanalyse X quantitative	455
2.1. Généralités	455
2.2. Expression générale de l'intensité X détectée	456
2.3. Analyse avec ou sans témoins	457
3. La procédure « ZAF »	459
3.1. Nombre d'ionisations engendrées au long du parcours	459
3.2. Pertes par rétrodiffusion	461
3.3. Absorption du rayonnement	462
3.4. Bilan partiel : corrections de nombre atomique et d'absorption	465
3.5. Effets de fluorescence	465
3.6. Expression complète de la correction « ZAF »	468
3.7. Exemples d'effets de matrice - Limites éventuelles de l'approche « ZAF »	468
4. La procédure « Phi(RhoZ) »	472
4.1. Conception générale des modèles de $\phi(\rho z)$	475
4.2. Expression générale des effets de matrice dans l'approche $\phi(\rho z)$	476
4.3. Calcul de l'aire de $\phi(\rho z)$	477
4.4. Coefficients d'absorption	478
5. Schéma itératif de quantification	481
6. Limites de la microanalyse quantitative	483
6.1. Présence d'une couche superficielle	483
6.2. Rugosité de surface	483
6.3. Homogénéité chimique de l'échantillon	484
6.4. Caractère isolant de l'échantillon	485
7. Conclusion	488
Références	488
XIIa - La microanalyse quantitative en WDS des éléments très légers – J. RUSTE	489
1. Problèmes spécifiques de l'analyse quantitative des éléments très légers	489
1.1. Faible émission X	489
1.2. Influence de la liaison chimique	489
1.3. Détection des rayonnements de faible énergie	490
1.4. Rayonnements d'ordre multiple	490
2. Préparation d'échantillons	491
3. Choix des paramètres opératoires	492
4. Anticontamination	492
5. Acquisition des données	494
5.1. Rayonnement caractéristique	494
5.2. Rayonnement de fond continu	494
6. Quantification	496
6.1. Quantification par droite d'étalonnage	496
6.2. Quantification par les calculs de correction	497

7.	Applications	497
7.1.	Aciers faiblement alliés	497
7.2.	Acier inoxydable austénitique de type 316 (AFNOR Z6CND17-12)	498
8.	Conclusion	499
	Annexes	499
	Références	500
XIII – Statistiques, précision et limites de détection en microanalyse X – F. ROBAUT		501
1.	Introduction	501
2.	Statistique de comptage	501
3.	Contrôle des comptages	502
4.	Filtrage statistique des comptages	502
5.	Estimation des paramètres de la distribution	504
6.	Précision statistique	505
6.1.	Comptage de N photons	505
6.2.	Intensité d'une raie	505
6.3.	Teneur massique	506
7.	Intervalle de confiance de la concentration apparente	506
8.	Optimisation des temps de comptage	507
9.	Limite de détection et d'identification	509
9.1.	Méthode dite des 3 sigmas	509
9.2.	Notion de risque α et β	510
9.3.	Calcul de la limite d'identification	511
10.	Incertitudes et précision	512
11.	Conclusion	513
	Références	513
XIV - L'analyse d'échantillons stratifiés – J.-L. POUCHOU		515
1.	Introduction	515
2.	Sensibilité de la microanalyse X à la surface	516
3.	Principe de la microanalyse X d'échantillons stratifiés à l'aide de modèles analytiques de $\phi(\rho z)$	519
3.1.	Expression générale de l'intensité X émergente	519
3.2.	Paramétrage de la distribution $\phi(\rho z)$	520
3.3.	Limites de l'approximation utilisée pour $\phi(\rho z)$	521
4.	Quelques exemples de variations de k-ratios avec la tension	523
4.1.	Cible de faible numéro atomique: Al / Mg / substrat Si	523
4.2.	Cible de numéro atomique moyen: Cr / Ni / substrat Fe	526
4.3.	Modes de représentation	528
4.4.	Effets de fluorescence	528
4.5.	Exemple de situation inextricable (éléments communs)	530
4.6.	Déblocage d'une situation inextricable par un élément tiers	532
4.7.	Utilisation de 2 raies d'un même élément	533
5.	Méthodes itératives	534
5.1.	Situations sans élément commun: itération simple	534
5.2.	Situations avec éléments communs: itération complexe	535
6.	Conclusion	538
	Références	538
XV - La cristallographie appliquée à l'EBSD – T. BAUDIN, A.-L. HELBERT		539
1.	Introduction	539
2.	Rappels de cristallographie	539
2.1.	Le cristal	539
2.2.	Classification des cristaux	541
3.	Description et représentation des orientations cristallographiques	542
3.1.	Les indices de Miller, les figures de pôles directes et inverses	542
3.2.	Direction ou rangée cristallographique	542
3.3.	Les angles et l'espace d'Euler	548
3.4.	Le vecteur et l'espace de Rodriguès	549
3.5.	Comparaison des modes de description et de représentation des orientations cristallographiques	550
4.	Caractérisation de la texture	550

4.1.	Principe de la diffraction	551
4.2.	Mesure de la texture par diffraction des rayons X ou des neutrons	552
4.3.	Mesure d'orientations par EBSD	553
4.4.	Calcul de la FDOC (Fonction de Distribution des Orientations Cristallines)	553
5.	Caractérisation de la nature des joints de grains	556
5.1.	Les joints CSL	556
5.2.	Texture de joints de grains	557
5.	Conclusion	558
	Références	558
 XVI - L'EBSD : historique, principe et applications – T. BAUDIN, F. BRISSET		 561
1.	Introduction	561
2.	Historique	562
3.	Principe et mise en œuvre de l'EBSD	566
3.1.	Principe de l'EBSD	566
3.2.	Principe de l'indexation des diagrammes EBSD	566
3.3.	Recherche d'une orientation absolue (hkl)[uvw]	568
3.4.	Indexation automatique des diagrammes EBSD	569
3.5.	Cartographie d'orientation	571
4.	Quelques exemples d'application	579
4.1.	Etude de la déformation	579
4.2.	Etude de la recristallisation	581
4.3.	Etude de la croissance granulaire	584
4.4.	Etude de la recristallisation dynamique	586
4.5.	Etude des transformations de phases	587
4.6.	Etude de dépôts de surface	587
4.7.	Autres matériaux	588
5.	Conclusion	589
	Références	590
 XVIa - L'analyse EBSD – F. BRISSET		 593
1.	Introduction	593
2.	Présentation du système	593
2.1.	Rappel des éléments constitutifs	593
3.	Acquisition	594
3.1.	Installation et étalonnage	594
3.2.	Réglages et ajustements	596
4.	Conclusion	599
	Références	600
 XVII – Diffraction de type Kikuchi en mode transmission (TKD) E. BOUZY, F. BRISSET, E. BRODU		 601
1.	Introduction	601
1.1.	Les différents modes de diffraction en MEB	601
1.2.	Les différents modes de diffraction en MET	602
1.3.	Comparaison entre les techniques de diffraction mise en œuvre dans le MEB et dans le MET	606
1.4.	Rappel historique	608
2.	TKD en mode dit conventionnel ou off-axis	609
2.1.	Contexte	609
2.2.	Principe du TKD en mode off-axis	610
2.3.	Les différents dispositifs expérimentaux	610
2.4.	Spécificités des diagrammes de TKD par rapport aux diagrammes EBSD	610
2.5.	Mise en œuvre	611
2.6.	Exemples d'acquisition par TKD en mode off-axis	612
3.	TKD en mode on-axis	615
3.1.	Contexte	615
3.2.	Principe du TKD en mode on-axis	616
3.3.	Les différents dispositifs expérimentaux	616
3.4.	Spécificités des diagrammes de TKD en mode on-axis par rapport aux diagrammes off-axis	617
3.5.	Mise en œuvre	618

3.6. Performances	623
3.7. Application aux matériaux nanocristallins	625
3.8. Application aux céramiques	627
3.9. Application aux matériaux sensibles aux dégâts d'irradiation	627
3.10. Application aux matériaux légers	628
4. Conclusion	629
Références	630
XVIII – L'imagerie par contraste de canalisation des électrons (ECCI) – N. MALOUFI, H. MANSOUR	633
1. Introduction	633
2. Conditions expérimentales	637
2.1. Sonde électronique	637
2.2. Préparation de l'échantillon	638
2.3. Configuration géométrique faible ou forte inclinaison de l'échantillon	638
3. Principe et formation d'un diagramme de canalisation ECP	639
4. Principe et formation d'un diagramme de canalisation SACP	641
5. Orientation du cristal en condition de canalisation	642
6. Application de la technique ECCI à la caractérisation des dislocations	644
7. Conclusion	648
Remerciements	649
Références	650
XIX - Simulation des trajectoires électroniques par méthode de Monte Carlo : stratégies possibles et applications au MEB et à la microanalyse X – J.-L. POUCHOU	653
1. Introduction	653
2. Les modèles simplifiés de simulation	653
2.1. Approche de diffusion simple	653
2.2. Approche de diffusion multiple	655
2.3. Principales applications possibles des approches simplifiées (diffusion simple ou multiple)	656
3. Les modèles évolués de simulation	658
3.1. Principes généraux	658
3.2. Limitations liées au traitement individuel des interactions – Réduction de variance par renforcement artificiel des sections efficaces	661
3.3. Application à la distribution en profondeur du rayonnement – Comparaison de diverses approches	664
3.4. Quelques applications des procédures évoluées de simulation	665
4. Conclusion	675
Références	675
XX – Les matériaux isolants en MEB et en microanalyse X – J. CAZAUX	677
1. Introduction	677
2. Propriétés spécifiques des isolants	677
2.1. Conductivité électrique et constante diélectrique	677
2.2. Emission électronique secondaire	679
3. Phénomènes de charge en MEB : influence de la focalisation	683
3.1. Généralités	683
3.2. Mode défocalisé, échantillon épais et homogène	684
3.3. Mode focalisé	689
3.4. Mode balayage	692
4. Autres effets en MEB et en microanalyse X	693
4.1. Echantillon métallisé avec mise à la masse	693
4.2. Métallisation flottante et contamination	697
4.3. L'effet des ions positifs en microscopie environnementale	697
4.4. Isolant relativement mince sur substrat à la masse	699
4.5. Conclusion partielle	700
5. Mesures et stratégies	700
5.1. Mesures	700
5.2. Stratégies	705
6. Conclusion	708
Références	708

XXa - Les matériaux isolants – A. JADIN, M. SIMOES	711
1. Introduction	711
2. Mise en évidence du phénomène de charge : alumine sur acier	711
3. Un exemple représentatif : les polymères	713
3.1. Interaction électrons-polymères	713
3.2. Conductivité électrique et thermique	713
3.3. Composition	714
4. Observation d'un polymère chargé	714
4.1. Description de l'échantillon	714
4.2. Observation	714
5. Observation d'un composite polymère-bois	715
5.1. Description de l'échantillon	715
5.2. Observation	715
6. Observation d'un papier revêtu d'une couche de polymère	716
6.1. Description de l'échantillon	716
6.2. Observation	716
7. Observation d'une éponge cellulosique	717
7.1. Description de l'échantillon	717
7.2. Observation	717
8. Conclusion	718
XXI - La métallisation des échantillons – F. ROUSSEL	719
1. Introduction	719
2. Observation d'échantillons non conducteurs au MEB	719
3. Techniques de métallisation	720
3.1. Évaporation sous vide secondaire	721
3.2. Évaporation sous vide primaire	722
3.3. Pulvérisation cathodique ou sputtering	723
4. Méthodes de contrôle d'épaisseur déposée	724
5. Exemples de métallisations observées au MEB	724
6. Conclusion	725
Références	726
XXII – Un aperçu des techniques de préparation des échantillons biologiques – P. HALLEGOT	727
1. Introduction	727
2. Premières approches	727
3. Un focus sur les principales étapes de préparation	727
3.1. La voie chimique	728
3.2. La voie cryogénique	730
3.3. La microscopie à pression contrôlée et la microscopie à chambre environnementale d'échantillons biologiques hydratés	732
4. Quelques commentaires sur les techniques de préparation et les conditions d'observation	732
5. Autres techniques en microscopie électronique à balayage	732
5.1. Cellules environnementales	732
5.2. Polissage ionique et FIB	732
5.3. Accessoire STEM	733
6. Microanalyse et biologie	733
7. Conclusion	733
Références	733
XXIIa – Exemples de préparations et observations d'échantillons biologiques en MEB – D. DUPEYRE, J.P. LECHAIRE, P. HALLEGOT	735
1. Introduction	735
2. Préparation de l'échantillon	735
2.1. Déshydratation à température ambiante	735
2.2. Déshydratation par lyophilisation	735
2.3. Déshydratation par la Méthode du Point Critique	736
2.4. Déshydratation chimique	737
2.5. Inclusion dans une résine	737
2.6. Sections sans inclusion préalable et sections à froid	738

2.7. Autres possibilités	739
3. Préparation spécifique pour observation hydratée en MEB conventionnelle	739
4. Congélation rapide de l'échantillon, cryo-fracture et observation à froid	740
5. Polissage ionique de l'échantillon	740
6. Le mode environnemental	740
7. Les conditions d'imagerie	741
7.1. Métallisation par sputtering	741
7.2. L'observation	741
8. Conclusion	742
Références	742

XXIII - Reconstruction 3D de surfaces rugueuses à partir d'images stéréoscopiques de MEB – D. BOIVIN, J.-L. POUCHOU **743**

1. Introduction	743
2. Rappel du principe général de la stéréovision	743
3. Application de la stéréovision au cas particulier du MEB	743
3.1. Principe général	743
3.2. Mise en correspondance des pixels homologues – Différentes approches	745
3.3. Aspects expérimentaux	749
4. Exemples d'application	752
4.1. Comparaison "Stéréo3D au MEB" avec l'AFM	752
4.2. Caractérisation d'un grand champ de rugosité élevée	753
4.3. Caractérisation d'une faible rugosité	755
5. Conclusion	756
Références	756

XXIIIa - Reconstruction 3D de surfaces rugueuses à partir d'images stéréoscopiques de MEB, complément pratique – D. BOIVIN, J.-L. POUCHOU **757**

1. Introduction	757
2. Exploitation d'une paire stéréoscopique	757
2.1. Estimation manuelle du dénivelé entre deux détails particuliers de la surface	757
2.2. Construction de l'anaglyphe	758
2.3. Reconstruction 3D de la surface avec le logiciel 3D_TOPx	759
3. Influence des paramètres gouvernant la reconstruction	760
3.1. Paramètres d'acquisition et résolution altimétrique	760
3.2. Alignement des images avec l'axe mécanique d'inclinaison	761
3.3. Signal et rapport Signal/Bruit des images électroniques	766
3.4. Dimension fenêtre de corrélation	767
4. Conclusion	767
Annexes	768

XXIV - Image MEB : du traitement numérique à l'analyse quantitative – J.M. CHAIX, J.M. MISSIAEN **769**

1. Introduction	769
2. De l'œil à l'image numérique	769
2.1. L'œil et l'image	770
2.2. Les images numériques	770
2.3. Définition de l'image et résolution spatiale	771
2.4. Profondeur de l'image et résolution en intensité - dynamique de l'image	771
2.5. Acquisition des images sur MEB	772
2.6. Gestion des images numériques	774
2.7. Visualisation – « LUT »	775
3. Traitement de l'image en niveaux de gris	775
3.1. Traitement point par point	775
3.2. Seuillage – segmentation	776
3.3. Filtrage de l'image en niveaux de gris	776
3.4. Opérations arithmétiques sur les images	779
3.5. Transformations géométriques	779
3.6. Transformations fréquentielles : transformée de Fourier	779
4. Traitement de l'image binaire - morphologie mathématique	781
4.1. Bases	781

4.2. Opérations élémentaires de morphologie mathématique	781
4.3. Application : extraction d'informations et suppression de défauts	784
5. Les problèmes de bords d'image	784
6. La mesure en analyse d'images – stéréologie	785
6.1. Introduction : analyse individuelle, analyse structurale	785
6.2. Analyse individuelle d'une population d'objets	786
6.3. Analyse de la structure d'un ensemble	787
7. Images 3D	793
7.1. Paires stéréographiques	793
7.2. Volumes 3D	793
8. Conclusion	797
Références	798
XXV - Le MEB STEM – F. GRILLON, F. ROUSSEL, G. WILLE, F. CHARLOT	799
1. Principe du MEB STEM	799
2. Utilisation du détecteur	802
3. Simulation de Monte-Carlo	803
4. Apport des observations STEM sur des échantillons biologiques	804
Références	805
XXVI – Les essais mécaniques in situ – R. CHIRON	807
1. Introduction	809
2. Présentation d'un dispositif de traction in situ	809
2.1. La machine de traction	810
2.2. Electronique, interfaçage et logiciel de contrôle et d'acquisition des données	811
2.3. Préparation des éprouvettes	811
3. Essai de traction à température ambiante sur du nickel polycristallin	812
3.1. Mise en place de l'éprouvette	812
3.2. Conduite de l'essai	812
4. Analyse des données : microextensométrie par corrélation d'images et EBSD	815
4.1. Présentation des résultats de l'analyse	816
4.2. Autres résultats issus de l'analyse	818
5. Conclusion	819
Références	820
XXVII - La maintenance et le contrôle du MEB et de la microanalyse X – F. GRILLON, C. GENDARME, F. GASLAIN	821
1. Introduction	821
2. Maintenance des microscopes	821
1.1. Changement de filament	821
1.2. Nettoyage de la colonne	822
1.3. Le système de vide	822
3. Contrôle du microscope électronique à balayage	823
3.1. Saturation du filament	823
3.2. Le miroir électrostatique	824
3.3. Contrôle des détecteurs	825
3.4. Contrôle des grandissements et des micromètres	827
3.5. Contrôle des distorsions et de la linéarité	828
3.6. Stabilités	829
3.7. Résolution	830
3.8. Courant de sonde	830
4. Contrôle du spectromètre à sélection d'énergie (EDS)	830
4.1. Isolation électrique du détecteur	830
4.2. Cas des détecteurs Si(Li), contrôle du dewar d'azote liquide	831
4.3. Forme des pics du spectre EDS	831
4.4. Résolution du détecteur	832
4.5. La fenêtre	832
4.6. La chaîne de mesure	833
4. Conclusion	834
Références	834

XXVIII - L'assurance qualité et la normalisation – F. GRILLON, M. REPOUX	835
1. Introduction	835
2. Assurance qualité	835
2.1. Intérêt et but	835
2.2. Norme EN ISO/CEI 17025	835
3. Mise en application de la norme, difficultés et limitations	839
4. Utilisation du microscope électronique à balayage en métrologie	840
5. Normalisation	841
6. Conclusion	841
XXIX - La place du MEB dans les techniques expérimentales – J. RUSTE	843
1. Introduction aux techniques expérimentales	845
2. Energie et interactions	845
3. Résolutions et limites de détection	847
3.1. Résolutions spatiales	848
3.2. Résolutions spectrales	851
3.3. Limite de détection	852
4. Les techniques d'observation	853
4.1. La microscopie optique	854
4.2. La microscopie électronique en transmission (TEM)	855
4.3. Les microscopies à champ proche (STM et AFM)	856
4.4. La microscopie ionique à champ et la sonde atomique tomographique (TAP)	858
5. Les techniques d'analyse	861
5.1. Les techniques d'analyse élémentaire - spectrométries d'émission	861
5.2. Les technique d'analyse élémentaire - spectrométries d'absorption	866
5.3. Les techniques d'analyse de surface	867
5.4. Les technique d'analyse non-élémentaire - spectroscopie moléculaire	874
6. Conclusion	880
Références	880
Annexe	880
XXX - Le microscope à double colonne MEB- FIB – F. ROBAUT, M. REPOUX, J. RUST, G. AUVERT	885
1. Introduction	889
2. Fonctionnement du microscope à faisceau d'ions	889
2.1. La source d'ions	889
2.2. La colonne ionique	891
2.3. La chambre et le porte-échantillon	892
3. Interaction ions-matière	893
3.1. Implantation des ions gallium et amorphisation	894
3.2. Emission d'électrons et d'ions secondaires	895
3.3. Gravure	897
4.4. Dépôt	899
4. Applications	901
4.1. Coupe transverse d'une particule	901
4.2. Coupes transverses en microélectronique	901
4.3. Micro-usinage d'une pointe	903
4.4. Modification de la connexion électrique d'un circuit	903
4.5. Fabrication de lames minces pour le TEM	904
4.6. Analyse ionique	905
5. Conclusion	906
Références	906
XXXI - Une introduction à la MET – P. DONNADIEU	907
1. Introduction	907
2. Microscope Electronique en Transmission (MET) : image et diffraction	907
2.1. Formation d'images en MET	907
2.2. Diffraction électronique	909
2.3. Contrastes des images	910
3. Microscopie conventionnelle : imagerie des microstructures	910

3.1. Microstructure biphasée et effet d'ordre chimique	911
3.2. Précipitation durcissante dans les alliages d'aluminium	912
4. Microscopie haute résolution : imagerie des structures	913
5. Le MET analytique	915
6. Conclusions	916
Références	916
XXXII - La microanalyse X sur échantillons minces – J. RUSTE	917
1. Introduction	917
2. Microanalyse X et résolution spatiale	917
3. Microanalyse X sur échantillon mince	919
4. Microanalyse X quantitative	921
4.1. Emission X d'une lame mince	921
4.2. Méthode de Tixier-Philibert	924
4.3. Méthode de Cliff-Lorimer	924
4.4. Méthode de Van Cappellen	926
4.5. Méthode de Marshall et Hall	927
5. Exemples d'application	929
5.1. Applications métallurgiques	929
5.2. Application biologique	931
6. Conclusion	934
Références	934
XXXIII - Une introduction à la cathodo-luminescence des semi-conducteurs – F. DONATINI	935
1. Introduction	935
2. Origine de la CL dans les semi-conducteurs	935
3. Montage expérimental	936
4. Paramètres importants	938
5. Quelques exemples	938
6. Développements récents	941
Références	941
XXXIV - Une introduction à la spectrométrie Raman – A. CRISCI, G. WILLE	943
1. L'effet Raman	943
1.1. Le modèle classique	943
1.2. Le modèle de transfert d'énergie	944
1.3. Autres modèles	944
1.4. Informations extraites d'un spectre Raman	945
1.5. Spectres Raman et courbes de dispersion des phonons	946
2. Instrumentation	948
2.1. La source de photons : le laser	948
2.2. Le spectromètre Raman	949
3. Exemples d'application	950
3.1. Identification de composés	951
3.2. Choix de la longueur d'onde excitatrice	953
3.3. Cartographie Raman	954
3.4. Imagerie globale	955
4. Couplage MEB-Raman	955
4.1. Vers le couplage du MEB et du micro-spectromètre Raman	955
4.2. Pourquoi coupler MEB et Raman	956
4.3. Aspects techniques du couplage	956
4.4. Utilisation d'un spectromètre Raman dans un MEB	958
5. Conclusion	961
Références	961
Liste des symboles	963